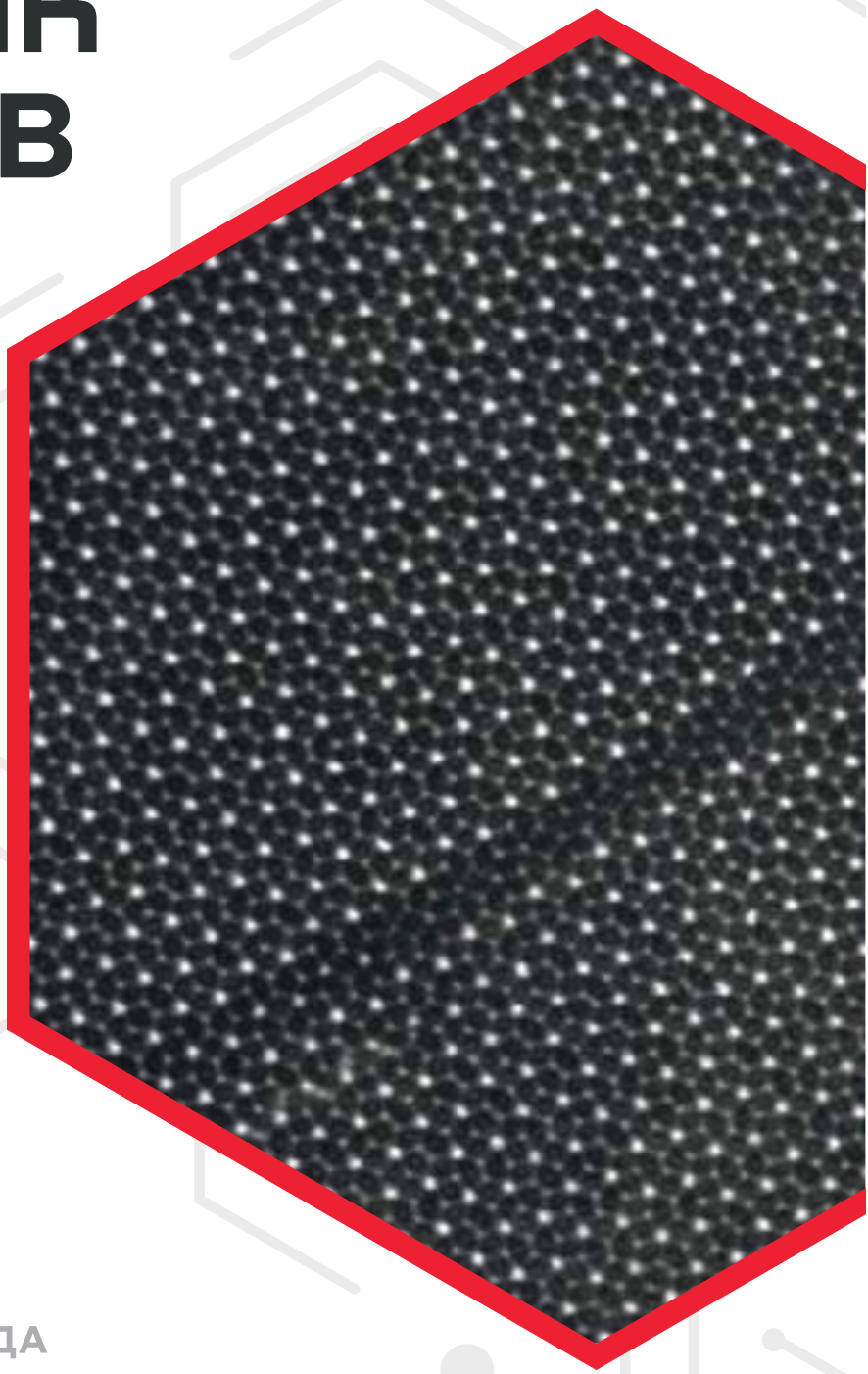
XXIX

РОССИЙСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ ПО ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Современные методы электронной, зондовой микроскопии и комплементарных методов

в исследованиях наноструктур и наноматериалов

СБОРНИК ТЕЗИСОВ



RCEM2022

29–31 АВГУСТА 2022 ГОДА

XXIX Российская конференция по электронной микроскопии

29-31 августа 2022 г.

Сборник тезисов

XXIX Российская конференция по электронной микроскопии «Современные методы электронной, зондовой микроскопии и комплементарных методов исследованиях наноструктур и наноматериалов». г. Москва, 29 – 31 августа 2022 г. 633 с.

В сборнике опубликованы материалы XXIX Российской конференции по электронной микроскопии «Современные методы электронной, зондовой микроскопии и комплементарных методов исследованиях наноструктур и наноматериалов», прошедшей 29-31 августа 2022 г. в Москве. Представлены тезисы докладов в соответствии тематическими секциями: «Новые методы просвечивающей и растровой микроскопии», «Крио-ЭМ и применение электронной, конфокальной сканирующей микроскопии в биологии и медицине», «Электронная микроскопия, электронная дифракция и микроанализ в исследовании новых материалов и процессов», «Растровая электронная и ионная микроскопия. In-situ исследования в РЭМ», «Электронная микроскопия в геологии», «Методы электронной микроскопии и микроанализа в исследованиях предметов культурного наследия», «Сканирующая зондовая микроскопия», «Исследование сверхбыстрых процессов, фемтосекундная микроскопия, динамическая электронная кристаллография», «Электронная и ионная литография. Микроскопия и современные технологии», «Комплементарные методы».

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

© 2022, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

Оглавление

ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ 23
ПРОГРАММНЫЙ КОМИТЕТ 24
ПРОГРАММА УСТНЫХ ДОКЛАДОВ НА РКЭМ 2022 25
29 АВГУСТА 32
ПРИГЛАШЕННЫЕ ДОКЛАДЫ 33
Порядок и беспорядок в катодных материалах металл-ионных аккумуляторов 34
Абакумов А.М. 34
EDXS or EELS for microanalysis in the TEM 36
Buffat P.A. 36
ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ, ЭЛЕКТРОННАЯ ДИФРАКЦИЯ И МИКРОАНАЛИЗ В ИССЛЕДОВАНИИ НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ И ПРОЦЕССОВ 39
Влияние облучения тяжелыми ионами на оксидные включения в сталях Eurofer ODS и ODS 13,5Cr-0,3Ti 40
Рогожкин С.В., Богачев А.А., Никитин А.А., Васильев А.Л., Пресняков М.Ю., Томут М., Trautmann Ch.
Зернистая структура тонких эпитаксиальных слоев системы Ge-Sb-Te, выращенных на кремниевой подложке 42
Боргардт Н.И., Зайцева Ю.С., Приходько А.С.
Исследования механизмов золото-индуцированной кристаллизации субоксида кремния с помощью просвечивающей электронной микроскопии 44
Бацанов С.А., Вдовин В.И., Гутаковский А.К., Замчий А.О., Баранов Е.А.
Пористые пленки PZT и композиты на их основе 46
Жигалина О.М., Атанова А.В., Хмеленин Д.Н., Серая О.В., Серегин Д.С., Воротилов К.А.
Однофазная и двухфазная кристаллизация фторидов в канале однослойных углеродных нанотрубок 49
Закалюкин Р.М., Левкевич Е.А., Кумсков А.С., Орехов А.С.
Сравнительное исследование морфологии продуктов изнашивания, поверхности трения и пленки переноса радиационных модификаций ПТФЭ и композитов на его основе 52
Садовская Н.В., Авилов А.С., Хатипов С.А.
The mechanism of formation microcrystals with five-fold symmetry 55
Ivan S. Pavlov, Anna G. Ivanova, Vladimir P. Filonenko, Alexei E. Voloshin, Pavel V. Zinin, Alexander L. Vasiliev
Дефектная структура плёнки α-Ga_2O_3, выращенной на с-грани подложки сапфира, по данным ПЭМ 57
Мясоедов А.В., Павлов И.С., Печников А.И., Степанов С.И., Николаев В.И.

НОВЫЕ МЕТОДЫ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ И РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ 59

Комплекс дифракционного картирования для просвечивающей электронной микроскопии 60

Каратеев И.А., Овчаров А.В., Каратеева К.Г., Преснякова Н.Н.

Количественная оценка влияния предварительной пластической деформации на характеристики хрупкого излома с помощью метода конфокальной лазерной сканирующей микроскопии 62

Данилов В.А., Мерсон Д.Л.

Электронно-оптическая система растрового электронного микроскопа с ахроматической отклоняющей системой 64

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

Разработка программного модуля моделирования формы электронного пучка для количественного анализа ПРЭМ изображений 66

Ястремский Е.В., Каратеев И.А., Васильев А.Л.

МЕТОДЫ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ И МИКРОАНАЛИЗА В ИССЛДЕОВАНИИ ПРЕДМЕТОВ КУЛЬТУРНОГО НАСЛЕДИЯ 68

Растровая электронная микроскопия, микроанализ и комплементарные методы в изучении средневекового текстиля, декорированного золотными нитями 69

Созонтов Е.А., Трунькин И.Н., Грешников Э.А., Елкина И.И., Малахов С.Н., Тихомиров С.А., Кондратьев О.А., Ступников А.А.

30 АВГУСТА 71

ПРИГЛАШЕННЫЕ ДОКЛАДЫ 72

Quantum state tomography by ultrafast diffraction 73

Zheng Li, R.J. Dwayne Miller, A.A. Ischenko

Исследование макета преобразователя механической энергии на основе нанокристаллических пленок $BaTiO_3$ и углеродных нанотрубок 75

Вакулов З.Е., Соболева О.И., Томинов Р.В., Ильина М.В., Смирнов В.А., Агеев О.А.

Крио-ЭМ или РСА? Стратегия структурных исследований ферментов на примере бета-галактозидазы. 77

Самыгина В.Р., Пичкур Е.Б., Киль Ю.В., Сергеев В.Р., Рычков Г.Н.

ИССЛЕДОВАНИЕ СВЕРХБЫСТРЫХ ПРОЦЕССОВ, ФЕМТОСЕКУНДНАЯ МИКРОСКОПИЯ, ДИНАМИЧЕСКАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ КРИСТАЛЛОГРАФИЯ 79

Исследование квантово-размерных эффектов в тонких кристаллах с помощью коротких электронных импульсов 80

Асеев С.А., Ионин В.В., Ищенко А.А., Киселев А.В., Кочиков И.В., Лотин А.А., Мироно Б.Н. Рябов Е.А.

РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ И ИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ. 82

Скольжение перегибов на частичных дислокациях в 4H-SiC под влиянием облучения электронным пучком 83

Якимов Е.Е., Якимов Е.Б.

Характеризация пористости полимерных трековых мембран с помощью растровой электронной микроскопии 85

Подкур П.Л., Волчков И.С., Долуденко И.М., Кошелев И.О., Каневский В.М.

СКАНИРУЮЩАЯ ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ 87

Характеризация вертикально ориентированных углеродных нанотрубок методом силовой микроскопии пьезоотклика 88

Ильина М.В., Соболева О.И., Полывянова М.Р., Ильин О.И.

ЭЛЕКТРОННАЯ И ИОННАЯ ЛИТОГРАФИЯ 90

Ионная литография для создания оптических метаматериалов для видимого диапазона 91

Артемов В.В.

Успехи и перспективы сфокусированных ионных пучков с газовым автоионным источником 93

Петров Ю.В., Вывенко О.Ф.

Моделирование распыления материала фокусированным ионным пучком методом функций уровня с учетом вторичных эффектов 95

Румянцев А.В., Боргардт Н.И.

КОМПЛЕКТАРНЫЕ МЕТОДЫ 97

Особенности исследования наноразмерных особенностей в гетерогенных сталях ..98

Хомич А.А., Рогожкин С.В., Никитин А.А., Богачев А.А., Лукьянчук А.А., Разницын О.А., Шутов А.С.

Применение рентгеновских методов комплементарно с другими методами анализа функциональных материалов на основе твёрдых растворов висмутидов III-V групп 100

Лихачёв И.А., Пашаев Э.М., Субботин И.А., Васильев А.Л., Трунькин И.Н.

ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ В ГЕОЛОГИИ 102

Кристаллообразование при термической деструкции шунгита 103

Товпенец Т.Ю.

КРИО-ЭМ И ПРИМЕНЕНИЕ ЭЛЕКТРОННОЙ, КОНФОКАЛЬНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ МИКРОСКОПИИ В БИОЛОГИИ И МЕДИЦИНЕ 105

Морфологическое разнообразие комплексов Dps-ДНК....106

Камышинский Р.А., Чесноков Ю.М., Дадинова Л.А., Можаев А.А., Васильев А.Л., Штыкова Э.В.

Влияние 4-гексилрезоцина на структуру конденсированной ДНК в клетках Escherichia coli. 107

Генералова А. А., Зайцев П. А., Моисеенко А. В., Лойко Н. Г., Соколова О. С., Крупянский Ю.Ф.

Структура фикобилисомы цианобактерии Arthrospira platensis....109

Сухинов Д.В., Чесноков Ю.М., Плохих К.С., Рогов А.Г., Готовцев П.М., Сергеева Я.Э.

Айлантон, компонент препаратов восточной медицины, связывается с А-сайтом эукариотической рибосомы и ингибирует рост опухолевых клеток 111

Сорокин И.И., Пичкур Е.Б., Гараева Л.А., Штам Т.А., Коневега А.Л., Дмитриев С.Е.

Крио-ЭМ структура Bh29, представляющего новое семейство пролин-богатых антимикробных пептидов, ингибирующих биосинтез белка 112

Пичкур Е. Б., Пантелеев П. В., Полесскова Е. В., Шуленина О. В., Мясников А. Г., Овчинникова Т. В., Коневега А. Л.

Накопление ионов железа в полости белка Dps 114

Чесноков Ю.М., Камышинский Р.А., Можаев А.А., Дадинова Л.А.

Структура 80S рибосомы Candida albicans по данным криоэлектронной микроскопии 116

Усачев К.С., Згадзай Ю.О., Колосова О.А., Стеценко А., Ву Ч., Брукле Д., Валидов Ш.З., Дженнер Л., Рогачев А., Юсупова Г., Сакс М., Гуськов А.И., Юсупов М.М.

Структура и динамика взаимодействия терапевтического антитела REGN10987 с S-белками вируса SARS-CoV-2 вариантов Дельта и Омикрон 118

Шенкарев З.О., Пичкур Е.Б., Нольде Д.Е., Варижук А., Кочаровская М.В., Кирпичников М.П., Люкманова Е.Н.

31 АВГУСТА 120

КРИО-ЭМ И ПРИМЕНЕНИЕ ЭЛЕКТРОННОЙ, КОНФОКАЛЬНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ МИКРОСКОПИИ В БИОЛОГИИ И МЕДИЦИНЕ (ПРОДОЛЖЕНИЕ) 121

Ультраструктурная организация реплицирующегося хроматина растений 122

Арифулин Е.А., Кузнецова М.А., Гурьянов Ф.А., Сорокин Д.В., Поташникова Д.М., Широкова О.М. Шеваль Е.В.

Изменения ультраструктуры соматических ядер инфузории Climacostomum virens в процессе инцистирования (при криптобиозе) 124

Караджян Б.П., Леонова О.Г., Скарлато С.О., Попенко В.И.

Особенности ультраструктурной организации митохондриального аппарата скелетной мышцы. 126

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

Обнаружение упорядоченных кластеров системы ОКСФОС митохондрий на складках крист в интактных митохондриях сердца с помощью криогенной электронной микроскопии 128

Плохих К.С., Чесноков Ю.М., Нестеров С.В., Камышинский Р.А., Рогов А.Г., Ягужинский Л.С., Василов Р.Г.

Существует ли капсула кариосферы в ооцитах травяной лягушки? Электронно-микроскопическое исследование 130

Боголюбов Д.С.

Электронно-микроскопическое исследование щелевых контактов глиальных опухолей головного мозга 132

Кириченко Е.Ю., Логвинов А.К.

Применение низковольтной сканирующей электронной микроскопии для изучения морфологии агранулоцитов пациента с тяжелым течением COVID-19 134

Вельмискина А.А., Михайловский В.Ю., Никитин Ю.В., Галактионов Н.К., Мосенко С.В., Анисенкова А.Ю., Шнейдер О.В., Щербак С.Г., Иванов А.М., Кондратов К.А.

Свойства и функции малого белка теплового шока фитопатогенной микоплазмы Acholeplasma laidlawii, выявленные при помощи методов электронной микроскопии 136

Вишняков И.Е., Чернова Л.С., Живайкина Д.А., Каюмов А.Р.

Сравнительный анализ минеральных включений флаговых листьев диплоидных и гексаплоидных культурных видов овса (Avena L.) 138

Кузьмина Ю.И.

Ветвистоусые ракообразные (Crustacea: Cladocera) из отложений позднего эоцена Тибета 140

Неретина А.Н., Котов А.А., Сюй С.-Т.

Структурные характеристики шелка и его секреции у водяных клещей на примере Limnesia maculata (O.F. Müller, 1776) (Acariformes, Limnesiidae) 142

Шатров А.Б., Солдатенко Е.В., Бенкен К.А., Петров А.А.

СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ 144

СЕКЦИЯ 1. НОВЫЕ МЕТОДЫ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ И РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ 145

Investigation of thermal stability of Nanostructured CoCrFeNiCu high-entropy alloy 146

Poliakov M.V., Mikhaylov I.A., Grishin T.S., Volkova L.S., Rogachev A.S.

3D Electron Tomography for Battery Materials 148

Lipovskikh S., Morozov A., Abakumov A.

Разработка методик для исследования внеклеточных везикул 150

Никишин И.И., Сенковенко А.М., Чевкина Е.М., Скрябин Г.О., Багров Д.В.

Metastable states in exchange-coupled ferromagnetic disks 153

Tatarskiy D.A., Pashen'kin I.Yu., Skorokhodov E.V., Gusev S.A.

Электронно-оптические системы (ЭОС) с ускорением электронов пучка электростатическим полем 155

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

Quantum state tomography by ultrafast diffraction 157

Zheng Li, R.J. Dwayne Miller, Ischenko A.A.

Кинетика монте-Карло моделирования роста 2D моно- и нанокристаллов халькогенидов галлия и перенос заряда в них 159

Асадов С.М., Мустафаева С.Н.

Фрактальный анализ магнитооптической визуализации процесса перемагничивания постоянного магнита в импульсном поле 161

Зигерт А.Д., Дунаева Г.Г., Кузьмин Н.Б., Сдобняков Н.Ю., Иванова А.И., Семенова Е.М.

Исследование поверхности металлических электролитических покрытий методом конфокальной лазерной сканирующей микроскопии 164

Денисова А.Г., Данилов В.А.

О возможностях максимально точного измерения электронограмм 166

Кулыгин А.К., Авилов А.С.

Мультифрактальная спектроскопия зарядки одиночных волокон и нейроморфных сетей под электронным пучком в условиях СЭМ 169

Бурьянская Е.Л., Градов О.В., Ольхов А.А., Иорданский А.Л., Холуйская С.Н.

Углеродные точечные полевые эмиттеры ионов 173

Бернацкий Д.Л., Павлов В.Г.

Квантовый размерный эффект в тонкой монокристаллической пленке при среднийх энепгиях электронов 175

Шкорняков С.М.

Магнитные наводки на STEM-изображениях: механизм формирования, моделирование и восстановление 176

Заводов А.В., Зайцев Д.В.

Новые аналитические возможности в сканирующей электронной микроскопии при детектировании обратнорассеянных электронов 178

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

СЕКЦИЯ 2. КРИО-ЭМ И ПРИМЕНЕНИЕ ЭЛЕКТРОННОЙ, КОНФОКАЛЬНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ МИКРОСКОПИИ В БИОЛОГИИ И МЕДИЦИНЕ 180

Построение и анализ атомной модели 40S субчастицы рибосомы пшеницы 181

Кравченко О.В., Баймухаметов Т.Н., Афонина Ж.А., Василенко К.С.

Электронно-микроскопический анализ фибробластов пациента с синдромом Коэна 183

Морозова К.Н., Пристяжнюк И.Е., Хабарова А.А., Шнайдер. Т.А., Киселева Е.В.

Неполная ассоциации ядрышек в культивируемых клетках рака толстой кишки человека HCT116 185

Швыркова А.А., Кузьменко О.Л., Арифулин Е.А., Широкова О.М., Шеваль Е.В.

Роль белка Hfq в биогенезе 30S субчастицы рибосомы 187

Грибанова А.Е., Кравченко О.В., Максимова Е.М., Баймухаметов Т.Н., Корепанов А.П., Столбоушкина Е.А.

Применение метода иммуноэлектронной микроскопии для локализации пептидазы DPP3 (DPP III) в ультраструктурах тканей млекопитающих 188

Кропотова Е.С., Мартынова М.Г., Быстрова О.А., Мосевицкий М.И.

Исследование адгезии клеток первичной нейрональной культуры на биосовместимых матриксах 190

Кириллова Д.А., Пацаев Т.Д., Ястремский Е.В., Шариков Р.В., Шарикова Н.А., Азиева А.М.

Аналитическая РЭМ в изучении устойчивости яблони к абиотическому стрессу ... 192

Мотылева С.М., Куликов И.М., Медведев С.М.

Комплексное исследование штамма Coelastrella rubescens NAMSU R1 методами микроскопии 194

Зайцева А.А., Зайцев П.А., Горелова О.А., Бахарева Д.А., Лобакова Е.С.

Локализация фибриллярина в ядрышках инфузорий с субхромосомной организацией макронуклеарного генома. 196

Леонова О.Г., Караджян Б.П., Попенко В.И.

Применение метода иммуноэлектронной микроскопии для локализации пептидазы DPP3 (DPP III) в ультраструктурах тканей млекопитающих 198

Кропотова Е.С., Мартынова М.Г., Быстрова О.А., Мосевицкий М.И.

Анализ структуры гидрогеля наночастиц золота методами криогенной электронной микроскопии и томографии 200

Михуткин А.А., Камышинский Р.А., Кузнецов Н.М., Лебедев-Степанов П.В., Степко А.С., Васильев А.Л.

Количественный анализ изменения морфологии биомедицинских матриксов при плазменной модификации методами РЭМ 202

Михуткин А.А., Ястремский Е.В., Пацаев Т.Д., Антипова К.Г., Шариков Р.В., Шарикова Н.А., Луканина К.И., Григорьев Т.Е., Васильев А.Л.

Исследование влияния ибупрофена на связывание человеческого сывороточного альбумина с в-амилоидным пептидом 204

Мачулин А.В., Немашкалова Е.Л., Литус Е.А.

Атипичные нейроны с высокой плотностью расположения дефектных шипиков в популяции нейронов с 69 CAG повторами в гене хантингтина 206

Сульдина Л.А., Морозова К.Н., Маланханова Т.Б., Киселева Е.В.

Изучение морфологии поверхности штаммов E.coli, как подход к предсказанию адсорбции лекарственных препаратов на бактериальные клетки 208

Тычинина А.С., Скуредина А.А., Голышев С.А., Копнова Т.Ю., Якупова Л.Р., Белогурова Н.Г., Кудряшова Е.В.

Обусловленные возрастом преобразования структуры митохондриального аппарата скелетной мышцы человека 210

Бакеева Л.Е., Вайс В.Б., Вангели И.М., Эльдаров Ч.М., Ефименко А.Ю., Попов Д.В., Виговский М.А.

Особенности третичной структуры и строения активного центра гипертермофильной бета-галактозидазы из археи Desulfurococcus amyloliticus 212

Пичкур Е.Б., Киль Ю.В., Сергеев В.Р., Коневега А.Л., Самыгина В.Р., Рычков Г.Н.

RNA Charging Effect Registration under the SEM Electron Beam: Novel Multi-Angle Techniques based on Vectorscopes or Waveform Monitors 214

Gradov O.V., Gradova M.A., Maklakova I.A., Alexandrov P.L., Ratnovskaya A.V.

Детализация в-амилоидов, формируемых инфекционным прионом при болезни Крейтцфельдта-Якоба 218

Асташонок А.Н.

Влияние таксифолина на развитие митохондриальной дисфункции в миокарде крыс при экспериментальной кардиомиопатии 221

Белослудцева Н.В., Урюпина Т.А., Степанов М.Р., Ананян М.А., Павлик Л.Л., Миронова Г.Д.

Получение наноструктурированных костных материалов для регенерации дефектов кости 223

Бойченко О.П., Москалец А.П., Морозова О.В., Клинов Д.В.

Оценка влияния стерилизации на состояние наночастиц металлов на раневых покрытиях с помощью электронной микроскопии 225

Довнар Р.И.

Особенности применения серийного сканирования поверхности блока и последовательной томографии для изучения ультраструктуры клеток растений 227

Иванова А.Н., Тарасова М.С.

Трехмерная структура канала Kv7.1 (KCNQ1) с бета-субъединицей KCNE1, полученная методом электронной микроскопии 229

Карлова М.Г., Лоссарн Ж., Соколова О.С.

Сканирующая электронная микроскопия на фитосанитарной службе 231

Орлова Ю.В., Сухолозова Е.А., Разумова Е.В., Кулакова Ю.Ю.

Особенности окраски спермиев эпифитных орхидей Maxillaria crassifolia (Lindl.) Rchb.f. и Dendrobium nobile (Lindl.) при исследовании методами конфокальной лазерной микроскопии. 234

Рябченко А.С., Коломейцева Г.Л., Бабоша А.В.

Сканирующая электронная микроскопия как метод изучения особенностей агробактериальной трансформации мицелия гриба вешенки обыкновенной 236

Лавлинский А.В., Попов В.Н., Смирнова Ю.В.

Исследования ex vivo структуры прионного белка Sup35 из дрожжей Saccharomyces cerevisiae методом крио-электронной микроскопии 238

Бурцева А.Д., Баймухаметов Т.Н., Дергалев А.А., Бойко К.М.

Предварительные исследования структуры светособирающего пигмент-белкового комплекса LH2 из пурпурной серной бактерии Ectothiorhodospira haloalkaliphila методом криоэлектронной микроскопии 241

Бурцева А.Д., Баймухаметов Т.Н., Бойко К.М., Большаков М.А., Ашихмин А.А.

Ультраструктурный и наноскопический анализ реснитчатого эпителия дыхательной системы при респираторной патологии 243

Шумский В.А., Асташонок А.Н., Полещук Н.Н.

Ультраструктурная организация реплицирующегося хроматина растений 245

Арифулин Е.А., Кузнецова М.А., Гурьянов Ф.А., Сорокин Д.В., Поташникова Д.М., Широкова О.М., Шеваль Е.В.

Амилоидоподобные агрегаты пептидов, соответствующих поликатионным доменам нативно-неупорядоченных белков мозга BASP1 и GAP-43 247

Форсова О.С., Захарова Ф.М., Захаров В.В.

Ультраструктура гепатоцитов при экспериментальном метаболическом синдроме и действии низкоинтенсивного электромагнитного излучения 249

Королев Ю.Н., Никулина Л.А., Михайлик Л.В.

СЕКЦИЯ 3. ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ, ЭЛЕКТРОННАЯ ДИФРАКЦИЯ И МИКРОАНАЛИЗ В ИССЛЕДОВАНИИ НОВЫХ МАТЕРИАЛОВ И ПРОЦЕССОВ ...251

Identification of oxidation states in Ni-containing oxides by monochromated electron energy loss spectroscopy 252

Emelyanova O.V., Morozov A.V., Savina A.A., Abakumov A.M.

Формирование двухкомпонентной зёренной структуры в сплаве Гейслера системы Ni-Mn-Ga методом ковки 253

Гайфуллин Р.Ю., Мусабиров И.И., Сафаров И.М.

Microstructure and X-ray diffraction analysis of high-density polyethylene modified fishbone 256

Gojaev E.M., Alieva Sh.V., Nazarov A.M., Mammadova S.I.

Формирование двухкомпонентной зёренной структуры в сплаве Гейслера системы Ni-Mn-Ga методом ковки 258

Гайфуллин Р.Ю., Мусабиров И.И., Сафаров И.М.

Growth properties of $Cd_{1-x}Mn_xSe$ thin films....260

Mehrabova M.A., Kazimova A.I., Nazarov A.M., Hasanov N.H., Sadigov R.M.

Морфология приземных биоаэрозолей в Москве по результатам анализа методами РЭМ и РСМА 262

Садовская Н.В., Губанова Д.П., Иорданский М.А., Скороход А.И., Авилов А.С.

Применение СПЭМ и СИП-СЭМ методов для изучения процессов деградации Ni-обогащенных NMC слоистых оксидов для литий-ионных аккумуляторов 264

Моисеев И.А., Павлова А.Д., Савина А.А., Абакумов А.М.

Электронно-микроскопическое исследование фазовых превращений в образцах из аустенитной стали 316L, полученных лазерной 3D печатью 266

Казанцева Н.В., Виноградова Н.И., Коэмец Ю.Н., Ежов И.В., Давыдов Д.И.

Структурообразование ВЧ магнетронных антибактериальных покрытий на основе фосфатов кальция 268

Просолов К.А., Ластовка В.В., Шаркеев Ю.П.

Морфология пленок фуллерит-никельс разной атомной долей металла 270

Баран Л.В.

Growth properties of $Cd_{1-x}Mn_xSe$ thin films....273

Mehrabova M.A., Kazimova A.I., Nazarov A.M., Hasanov N.H., Sadigov R.M.

Электронная микроскопия моно-, би- и триметаллических частиц, полученных методом лазерного осаждения 275

Петров Ю.В., Мамонова Д.В., Васильева А.А., Данилов Д.В., Колесников И.Е., Бикбаева Г.И., Бахман Ж., Маньшина А.А.

Структурные свойства тонких плёнок Sb_2Se_3, синтезированных методом ХМПО 277

Тиванов М.С., Поляк Н.И., Байко Д.С., Разыков Т.М., Кучкаров К.М., Ергашев Б.А., Олимов А.Н.

Кинетика фазообразования при твердофазной реакции в многослойных тонкопленочных наносистемах Al/Cu 279

Жарков С.М., Алтунин Р.Р., Моисеенко Е.Т., Юмашев В.В.

Влияние размеров зерен на обменное смещение в гетероструктурах NiFe/IrMn и NiFe/Cu/IrMn 280

Бахметьев М.В., Моргунов Р.Б.

Количественный локальный анализ Li^{+}/Ni^{2+} катионного разупорядочения Ni-обогащенных слоистых оксидах 282

Орлова Е.Д., Савина А.А., Абакумов А.М.

Структура тонкой плёнки Bi, полученной методом ВЧ-диодного распыления, и её влияние на синтез нанопроволок Bi. 284

Касумов Ю.А., Волков В.Т., Касумов А.Ю., Ходос И.И.

Электронная микроскопия для изучения термодинамики роста зёрен $LiCoO_2$ в тонких плёнках LCO/Ta-LLZO 286

Морозов А.В., Боев А.О., Липовских С.А., Абакумов А.М.

Изучение морфологии поверхностных слоев композитных материалов после трибологических испытаний методами СЭМ и СЗМ 288

Муравьева Т.И., Щербакова О.О., Шкалей И.В.

Электронно-микроскопические исследования структуры рельсовых сталей в зоне сварных стыков 290

Щербакова О.О., Муравьева Т.И., Шкалей И.В.

СЭМ исследования изменений структуры рельсов в процессе деформации при контакте с колесом 292

Шкалей И.В., Муравьева Т.И., Щербакова О.О.

на C-, M-, A-подложках сапфира, их «быстрая» рентгенолюминесценция и оптические свойства 294

Муслимов А.Э., Веневцев И.Д., Задорожная Л.А., Буташин А.В., Волчков И.С., Эмирасланова Л.Л., Каневский В.М.

Микроскопия и магнитные свойства пленок гексаферрита бария на сапфире, подвергнутых плазменной обработке 296

Муслимов А.Э., Гаджиев М.Х., Буташин А.В., Каневский В.М.

Исследование элементной неоднородности двухслойных пленок цирконата-титаната свинца 298

Валеева А.Р., Каптелов Е.Ю., Старицын М.В., Немов С.А., Пронин В.П.

Исследование влияния параметров синтеза на структурно-морфологические особенности наночастиц в-$NaYF_4$:Yb^{3+}/Tm^{3+} 300

Кошелев А.В., Хайдуков К.В., Архарова Н.А., Каримов Д.Н., Seyed Dorraji M.S.

Получение и исследование композитных материалов FeO_x/МУНТ/Al и MnO_2/МУНТ/Al для электродов суперконденсаторов 302

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

Электродуговой синтез азотсодержащих порошков Ti/TiO_2 304

Муслимов А.Э., Гаджиев М.Х., Каневский В.М.

Идентификация продуктов биодеградации промышленных углеродных наночастиц в макрофагах человека in vitro методами стандартной и аналитической электронной микроскопии 308

Тарасова Е.К., Масютин А.Г., Онищенко Г.Е., Ерохина М.В.

Структурные особенности и электрофизические свойства тонких пленок цирконата-титаната свинца, изготовленных методом высокочастотного магнетронного напыления 311

Старицын М.В., Федосеев М.Л., Дроздова Н.Ф., Каптелов Е.Ю., Сенкевич С.В., Пронин В.П.

In-situ кристаллизация тонких аморфных пленок под действием электронного пучка ПЭМ.....314

Юшков А. А., Мурзакаев А. М.

Образование металлических 2D - слоев на поверхности тонких пленок органического полупроводника $CuPcF_4$ 317

Аристова И.М., Ходос И.И.

Комбинирование исследование дислокаций в GaN методами ПЭМ и катодолюминесценции.....319

Шапенков С.В., Вывенко О.Ф.

Эволюция структуры оболочек полых частиц SiO_2 в процессе термообработки 322

Сухинина Н.С., Масалов В.М., Ходос И.И., Фурсова Т.Н., Жохов А.А., Емельченко Г.А.

Электронная микроскопия и спектроскопия энергетических потерь электронов тонких пленок нитрида титана в TiN_x/La: HfO_2/ TiN_x/ SiO_2 325

Суворова Е.И., Уваров О.В., Чиж К.В., Клименко А.А.

Несферические наночастицы как маркеры в иммуноанализе.....327

Придворова С.М., Таранова Н.А., Панферов В.Г., Бызова Н.А., Жердев А.В., Дзантиев Б.Б.

Исследование новообразований модифицированных сульфатных матриц посредством растровой электронной микроскопии.....330

Гордина А.Ф., Полянских И.С., Гуменюк А.Н., Плеханова Т.А.

Изменение морфологии и химического состава Ti_2AlC в результате ионно-лучевого воздействия.....332

Аверкиев И. К., Бакиева О. Р.

Микроанализ пленок SmS, полученных электронно-лучевым нагревом 334

Баскаков Е.Б., Стрелов В. И.

Исследование морфологических параметров слоев одномерных фотонных кристаллов Al_2O_3.....337

Гасенкова И.В., Андрухович И.М.

СЭМ-микроскопическое исследование топологии кристаллов бис(D-арабинато) бис[(м2-цитрато) оксованадий(V)] тетракалия.....340

Горкуша Г.В., Литосов Г.Э., Рузанов Д.О.

Функционализации моно-ионных комплексов Er и ферромагнитной матрицы PrDyFeCoB 342

Дворецкая Е.В., Коплак О.В., Куницына Е.И., Моргунов Р.Б.

Электронно-микроскопические исследования зернистой структуры термоэлектрического материала PbTe 345

Зайцева Ю.С., Сазонов В.А., Штерн М.Ю., Боргардт Н.И.

Ионная модификация люминесцентных свойств гексагонального нитрида бора ... 347

Гогина О.А., Петров Ю.В., Вывенко О.Ф., Болотин К., Шаров Т.В.

Структурное состояние InSb в композитном материале InSb/опал по данным просвечивающей электронной микроскопии 350

Калмыков А.Е., Сорокин Л.М., Курдюков Д.А.

Исследование структуры YAG, модифицированной лазерными импульсами, методами ПЭМ 353

Каратеев И.А., Липатьева Т.О., Липатьев А.С., Охримчук А.Г., Федотов С.С., Лотарев С.В., Сигаев В.Н.

Прочность и поверхности разрушения оксидных эвтектических волокон, полученных методом Степанова 356

Кийко В.М., Курлов В.Н., Стрюков Д.О., Некрасов А.Н., Шикунов С.Л.

Влияние дефектности на прочность монокристаллических волокон сапфира, полученных методом Степанова 359

Кийко В.М., Курлов В.Н., Стрюков Д.О.

Кластерный анализ атомной структуры аморфных сплавов 362

Федорец А.Н., Дилла Д.С., Пустовалов Е.В.

Структура пленок высшего силицида марганца, полученных методом магнетронного распыления 365

Лукасов М.С., Орехов А. С., Архарова Н. А., Новиков С.В., Бурков А.Т., Клечковская В.В., Камилов Т.С , Игамов Б.Д., Бекпулатов И.Р.

Микроструктура электрохимического нано-алмазного Cr-покрытия на поверхности композитного стержня (Nb-30%Ti)/Al 367

Коржов В.П., Кийко В.М., Петков В., Лаков Л.

Структурная диагностика политипов в смеси с помощью электронно-дифракционных методов вращения 370

Кязумов М. Г., Рзаева С. М., Авилов А. С.

Электронографическое исследование тонких пленок кристаллов $MnGaInS_4$, $CdInAlS_4$, $Fe_{0.75}Ga_{0.25}InS_3$, $Mg_{0.7}Ga_{1.4}In_{0.8}S_4$ и $Fe_{0,25}Ga_{0,5}In_{1,25}S_3$ по новым схемам вращения 373

Кязумов М.Г., Рзаева С.М., Авилов А.С.

Структурные и поверхностные свойства пленок PbTe 375

Нуриев И.Р., Назаров А.М., Садыгов М.С., Фарзалиев С.С., Садыгов Р.М., Абдулсаламова В.Р.

Электронно-дифракционное исследование нанокристаллов в системе BaF2-LaF3. 377

Николайчик Н.И., Авилов А.С., Соболев Б.П.

Исследование распределения химических элементов в комбинированных конструкциях, полученных аддитивными технологиями 380

Никулина А.А., Долгова С.В.

Поведение цилиндрических наночастиц из никеля в магнитных полях различного типа 382

Хайретдинова Д. Р., Долуденко И. М., Ризванова А., Загорский Д.Л.

Исследование пленок оксида цинка, полученных электронно-лучевым испарением 384

Сергеев А.П., Фирсов А.А., Привезенцев В.В., Иржак Д.В., Терещенко А.Н.

Исследование структуры тонких пленок аморфного политетрафторэтилена методом дифракции электронов 387

Кулыгин А.К., Садовская Н.В., Авилов А.С., Васин О.И.

Микроструктура полупроводниковых тонких пленок $Cu_2NiSn(S,Se)_4$ 390

Станчик А.В., Осмоловская Т.Н., Ракитин В.В., Гапанович М.В.

Проблемы исследования структуры наночастиц силиката кальция, стабилизированных аминокислотами 393

Маглакелидзе Д.Г., Блинова А.А., Гвозденко А.А., Голик А.Б., Ясная М.А.

Моделирование атомных конфигураций меди на поверхности частиц диоксида церия 396

Черковский Е.Н., Кускова А.Н., Жигалина О.М.

Исследование неоднородной кристаллизации микропроводов на основе железа....398

Фукс А.А., Аксёнов О.И., Аронин А.С.

Исследование влияния ближнего упорядочения на остаточное электросопротивление разбавленных растворов алюминия с щелочными и щелочноземельными металлами 400

Скоробогатова Т.В., Крисько О.В.

Распределение элементов в нанопроволоках из сплава FeNi в зависимости от диаметра 404

Долуденко И.М., Загорский Д.Л., Хайретдинова Д.Р., Каневский В.М.

Ультраструктурное изучение реакции Блокового ядра мозга мышей после 30-суточного космического полета и недельной реадаптации к условиям земной гравитации.....407

Жуйкова Н.С., Михеева И.Б., Михайлова Г.З., Павлик Л.Л.

Электронная микроскопия дефектной структуры цеолита Y и ее влияния на формирование мезопор.....410

Волков Р.Л., Кукин В.Н., Боргардт Н.И., Иванова И.И., Касьянов И.А.

Воздействие пылевой плазмы инертных газов с различными массами на пылевые частицы меламин-формальдегида 413

Карасев В.Ю., Полищук В.А., Горбенко А.П.

Влияние продолжительного отжига на морфологию и оптические свойства пленок ZnO, полученных магнетронным напылением 415

Полищук В.А., Томаев В. В., Леонов Н. Б., Вартанян Т. А., Старицын М.В.

СЕКЦИЯ 4. РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ И ИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ. IN-SITU ИССЛЕДОВАНИЯ В РЭМ..... 417

Метод измерения и оптимизации параметров электронно-оптической системы РЭМ. 418

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

FIB-SEM нанотомография пористых пленок цирконата титаната свинца..... 420

Атанова А.В., Жигалина О.М., Хмеленин Д.Н., Бондаренко В.Н., Серегин Д.С., Воротилов К.А.

In situ исследования механических свойств полимерных матриксов различных типов в РЭМ. 423

Пацаев Т.Д., Ястремский Е.В., Михуткин А.А., Антипова К.Г., Шариков Р.В., Шарикова Н.А., Луканина К.И., Григорьев Т.Е., Азиева А.М., Кириллова Д.А., Васильев А.Л.

Установка для in situ исследований механических свойств полимерных матриксов в камере растрового электронного микроскопа 425

Ястремский Е.В., Пацаев Т.Д., Михуткин А.А., Антипова К.Г., Шариков Р.В., Шарикова Н.А., Луканина К.И., Григорьев Т.Е., Азиева А.М., Кириллова Д.А., Васильев А.Л.

Исследование влияния облучения низкоэнергетическим электронным пучком на люминесцентные характеристики SiO_2..... 428

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

Гибкий плёночный нагреватель на основе трековой мембраны 431

Панов Д.В., Бедин С.А.

Полупроводниковые наночастицы ZnS полученные методом коллоидного синтеза с помощью ионных жидкостей..... 433

Журавлев О.Е., Рассказова Н.Ю., Суратова Е.С.

Исследование процесса кристаллизации аморфных сплавов системы Fe-Co-B-Si методом электронной микроскопии 435

Чугунова Д.М., Федорец А.Н., Ткачев В.В., Лембиков А.О.

Статистический анализ размеров частиц PbTe на основе цифровой обработки изображений растровой электронной микроскопии 438

Сазонов В.А., Зайцева Ю.С., Киреев Г.С., Штерн М.Ю., Боргардт Н.И.

Характеризация пористости полимерных трековых мембран с известным диаметром 441

Кошелев И.О., Долуденко И.М., Подкур П.Л., Хайретдинова Д.Р.

Синтез и исследование FeNi - наноструктур для магнитных жидкостей 444

Филиппова Ю.А., Панов Д.В., Бедин С.А., Разумовская И.В.

Новые аналитические возможности в сканирующей электронной микроскопии при детектировании обратнорассеянных электронов 446

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

Влияние продолжительного отжига на морфологию и оптические свойства пленок ZnO, полученных магнетронным напылением 449

Полищук В.А., Томаев В. В., Леонов Н. Б., Старицын М.В., Вартанян Т. А.

Управляемые электронным пучком дискретные микроротаторы на базе модифицированных сорбентов с химически связанными фазами.....451

Сергеев А.И., Маклакова И.А., Градов О.В.

Электростатическая зарядка нетканых материалов и одиночных волокон: техника контролируемого операндо-исследования в СЭМ.....455

Градов О.В., Маклакова И.А. , Ольхов А.А., Холуйская С.Н., Иорданский А.Л.

СЕКЦИЯ 5. ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ В ГЕОЛОГИИ.....458

Морфологические особенности тенорита и малахита, синтезированных в растворах гидроокиси аммония.....459

Бубликова Т.М., Манохина Е.А., Некрасов А.Н., Балицкий В.С., Сеткова Т.В.

Влияние высоковольтных наносекундных импульсов и диэлектрического барьерного разряда в воздухе на морфологию поверхности и микротвердость эвдиалита 461

Бунин И.Ж., Копорулина Е.В., Анашкина Н.Е.

Применение растровой электронной микроскопии для изучения структурных изменений горных пород при внешних энергетических воздействиях.....464

Кочанов А.Н., Бунин И.Ж., Долгова М.А.

Кристаллообразование при термической деструкции шунгита 467

Товпенец Т.Ю.

Магнитная минералогия осадочных отложений озера Банное 470

Юсупова А.Р., Кузина Д.М., Нургалиева Н.Г., Рогов А.М.

Цифровизация керна на основе микроструктурных исследований 473

Кузьмин В.А., Скибицкая Н.А.

Особенности распределения максимальных содержаний некоторых элементов в структурно-вещественных микрозонах железо-марганцевых конкреций морей Российской Арктики.....475

Рейхард Л.Е., Новигатский А.Н., Козина Н.В.

Характер распределения продуктов импакта в ходе эксперимента 478

Рыбчук А.П., Яковлев О.И., Горностаева Т.А., Мохов А.В.

Количественный анализ микростроения глин при различных положительных температурах 481

Чернов М.С., Соколов В.Н., Разгулина О.В., Ермолинский А.Б.

СЕКЦИЯ 6. МЕТОДЫ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ И МИКРОАНАЛИЗА В ИССЛДЕОВАНИИ ПРЕДМЕТОВ КУЛЬТУРНОГО НАСЛЕДИЯ 484

Сравнительное исследование морфологии продуктов изнашивания, поверхности трения и пленки переноса радиационных модификаций ПТФЭ и композитов на его основе 485

Садовская Н.В., Авилов А.С., Хатипов С.А.

Пробоподготовка частиц тетрафторида урана для анализа РЭМ-РМА и ВИМС 488

Жеребцов Д.Д., Рябоченко М.Д., Жижин К.Д.

Динамическое наблюдение трансформации пор при фазовом переходе в образце археологического пигмента при нагреве методом ПЭМ 491

Пахунов А.С., Каратеев И.А., Овчаров А.В.

Особенности микроструктуры пленок на основе бактериальной целлюлозы Gluconacetobacter hansenii GH-1/2008, полученных на разных источниках углерода 493

Болгова А.Л., Ромашкин И.В., Архарова Н.А., Орехов А.С., Клечковская В.В., Громовых Т.И.

Микроструктура композитных материалов на основе бактериальной целлюлозы Gluconacetobacter hansenii GH-1/2008 и наночастиц $NaYF_4$/Ag 495

Шалина Н.А., Мерзляков Е.В., Орехов А.С., КошелевА.В., Каримов Д.Н., Клечковская В.В., Громовых Т.И.

Особенности вещественного состава поливного керамического декора по данным оптической микроскопии и аналитической электронной микроскопии 497

Лобзова Р. В., Каримова О.Л., Кротова А.А., Шиманова М.А.

Исследование серебряного покрытия древнеримских монет методами растровой электронной микроскопии. 500

Трунькин И.Н., Грешников Э.А., Созонтов Е.А.

Исследование серебряного покрытия древнеримских монет методами растровой электронной микроскопии. 501

Трунькин И.Н., Грешников Э.А., Созонтов Е.А.

СЕКЦИЯ 7. СКАНИРУЮЩАЯ ЗОНДОВАЯ МИКРОСКОПИЯ 504

Исследование конформации молекул гилауроновой кислоты с помощью атомно-силовой микроскопии..... 505

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

Морфология композиционных мембран типа Aquivion с наночастицами ZrO_2 507

Губанова Г.Н., Вылегжанина М.Э., Примаченко О.Н., Бугров А.Н., Мариненко Е.А., Кононова С.В.

О закономерностях формирования фрактальных структур на поверхности металлических пленок разной толщины 510

Иванов Д.В., Антонов А.С., Кузьмин Н.Б., Сдобняков Н.Ю., Афанасьев М.С.

Локальное перенамагничивание ферромагнитных пленок на основе CoFeB под действием поля рассеяния наночастиц 513

Куницына Е.И., Коплак О.В., Моргунов Р.Б.

методами атомно-силовой и сканирующей электронной микроскопии. 514

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

Модификикация графена на пластинах β-SiC/Si(001) молекулами феназинового красителя 515

Чайка А.Н., Аристова И.М.

Атомно-силовая микроскопия в исследовании клеточных пластов 518

Ефремов Ю.М., Преснякова В.П., Зурина И.М., Тимашев П.С.

Создание тонких пленок $BiFeO_3$ золь-гель методом с послойным контролем морфологии и фазового состава 520

Сафина В.А., Абрамов А.С., Соболь А.Г., Слабов. В., Трусов Л.А., Васильев А.В., Шур В.Я., Холкин А.Л., Аликин Д.О.

Исследования морфологии и электрон-транспортных свойств ультратонких пленок Mo на R-плоскости сапфира 522

Фомин Л.А., Маликов И.В., Березин В.А.

Создание микродоменных структур методом атомно –силовой микроскопии в оптических волноводах на $LiNbO_3$ 524

Боднарчук Я.В., Гайнутдинов Р.В., Волк Т.Р., Шандаров С.М.

Синтез ППК–CdS пленок с фракталоподобной поверхностью.....526

Криничная Е.П., Румянцев Б.М., Логинов Б.А., Завьялов С.А.

Наноструктурированные тонкопленочные композиты: синтез и исследование их свойств 528

Криничная Е.П., Клименко И.В., Румянцев Б.М., Логинов Б.А., Журавлева Т.С., Завьялов С.А.

Магнитно-резонансная силовая микроскопия магнитных вихрей 530

Скороходов Е.В., Миронов В.Л., Татарский Д.А., Фраерман А.А.

Определение поверхностной плотности энергии доменных границ магнетика по данным МСМ.....532

Синкевич А.И., Дунаева Г.Г., Аринчехин Н.Н., Семенова Е.М., Карпенков А.Ю., Пастушенков Ю.Г.

Влияние времени активации и нагрева на пьезоэлектрические свойства легированных азотом углеродных нанотрубок 535

Ильина М.В., Соболева О.И., Полывянова М.Р., Ильин О.И.

АСМ-исследования наночастиц селена, стабилизированных полиэлектролитами разного знака, в водной и водно-солевой средах 538

Валуева С.В., Вылегжанина М.Э., Безрукова М.А.

Изучение структуры адсорбционного слоя на границе микроэмульсия-слюда методом атомно-силовой микроскопии.....541

Замула Ю.С., Афанасьев М.О., Фетисов С.А., Батыршин Э.С.

Исследование наноструктурированных полимерных покрытий, наполненных экологически безопасными биоцидами, методами АСМ, ОМ и электронной микроскопии 544

Суханова Т.Е., Вылегжанина М.Э., Платонкина П.А., Кутин А.А., Белов Ю.П., Коротков С.И., Лебедев Н.В.

Формирование сверхструктурных фаз твердых растворов $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$ 547

Алекперов Э.Ш., Джабаров С.Г., Дарзиева Т.А., Назаров А.М., Фарзалиев С.С.

Структура поверхности и гистерезисные свойства эластомерных композитов с минеральными наполнителями на основе диоксида кремния 549

Корнев Ю.В., Валиев Х.Х., Власов А.Н., Карнет Ю.Н., Семенов Н.А.

Самосборка дипептидов L-фенилаланил-L-лейцин и L-лейцил-L-фенилаланин по данным атомно-силовой микроскопии 552

Кудрявцева Е.О., Морозова А.С., Зиганшина С.А., Зиганшин М.А., Бухараев А.А.

Изучение асимметрии поперечной магнитной доменной структуры микропроводов на основе железа 554

Аксенов О.И., Фукс А.А., Туник С.В., Божко С.И., Аронин А.С.

Силовая зондовая нанолитография для прототипирования мемристорных структур элементов нейроморфных систем 556

Томинов Р.В., Варганов В.И., Вакулов З.Е., Смирнов В.А.

Исследование морфологии и рельефа поверхности мезопористых полимерных материалов на основе полиэтилена высокой плотности атомно силовой микроскопией. 561

Копнов А.Ю., Чаплыгин Д.К., Соловей А.Р.

Исследование макета преобразователя механической энергии на основе нанокристаллических пленок $BaTiO_3$ и углеродных нанотрубок 563

Вакулов З.Е., Соболева О.И., Томинов Р.В., Ильина М.В., Смирнов В.А., Агеев О.А.

Исследование доброкачественных новообразований толстой кишки с помощью конфокальной лазерной эндомикроскопии 566

Мокшина Н.В., Соловьёв Н.А., Сазонов Д.В., Забозлаев Ф.Г., Панченков Д.Н.

Использование метода атомно-силовой микроскопии для исследования антибактериальных покрытий, образуемых из поликатиона и его водорастворимого комплекса с полианионом 568

Пигарева В. А., Большакова А. В., Сыбачин А. В.

Самосборка тонкой пленки глицил-глицина в присутствии органических паров.... 570

Морозова А.С., Зиганшина С.А., Кудрявцева Е.О., Курбатова Н.В., Савостина Л.И., Бухараев А.А., Зиганшин М.А.

Зондовая микроскопия поверхности кристаллов (100)$LaSrGaO_4$ после малоуглового ионного травления 572

Степанцов Е.А.

Износ острия зонда в зависимости от режима взаимодействия с поверхностью образца при работе в режиме амплитудно-модуляционной атомно-силовой микроскопии..... 575

Новак А.В., Новак В.Р., Румянцев А.В.

Получение локальных значений модуля НП поверхности полимеров методом контактной силовой спектроскопии..... 578

Кузнецова Ю.В., Веролайнен Н.В., Шамарина К.А. 578

СЕКЦИЯ 9. ЭЛЕКТРОННАЯ И ИОННАЯ ЛИТОГРАФИЯ 580

Влияние плотности тока электронов и последовательности экспонирования на чувствительность электронного резиста 581

Князев М.А., Свинцов А.А., Зайцев С.И.

Формирование острия зондов для сканирующей зондовой микроскопии методом фокусированных ионных пучков 583

Котосонова А.В., Коломийцев А.С.

Формирование регулярных доменных структур в кристаллах PMN- PT в результате облучения электронным пучком 586

Пашнина Е.А., Слаутина А.С., Чезганов Д.С., Ахматханов А.Р., Небогатиков М.С., X. Liu, Y. Zhao, Q. Hu, X. Wei, Шур В.Я.

Трехмерные фотонные кристаллы, полученные анодированием алюминиевых фольг со структурированной поверхностью.....589

Росляков И.В., Кушнир С.Е., Новиков В.Б., Напольский К.С.

Ионная литография кремниевых метаповерхностей для оптического диапазона ...591

Шмидт Е.В., Артемов В.В., Горкунов М.В.

Изготовление и исследование макета мемристорного кроссбара методами зондовой и электронной микроскопии 593

Авилов В.И., Жаворонков Л.Г., Хахулин Д.А., Смирнов В.А., Пак Б.Х.

Влияние очередности этапов механической натирки и ионного травления при изготовлении жидко-кристаллических метаповерхностей на их спектр пропускания 596

Вилюжанина П.Г., Артемов В.В., Горкунов М.В., Касьянова И.В.

Исследование кластерных образований в переходном слое КНИ гетероструктуры методом растровой электронной и атомно силовой микроскопии.....599

Соколов Л.В.

СЕКЦИЯ 10. КОМПЛЕКТАРНЫЕ МЕТОДЫ 601

Новые метки и зонды для решения задач бионанофотоники 602

Беликов Н.Е., Демина О.В., Лукин А.Ю., Петровская Л.Е., Варфоломеев С.Д., Ходонов А.А.

Диагностика фазового состава пленок ниобата лития на сапфире по спектрам КР 605

Бешенков В.Г., Знаменский А.Г., Иржак А.В., Марченко В.А.

Влияние температуры роста на физико-химические свойства слоев низкотемпературного GaAs, созданных методом импульсного лазерного нанесения 608

Крюков Р.Н., Данилов Ю.А., Лесников В.П., Николичев Д.Е., Зубков С.Ю.

Исследование влияния облучения ионами Fe на наноструктуру дисперсно-упрочненных оксидами сталей методами ультрамикроскопии 611

Клауз А.В., Рогожкин С.В., Хомич А. А., Богачёв А.А., Залужный А.Г.

Комплементарные методы исследования наночастиц серебра, полученных в водных экстрактах растений 613

Иванова А.И., Волкова В.М., Гешко В.В., Хижняк С.Д., Барабанова Е.В., Пахомов П.М.

Обратное моделирование конформационного перехода олигопептидазы B с помощью комбинации классической молекулярной динамики с методом главных компонент. 616

Петренко Д.Е., Бритиков В.В., Бритикова Е.В., Тимофеев В.И., Михайлова А.Г., Ракитина Т.В.

Структурные исследования гистоноподобного белка из Spiroplasma melliferum комплементарными методами структурной биологии 619

Агапова Ю.К. , Гапонов Ю.А., Алтухов Д., Тимофеев В.И., Штыкова Е.В., Бочаров Е.В, Ракитина Т.В.

Обнаружение и последующее исследование микрочастиц урана в образцах лёгочной ткани 622

Бабенко А.С., Комаров Ю.А., Жуков А.В., Жижин К.Д., Рябоченко М.Д., Демидов Н.Н., Кучкин А.В., Стебельков В.А.

Спектроскопия комбинационного рассеяния слоев силицидов железа, полученных методом импульсного лазерного осаждения 624

Нежданов А.В., Николичев Д.Е., Крюков Р.Н., Лесников В.П., Кузнецов Ю.М., Здоровейщев А.В., Здоровейщев Д.А., Дорохин М.В., Машин А.И., Скрылев А.А., Зубков С.Ю.

Исследование химических свойств слоев силицидов железа, полученных лазерным осаждением 626

Николичев Д.Е., Крюков Р.Н., Нежданов А.В., Лесников В.П., Кузнецов Ю.М., Здоровейщев А.В., Здоровейщев Д.А., Дорохин М.В., Скрылев А.А., Зубков С.Ю.

XAS исследование Si, имплантированного Zn, после облучения быстрыми ионами Xe..... 629

Храмов Е.В., Скуратов В.А., Куликаускас В.С., Привезенцев В.В.

Организационный комитет

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

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

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

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

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

Члены Оргкомитета:

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

Благов А.Е. (НИЦ КИ)

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

Дьякова Ю.А. (НИЦ «КИ»)

Казьмирук Л. А. (ИПТМ РАН)

Казьмирук В.В. (ИПТМ РАН)

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)

Якимов Е.Б. (ИПТМ РАН)

Программный комитет

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

Васильев А.Л. – зам. председателя (НИЦ «КИ»)
Якимов Е.Б. – зам. председателя (ИПТМ РАН)
Аронин А.С. (ИФТТ РАН)
Артемов В.В. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)
Боргардт Н.И. (МИЭТ, Зеленоград)
Жигалина О.М. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)
Ищенко А.А. (МИТХТ)
Клечковская В.В. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)
Латышев А.В. (академик, директор ИФП СО РАН)
Мохов А.В. (ИГЕМ РАН)
Николайчик В.И. (ИПТМ РАН)
Пашаев Э.М. (НИЦ «КИ»)
Попенко В.И. (ИМБ РАН)
Рау Э.И. (физфак, МГУ)
Соколова О.С. (биофак, МГУ)
Толстихина А.Л. (ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН)

Программа устных докладов на РКЭМ 2022

29 августа (понедельник)

10.00-10.10 Открытие конференции А.С. Авилов

Секция 3. Электронная микроскопия, электронная дифракция и микроанализ в исследовании новых материалов и процессов (Председатель А.Л. Васильев)

10.10-10.35 Абакумов А.М. Порядок и беспорядок в катодных материалах металл-ионных аккумуляторов. (приглашенный)

10.35-11.00 Лопатин С. «Артефакты просвечивающего электронного микроскопа при изучении 2-мерных материалов. Стоит ли всему верить». (приглашенный)

11.00-11.20 Buffat P.A. EDXS or EELS for microanalysis in the TEM. (invited)

11.20-11.40 Шкловер В.Я. Достижения в исследованиях геологических материалов. (приглашенный)

11.40-12.00 Рогожкин С.В., Богачев А.А., Никитин А.А., Васильев А.Л., Пресняков М.Ю., Tomut M., Trautmann Ch. Влияние облучения тяжелыми ионами на оксидные включения в сталях Eurofer ODS и ODS 13,5Cr-0,3Ti.

12.00-12.20 Боргардт Н.И., Зайцева Ю.С., Приходько А.С. Зернистая структура тонких эпитаксиальных слоев системы Ge-Sb-Te, выращенных на кремниевой подложке.

12.20-12.35 Бацанов С.А., Вдовин В.И., Гутаковский А.К., Замчий А.О., Баранов Е.А. Исследования механизмов золото-индуцированной кристаллизации субоксида кремния с помощью просвечивающей электронной микроскопии.

12.35-12.50 Жигалина О.М., Атанова А.В., Хмеленин Д.Н., Серая О.В., Серегин Д.С., Воротилов К.А. Пористые пленки PZT и композиты на их основе.

12.50-13.05 Закалюкин Р.М., Левкевич Е.А., Кумсков А.С., Орехов А.С. Однофазная и двухфазная кристаллизация фторидов в канале однослойных углеродных нанотрубок.

13.05-13.20 Садовская Н.В., Авилов А.С., Хатипов С.А. Сравнительное исследование морфологии продуктов изнашивания, поверхности трения и пленки переноса радиационных модификаций ПТФЭ и композитов на его основе.

Перерыв

14.00-14.20 Суворова Е.И., Уваров О.В., Чиж К.В., Клименко А.А. Электронная микроскопия и спектроскопия энергетических потерь электронов тонких пленок нитрида титана в TiNx/La: HfO2/ TiNx/ SiO2 (приглашенный).

14.20-14.40 Иванов Ю. Электронная микроскопия аморфных сплавов. (приглашенный)

14.40-14.55 Приходько К. Спектроскопия потерь энергии электронов в исследованиях реакторных материалов. (приглашенный)

14.55-15.10 Ivan S. Pavlov, Anna G. Ivanova, Vladimir P. Filonenko, Alexei E. Voloshin, Pavel V. Zinin, Alexander L. Vasiliev The mechanism of formation microcrystals with five-fold symmetry.

15.10-15.25 Мясоедов А.В., Павлов И.С., Печников А.И., Степанов С.И., Николаев В.И. Дефектная структура плёнки α-Ga2O3, выращенной на с-грани подложки сапфира, по данным ПЭМ.

Секция 1. Новые методы просвечивающей и растровой электронной микроскопии (Председатель В.В. Артемов)

15.25-15.40 Каратеев И.А., Овчаров А.В., Каратеева К.Г., Преснякова Н.Н. Комплекс дифракционного картирования для просвечивающей электронной микроскопии.

15.40-15.55 Данилов В.А., Мерсон Д.Л. Количественная оценка влияния предварительной пластической деформации на характеристики хрупкого излома с помощью метода конфокальной лазерной сканирующей микроскопии.

15.55-16.10 Казьмирук В.В., Курганов И.Г., Савицкая Т.Н. Электронно-оптическая система растрового электронного микроскопа с ахроматической отклоняющей системой.

16.10-16-25 Ястремский Е.В., Каратеев И.А., Васильев А.Л. Разработка программного модуля моделирования формы электронного пучка для количественного анализа ПРЭМ изображений.

16.25-16.40 Михуткин А.А., Ястремский Е.В., Пацаев Т.Д., Антипова К.Г., Шариков Р.В., Шарикова Н.А., Луканина К.И., Григорьев Т.Е., Васильев А.Л. Количественный анализ изменения морфологии биомедицинских матриксов при плазменной модификации методами РЭМ.

Секция 6. Методы электронной микроскопии и микроанализа в исследованиях предметов культурного наследия (Председатель В.В. Артемов)

16.40-16.55 Созонтов Е.А. Растровая электронная микроскопия, микроанализ и комплементарные методы в изучении средневекового текстиля, декорированного золотными нитями.

16.55-17.10 Бондаренко А. Конкурентное импортозамещение в электронной микроскопии. Современные реалии.

17.00-20.00 Постерная сессия. Все секции

30 августа (вторник)

Секция 8. Исследование сверхбыстрых процессов, фемтосекундная микроскопия, динамическая электронная кристаллография (Председатель А.С. Авилов)

10.00-10.25 Zheng Li, R. Dwayne Miller, A.A. Ischenko Quantum state tomography by ultrafast diffraction. (приглашенный)

10.25-10.45 Асеев С.А., Ионин В.В., **Ищенко А.А**., Киселев А.В., Кочиков И.В., Лотин А.А., Миронов Б.Н., Рябов Е.А. Исследование квантово-размерных эффектов в тонких кристаллах с помощью коротких электронных импульсов.

Секция 4. Растровая электронная и ионная микроскопия. In-situ исследования в РЭМ (Председатель А.С. Авилов)

10.45-11.00 Якимов Е.Е., **Якимов Е.Б.** Скольжение перегибов на частичных дислокациях в 4H-SiC под влиянием облучения электронным пучком.

11.00-11.15 Подкур П.Л., Волчков И.С., Долуденко И.М., Кошелев И.О., Каневский В.М. Характеризация пористости полимерных трековых мембран с помощью растровой электронной микроскопии.

Секция 7. Сканирующая зондовая микроскопия (Председатель А.С. Авилов)

11.15-11.40 Миронов В.Л., Скороходов Е.В., Татарский Д.А., Сапожников М.В. Магнитно-резонансная силовая спектроскопия ферромагнитных наноструктур. (приглашенный)

11.40-11.55 Синкевич А.И., Дунаева Г.Г., Аринчехин Н.Н., Семенова Е.М., Карпенков А.Ю., Пастушенков Ю.Г. Определение поверхностной плотности энергии доменных границ магнетика по данным МСМ.

11.55-12.10 Ильина М.В., Соболева О.И., Полывянова М.Р., Ильин О.И. Характеризация вертикально ориентированных углеродных нанотрубок методом силовой микроскопии пьезоотклика.

12.10 -12.25 Суханова Т.Е., Вылегжанина М.Э., Платонкина П.А., Кутин А.А., Белов Ю.П., Коротков С.И., Лебедев Н.В. Исследование наноструктурированных полимерных покрытий, наполненных экологически безопасными биоцидами, методами АСМ, ОМ и электронной микроскопии

Секция 9. Электронная и ионная литография. Микроскопия в современных технологиях (Председатель А.С. Авилов)

12.25-12.40 Артемов В.В. Ионная литография для создания оптических метаматериалов для видимого диапазона.

12.40-12.55 Петров Ю.В., Вывенко О.Ф Успехи и перспективы сфокусированных ионных пучков с газовым автоионным источником.

12.55-13.10 Румянцев А.В., Боргардт Н.И. Моделирование распыления материала фокусированным ионным пучком методом функций уровня с учетом вторичных эффектов.

Секция 10. Комплементарные методы (Председатель А.Л. Головин)

13.10-13.25 Лихачёв И.А., Пашаев Э.М., Субботин И.А., Васильев А.Л., Трунькин И.Н. Применение рентгеновских методов комплементарно с другими методами анализа функциональных материалов на основе твёрдых растворов висмутидов III-V групп.

13.25-13.40 Хомич А.А., Рогожкин С.В., Никитин А.А., Богачев А.А., Лукьянчук А.А., Разницын О.А., Шутов А.С. Особенности исследования наноразмерных особенностей в гетерогенных сталях.

Секция 5. Электронная микроскопия в геологии (Председатель А.Л. Головин)

13.40-13.55 Товпенец Т.Ю. Кристаллообразование при термической деструкции шунгита

13.55-14.10 Леесмент С. Автоматизация измерений атомно-силовой микроскопии при помощи аппаратных и программных решений

Перерыв

Секция 2. Крио-ЭМ и применение электронной, конфокальной сканирующей микроскопии в биологии и медицине (Председатель О.С. Соколова)

14.30-15.00 Орлова Е.В. Последние достижения Крио-ЭМ. (приглашенный)

15.00-15.20 Самыгина В.Р., Пичкур Е.Б., Киль Ю.В., Сергеев В.Р., Рычков Г.Н. Крио-ЭМ или РСА? Стратегия структурных исследований ферментов на примере бета-галактозидазы. (приглашенный)

15.20-15.35 Камышинский Р.А., Чесноков Ю.М., Дадинова Л.А., Можаев А.А., Васильев А.Л., Штыкова Э.В. Морфологическое разнообразие комплексов Dps-ДНК.

15.35-15.50 Генералова А.А., Зайцев П.А., Моисеенко А.В., Лойко Н.Г., Соколова О.С., **Крупянский Ю.Ф.** Влияние 4-гексилрезоцина на структуру конденсированной ДНК в клетках *Escherichia coli.*

15.50-16.05 Сухинов Д.В., Чесноков Ю.М., Плохих К.С., Рогов А.Г., Готовцев П.М., Сергеева Я.Э. Структура фикобилисомы цианобактерии Arthrospira platensis.

16.05-16.20 Сорокин И.И., Пичкур Е.Б., Гараева Л.А., Штам Т.А., Коневега А.Л., Дмитриев С.Е. Айлантон, компонент препаратов восточной медицины, связывается с А-сайтом эукариотической рибосомы и ингибирует рост опухолевых клеток.

16.20-16.35 Пичкур Е. Б., Пантелеев П. В., Полесскова Е. В., Шуленина О. В., Мясников А. Г., Овчинникова Т. В., Коневега А. Л. Крио-ЭМ структура Bh29, представляющего новое семейство пролин-богатых антимикробных пептидов, ингибирующих биосинтез белка.

16.35-16.50 Чесноков Ю.М., Камышинский Р.А., Можаев А.А., Дадинова Л.А. Накопление ионов железа в полости белка Dps.

16.50-17.05 Усачев К.С., Згадзай Ю.О., Колосова О.А., Стеценко А., Ву Ч., Брукле Д., Валидов Ш.З., Дженнер Л., Рогачев А., Юсупова Г., Сакс М., Гуськов А.И., Юсупов М.М. Структура 80S рибосомы *Candida albicans* по данным криоэлектронной микроскопии.

17.05-17.20 Шенкарев З.О., Пичкур Е.Б, Нольде Д.Е., Варижук А., Кочаровская М.В., Кирпичников М.П., Люкманова Е.Н. Структура и динамика взаимодействия терапевтического антитела REGN10987 с S-белками вируса SARS-CoV-2 вариантов Дельта и Омикрон.

17.20-17.30 Соколова О.С. Станишнева-Коновалова Т.Б., Курочкина Л.П. Крио-ЭМ новых вирусных шаперонинов.

17.00-20.00 Постерная сессия. Все секции

31 августа (среда)

Секция 2 (продолжение). Крио-ЭМ и применение электронной, конфокальной сканирующей микроскопии в биологии и медицине (Председатель В.И. Попенко)

10.00-10.15 Арифулин Е.А., Кузнецова М.А., Гурьянов Ф.А., Сорокин Д.В., Поташникова Д.М., Широкова О.М., Шеваль Е.В. Ультраструктурная организация реплицирующегося хроматина растений.

10.15-10.30 Караджян Б.П., Леонова О.Г., Скарлато С.О., **Попенко В.И.** Изменения ультраструктуры соматических ядер инфузории Climacostomum virens в процессе инцистирования (при криптобиозе).

10.30-10.45 Бакеева Л.Е., Вайс В.Б., Вангели И.М., Эльдаров Ч.М., Зоров Д.Б. Особенности ультраструктурной организации митохондриального аппарата скелетной мышцы.

10.45-11.00 Плохих К.С., Чесноков Ю.М., Нестеров С.В., Камышинский Р.А., Рогов А.Г., Ягужинский Л.С., Василов Р.Г. Обнаружение упорядоченных кластеров системы ОКСФОС митохондрий на складках крист в интактных митохондриях сердца с помощью криогенной электронной микроскопии

11.00-11.15 Боголюбов Д.С. Существует ли капсула кариосферы в ооцитах травяной лягушки? Электронно-микроскопическое исследование.

11.15-11.30 Кириченко Е.Ю., Логвинов А.К. Электронно-микроскопическое исследование щелевых контактов глиальных опухолей головного мозга.

11.30-11.45 Вельмискина А.А., Михайловский В.Ю., Никитин Ю.В., Галактионов Н.К., Мосенко С.В., Анисенкова А.Ю., Шнейдер О.В., Щербак С.Г., Иванов А.М., Кондратов К.А. Применение низковольтной сканирующей электронной микроскопии для изучения морфологии агранулоцитов пациента с тяжелым течением COVID-19.

11.45-12.00 Вишняков И.Е., Чернова Л.С., Живайкина Д.А., Каюмов А.Р. Свойства и функции малого белка теплового шока фитопатогенной микоплазмы Acholeplasma laidlawii, выявленные при помощи методов электронной микроскопии.

12.00-12.15 Кузьмина Ю.И. Сравнительный анализ минеральных включений флаговых листьев диплоидных и гексаплоидных культурных видов овса (Avena L.).

12.15-12.30 Неретина А.Н., Котов А.А., Сюй С.-Т. Ветвистоусые ракообразные (Crustacea: Cladocera) из отложений позднего эоцена Тибета.

12.30-12.45 Шатров А.Б., Солдатенко Е.В., Бенкен К.А., Петров А.А. Структурные характеристики шелка и его секреции у водяных клещей на примере Limnesia maculata (O.F. Müller, 1776) (Acariformes, Limnesiidae).

12.45-13.00 Загорский Д.Л., Долуденко И.М., Жигалина О.М., Хмеленин Д.Н., Муслимов А.Э. Микроскопия в изучении нанопроволок из 3d-металлов.

13.00-13.15 А.С. Авилов. Закрытие конференции

29 августа

Приглашенные доклады

Порядок и беспорядок в катодных материалах металл-ионных аккумуляторов

Абакумов А.М.[1]

[1]*Сколковский институт науки и технологий, Москва, Россия*
e-mail: a.abakumov@skoltech.ru

Металл-ионные аккумуляторы позволяют перейти к «зеленому» производству и потреблению энергии, оказывая решающее влияние на индустрию электродвижения и интеграцию возобновляемых источников энергии в электрические сети. Растущие потребности в увеличении удельной энергии, долговечности и снижении стоимости электрохимических накопителей энергии стимулировали активный поиск новых материалов положительного электрода (катода). Рациональный дизайн катодных материалов требует понимания сложных взаимосвязей между их кристаллической и электронной структурой, а также их эволюции в ходе обратимой (де)интеркаляции катионов щелочных металлов и в результате продолжительного циклирования. Так как для электродов интеркаляционного типа особенно важно наличие путей миграции катионов с низкими энергетическими барьерами, пространственное распределение, концентрация и атомная структура точечных и/или протяженных дефектов, которые могут блокировать ионный транспорт, имеют огромное влияние на емкость и скорость работы металл-ионных аккумуляторов. Понимание структуры и роли таких дефектов невозможно без их детальной характеризации на локальном уровне с использованием современных методов просвечивающей электронной микроскопии [1]. Полианионные катодные материалы демонстрируют чрезвычайно сложные состав и структуру дефектов, приводящих к обмену катионов щелочных и переходных металлов в результате синтеза или образующихся при электрохимическом циклировании. Антиструктурные катионные дефекты и гетеровалентные анионные дефекты оказывают существенное влияние на электрохимическую емкость катодов на основе $LiFePO_4$ [2]. Катионный беспорядок в слоистых оксидах $A_{1+x}M_{1-x}O_2$ играет ключевую роль в падении и гистерезисе рабочего напряжения. Будет продемонстрирована характеризация этого беспорядка на различных пространственных масштабах с использованием комбинации дифракционных и электронномикроскопических методов как в исходных материалах, так и в материалах с разным уровнем заряда [3, 4]. На примере определения структуры межзеренных границ в обогащенных литием слоистых оксидах будет показано применение сканирующей просвечивающей электронной микроскопии с коррекцией аберраций и картирования элементного состава с атомным разрешением [5]. Количественное определение катионных антиструктурных дефектов на наноуровне будет продемонстрировано для катодов Li (Ni, Mn, Co)O_2 с высоким содержанием никеля [6].

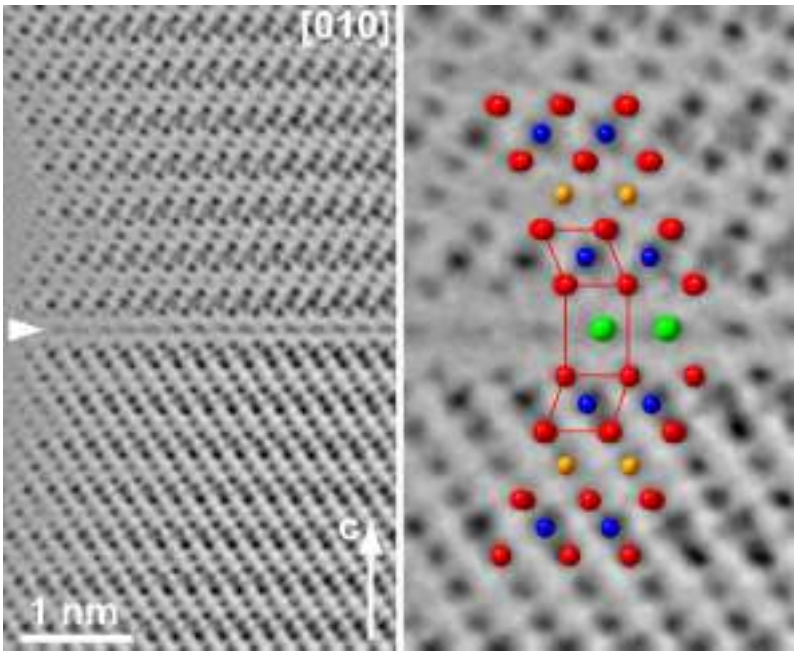


Рис.1. Изображение дифференциального фазового контраста межзеренной границы в катодном материале $Li_{1.2}Ni_{0.13}Mn_{0.54}Co_{0.13}O_2$.

Данная работа была поддержана РНФ, грант № 20-13-00233.

Список литературы:

[1] E.D. Orlova, A.V.Morozov, A.M. Abakumov, Electrode materials viewed with transmission electron microscopy, Reference Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering, Elsevier (2021).
[2] A.M. Abakumov, *Chem. Mater.*, 31, 5035 (2019).
[3] W. Yin, A. Grimaud, G. Rousse, A.M. Abakumov, A. Senyshyn, L. Zhang, S. Trabesinger, A. Iadecola, D. Foix, D. Giaume, J.-M. Tarascon, *Nat. Comm.*, 11, 1252 (2020).
[4] M. Sathiya, A. M. Abakumov, D. Foix, G. Rousse, K. Ramesha, M. Saubanère, M. L. Doublet, H. Vezin, C. P. Laisa, A. S. Prakash, D. Gonbeau, G. Van Tendeloo, J-M. Tarascon, *Nat. Mater.*, 14, 230 (2015).
[5] A.M. Abakumov, C. Li, A. Boev, D.A. Aksyonov, A.A. Savina, T.A. Abakumova, G. Van Tendeloo, S. Bals, *ACS Appl. Energy Mater.*, 4, 6777 (2021).
[6] E.D. Orlova, A.A. Savina, S.A. Abakumov, A.V. Morozov, A.M. Abakumov, *Symmetry*, 13, 1628 (2021).

The wealth of information by EELS is well worth the effort!!! EDXS or EELS for microanalysis in the TEM

Buffat P.A.

CIME, Ecole Polytechnique Federale de Lausanne, Switzerland
philippe.buffat@epfl.ch)

Today, the use of EDXS has become popular. It appears as a system that requires no other action on the microscope than opening the window of a detector always ready to gather X-ray photons and positioning an electron probe on the area to be analyzed: a computer, automatic acquisition and interpretation programs, no electron optics, training performed in a few hours! In fact, this vision is like a siren song as soon as one aims analyses with a few % accuracy for at. composition or a spatial resolution better than a few nanometers, or even at the scale of the atomic column.

With EELS, we go from the elementary analysis to the chemical bonding, to the structure of the electronic levels, to the electron/plasmon mobility... Hence the need to consider the experimental parameters - choice of illumination and collection angles, spectrometer dispersion.... - depending on the specific information sought and the interpretation for its extraction. These parameters are not only theoretical/numerical but also require an action on the electron optics and its (re)alignment. Consequently, the training will range from a short week to several months, depending on the objective sought (bonding or atom+solid state physics).

A few elements to remember:

1. EDXS: Energy range from ≈100eV to 40 keV => all elements are visible on a single spectrum (exceptions: H, He, Be (B?).

EELS: spectrum width often limited to ≈ 300... 500eV (rapid variation of the continuum with energy) => requires to gather several spectra taken successively to get an overall view of all the elements => more delicate compositional analysis

2. EDXS: energy resolution ≈ 125 eV (Mn) and deep orbital layers (K, L,M) => elemental analysis only

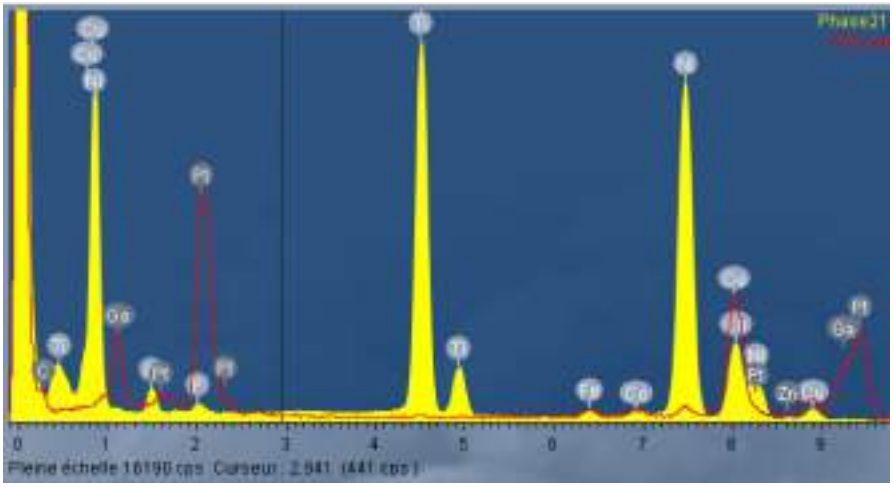
EELS resolution ≤ 1 eV, even 100 meV and maximum loss ≈2000eV: => outer orbital layers => richer information, including chemical bonds, fine structure of electronic levels, free electrons in the target (plasmons) in addition to the atomic number. See the study of E. Suvorova (this meeting) => establishes the presence of a (sub-?) nanometric TiO2 phase at the SiO2/TiNxOy interface in a DRAM memory.

3. EDXS: X-ray emission in 4π sr, collection 0.3... 1sr => low efficiency ≈ 2... 7%

EELS: most transmitted electrons after ionization are not scattered or scattered at only a small angle, collection ≈ 95%=> faster + less irradiation damage+ better S/N.

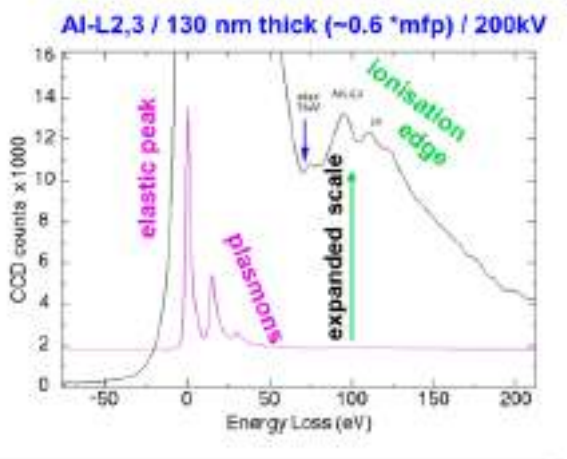
4. EDXS: poorly selective collimator: spurious X-rays => loss of spatial resolution

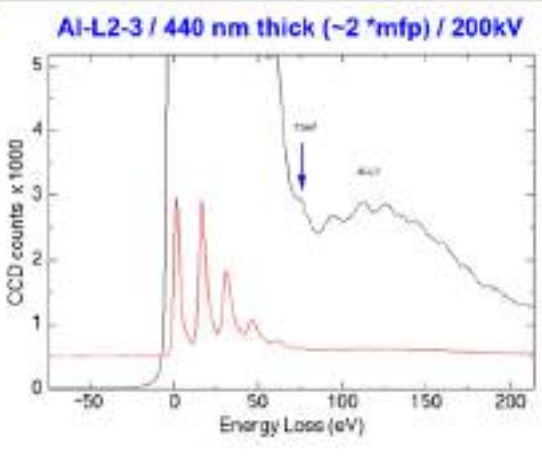
EELS: spurious electrons rejected => spatial resolution close to the probe size



Fe, Co and Cu not expected in the (yellow) phase 21. Spectrum on Pt cap (red) shows stray Fe, Co and Ni stemming from the objective pole pieces and Cu from FIB supporting grid. Rescaling the Pt spectrum on Fe allows to correct the Ni content of the yellow phase

5. EDXS: poor energy resolution ≈125 eV => frequent overlap of characteristic lines => requires ± accurate deconvolution routine.





EELS: when electrons suffer from multiple interactions (>1!) => deconvolution procedure is required and the interpretability of the spectra degrades rapidly => Ideally the sample

thickness should not exceed ≈ 30% of the interaction mean free path. This latter amounts often close to 50 to 100nm and very thin samples are often required (≈ a few tens of nanometers, depending on the energy of the primary electron and the collection angle of the spectrometer)

The wealth of information by EELS is well worth the effort!!!

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

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

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

[1]Курчатовский комплекс теоретической и экспериментальной физики НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия
[2]НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия
[3]GSI Helmholtzzentrum für Schwerionenforschung GmbH, Darmstadt, Germany
[4]Technische Universität Darmstadt, Germany
e-mail: bogachev@itep.ru

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

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

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

Обнаружен эффект перестройки оксидов (растворение крупных и образование мелкодисперсной фракции размерами < 5 нм) в сталях Eurofer ODS

и ODS 13,5Cr–0,3Ti, как при облучении в условиях комнатной температуры высокоэнергетичными ионами 167 МэВ Xe, 945 МэВ Au с уровнем ионизационных потерь 30 кэВ/нм и 55 кэВ/нм соответственно, так и при облучении ионами 4,8 МэВ Ti в диапазоне доз до 8 сна при 30 – 500 ºC. Наибольшую стабильность под облучением показывают оксидные включения Y–Ti–O в стали ODS 13,5Cr–0,3Ti, что обусловлено их небольшим размером (< 10 нм) при высокой объемной плотности в исходном материале.

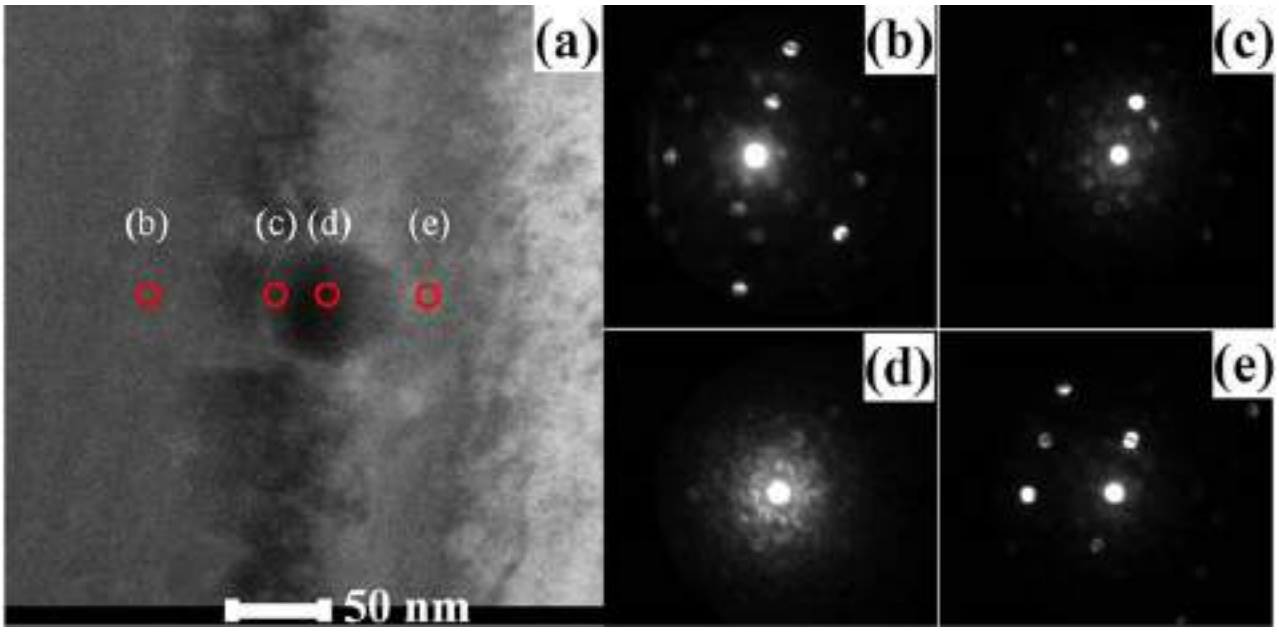


Рис. 1. Сталь ODS Eurofer, облученная ионами 945 МэВ Au до флюенса 5 × 10^{16} $м^{-2}$: (a) характерное светлопольное ПЭМ изображение образца поперечного среза (срез выполнен перпендикулярно облученной поверхности), показывающее сильно поврежденное оксидное включение; (b)-(e) дифракционные картины в указанных на изображении (a) областях. Диффузное гало на изображении (d) указывает на аморфизацию, в то время как окружающая матрица (b, e) является кристаллической. Интерфейс между включением и матрицей (c) частично аморфный. Изображения получены на микроскопе Titan 80-300 (FEI) при ускоряющем напряжении 300 кэВ.

Работа выполнена при финансовой поддержке Исследовательского центра ФАИР-Россия. Работа выполнена на оборудовании Центра коллективного пользования КАМИКС (http://kamiks.itep.ru/) НИЦ "Курчатовский институт".

Список литературы:

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

Зернистая структура тонких эпитаксиальных слоев системы Ge-Sb-Te, выращенных на кремниевой подложке

Боргардт Н.И., Зайцева Ю.С., Приходько А.С.

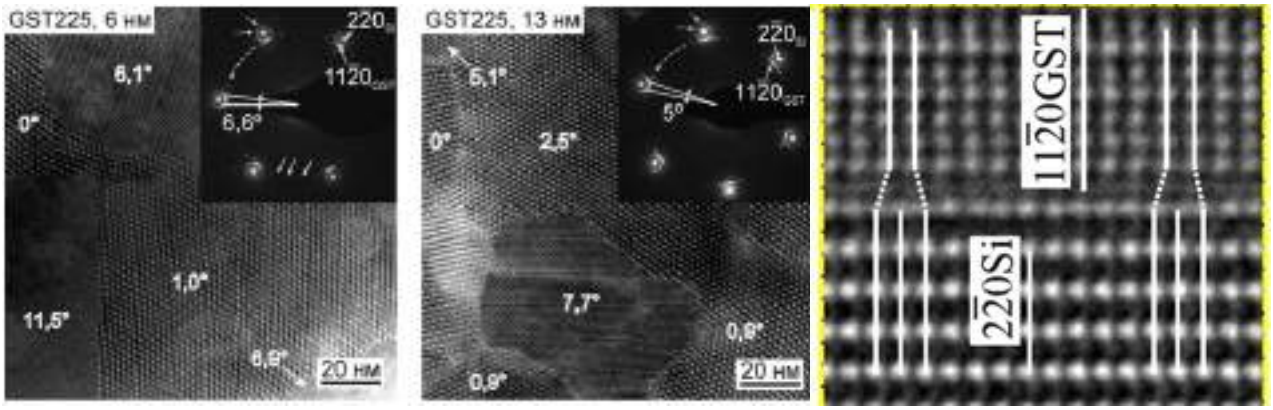
Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, г. Москва, г. Зеленоград, площадь Шокина, дом 1, Россия
e-mail: borgardt@miee.ru

Халькогенидные полупроводниковые материалы на основе системы Ge-Sb-Te (GST) широко применяются для изготовления энергонезависимых элементов памяти с изменяемым фазовым состоянием, обладающих высоким быстродействием. Использование конструкции этих элементов многослойных структур, состоящих из тонких кристаллических слоев, открывает пути для повышения их энергоэффективности и уменьшения времени переключения между двумя логическими состояниями [1]. В настоящей работе методами просвечивающей электронной микроскопии изучается структура эпитаксиальных слоев $Ge_2Sb_2Te_5$, выращенных на кремниевой подложке, и обсуждаются механизмы релаксации напряжений несоответствия кристаллических решеток GST и Si.

Тонкие слои $Ge_2Sb_2Te_5$ формировались методом молекулярно-пучковой эпитаксии на атомарно гладкой, пассивированной сурьмой поверхности подложки Si(111)-($\sqrt{3}$x$\sqrt{3}$)R30º-Sb, позволяющей реализовать ван-дер-ваальсовый механизм их роста [2]. Электронно-микроскопические образцы планарного и поперечного сечений параллельно плоскостям Si(111) и Si($1\bar{1}$0) приготавливались с применением фокусированного ионного пучка электронно-ионного микроскопа Helios NanoLab 650 методом In-Situ Lift-Out. Структурные исследования проводились при ускоряющем напряжении 200 кВ в просвечивающем электронном микроскопе Titan Themis 200, оснащенном корректором сферической аберрации объективной линзы.

Светлопольные микрофотографии и электронограммы образцов планарного сечения слоев GST толщиной 6, 13 нм (рис. 1а, б) позволили охарактеризовать их зернистую кристаллическую структуру. Как видно из электронограмм, плоскости Si($2\bar{2}$0) и GST($11\bar{2}$0) практически параллельны друг другу, однако формирование отражений от GST в виде тяжей свидетельствует о небольшом развороте локальных областей слоя GST относительно подложки вокруг направления Si[111]. Муаровый узор на изображениях (рис. 1а, б), возникал в результате последовательного рассеяния падающих электронов на плоскостях Si($2\bar{2}$0) и GST($11\bar{2}$0), межплоскостные расстояния которых равны 0,192 и 0,212 нм соответственно. Изменение ориентации муарового узора и его периода при переходе из одних областей изображения в другие свидетельствовало о том, что слои GST состояли из отдельных зерен разного размера, развернутых вокруг направления Si[111] на разные углы, средняя величина которых составляла 3,3 º и 2,5º для слоев GST толщиной 6 и 13 нм соответственно. Разворот зерен

обусловлен различиями параметров решетки материала GST и кремниевой подложки. В зернах, практически неразвернутых относительно подложки и занимающих около 16% и 26% площади поверхности слоев толщиной 6 и 13 нм, различие между $d_{\mathrm{Si}(2\bar{2}\,0)}$ и $d_{\mathrm{GST}(11\bar{2}\,0)}$ приводило к образованию дислокаций несоответствия на границе раздела Si/GST (рис. 1в). Периодичность их расположения составляла (2,04±0,05) нм, что соответствует теоретическому значению.



а *б* *в*

Рис.1. Светлопольные изображения с электронограммами на вставках (а, б) образцов планарного сечения со слоями GST с указанными углами разворота отдельных зерен, высокоразрешающая микрофотография (в) образца поперечного сечения, визуализирующая дислокации несоответствия в неразвернутых зернах

Таким образом, релаксация напряжений, вызванных несоответствием параметров кристаллических решеток эпитаксиального слоя GST и кремния, приводит к формированию или разориентированных относительно подложки кристаллических зерен, или к образованию краевых дислокаций несоответствия в неразвернутых зернах.

Авторы благодарят E Zallo и R. Calarco (Paul Drude Institut für Festkörperelektronik, Germany) за предоставленные образцы для электронно-микроскопических исследований.

Список литературы:

[1] Lotnyk A., Behrens M., Rauschenbach B. *Nanoscale Advances*, **1**, 3836-3857 (2019).
[2] Zaytseva Y.S., Borgardt N.I., Prikhodko A.S., Zallo E., Calarco R. *Semiconductors*, **55**(13), 1033-1038 (2021).

Исследования механизмов золото-индуцированной кристаллизации субоксида кремния с помощью просвечивающей электронной микроскопии

Бацанов С.А.[1], Вдовин В.И.[1], Гутаковский А.К.[1], Замчий А.О.[2], Баранов Е.А.[2]

[1]Институт физики полупроводников СО РАН
[2]Институт теплофизики СО РАН
e-mail: night.watch@mail.ru

Одним из перспективных способов получения тонких пленок поликристаллического кремния (c-Si), представляющих интерес для электроники большой площади и солнечных элементов [1], на подложках из стекла является металл-индуцированная кристаллизация (МИК) аморфного кремния (a-Si), поскольку использование металла в качестве катализатора процесса позволяет снизить температуру кристаллизации по сравнению с другими методами твердофазной кристаллизации [2]. В отличии от обычной технологии МИК, в которой используется a-Si, особенностью данной работы является использование окисленного аморфного кремния (a-$SiO_{0,3}$). Синтез исследуемых структур включал термическое напыление золота в вакууме на подложку из плавленого кварца (SiO_2) и нанесение поверх него пленки субоксида кремния методом плазмохимического осаждения из паровой фазы с использованием смеси SiH_4/O_2. Структурные особенности исследовались методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ТИТАН 80–300, 300 кВ). Обработка экспериментальных ПЭМ изображений проводилась с помощью пакета программ GMS_3_4_3 (Gatan).

Толщины слоев Au и a-$SiO_{0,3}$ составляли 50 нм и 150 нм, соответственно. При отжиге при температуре 350°C в течении 3,5 часов в результате диффузии Au в a-$SiO_{0,3}$ и вызываемой этим процессом диффузии вытесненного золотом кремния на месте слоя золота формируется слой c-Si. При этом на границе раздела золота с субоксидом кремния наблюдается мембранный слой, толщиной 4÷6 нм [3]. Следует отметить, что при данных параметрах синтеза, процесс формирования c-Si происходит неравномерно по площади подложки, что вероятно связано с особенностями распределения межзёренных границ слоя золота. На STEM изображении (рис. 1, сверху) можно выделить области, где исходный слой золота не претерпел видимых изменений, где на месте слоя золота уже сформировалась сплошная плёнка c-Si и переходные области. Нанокристаллы золота в порах слоя субоксида кремния отожженного образца формируются в форме прожилок и отдельных нанокристаллов с поперечными размерами 5 - 15 нм (рис. 1, снизу слева – соответствует выделенной области 1 на рисунке 1 сверху). В области исследования среза образца сформированный

кристалл кремния имеет идеальную кристаллическую структуру без дефектов и дислокаций, что можно видеть на представленном участке границы кристалла кремния с подложкой, с оставшимся на границе вкраплением золота (рис. 1, снизу справа – область 2 на рисунке 1 сверху).

Таким образом ВРЭМ анализ позволяет выявлять особенности ключевых структурных характеристик исследуемых материалов, что является существенным для понимания кинетики формирования поликристаллических кремниевых пленок данным методом.

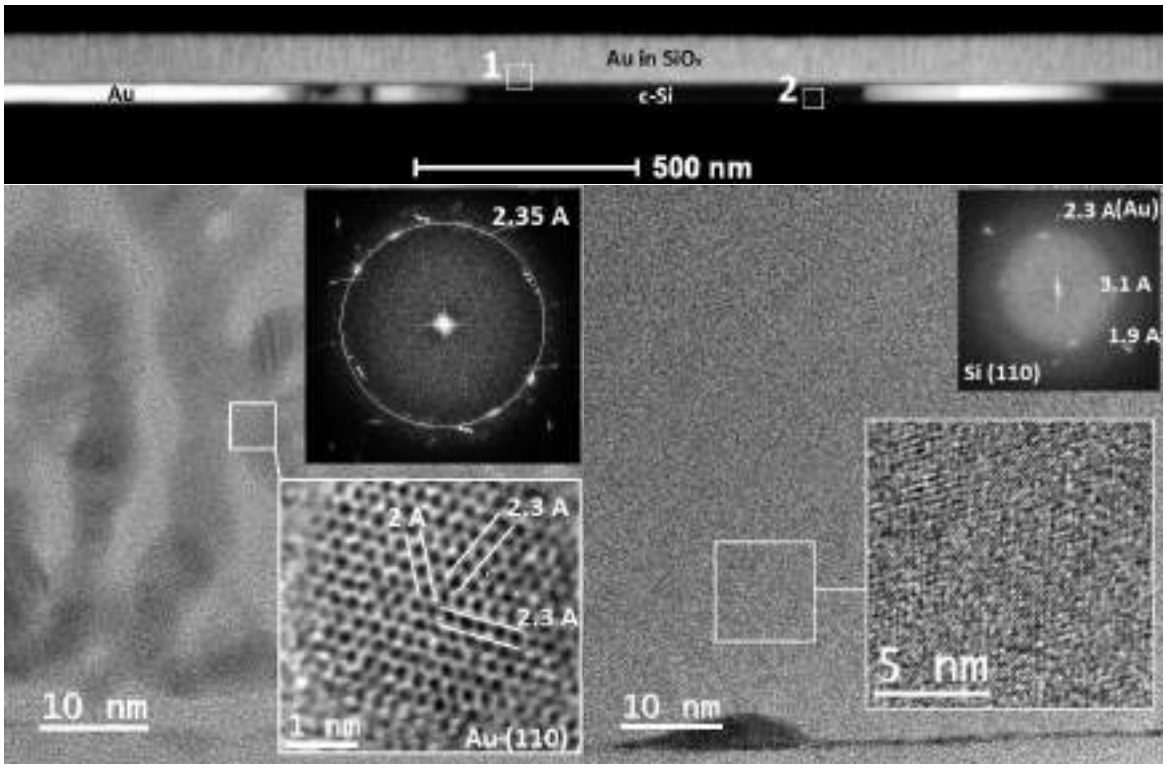


Рис.1. (сверху) STEM HAADF-изображение поперечного сечения образца после золото-индуцированной кристаллизации субоксида кремния. HREM изображения (снизу слева) области субоксида, (снизу справа) кристалла кремния на границе с подложкой. На вставках соответствующие этим изображениям FFT и увеличенные фрагменты этих изображений.

Данная работа была поддержана РНФ (грант № 19-72-30023) с использованием оборудования ЦКП «Наноструктуры».

Список литературы:

[1] K. Toko, T. Suemasu, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **53**, 373002 (2020).
[2] P. Bellanger, M. Traoré, B. Sunil, et al., *Thin Solid Films*, **636**, 150 (2017).
[3] A. Zamchiy, E. Baranov, S. Starinskiy, et al., *Vacuum*, **192**, 110462 (2021).

Пористые пленки PZT и композиты на их основе

Жигалина О.М.[1], Атанова А.В.[1], Хмеленин Д.Н.[1], Серая О.В.[2], Серегин Д.С.[3], Воротилов К.А.[3]

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия
МФТИ, Москва, Россия
РТУ МИРЭА, Москва, Россия

Пористая сегнетоэлектрическая керамика в настоящее время используется в различных приборах, таких как гидрофоны, блоки питания на основе эффекта деполяризации при ударном сжатии, детекторы инфракрасного излучения, устройства на основе пьезо- или пироэлектрических эффектов [1]. Эти приложения основаны на некоторых специфических свойствах и особенностях, которые не характерны для пористой сегнетоэлектрической керамики. Причины создания пористости в объемном материале различны, например, снижение акустического импеданса, чтобы добиться лучшего соответствия между пьезоэлектрическим и контактным слоем, уменьшение диэлектрической проницаемости для улучшения производительности пироэлектрических, пьезоэлектрических и др. устройств. Разработаны различные методы создания пористой сегнетоэлектрической керамики: выжигание полимера, метод полимерной губки, 3D-печать и др. В последнее время пленки из пористой сегнетоэлектрической керамики привлекают все большее внимание, например, за их способность несмотря на большую толщину сохранять трещиноустойчивость. Увеличение толщины пленки за счет релаксации механических напряжений важно для производства пьезоэлектрических микроэлектромеханических систем (MEMS), потому что выходной сигнал увеличивается за счет увеличения толщины пленки, а электромеханический отклик усиливается за счет локальной упругой релаксации. Уменьшение диэлектрической проницаемости может обеспечить лучшую добротность пироэлектрических детекторов, самосборку массивов наноточек можно использовать в технологии памяти, пористые сегнетоэлектрические пленки - для создания газовых сенсоров и различных композитных структур, в которых пористый сегнетоэлектрический материал заполнен другим материалом.

В данной работе пленки пористых сегнетоэлектриков цирконата – титаната свинца (PZT) с различной структурой синтезированы с использованием золь-гель метода на платинированных кремниевых подложках [2]. Пористость пленок достигнута путем использования различных порогенов: поливинилпирролидона (PVP) с молекулярной массой 360 000 (1–6,6 мас. %) и блок-сополимерных ПАВ Brij 30 и Brij 76 (30–60 мас.%). Структура пленок исследована методом просвечивающей электронной микроскопии, просвечивающей растровой микроскопии с z-контрастом, электронной дифракции, рентгенофазового анализа. Исследования и пробоподготовку

проводили с помощью микроскопов ThermoFisher Scientific Osiris и Scios, а рентгеновкий фазовый анализ – с использованием дифрактометра ДРОН-7.

Пленки, синтезированные с PVP, содержат большие вытянутые поры диаметром до 100 нм. Напротив, пленки, приготовленные из растворов с блок-сополимерами демонстрируют меньший размер пор в зависимости от молекулярной массы ПАВ (10–19 нм для Brij 30 и 20–27 нм для Brij 76) с равномерным распределением пор-каналов в объеме пленки. Несмотря на очень пористую структуру, все пленки кристаллизуются с образованием столбчатых зерен со структурой перовскита размером до нескольких микрон и извилистыми границами зерен. Пленки демонстрируют сегнетоэлектрические петли гистерезиса, причем их диэлектрическая проницаемость уменьшается с увеличением пористости. Таким образом, сополимерные поверхностно-активные вещества Brij 30 и Brij 76 могут быть использованы для разработки пористых пленок PZT для использования в электронике.

При исследовании заполнения пор оксидом титана показано, что химическое осаждение из растворов не позволяет заполнить поры PZT даже при варьировании вязкости растворов и длительной выдержки (рис.1), тогда как атомно-слоевое осаждение приводит к успешному заполнению пор: в случае добавления порогена PVP оксид титана кристаллизуется в фазе брукита (пр.гр. Pbca), а в случае добавления порогена Brij76 оксида титана в порах аморфный (рис.2).

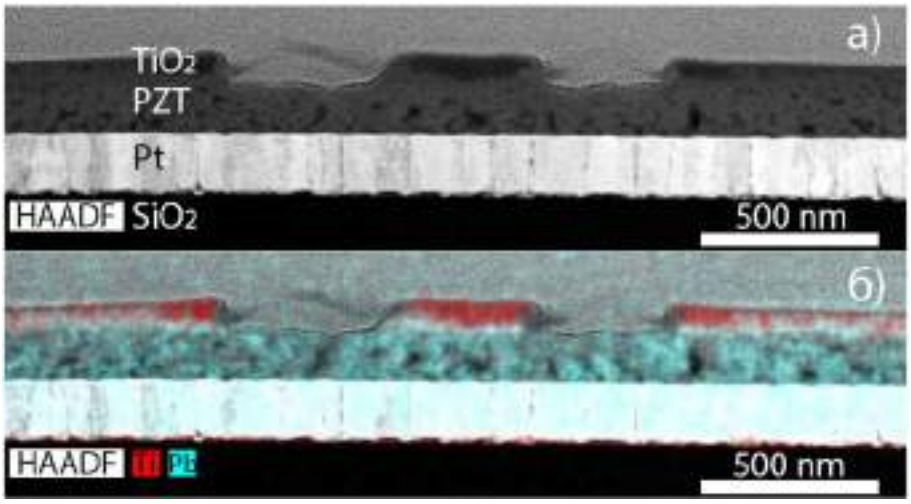


Рис.1. Структура поперечного среза композиций PZT+PVP/TiO2. Заполнение пор проводили золь-гель методом.

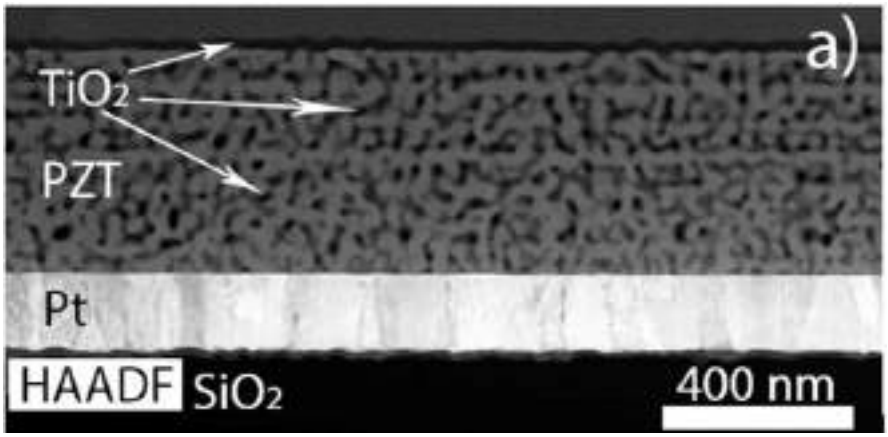


Рис.2. Структура поперечного среза композиций PZT+Brij/TiO2. Заполнение пор проводили атомно-слоевого осаждения.

ПЭМ исследования проводили при финансовой поддержке гранта РФФИ 20-32-90056 на оборудовании ЦКП ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

[1] Zhang Y, Xie M, Roscow J, Bao Y, Zhou K, Zhang D, et al.Enhanced pyroelectric and piezoelectric properties of PZT withaligned porosity for energy harvesting applications. J. Mater Chem A Mater. 2017;5(14):6569–80.

[2] Atanova AV, Zhigalina OM, Khmelenin DN, Orlov GA, Seregin DS, Sigov AS, et al. Microstructure analysis of porous lead zirconate–titanate films. J Am Ceram Soc. 2021;00:1–14. https://doi.org/10.1111/jace.18064

Однофазная и двухфазная кристаллизация фторидов в канале однослойных углеродных нанотрубок

Закалюкин Р.М.[1,2], Левкевич Е.А.[1,2], Кумсков А.С.[1], Орехов А.С.[1]

[1]ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Ленинский проспект, 59, Москва, 119333, Россия
[2]МИРЭА – Российский технологический университет, Проспект Вернадского, 78, Москва, 119454, Россия
e-mail: ruslan@crys.ras.ru

К настоящему времени исследовано много различных веществ в каналах однослойных углеродных нанотрубок (ОСУНТ): как простых, так и сложных. Исследовались фазовые превращения и химические реакции. Однако получение и характеризация заполнения ОСУНТ несколькими фазами не проводились. Это связано со сложностью интерпретации полученных результатов и возможностями идентификации получаемых фаз.

Ранее нами была исследована однофазная кристаллизация фторидов в каналах углеродных нанотрубок: нанокомпозиты SnF_2@ОСУНТ [1-2] и $PbSnF_4$@ОСУНТ [3].

В системе PbF_2-SnF_2 имеется эвтектика при 90 мол. % SnF_2, в которой кристаллизуются SnF_2 и $PbSnF_4$. Оба соединения обладают сложным полиморфизмом. Структура фторида олова (II) представлена двухслойной упаковкой катионов. Структура $PbSnF_4$ искаженная флюоритоподобная (трехслойная плотнейшая упаковка катионов). Таким образом, строения фторидов имеют различия, что сказывается на электронно-микроскопических изображениях. Синтез нанокомпозита *E*($PbSnF_4$;SnF_2)@ОСУНТ осуществляли методом капиллярного смачивания из расплава [4]. В процессе кристаллизации эвтектического состава из гомогенной среды образуется две различных по составу и свойствам фазы. Исследование нанокомпозита такого рода позволяет с использованием электронного микроскопа напрямую наблюдать образование межфазных границ нанокристаллов в крайне малом объеме канала нанотрубки.

Образец для электронно-микроскопических исследований диспергировали в гексане и наносили на медные сетки с аморфной микродырчатой углеродной пленкой (SPI Supplies). Просвечивающую электронную микроскопию (ПЭМ) и просвечивающую растровую электронную микроскопию (ПРЭМ) проводили с использованием микроскопов FEI Osiris (ускоряющее напряжение 200 кВ) и FEI Titan 60-300 (ускоряющее напряжение 80 кВ).

На электронной микрофотографии высокого разрешения (ВРЭМ) заполненной ОСУНТ диаметром d_t~20 Å можно наблюдать четыре области: три из них с упорядоченным заполнением и одна с разупорядочением (рис. 1). Анализ размеров и контрастность выраженной картины упорядоченных слоев атомов указывает на образование в объеме трубки кристаллов двух сортов различных составов, что согласуется с данными рентгенофазового анализа нанокомпозита. Область I более протяженная и соответствует нанокристаллу

SnF_2 с характерным межплоскостным расстоянием d_1~3.58 Å. Рассмотренная область не ограничивает распространение далее кристалла фторида олова. Области III и IV принадлежат нанокристаллу $PbSnF_4$ с характерным межплоскостным расстоянием d_2~3.38 Å. Общая длина кристалла h_2~35.40 Å. У кристалла тетрафторстанната свинца наблюдается явление образования двойника срастания по плоскости, нормальной к оси нанотрубки (граница областей III и IV). В области II наблюдается разупорядоченное положение катионов, что соответствует межфазной границе между SnF_2 и $PbSnF_4$. По ВРЭМ-изображению с учетом данных рентгенофазового анализа построены атомные структуры (рис. 1 а, г) и смоделированы ЭМ-изображения (рис. 1б, в), согласующиеся с реально наблюдаемой картиной.

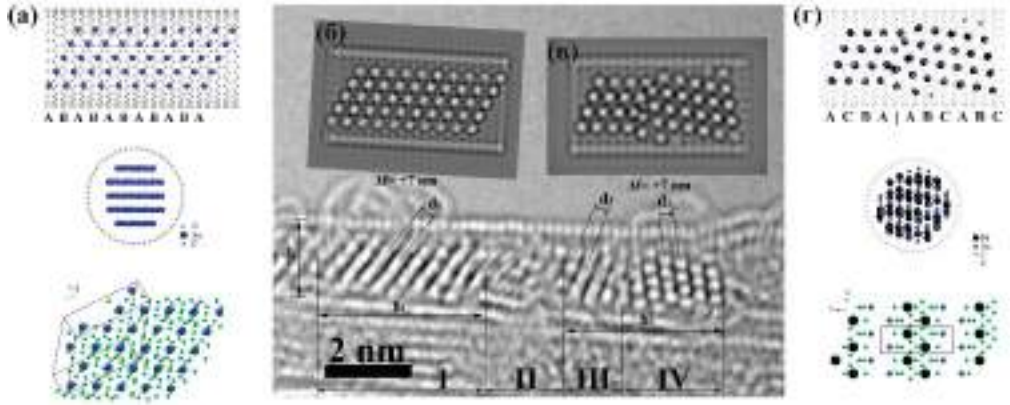


Рис.1. ВРЭМ-изображение нанокомпозита E($PbSnF_4$;SnF_2)@ОСУНТ (а),(б) атомная структура и смоделированное ЭМ-изображение SnF_2@ОСУНТ; (в),(г) атомная структура и смоделированное ЭМ-изображение $PbSnF_4$@ОСУНТ

Подобные нанокомпозиты могут найти применение в качестве электродов твердотельных гальванических элементов и использоваться для создания переходов металл-полупроводник на единичной углеродной нанотрубке.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника РАН с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН (проект № RFMEFI62119X0035).

Список литературы:

[1] R.M. Zakalyukin, L.N. Demyanets, N. Kiselev et al. *Crystallography reports*, **V.50**, P.507-512 (2010).
[2] R.M. Zakalyukin, L.N. Demyanets, N. Kiselev, *Crystallography reports*, **V.50**, P.688-694 (2010).
[3] R.M. Zakalyukin, E.A. Levkevich, A.S. Kumskov et al. *AIP Conference Proceedings*, **V.1957**, P. 030001. (2018).

[4] R.M. Zakalyukin, E.A. Levkevich, A.S. Kumskov, *Ceramics International*, **V.48(18)**, P. 26565-26574. (2022).

Сравнительное исследование морфологии продуктов изнашивания, поверхности трения и пленки переноса радиационных модификаций ПТФЭ и композитов на его основе

Садовская Н.В.[1, 2], Авилов А.С.[1], Хатипов С.А.[2]

[1]ИК РАН, ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН
[2]ООО "НПП "Арфлон"
e-mail: nataly_sadovska@mail.ru

Политетрафторэтилен (ПТФЭ) широко применяется в промышленности благодаря уникальному набору физико-химических свойств. Ограничения по применению этого полимера связаны с рядом недостатков, в число которых входит низкая износостойкость. На сегодняшний день существует два основных способа повышения износостойкости ПТФЭ. Физический, основанный на создании композиционных материалов, и радиационно-химический, в основе которого лежит облучение материала гамма-квантами вблизи температуры плавления кристаллической фазы ПТФЭ. При физическом способе модифицирования удается повысить износостойкость на 2−3 порядка, по сравнению с исходным ПТФЭ, в то время как радиационное модифицирование в расплаве (РМ) приводит к повышению износостойкости на 5 порядков, а РМ композитов увеличивает износостойкость на 7 порядков [1]. Макроскопические свойства полимерных тел существенно зависят от надмолекулярной структуры, что находит свое отражение и в процессах трения и изнашивания. Результаты исследования морфологии пленки переноса и продуктов изнашивания при трении скольжения используют для понимания механизмов изнашивания.

В цели настоящей работы входило электронно-микроскопическое исследование микро- и наноструктуры продуктов изнашивания, поверхности трения и пленки переноса ПТФЭ, а также определение механизмов изнашивания до и после радиационного модифицирования при различных поглощенных дозах.

Материалы. Блочные образцы спеченного ПТФЭ суспензионной полимеризации и композитов на его основе.

Методы и приборы. Продукты изнашивания, поверхности трения и пленку переноса на контртеле получали в результате сухого трения палец−диск по стали (Ra = 0.35, HRc = 45) при скорости скольжения 1 м/с и контактном давлении 5 МПа. Радиационное модифицирование ПТФЭ и композитов проводили гамма-квантами (^{60}Co) при поглощенных дозах до 200 кГр вблизи температуры плавления кристаллической фазы ПТФЭ. Для исследования морфологии использовали растровый электронный микроскоп (РЭМ) высокого разрешения с автоэмиссионным катодом JSM-7500 F. Изображения получали в режиме низкоэнергетических вторичных электронов при ускоряющих напряжениях 2 и 5 кВ и токе зонда 10^{-12} А.

Результаты и выводы. Морфология продуктов изнашивания, поверхности трения и пленки переноса ПТФЭ существенно зависит от условий радиационного модифицирования. В исходном ПТФЭ продукты изнашивания выпадают из зоны трибоконтакта в виде большого количества довольно крупных хлопьев, представляющих собой плоские чешуйки с характерным размером до 1 мм (рис. 1а). Пленка переноса равномерно покрывает дорожку трения и по толщине существенно превышает масштаб шероховатости контртела (рис. 1в). В процессе трения наблюдается отслаивание и выпадение из зоны трибоконтакта отдельных фрагментов пленки переноса. На поверхности трения образуются трещины, распространяющиеся в направлении скольжения на глубине (рис. 1д). Это ведет к развитию процесса деламинационного изнашивания, аналогичного процессу, описанному в деламинационной теории изнашивания.

После радиационного модифицирования ПТФЭ в расплаве дозой 200 кГр из зоны трибоконтакта выпадают значительно более мелкие частицы размером от 100 нм до 1 мкм (рис. 1б). Пленка переноса при этом неоднородная (рис. 1г). В местах ее формирования отчетливо проявляется фибриллярная структура (рис. 1г). На поверхности трения наблюдаются только царапины, характерные для абразивного механизма изнашивания (рис. 1е). Для композитов на основе ПТФЭ наблюдается подобная картина. Кроме того, радиационное модифицирование приводит к усилению межфазного взаимодействия, которое визуализируется на поверхности трения композита как отсутствие зазора между наполнителем и матрицей полимера (рис. 1ж, рис. 1з).

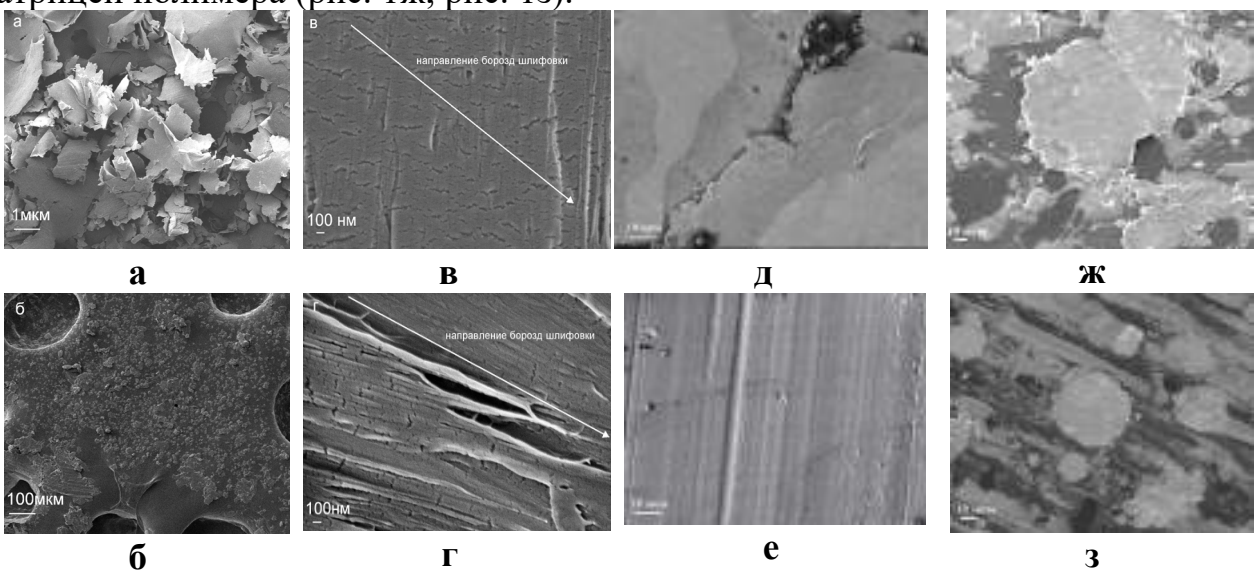


Рис. 1. РЭМ-изображения продуктов износа, пленки переноса, поверхности трения исходного ПТФЭ (а, в, д) и РМ ПТФЭ (б, г, е) и поверхности трения исходного композита F4Br(0)20Br(40)20G55(10) (ж) и РМ F4Br(0)20Br(40)20G55(10) (з).

Благодарности: Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН.

Список литературы:

[1] Н.В. Садовская, А.Ю. Обвинцев, Р.С. Хатипов, С. А. Хатипов. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. **№ 9.** 38 (2016).

The mechanism of formation microcrystals with five-fold symmetry

Ivan S. Pavlov[1], Anna G. Ivanova[1], Vladimir P. Filonenko[2], Alexei E. Voloshin[1], Pavel V. Zinin[3], Alexander L. Vasiliev[1]

[1]*FSRC "Crystallography and Photonics" RAS, Moscow, Russia*
[2]*Institute for High Pressure Physics, RAS, Moscow, Troitsk, Russia*
[3]*Scientific-Technological Center of Unique Instrumentation, RAS, Moscow, Russia*

e-mail: ispav88@gmail.com

Crystals with pseudo five-fold symmetry have been known over a long period. This microstructure is common for fcc nanocrystals which can form icosahedra and five-fold stars by twinning parallel to {111} planes. Another way of the formation of crystals with five-fold symmetry is quasicrystals[2]. In a number of works quasicrystals with a morphology close to rhombic hexecontahedron (RH) were observed [1-3]. This geometric shape was described only in 1940 by Helmut Unkelbach (fig.1a).

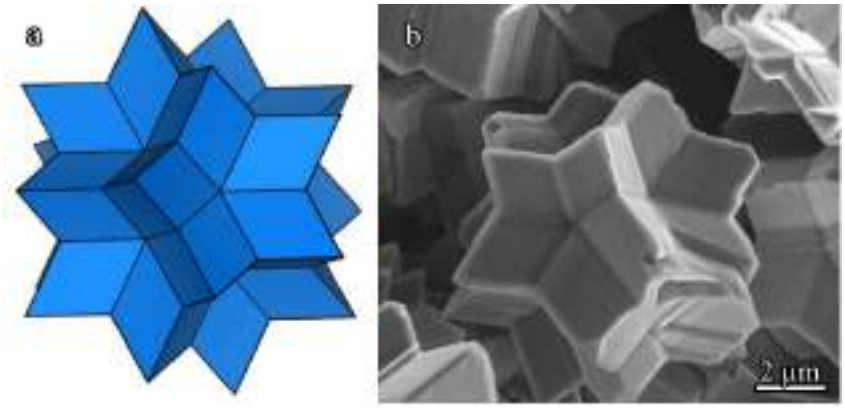


Figure. 1. (a) Rhombic hexecontahedron and (b) SE SEM image of the particle in the shape of RH.

In the present research, the boron carbide powder with RH morphology microcrystals were formed by M-carborane under high pressure (5-8 GPa) and temperature in the range between 970 and 1770 K (fig.1b). Within previously observed particles these ones demonstrate most close to RH morphology. Moreover, they are largest in size (5-15 µm). The crystal structure was determined by X-ray diffraction (XRD) as rhombohedral with $R\bar{3}m$ space group and unit cell parameters a = 5.24 Å, α = 65.58°. Surprisingly, these RH particles are not quasicrystals. The bright field (BF) TEM image of the cross-section of the RH particle prepared by focused ion beam (FIB) is presented in fig.2. We can distinguish flat boundaries (red arrows), curve boundary (blue arrow) and pores (yellow arrows). The high-resolution (HR) TEM study revealed that the mechanism responsible for the formation of such RH microcrystals is multiple twinning. Flat boundaries corresponds to the first order twin boundaries (TB) with the {100} parallel to twinning planes (insert in fig.2). The curve boundary appears as a boundary between second and higher order cyclic twinns with ~ 5^0 excess angle.

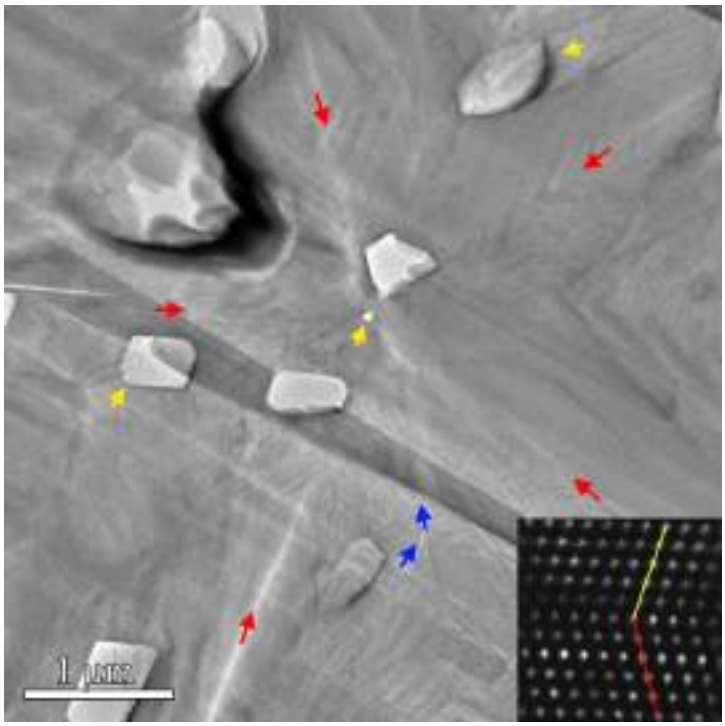


Figure. 3. a) BF TEM of a RH particle prepared by FIB. Red arrows mark TB, blue – high order TB. Pores are marked by yellow arrows. The insert presents HRTEM image of TB.

The RH is the shape with the lowest total surface area among the crystals with the same volume and number of twins. Under this circumstance, such particles have the lowest surface energy and this shape is the most favorable.

The pores are formed most likely under decomposition of M-carborane during boron carbide synthesis.

References:

[1] Guyot, P. *Nature* **326**, 640–641 (1987).
[2] Abe, E., Yan, Y. & Pennycook, S. J. *Nat. Mater.* **3**, 759–767 (2004).
[3] Bončina, T., Markoli, B., Anžel, I. & Zupanič, F. *Zeitschrift fur Krist.* **223**, 747–750 (2008).

This work was supported by the Ministry of Science and Higher Education within the State assignment FSRC «Crystallography and Photonics» RAS in part of Electron microscopy and was performed using the equipment of the Shared Research Center FSRC "Crystallography and Photonics" RAS. For PVZ the study was supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (FFNS-2022-0002).

Дефектная структура плёнки α-Ga_2O_3, выращенной на *c*-грани подложки сапфира, по данным ПЭМ

Мясоедов А.В.[1]*, Павлов И.С.[2], Печников А.И.[1,3], Степанов С.И.[1,3], Николаев В.И.[1,3]

[1]ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, 194021, Санкт-Петербург, Россия
[2]Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 119333, Москва, Россия
[3]ООО «Совершенные Кристаллы», Санкт-Петербург, Россия
e-mail: amyasoedov88@gmail.com

Оксид галлия (Ga_2O_3) является ультраширокозонным полупроводником перспективным для применений в силовой– и оптоэлектронной технике [1]. В последнее время все чаще обращают внимание на метастабильные полиморфы Ga_2O_3, среди которых особый интерес вызывает так называемая α-фаза с шириной запрещённой зоны (5.0-5.3 eV). Рассогласование α-Ga_2O_3 по параметру *a* с сапфиром составляет 4.7%. Столь значительное несоответствие приводит к возникновению высокой плотности прорастающих дислокаций (ПД) на уровне 10^{10}-10^{11} см$^{-2}$ [2,3].

На данный момент в литературе отсутствует достаточно полное описание дефектной структуры тонких плёнок α-Ga_2O_3, и целью данной работы является расширить представления по данному вопросу. В работе представлены результаты ПЭМ-исследования плёнок α–Ga_2O_3 толщиной 0.8–1.3 мкм, выращенных на сапфировых подложках базисной ориентации методом хлоридной эпитаксии в ООО «Совершенные кристаллы» (Perfect crystals LLC). В плёнках были выявлены и охарактеризованы такие дефекты, как прорастающие дислокации (ПД), включения 60°-поворотных доменов и дефекты упаковки.

Для определения векторов Бюргерса ПД был применён критерий невидимости дислокаций при различных действующих отражениях. Для данных образцов было установлено, что в отражениях типа $g = 11\bar{2}0$ проявляется минимальное количество линий ПД. Этот результат находится в некотором противоречии с результатами других работ [2,3], в которых для данного отражения в контрасте находится наибольшее количество линий ПД, что соответствует присутствию краевых дислокаций с векторами Бюргерса типа $1/3<2\bar{1}\bar{1}0>$.

Анализ ядер дислокаций с помощью построения контура Бюргерса для ПЭМ-образцов, приготовленных в планарной геометрии, выявил дислокации с ненулевыми компонентами вектора Бюргерса преимущественно $1/3<1\bar{1}00>$ типа и в меньшей степени с $1/3<2\bar{1}\bar{1}0>$ типа. На рис.1 *a*, приведён пример такого построения. Мы предполагаем, что имела место реакция расщепления дислокаций $1/3<2\bar{1}\bar{1}0>$ на две частичные дислокации типа $1/3<1\bar{1}00>$ с образованием дефектов упаковки, которые соответствуют множеству, наблюдаемых в данной ориентации, границ.

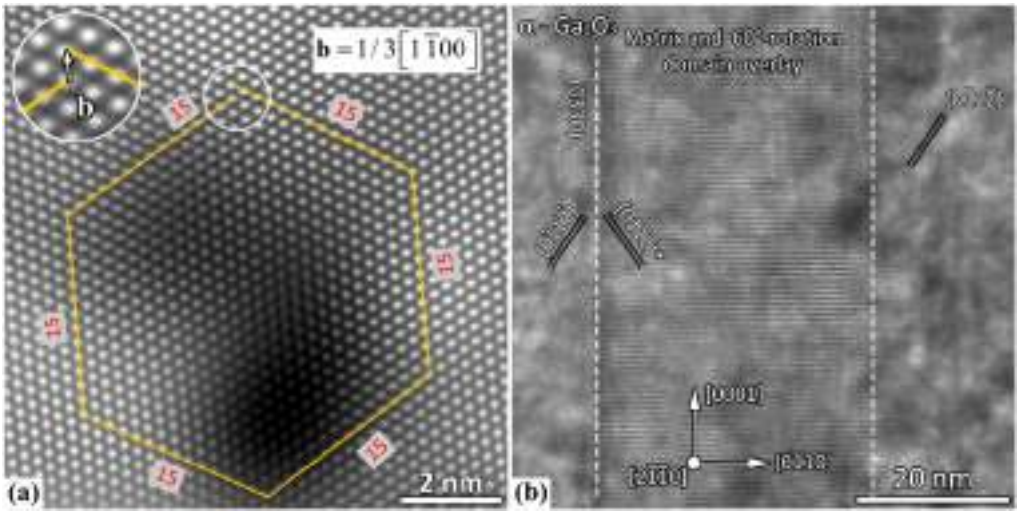


Рис.1. a – изображение ядра ПД с вектором Бюргерса $\mathbf{b} = 1/3[1\,\bar{1}00]$*, полученное с применением фильтрации Фурье-образа ВРЭМ-изображения; b – ВРЭМ-изображение наложения включения 60°-поворотного домена и матрицы плёнки.*

На рис. 1, *b* приведено ВРЭМ-изображение включения 60°-поворотного домена для оси зоны $[2\,\bar{1}\,\bar{1}0]$. Наложение решёток включения и матрицы приводит к возникновению картины муара на изображении. На рисунке указано положение атомных плоскостей $(0\,\bar{1}1\bar{2})$, соответствующих наибольшему межплоскостному расстоянию при наблюдении в данной оси зоны. Для наглядности область наложения выделена на изображении пунктирными линиями. Отметим, что при ориентации вдоль оси зоны $[1\,\bar{1}00]$ плоскости матрицы и включений дублируют друг друга, и картины муара не возникает.

Согласно результатам ПЭМ-исследования плёнки в поперечном сечении, данные включения возникают на интерфейсе с подложкой и распространяются до поверхности. Поперечные размеры доменов, согласно изображениям, полученным в планарной геометрии, могут достигать нескольких десятков нанометров, а их объёмная доля для данных образцов, по нашей оценке, составляет около 5%.

ПЭМ-исследование выполнено при поддержке РФФИ, грант 19-29-12041 мк.

Список литературы:

[1] Yu.Yuan *et al.*, *Fundamental Research*, **1**, 697 (2021).
[2] T.C. Ma *et al.*, *Appl. Phys. Lett.*, **115**, 18 (2019).
[3] Y. Oshima *et al.*, *J. Cryst. Growth*, 576, no. 126387, 2021.

Новые методы просвечивающей и растровой электронной микроскопии

Комплекс дифракционного картирования для просвечивающей электронной микроскопии

Каратеев И.А.[1], Овчаров А.В.[1], Каратеева К.Г.[1], Преснякова Н.Н.[1]

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

Современные задачи материаловедения, такие как исследование облученных материалов, полупроводников и композитных материалов, требуют от ПЭМ не только высокого пространственного разрешения, но и большого объема данных для проведения статистической обработки. Однако, в настоящий момент, анализ фаз и ориентаций в просвечивающей электронной микроскопии является трудноразрешимой задачей и выполняется для ограниченного числа зерен. Ручная идентификация произвольно ориентированных зерен является крайне сложной задачей, а в случае, если исследуемый материал является полифазным, выполнение данной процедуры становится практически невозможным.

Для решения этой задачи авторами был разработан программный комплекс дифракционного картирования для просвечивающей электронной микроскопии. Данный комплекс состоит из экспериментального и аналитического модулей. Экспериментальный модуль необходим для проведения дифракционного картирования и получения экспериментальных данных. На данный момент в экспериментальном модуле реализована поддержка просвечивающих микроскопов фирмы Thermo Fisher Scientific. Дифракционное картирование производится в режиме uProbe STEM, так как он позволяет производить прецизионное позиционирование пучка электронов и получать точечные дифракционные картины от областей менее 5 нм [1]. Кроме непосредственной возможности проведения картирования экспериментальный модуль предоставляет гибкие настройки проведения эксперимента (рис 1) – можно настроить экспозицию дифракционной картины, задать число фреймов для суммирования и даже активировать режим прецессии электронного пучка для подавления динамических эффектов [2].

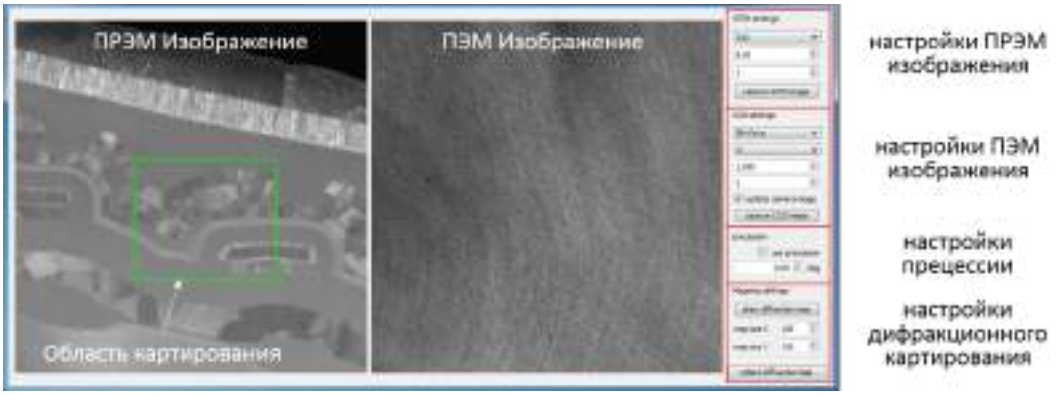


Рисунок 1. Интерфейс экспериментального модуля

За расшифровку дифракционных карт отвечает аналитический модуль. Для его корректной работы пользователь должен указать экспериментальную дифракционную карту, задать список кристаллографических фаз, с которыми будет производиться сравнение дифракционных картин, а также указать условия проведения эксперимента (значение ускоряющего напряжения и угол сходимости электронного пучка). В процессе расшифровки каждая полученная дифракционная картина обрабатывается – рассчитывается положение и интенсивность дифракционных пиков. Затем полученный набор дифракционных пиков сравнивается с референсными наборами пиков от кристаллографических фаз. Результатом сравнения является число, характеризующее сходство двух наборов дифракционных пиков. Фаза и ориентация, показавшая наибольшее соответствие, полагается результатом расшифровки. Расшифрованные данные экспортируются в формате ang, что облегчает дальнейшую обработку.

Результат расшифровки синтетической дифракционной карты, содержащей несколько фаз (рис 2), показывает, что аналитический модуль не только успешно разделил фазы друг относительно друга, но и корректно определил ориентацию каждого зерна.

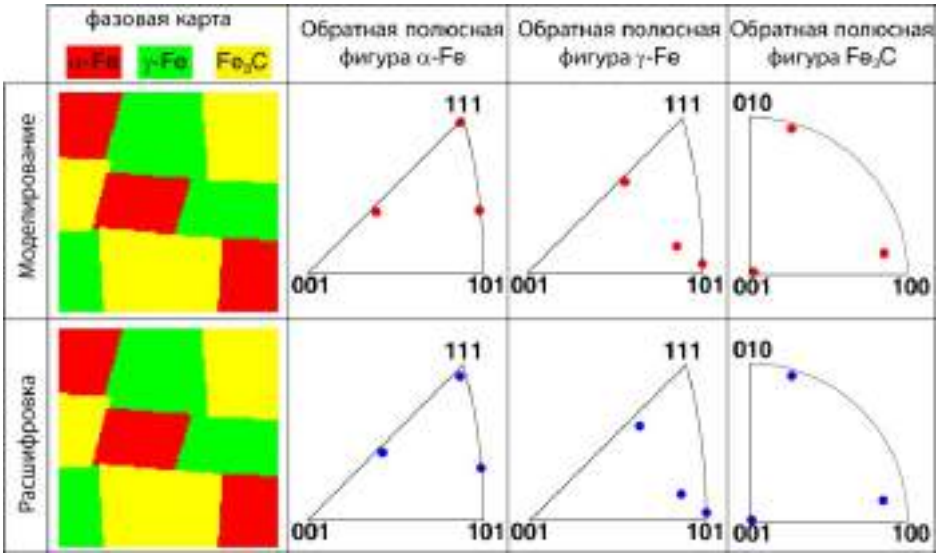


Рисунок 2. Результат расшифровки дифракционной карты, сгенерированной по модельной полифазной системе.

Данная работа была поддержана НИЦ «Курчатовский институт» (приказ № 2753 от 28.10.2021).

Список литературы:

[1] K.J. Ganesh, M. Kawasaki, J.P. Zhou and P.J. Ferreira, *Microscopy and Microanalysis*, **16**, 614-621 (2010)

[2] A. Avilov, K. Kuligin, S. Nicolopoulos and M. Nickolsky, *Ultramicroscopy*, **107 (6-7)**, 431-444 (2007

Количественная оценка влияния предварительной пластической деформации на характеристики хрупкого излома с помощью метода конфокальной лазерной сканирующей микроскопии

Данилов В.А., Мерсон Д.Л.

Научно-исследовательский институт прогрессивных технологий, Тольяттинский государственный университет
e-mail: va.danilov@yahoo.com

Извлечение и интерпретация полезной информации, которую несет в себе поверхность разрушения, является весьма актуальной проблемой во фрактографии. В большинстве случаев фрактографический анализ носит лишь качественный характер, что негативно сказывается на объективности получаемых результатов. Связано это в первую очередь с ограничениями методов, применяемых в области исследования поверхности разрушения. Получение точных данных с использованием метода конфокальной лазерной сканирующей микроскопии (КЛСМ) с морфологии поверхности излома, во всех трёх координатах (xyz), сделало возможным исследование топографии разрушения более детально. В одной из наших предыдущих работ применение метода КЛСМ для фрактографии показало высокую эффективность данной методики [1].

В ходе выполнения данной работы оценена возможность применения метода КЛСМ для исследования влияния предварительной пластической деформации на морфологию поверхности разрушения низкоуглеродистой стали. Полученные в ходе испытания поверхности разрушения исследовались на конфокальном лазерном сканирующем микроскопе Lext OLS4000 (Olympus). Были отсканированы несколько областей размером 256×256 мкм для каждого образца объективом MPlanApoN50xLEXT (увеличение 1000x) с шагом сканирования по оси Z равным 0,6 мкм. Непосредственно перед измерениями снимки были обработаны специальным цифровым фильтром «Pre-measurement» для удаления шумов. С помощью инструментов программного обеспечения микроскопа измерялись параметры поверхностной шероховатости (Sa, Sq, Sz и т.д.), а также характеристическая площадь поверхности Rs. Углы разориентировки были измерены с помощью программы, разработанной совместно с НИТУ «МИСиС» (г. Москва). Принцип работы программы: 1) первоначально в программу импортируются, полученные с помощью КЛСМ, массив данных, содержащий x, y и z координаты для каждого пикселя, а также соответствующее 2D изображение; 2) затем на 2D изображении вручную выделяются границы фасеток; 3) для выделенных участков программа находит соответствующие точки в массиве высот и определяет коэффициенты уравнения для плоскости, аппроксимирующей выделенный участок поверхности разрушения; 4) с использованием полученных данных определяются углы разориентировки соседних фасеток, а также степень отклонения поверхности

фасетки от идеальной плоскости, отражающая величину кривизны фасетки (Рис. 1).

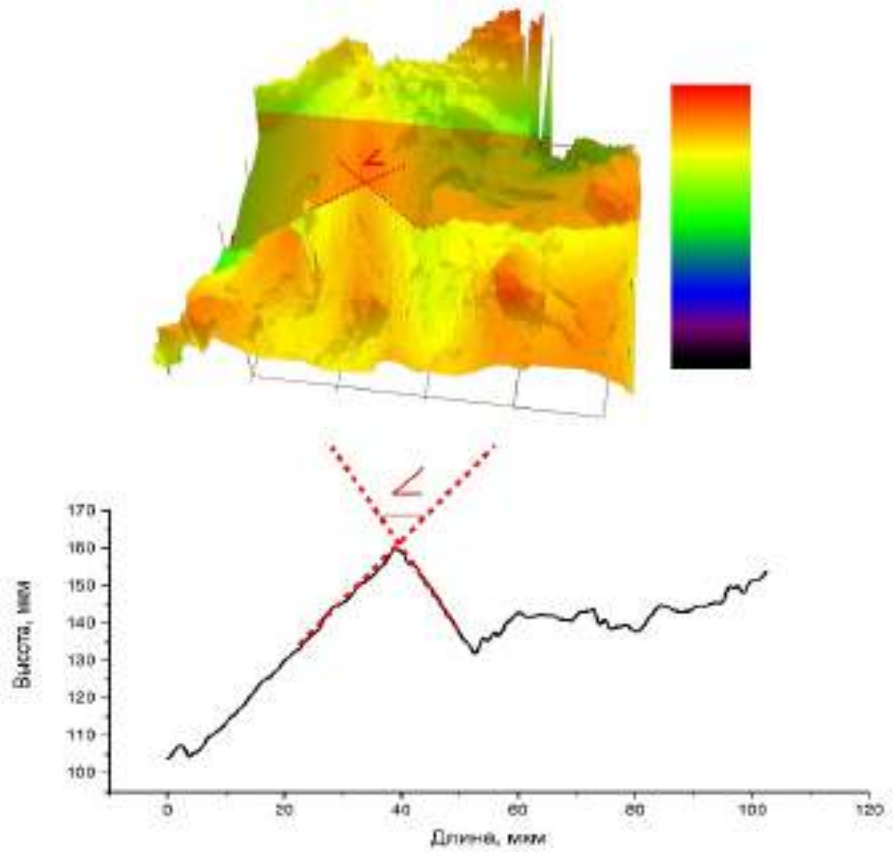


Рис.1. 3D скан поверхности разрушения и профилограмма поверхности полученная по секущей

В результате предварительной пластической деформации фасетки скола приобретают вытянутую форму. Установлено, что с увеличением степени предварительной деформации шероховатость и величина характеристической поверхности излома возрастают. Средний угол разориентировки фасеток увеличивается по мере роста степени предварительной деформации.

Результаты проведенного исследования показали высокую эффективность метода конфокальной лазерной сканирующей микроскопии для решения задач количественной фрактографии.

Работа выполнена в рамках государственного задания FEMR-2021-0011

Список литературы:

[1] E. Merson, V. Danilov, M. Linderov, P. Myagkikh, D. Merson, A. Vinogradov, *Procedia Struct. Integr.*, **13**, 2152-2157 (2018).

Электронно-оптическая система растрового электронного микроскопа с ахроматической отклоняющей системой

Казьмирук В.В.[1], Курганов И.Г.[1,2], Савицкая Т.Н.[1]

[1]ФГБУН Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка
[2]ООО «АИН ЭЛЕКТРА», г. Черноголовка
e-mail: kurganov4@yandex.ru

Использование электростатических электронных линз в электронно-оптической системе растрового электронного микроскопа позволяет создавать приборы компактных размеров и малой массы. Расчет объективной линзы такого микроскопа был проведен авторами раннее [1]. Представляет интерес задача совершенствования таких ЭОС с целью получения лучших аберрационных характеристик.

В работе проведен численный расчет электронно-оптической системы (ЭОС) электростатического растрового электронного микроскопа с ахроматической отклоняющей системой [2]. ЭОС содержит конденсор 1, двухступенчатую отклоняющую систему 2 с элементом, изменяющим энергию пучка, и объектив 3 (рис. 1). Добавление элемента изменяющего энергию пучка даёт возможность скорректировать хроматическое размытие пучка.

Представлены результаты моделирования ЭОС с сравнением хроматического размытия пучка в случае с коррекцией и без коррекции. Сделаны выводы о возможности использования указанной системы в растровом электронном микроскопе.

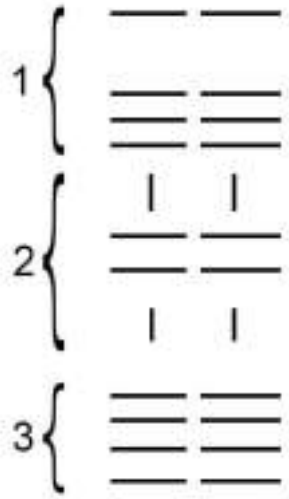


Рис.1. Схема расположения элементов ЭОС

Данная работа была поддержана Фондом содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере.

Список литературы:

[1] И.Г. Курганов, XXVII Рос. конф. по электронной микроскопии, 2018, г. Черноголовка.
[2] Л.А. Баранова, С.Я. Явор, *ЖТФ*, **т.67, №12**, с.86 (1997).

Разработка программного модуля моделирования формы электронного пучка для количественного анализа ПРЭМ изображений

Ястремский Е.В.[1,2], Каратеев И.А.[1], Васильев А.Л.[1,2]

[1]НИЦ «Курчатовский институт»
[2]Институт кристаллографии имени А.В. Шубникова РАН
e-mail: e.yastremsky@gmail.com

Благодаря развитию методов просвечивающей электронной микроскопии, в частности, с появлением корректоров сферической аберрации, стало возможным получение структурных данных материалов с атомным разрешением. Так, использование высокоуглового кольцевого детектора темного поля (ВУКДТП) в просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ) позволяет получать Z-контрастные изображения с субангстремным разрешением [1].

Для анализа данных в большинстве случаев хватает качественных оценок, но для получения более тонких структурных особенностей не обойтись без количественного анализа. Для проведения количественных оценок атомных колонок и трехмерной реконструкции кристаллических наночастиц необходимо проводить обработку изображений с приближением интенсивностей атомных колонок гауссовыми функциями. Однако получаемые данные подвержены влиянию электронного пучка из-за аберраций микроскопа.

В ПРЭМ образец сканируется сфокусированным пучком электронов. Изображение, получаемое, на ВУКДТП детектор, может быть представлено, как двумерная конволюция объектной функции образца и функции формы электронного пучка [2]:

$$I(\boldsymbol{R}) = O(\boldsymbol{R}) \otimes P(\boldsymbol{R})$$

Можно сказать, пучок размывает изображение реальной структуры. В идеальном случае, при полной фокусировке и отсутствии каких-либо аберраций, форма пучка представляет собой δ-функцию, и объектная функция точно передается в виде интенсивности. В реальности полностью избавится от аберраций невозможно, и в любом, даже скорректированном микроскопе, пучок будет оказывать влияние на изображение.

Для корректного анализа интенсивностей атомных колонок необходимо устранить влияние пробы на изображение. Для этого необходимо оценить и смоделировать электронную пробу и произвести деконволюцию изображения с пробой.

В рамках представленной работы было реализовано программное обеспечение по моделированию формы электронного пучка по заданным параметрам микроскопа. На рисунке 1 представлен интерфейс программного модуля моделирования формы электронного пучка. По заданным параметрам микроскопа программа генерирует изображения пучка с высокой точностью.

Для уменьшения времени вычислений может быть использован графический ускоритель.

Также ведется работа по написанию утилиты, определяющей коэффициенты аберраций микроскопа непосредственно перед съемкой изображения. Данная утилита будет определять коэффициенты аберраций с использованием фокальных серий или Землиновских серий наклона пучка [3]. Это позволит проводить деконволюцию ПРЭМ изображений с реальной пробой электронного пучка для минимизации эффектов формы пучка на изображение.

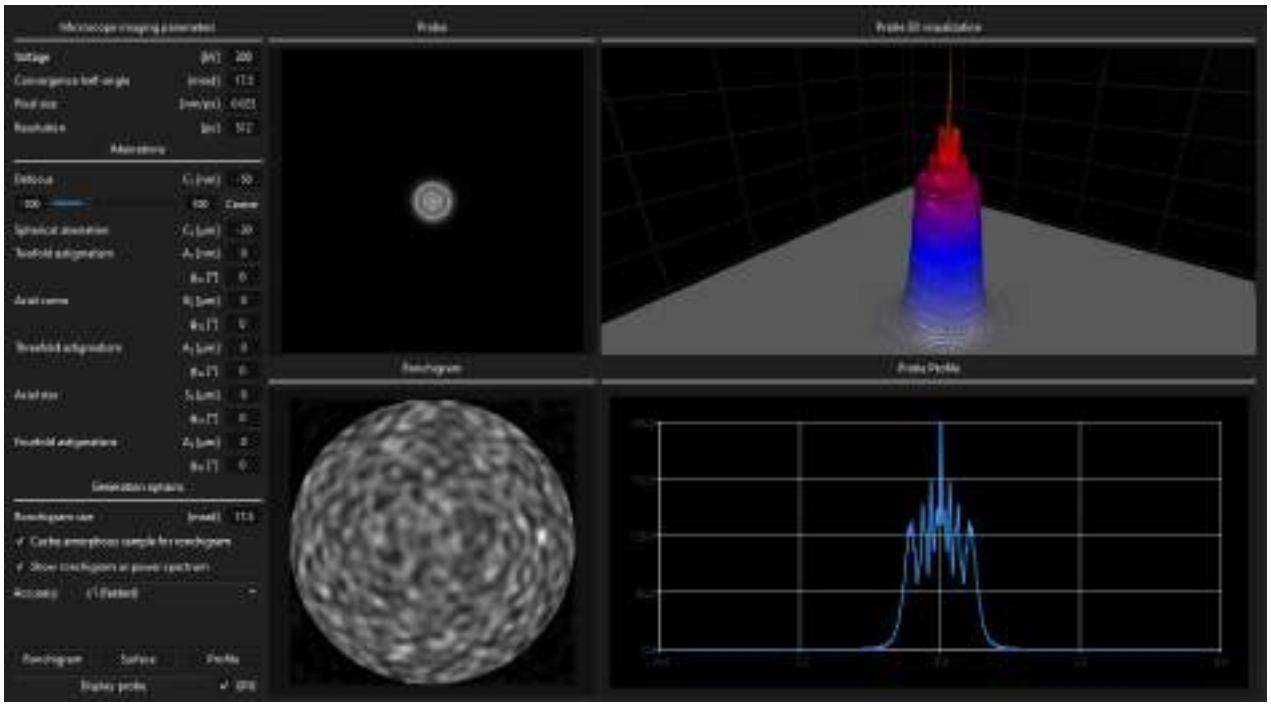


Рис.1. "Программный модуль моделирования формы электронного пучка"

Данная работа была поддержана НИЦ «Курчатовский институт» (приказ № 2753 от 28.10.2021).

Список литературы:

[1] A.R. Lupini, A.Y. Borisevich, J.C. Idrobo, H.M. Christen, M. Biegalski, S. J. Pennycook, *Microscopy and Microanalysis*, **15**(5), 441-453 (2009).
[2] K. Watanabe, Y. Kotaka, N. Nakanishi, T. Yamazaki, I. Hashimoto, M. Shiojiri, *Ultramicroscopy*, **92**(3-4), 191-199 (2002)
[3] F. Zemlin, K. Weiss, P. Schiske, W. Kunath, K.-H. Herrmann, *Ultramicroscopy*, **3**, 49-60 (1978).

Методы электронной микроскопии и микроанализа в исслдеовании предметов культурного наследия

Растровая электронная микроскопия, микроанализ и комплементарные методы в изучении средневекового текстиля, декорированного золотными нитями

Созонтов Е.А.[1], Трунькин И.Н.[1], Грешников Э.А.[1], Елкина И.И.[2], Малахов С.Н.[1], Тихомиров С.А.[1], Кондратьев О.А.[1], Ступников А.А.[1]

[1] Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», 123182 Москва, Россия
[2] Институт археологии РАН, 117292 Москва, Россия
e-mail: Sozontov_EA@nrcki.ru

Археологические текстильные находки – важные многоаспектные исторические источники, информативность которых (материал, техника изготовления, орнаментация и т.д.) вскрывается лишь путем комплексного изучения. В настоящей работе развивается междисциплинарный подход при исследовании фрагментов текстиля (XVI-XVII вв.), найденных в ходе археологических работ (февраль 2021г.), проводимых Институтом археологии РАН в Москве на территории бывшей Гончарной слободы, используя комплекс комплементарных аналитических методов. Ввиду того, что подлинных русских текстильных вещей XVI–XVII вв. в музейных собраниях крайне мало, археологический текстиль становится главным документальным источником информации по этой эпохе.

Объекты исследования: текстильные фрагменты (Рис.1) остатков предмета (ГС №269 по полевой описи), побывавшего в пожаре. Предварительная атрибуция предмета: рубаха, шитая, предположительно, из льняной ткани, украшенная вышивкой, предположительно, золотными нитями и шелковыми лентами.

Методы исследования: оптическая микроскопия, включая поляризационную оптическую микроскопию; трансмиссионная и растровая электронная микроскопия; методы рентгеновского флуоресцентного анализа и энергодисперсионного рентгеновского микроанализа, метод рентгенофлуоресцентного элементного картирования, а также другие комплементарные методы с фокусом на неразрушающие методы анализа. Для исследования распределения элементного состава по толщине анализируемой ленты применялась техника Фокусированного ионного пучка (ФИП).

Задачи исследования: определение природы волокон тканей, лент, нитей швов и сердечника-основы золотных нитей; определение химического элементного состава, элементное профилирование, а также элементное картирование пряденых золотных нитей вышивки.

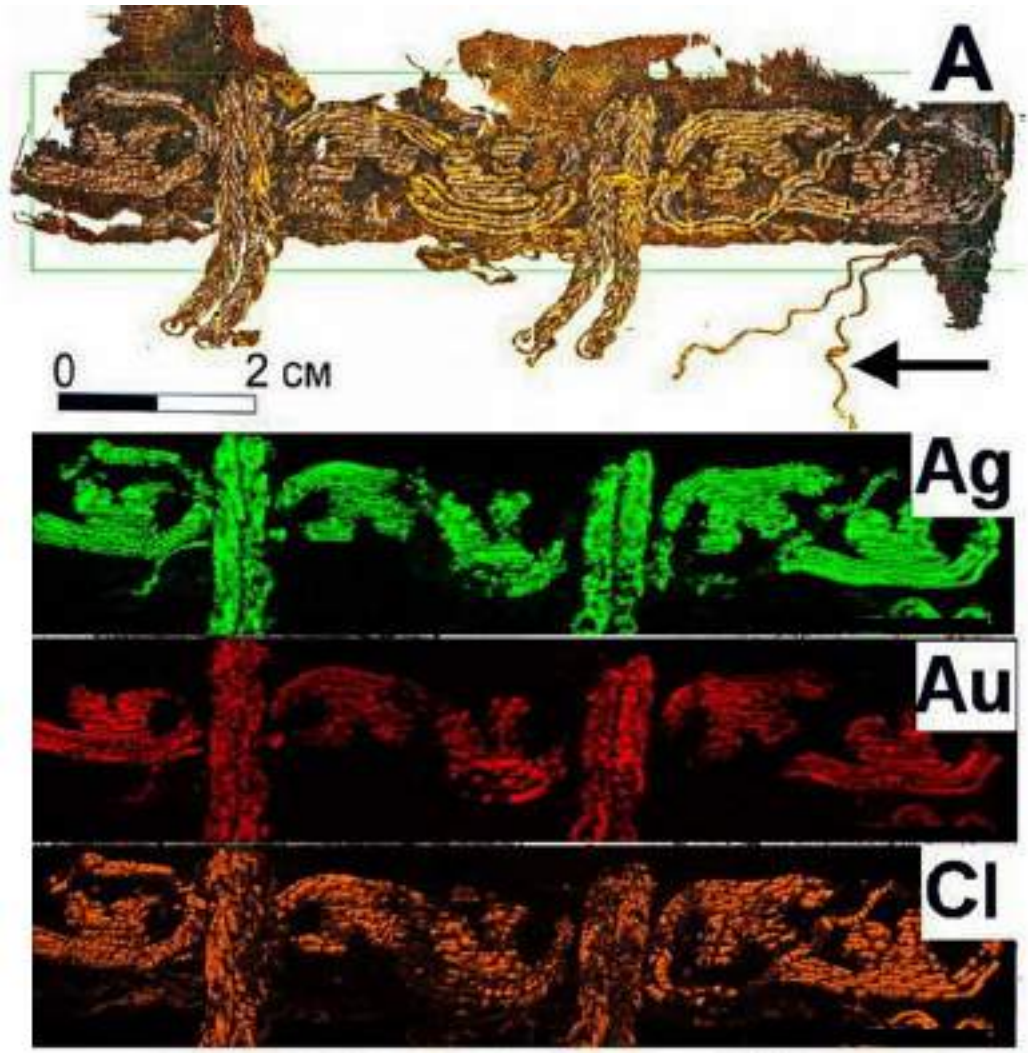


Рис.1. *Фотография (А) фрагмента текстиля (прямоугольником зеленого цвета выделена область сканирования), декорированного золотными нитями (указано стрелкой) и карты распределения элементов (Ag, Au, Cl).*

В результате проведенных исследований было установлено следующее: представленный фрагмент текстиля, декорированный золотными нитями выткан из льняной ткани, окантованной шелковой лентой; фрагменты золотного шитья на ткани изготавливались путем оплетки соседних нитей ткани серебряной (с примесью меди и золота) лентой шириной около 500 микрон и толщиной 28-36 микрон с нанесенным на ее поверхность слоем золота толщиной 1.5-2 микрона. Проведена реконструкция способа изготовления ленты и процесса нанесения золотного покрытия на ее поверхность. Получены исходные оптические изображения высокого разрешения, позволяющие реконструировать технологии скрутки нитей и способов ткачества.

Исследование выполнено в НИЦ «Курчатовский институт». Образцы для исследований предоставлены Институтом археологии РАН.

30 августа

Приглашенные доклады

Quantum state tomography by ultrafast diffraction

Zheng Li[1], R.J. Dwayne Miller[2], A.A. Ischenko[3]

[1]State Key Laboratory for Mesoscopic Physics and Collaborative Innovation Center of Quantum Matter, School of Physics, Peking University, Beijing 10087, China
[2]Departments of Chemistry and Physics, University of Toronto, Toronto, Ontario M5S 3H6, Canada
[3]Lomonosov Institute of Fine Chemical Technologies, MIREA - Russian Technological University, Vernadskii Avenue 86, 119571 Moscow, Russia
email: ischenko.mirea@yandex.ru

Since the 1980, the scientific world made intensive efforts in order to register a movie about the coherent nuclei dynamics in the molecules, the fast dynamic processes in biological tissues and cells, and the structure dynamics of the solid in nanovolumes in time. The observed coherent changes in the nuclear subsystem by ultrafast diffraction methods determine the fundamental transition from the standard kinetics to the dynamics of the phase trajectory of the molecule and the tomography of molecular quantum state. Ultrafast diffraction measurements offer a new avenue for quantum state reconstruction, yielding the Wigner function from a tomographically complete set of time-dependent position probability densities [1].

Molecular quantum state measurements by ultrafast diffraction are complementary to quantum state preparation and control of matter by laser fields. Coherent nuclear dynamics can be followed in this way [1, 2] because the elastic scattering of fast electrons proceeds on an ultrashort (ultimately attosecond) time scale and represents a nondestructive probing technique (Fig. 1). Adequately, new avenues in physical chemistry are in development based on studies of coherent nuclear dynamics [1-3].

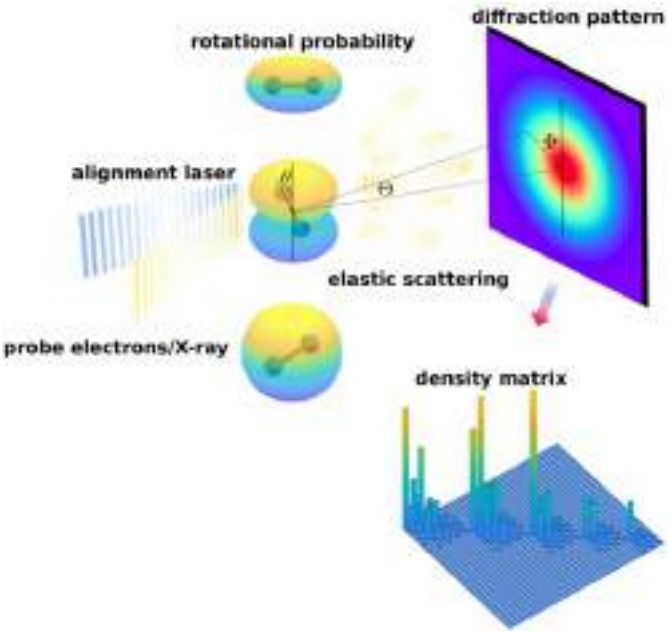


Fig. 1. Schematic drawing of the ultrafast electron diffraction experiment [3]

Ultrafast electron diffraction and time-resolved serial crystallography are the basis of the ongoing revolution in capturing at the atomic level of detail the structural dynamics of molecules. However, most experiments capture only the probability density of the nuclear wavepackets to determine the time-dependent molecular structures, while the full quantum state has not been accessed. Here, we introduce a framework for the preparation and ultrafast coherent diffraction from rotational wave packets of molecules, and we establish a new variant of quantum state tomography for ultrafast electron diffraction to characterize the molecular quantum states. The ability to reconstruct the density matrix and Wigner function, which encodes the amplitude and phase of the wavepacket, for molecules of arbitrary degrees of freedom, will enable the reconstruction of a quantum molecular movie from experimental x-ray or electron diffraction data [4].

In summary, we have demonstrated an iterative quantum tomography approach that is capable of extracting the density matrix of high-dimensional wavepacket of matter from its evolutionary probability distribution in time. The notorious dimension problem, which has prohibited for almost two decades the quantum tomographic reconstruction of molecular quantum state from ultrafast diffraction, has thus been resolved.

This quantum tomography approach can be straightforwardly extended to obtain quantum states of vibrational wavepackets as well. We expect this advance to have a broad impact in many areas of science and technology, not only for making the quantum version of molecular movies, but also for quantum state measurement in condensed matter physics, quantum computing and quantum information with imperfect knowledge of phase information, e.g. due to incomplete measurement for the sake of speed and efficiency [4].

Acknowledgments

This work was supported by RFBR Grant No. 20-02-00146.

References:

[1] A.A. Ischenko, P.M. Weber, and R.J. Dwayne Miller, *Chem. Rev*. **117**, 11066 (2017).

[2] R. Srinivasan, V.A. Lobastov, C.-Y. Ruan, and A.H. Zewail, *Helv. Chim. Acta* **86**, 1763 (2003).

[3] Z. Li, S. Gyawali, A.A. Ischenko, S. Hayes, and R.J. Dwayne Miller, *ACS Photonics* **7**, 296 (2020).

[4] M. Zhang, S. Zhang, Y. Xiong, H. Zhang, A.A. Ischenko, O. Vendrell, X. Dong, X. Mu, M. Centurion , H. Xu, R. J. Dwayne Miller, and Z. Li, *Nature Comm*. **12**, 5441 (2021).

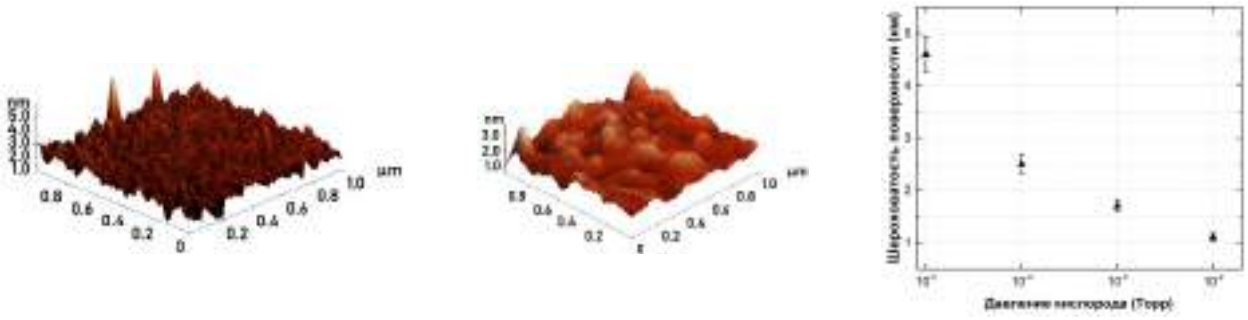
Исследование макета преобразователя механической энергии на основе нанокристаллических пленок $BaTiO_3$ и углеродных нанотрубок

Вакулов З.Е.[1], Соболева О.И.[2], Томинов Р.В.[3], Ильина М.В.[3], Смирнов В.А.[3], Агеев О.А.[3]

[1]Федеральный исследовательский центр Южный научный центр Российской академии наук
[2]Научно-исследовательская лаборатория технологии функциональных наноматериалов Южного федерального университета
[3]Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения Южного федерального университета
e-mail: zakhar.vakulov@gmail.com; vakulov@ssc-ras.ru

Стремительное развитие технологи, а также снижение энергопотребления микроэлектронных устройств создали возможности для использования сбора и преобразования энергии окружающей среды для питания устройств Интернета Вещей и беспроводных датчиков носимой электроники [1]. Однако усиливающееся вредное антропогенное воздействие на природу, связанное с использованием свинец содержащих материалов, побуждает искать альтернативу использованию цирконата-титана свинца в составе преобразователей энергии. Одним из перспективных материалов для подобных применений является титанат бария ($BaTiO_3$) [2]. Для формирования нанокристаллических пленок $BaTiO_3$ использовался метод импульсного лазерного осаждения (ИЛО), позволяющий формировать пленки многокомпонентных оксидов, гетероструктуры и сверхрешетки с контролируемыми параметрами. В методе ИЛО давление фонового газа являются параметром, влияющими на заключительный этап формирования пленки [3]. Целью работы являлось исследование закономерностей влияния давления кислорода при ИЛО на морфологические параметры пленок $BaTiO_3$, а также разработка архитектуры преобразователя механической энергии на основе гибридных углеродных наноструктур. Пленки формировались на кремниевых подложках в кислородной среде в широком диапазоне давлений (от 1×10^{-5} Торр до 1×10^{-2} Торр). Изучение морфологии полученных пленок производилось методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ) в полуконтактном режиме с помощью растрового электронного микроскопа Nova Nanolab 600 (FEI.Co, Нидерланды) и зондовой нанолаборатории Ntegra (ЗАО «НТ-МДТ», Россия) соответственно.

На рисунке 1 представлены АСМ изображения нанокристаллических пленок $BaTiO_3$, полученных при различном давлении кислорода. Установлено, что образцы, полученные при давлении кислорода 1×10^{-5} Торр имеют более мелкозернистую структуру по сравнению с остальными пленками.



а) б) в)

Рис.1. Результаты АСМ исследований пленок $BaTiO_3$, полученных при различном давлении кислорода при ИЛО: 1×10^{-4} Торр (а), 1×10^{-2} Торр (б), морфологические параметры (в)

Увеличение давления кислорода приводит к снижению шероховатости поверхности пленок с (4,6±0,3) нм до (1,1±0,1) нм. При этом размер зерен увеличивается, поскольку у испаряемых частиц недостаточно энергии для миграции по поверхности подложки из-за снижения их кинетической энергии и уменьшения длины свободного пробега. На основе полученных экспериментальных результатов был изготовлен макет преобразователя энергии на основе гибридных углеродных наноструктур. В качестве активного элемента в преобразователе используется массив углеродных нанотрубок, покрытый пленкой $BaTiO_3$, полученной при давлении кислорода 1×10^{-2} Торр. Для определения коэффициента d_{33} исследуемых образцов были измерены зависимости амплитуды PFM сигнала от величины приложенного напряжения между зондом и образцом. Значение d_{33} рассчитывалось как отношение приращения амплитуды колебаний зонда (A) к приращению амплитуды приложенного напряжения (U_{DC}): $d_{33} = K \cdot dA/dU_{DC}$ [4] где K - коэффициент пропорциональности, связывающий изгиб зонда, измеренный в нА, со смещением поверхности в нанометрах. Среднее значение d_{33} для структуры $BaTiO_3$-УНТ составило (29,6±0,2) пм/В. Полученные результаты могут быть использованы при разработке систем энергообеспечения элементов носимой электроники и компонентов Интернета Вещей (IoT).

Данная работа была поддержана РФФИ в рамках научных проектов № 19-38-60052 и № 19-29-03041, а также Грантом Президента Российской Федерации № МК-6252.2021.4.

Список литературы:

[1] Vakulov Z. et al., *Materials*, **13**, 3984 (2020).
[2] Vakulov Z. et al., *International Conference on Micro-and Nano-Electronics 2021*, **12157**, 12157 (2022).
[3] Vakulov Z. et al., *Nanomaterials*, **10**, 1371 (2020).
[4] M.V. Il'ina et al., *Journal of Materials Chemistry C*, **9**, 6014 (2021).

Крио-ЭМ или РСА? Стратегия структурных исследований ферментов на примере бета-галактозидазы.

Самыгина В.Р.[1,2], Пичкур Е.Б.[1], Киль Ю.В.[3], Сергеев В.Р.[3,4], Рычков Г.Н.[3,4]

[1]Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва
[2]Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва
[3]Петербургский институт ядерной физики НИЦ «Курчатовский институт», Гатчина
[4]Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург
e-mail:lera@crys.ras.ru

Ферменты являются самым многообразным и многочисленным классом белков, катализирующим почти все химические превращения биомолекул в клетке. Этот класс белков наиболее хорошо изучен, что объясняется важной ролью, которую играют ферменты в функционировании клеток. Кроме того, ферменты сравнительно легко обнаружить и характеризовать по катализируемой реакции.

Структурная биология - мощный инструмент, способный раскрыть детали молекулярных механизмов действия ферментов, а значит получить ключ к влиянию на их функционирование. Классическая схема исследования, направленного на изучение структурно-функциональных характеристик фермента, подразумевает получение трехмерных структур, соответствующих разным стадиям каталитического цикла: апоформы и комплексов с субстратом или его аналогами, продуктами реакции или ингибиторами и анализ кронформационных перестроек которые при этом происходят в активном центре.

Методы высокого разрешения, используемые в таких структурных исследованиях — это ядерно-магнитный резонанс (ЯМР), рентгеноструктурный анализ (РСА) и, достигшая в последние десять лет существенного прогресса криогенная электронная микроскопия (крио-ЭМ). Выбор оптимального метода зависит как от характеристик самого фермента, так и от возможностей подготовки его образца для измерений, включающих, например, необходимую степень очистки, требуемые количество и концентрацию в заданных экспериментом условиях. Самым требовательным методом является ЯМР, в котором существуют ограничения для белков высокого молекулярного веса, а также часто необходимо приготовление белков, содержащих изотопы углерода, азота и водорода.

Криоэлектронная микроскопия предпочтительна для белков большого молекулярного веса, но эта граница постоянно сдвигается в сторону белков меньшего размера. Методы ЯМР и крио-ЭМ позволяют исследовать конформационную подвижность белков, присущую им в водных растворах.

В представляемой работе методами РСА (с использованием источника синхротронного излучения ESRF, Гренобль, Франция) и крио-ЭМ (с использованием единственного в России микроскопа Titan Krios) был

исследован новый фермент β-галактозидаза из гипертермофильной археи *Desulfurococcus amyloliticus*, DaβGal. DaβGal отщепляет галактозу от ди- и олигосахаридов, в том числе и в составе лактозы. Белок является димером, мономер содержит 975 аминокислотных остатков. Показаны преимущества и недостатки использования криоЭМ и РСА для определения пространственной структуры DaβGal. Метод криоЭМ не предъявляет особых требований к генноинженерной конструкции, используемой для выделения фермента и позволил получить структуру в сжатые сроки. Качество выращенных кристаллов DaβGal и получение кристаллической структуры высокого разрешения оказались в большей степени зависимым от типа генноинженерной конструкции. В итоге, была получена структура апоформы фермента методом криоЭМ при разрешении 2,84Å и кристаллическая структура при разрешении 2,15Å. Дальнейшее сравнение структур показало, что особенности укладки полипептидной цепи и строение интерфейса между субъединицами димера DaβGal идентичны в структурах, полученных методами криоЭМ и РСА. Для исследования ингибирования фермента продуктом каталитической реакции была предпринята попытка получения структуры комплекса с β-D-галактопиранозой. При использовании одного и того же образца комплекса структура криоЭМ демонстрировала отсутствие β-D-галактопиранозы в активном центре, тогда как благодаря кристаллическому полиморфизму DaβGal удалось получить структуру с разрешением 3,2 Å в которой в некоторых субъединицах визуализируется её электронная плотность.

Работа поддержана Российским научным фондом (грант № 19-74-20146) в части выделения и очистки белка и получения структуры методом криоЭМ. Кристаллические структуры получены в рамках тематического плана комплекса НБИКС-пт НИЦ "Курчатовский Институт".

Исследование сверхбыстрых процессов, фемтосекундная микроскопия, динамическая электронная кристаллография

Исследование квантово-размерных эффектов в тонких кристаллах с помощью коротких электронных импульсов

Асеев С.А.[1], Ионин В.В.[2], Ищенко А.А.[3], Киселев А.В.[2], Кочиков И.В.[4], Лотин А.А.[2], Миронов Б.Н.[1], Рябов Е.А.[1]

[1]ИСАН - Институт спектроскопии РАН, 108840, Москва, Троицк, ул. Физическая 5.
[2]ИПЛИТ РАН - Институт проблем лазерных и информационных технологий РАН – филиал Федерального государственного учреждения «Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» Российской академии наук»140700, г. Шатура, ул. Святоозерская, 1
[3]РТУ-МИРЭА - Российский технологический университет, Институт тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова, 119571, Москва, проспект Вернадского 86.
[4]МГУ - Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, физический факультет,119234, Москва, Воробьёвы горы
e-mail: isanfemto@ya.ru

На компактном фемтосекундном электронографе (рис. 1) исследованы кристаллические плёнки висмута и теллурида германия. Полученные результаты указывают на проявление в них квантового конфайнмента.

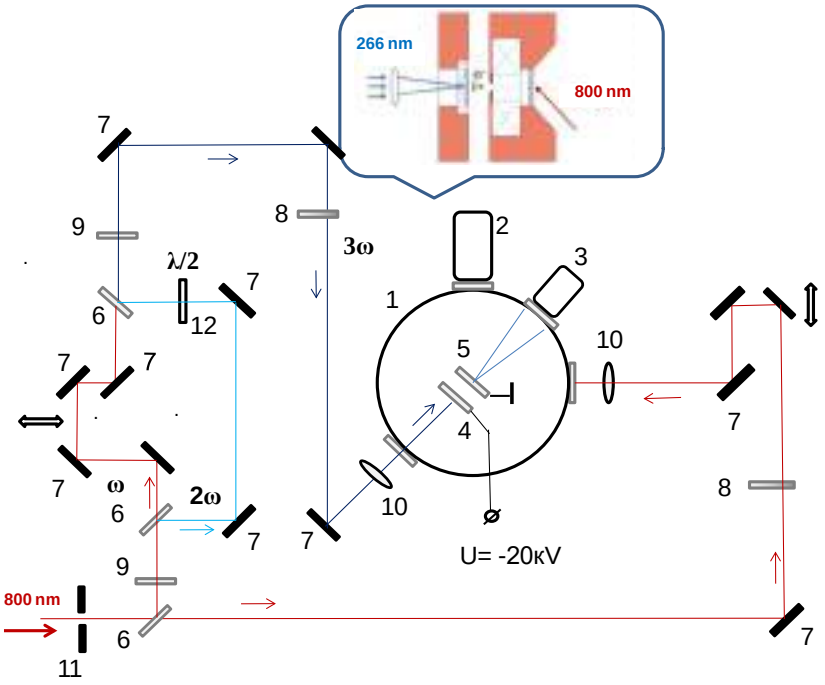


Рис. 1. Схема фемтосекундного электронографа для экспериментов с тонкими кристаллами: 1 - вакуумная камера, 2 – турбомолекулярный насос (ТМН), 3 - детектор электронов на основе МКП (микроканальных пластин), люминофора и ПЗС-матрицы, 4 - золотой плёночный фотокатод, 5 - анод и образец, 6 - делители лазерного излучения, 7 - зеркала, 8 - ослабитель излучения, 9 - преобразователи лазерного излучения во II и III гармоники, 10 – линзы, 11 – диафрагма, 12 - вращатель плоскости поляризации лазерного излучения. На вставке показаны основные элементы прибора.

При облучении достаточно тонких кристаллов Bi мощными фемтосекундными лазерными импульсами большая фермиевская длина волны ~ 40 нм приводит к росту электронной температуры и, соответственно, за счёт электрон-фононного взаимодействия - к возбуждению решёточных осцилляций с большой амплитудой, что сопровождается появлением обертонов. В отличие от оптических время-разрешённых измерений с «толстыми» образцами Bi, нами с 20-нм плёнкой висмута зарегистрирована не только II гармоника A_{1g} – моды на частоте f_{II} = 6 ТГц, но также и III гармоника с f_{III} = 9 ТГц [1].

Кристалл GeTe толщиной около 20 нм впервые исследован на фемтосекундном электронографе (рис. 1). Выполнен анализ дифракционных картин и осуществлена идентификация α- и β-фазы в этом соединении. При облучении образца мощными фемтосекундными лазерными импульсами на длине волны 800 нм зарегистрирован процесс абляции, который сопровождался истончением кристаллической фазы. Как следует из литературных данных [2, 3], в тонких кристаллах теллурида германия с толщинами менее ~ 20 нм должен проявляться конфайнмент, обусловленный конкуренцией электронной локализации (ковалентной связь) и электронной делокализации (металлическая связь), что сопровождается появлением новых свойств. В данном докладе представлены первые результаты, полученные нами в этом направлении.

Данная работа была поддержана грантом РФФИ (№ 20-02-00146 А).

Список литературы:

[1] S.A. Aseyev, E.A. Ryabov, B.N. Mironov, I.V. Kochikov, A.A. Ischenko. *Chem. Phys. Lett.* **797**, 139599 (2022).
[2] B.J. Kooi and M. Wuttig, *Adv. Mater.* **32**, 1908302 (2020).
[3] P. Kerres et al, *Small* 2201753 (2022).

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

Скольжение перегибов на частичных дислокациях в 4H-SiC под влиянием облучения электронным пучком

Якимов Е.Е., Якимов Е.Б.

[1]ИПТМ РАН, г. Черноголовка.
e-mail: yakimov@iptm.ru

Дефекты упаковки в 4H-SiC могут генерироваться в процессе работы силовых приборов, что приводит к деградации их свойств. Поэтому исследования процессов генерации и расширения дефектов упаковки при инжекции неравновесных носителей заряда представляют, как научный, так и практический интерес. В настоящей работе дефекты упаковки вводились в 4H-SiC с концентрацией доноров 5×10^{15}см$^{-3}$ при облучении электронным пучком в РЭМ JSM 6490 в интервале температур 80 – 300 К. Исследования дефектов упаковки и их расширения в процессе облучения проводились методом катодолюминесценции в том же микроскопе с использованием системы MonoCL3. Для зарождения дефектов упаковки на поверхность, наклоненную на 4° по отношению к базисной плоскости, при комнатной температуре наносились отпечатки алмазного индентора. Влияние электронного пучка на подвижность частичных дислокаций, приводящих к расширению дефектов упаковки, исследовалось в двух режимах: при облучении в точке и при сканировании с разными скоростями и разным числом линий сканирования, что позволило варьировать длительность облучения дислокации и промежуток времени между последовательными облучениями.

Обнаружено, что электронный пучок стимулирует движение дислокаций на расстояниях, не превышающих 10-12 мкм. В то же время, если пучок локально облучает дислокацию, то она движется как прямая линия, даже при длине до 100 мкм. Обнаружено также, что при сканировании изображение дислокации зависит от промежутка времени между последовательными линиями сканирования, т.е. дислокация может двигаться и во время этого промежутка. Это хорошо коррелирует с ранее обнаруженным расширением дефектов упаковки на расстояния до 50 мкм за пределы облучаемой области. Считается общепринятым, что дислокации в ковалентных кристаллах движутся путем зарождения и расширения двойных перегибов, а при облучении электронным пучком энергия, освобождающаяся в результате рекомбинации неравновесных носителей заряда, стимулирует преодоление барьеров для их зарождения и/или миграции (рекомбинационно-ускоренное скольжение дислокаций). В рамках такой модели полученные результаты могут быть объяснены в предположении, что электронный пучок стимулирует только зарождение двойных перегибов, а их расширение происходит с очень низкой энергией активации и не требует возбуждения электронным пучком. Поскольку аналогичные результаты наблюдаются во всем диапазоне температур от 80 до 300 К, эту энергию можно

оценить в несколько мВ. Следует отметить, что проведенные ранее теоретические исследования показали, что некоторые конфигурации перегибов, действительно позволяют им двигаться с низкой энергией активации.

Характеризация пористости полимерных трековых мембран с помощью растровой электронной микроскопии

Подкур П.Л., Волчков И.С*., Долуденко И.М., Кошелев И.О., Каневский В.М.

ФНИЦ «Кристаллография и Фотоника» РАН
e-mail: volch2862@gmail.com*

На сегодняшний день одним из наиболее развивающихся направлений науки является синтез наноструктурированных материалов, интерес к которым обусловлен огромными возможностями их применения в различных отраслях науки и техники. Одними из таких перспективных наноструктурированных материалов могут являться металлические и полупроводниковые нанопроволоки и нанопровода [1]. Существует ряд методов выращивания нанопроволок, такие как методы термического или лазерного осаждения [2], классические методы роста пар-жидкость-кристалл [3] и распространённый способ получения наноструктурированных материалов из металлов и сплавов - матричный синтез [4]. Идея последнего состоит в заполнении требуемым веществом заранее подготовленной матрицы, например, полимерных трековых мембран (ТМ) [5]. Полимерные ТМ характеризуются гибкостью, хаотическим расположением пор с возможностью их наложения, возможностью целенаправленно варьировать форму, диаметр и плотность пор, при этом отличия формы пор друг от друга в рамках одной партии составляет не более 3%. В процессе изготовления матриц возможно изменять угол облучения, что позволяет варьировать расположение и наклон пор.

Для получения массивов наноструктур, выращенных в полимерных ТМ, важна полная характеризация используемых ТМ. При характеризации использовались промышленные трековые мембраны производства ОИЯИ (г. Дубна) со следующими параметрами: диаметр пор (d) – 100 нм; толщина пленки (h) – 12 мкм; плотность пор (N) – $1{,}2 \cdot 10^9$ пор/см^2. Для общей характеризации распределения пор на матрице проводились исследования методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на РЭМ JSM 6000 PLUS (Jeol, Japan). Исследование проводилось в режиме вторичных электронов, при ускоряющем напряжении 15 кВ.

Рассчитывались вероятности наложения пор на поверхности и в объеме при разной длине нанопроволок. Длина нанопроволок также определялась с помощью РЭМ JSM 6000 PLUS (Jeol, Japan).

В качестве наложения учитывалось и частичное наложение пор, так как в данном случае нанопроволоки образуют сплошной массив. При расчете было принято, что частичным наложением пор считалось наложение как минимум 10% от их объема.

Важно учесть особенности бомбардировки ионами ПЭТФ-матрицы для образования в ней треков. Известно, что разброс ионов по ходу движения

сканирующего пучка, то есть в горизонтальной плоскости, составлял ±30°, тогда как в вертикальной плоскости разброс не превышал ±0,5°. Таким образом, образующиеся поры могут пересекаться только в горизонтальной плоскости. То есть, для оценки вероятности пересечения пор необходимо учитывать пересечения только в горизонтальной плоскости. В таком случае, для определения среднего расстояния между порами в горизонтальной плоскости необходимо определить расстояние между порами в области толщиной 100±1 нм.

Вероятность пересечений нанопроволок, в зависимости от их длины, рассчитывается следующим образом:

$$P_{cros.i} = \frac{V_{30}}{V_m} \cdot i! \cdot (1{,}8 \cdot \frac{V_{-30}}{V_m} \cdot \frac{V_{ind.}}{V_{nanowires} - V_{ind.}} \cdot \frac{\sqrt{\left(l^2 - H_f^2\right)}}{\bar{r}H})^{i-1} (1),$$

Где $P_{cros.i}$ – Вероятность пересечения нанопроволок; V_{30}, V_{-30} – объемы, занимаемые порами с наклоном в (0-30)° и (-30-0)°, соответственно; V_m – объем матрицы; $V_{ind.}$ – единичный объем, мера удовлетворения условию частичного наложения; $V_{nanowires} = 2 \cdot \pi \cdot \left(\frac{d}{2}\right)^2 \cdot H_f$ – объем одной нанопроволоки; l – средняя длина нанопроволок; i – кол-во пересечений нанопроволок.

Количество пересечений в объеме матрицы определялось:

$$N_{cros.i} = P_{cros.i} \cdot N \ (2),$$

Где $N_{cros.i}$ – количество пересечений i-го количества нанопроволок в объеме матрицы.

Подробный вывод формул представлен в работе авторов [6].

Работа выполнена с использованием ЦКП ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

Список литературы:

[1] J. Wang, Z. Wu, C. Mao, et al., Scientific Reports, **8**(1), 4862 (2018)..
[2] M. Tchernycheva, J.C. Harmand, G. Patriarche, et al., Nanotechnology **17**, 4025-4030(2006).
[3] V. Schmidt, S. Senz, U. Gösele, Nano Letters, **5** (5), 931-935 (2005).
[4] C. R. Martin, Science, **23**(266), 1961-1966 (1994).
[5] K.V. Frolov, D.L. Zagorskii, I.S. Lyubutin, et al., JETP Letters, **105**(5), 297-304 (2017).
[6] I. M. Doludenko, I.S. Volchkov, B.A. Turenko, et al., Materials Chemistry and Physics, **287**, 126285 (2022).

Сканирующая зондовая микроскопия

Характеризация вертикально ориентированных углеродных нанотрубок методом силовой микроскопии пьезоотклика

Ильина М.В.[1], Соболева О.И.[2], Полывянова М.Р.[2], Ильин О.И.[2]

[1] Южный федеральный университет, Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения
[2]Южный федеральный университет, Научно-исследовательская лаборатория технологии функциональных наноматериалов
e-mail: mailina@sfedu.ru

Недавние исследования показали, что легирование углеродных нанотрубок (УНТ) азотом пиррольного типа приводит к проявлению аномально высокого пьезоэлектрического отклика (до 200 пм/В) [1, 2]. Источником пьезоэлектрического отклика УНТ является ненулевая поляризация, индуцированная кривизной графенового листа [3], образующего бамбукообразные «перемычки» в полости УНТ. Одним из основных методов получения легированных азотом УНТ, является метод осаждения из газовой фазы в потоках ацетилена и аммиака. При этом, как правило, осуществляется рост вертикально ориентированного массива УНТ, основание которых закреплено на подложке, а вершины остаются подвижными. В связи с этим возникают трудности характеризации их электромеханических свойств контактными методами атомно-силовой микроскопии (АСМ), связанные с зашумление АСМ изображения, а также с отрывом УНТ от подложки и их разрушением [4]. Данный факт требует минимизировать механический контакт зонда АСМ с поверхностью УНТ при измерении их пьезоэлектрического отклика. Наиболее перспективным в этом направлении представляется метод прыжковый (HybriD) силовой микроскопии пьезоотклика (СМП), основанный на быстром снятии силовых кривых с параллельным измерением пьезоотклика путем приложения переменного напряжения в момент контакта зонда с образцом (NT-MDT SI).

Целью данной работы является характеризация аномальных пьезоэлектрических свойств вертикально ориентированных УНТ методом прыжковой СМП.

Исследования легированных азотом УНТ показали, что на вершинах нанотрубок детектируется значительный вертикальный пьезоотклик (Рис. 1а). Анализ сигнала фазы вертикального пьезоотклика (Рис. 1б) позволяет говорить о том, что продольное направление поляризации вдоль оси нанотрубки является преимущественным. При этом величина вертикального пьезоотклика УНТ в 5-6 раз превосходила латеральный пьезоотклик. Для количественной характеризации вертикального пьезоотклика УНТ были измерены зависимости амплитуды механических колебаний нанотрубки от амплитуды прикладываемого переменного напряжения ($U = \pm 8\ В + \pm 1{,}0\ (sin\ (5000t))$ В) (Рис. 1в) и рассчитаны значения пьезоэлектрического модуля d_{33} для всех образцов (Fig 4). Было установлено, что величина d_{33} увеличивается от 7,3 ± 0,2 до 10,7 ±

0,9 пм/В с увеличением аспектного отношения длины нанотрубки к диаметру от 7 до 21. Данная закономерность связана с тем, что с уменьшением диаметра нанотрубки наблюдается увеличение кривизны поверхности графенового листа, образующего бамбукообразную «перемычку», что вызывает увеличение образующегося электрического дипольного момента [3], и, соответственно, величины d_{33}. А с увеличением длины УНТ увеличивается общая величина поляризации, представляющей собой отношение суммы дипольных моментов, образованных каждой «перемычкой», к ее объему. В результате наблюдается увеличение пьезоэлектрического модуля УНТ, т.к. сумма дипольных моментов с увеличением длины увеличивается.

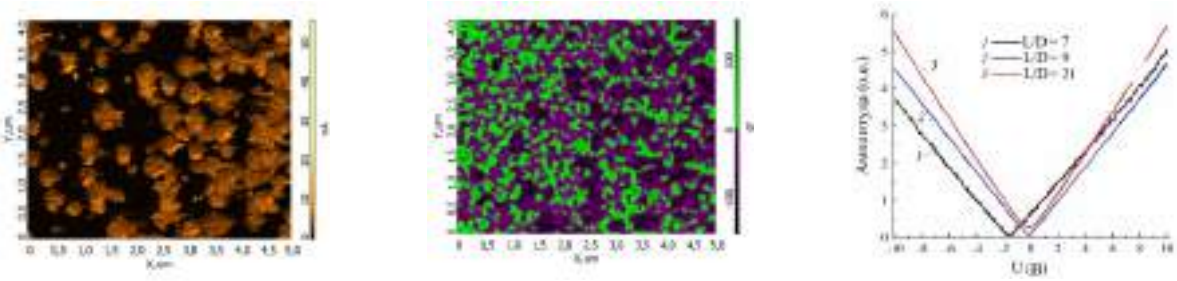


Рис.1. Результаты исследования вертикального пьезоотклика вертикально ориентированных УНТ: распределение сигналов амплитуды (а) и фазы (б) СМП; зависимость амплитуды пьезоотклика от амплитуды прикладываемого напряжения для УНТ с аспектным отношением L/D (в)

Таким образом, показано, что с величина пьезоэлектрического модуля УНТ увеличивается с ростом аспектного отношения. Полученная закономерность хорошо согласуется с ранее предложенным механизмом проявления пьезоэлектрического эффекта в легированных азотом УНТ [2]. Полученные результаты могут быть использованы для характеризации пьезоэлектрических свойств вертикально ориентированных УНТ и создания на их основе перспективных элементов нанопьезотроники, в том числе энергоэффективных наногенераторов и элементов памяти.

Данное исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации; государственное задание в области научной деятельности № FENW-2022-0001.

Список литературы:

[1] M.V. Il'ina, O.I. Il'in, A.V. Guryanov et al., *Journal of Materials Chemistry C*, **9**, 6014 – 6021 (2021).
[2] M.V. Il'ina, O.I. Il'in, O.I. Osotova et al., *Carbon*, **190**, 348–358 (2022).
[3] S.I. Kundalwal, S.A. Meguid and G.J. Weng, *Carbon*, **117**, 462–472 (2017).
[4] О.А. Агеев, О.И. Ильин, А.С. Коломийцев и др., *Микро- и наносистемная техника*, **3**, 9–13 (2012).

Электронная и ионная литография

Ионная литография для создания оптических метаматериалов для видимого диапазона

Артемов В.В.

ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН
e-mail: artemov@ns.crys.ras.ru

Комбинированные растровые электронные микроскопы с ионной пушкой, появившиеся более 20 лет назад в коммерческой продаже, оказались очень мощным инструментом для работы с различными объектами в субмикронном диапазоне. Главным достоинством этих приборов является высокое разрешение ионной пушки (не хуже 10 нм) и возможность программно-управляемого движения пучка по цифровым шаблонам. Соответственно, возможно создание структур в виде массивов элементов, повторяющихся с периодом 200-800 нм. Такие структуры активно исследуются в мире в качестве оптических метаповерхностей – двумерных аналогов метаматериалов, способных реализовывает самые разнообразные преобразования световых волн.

Работы по созданию оптических структур были начаты нами в ИК РАН более 10-ти лет назад. Первые образцы представляли собой тонкие пленки благородных металлов с протравленными щелями [1] (рис.1а), а также свободно подвешенные пленки с хиральные отверстиями различной точечной симметрии [2], см. рис.1б.

Различные по функциональности оптические метаповерхности были созданы за счет самоорганизации жидких кристаллов на подложках, облученных ионами галлия [3-8]. Самоорганизация жидкокристаллических метаповерхностей происходит не за счет изменения топографии поверхности, а в результате модификация её химических и физических свойств (рис. 1г).

В настоящее время разрабатывается технология по созданию кремниевых метаповерхностей. Основной проблемой при создании таких структур является поверхностный нарушенный слой, возникающий после обработки сфокусированным пучком ионов галлия, который делает поверхность непрозрачной. Применение отжига при температуре около 1000 °C позволило избавиться от блокирующего свет слоя и продемонстрировать оптическую активность кремниевой метаповерхности [8] (рис. 1г). Однако подобный подход очень сложен и не позволяет контролировать и задавать требуемый профиль метаповерхности. В настоящий момент исследуется возможность использования очистки с помощью широкого почка ионов аргона.

Таким образом, технология литографии управляемым сфокусированным ионным пучком позволяет получать совершенно новые метаматериалы с уникальными оптическими свойствами.

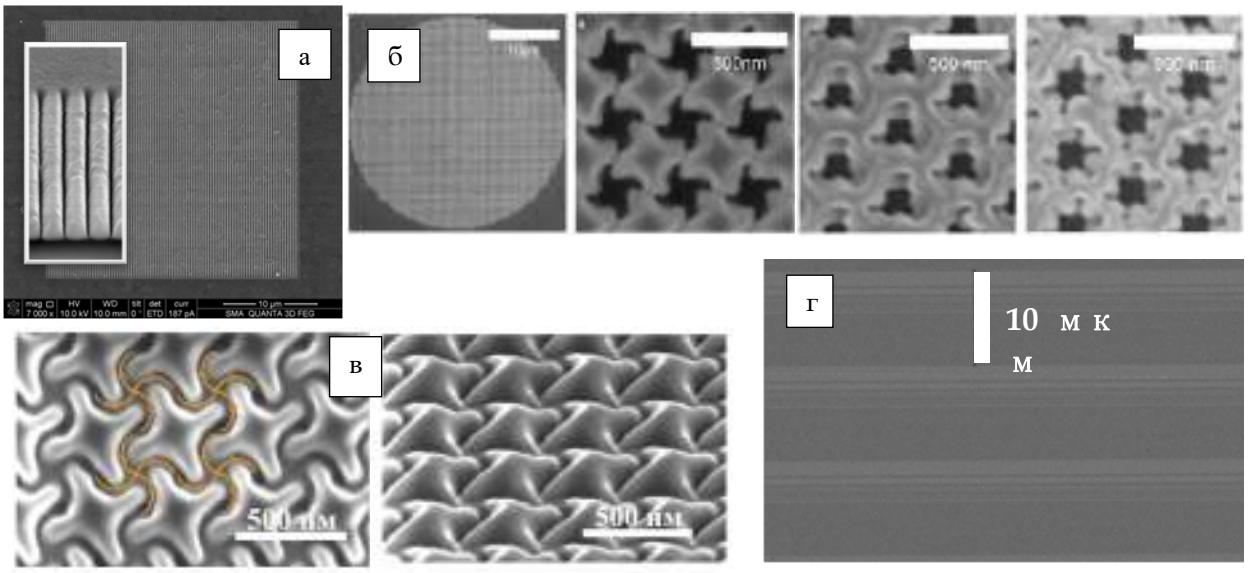


Рис.1. РЭМ-изображения различных типов метаповерхностей, полученных с помощью ионной литографии: а)-массив щелей в серебряной пленке, б)-хириальные отверстия в серебряной пленке различной точечной симметрии, в)-хиральная кремниевая метаповерхность, г)-пример суперпериодической структуры на поверхности натертого полиимида на ITO-электроде для – жидкокристаллической ячейки.

Работа поддержана проектом РНФ №18-12-00361.

Список литературы:

[1] MV Gorkunov, VV Artemov, SG Yudin, SP Palto, *Photonics and Nanostructures-Fundamentals and Applications*, **12**, 122-129 (2014).
[2] MV Gorkunov, AA Ezhov, VV Artemov, OY Rogov, SG Yudin, Photonics and Nanostructures-Fundamentals and Applications, **12**, 122-129 (2014).
[3] MV Gorkunov, VV Artemov, SG Yudin, SP Palto, Applied Physics Letters, **104**, 221102 (2014).
[4] S. P. Palto, M. I. Barnik, I. V. Kasyanova, A. R. Geivandov, N. M. Shtykov, V. V. Artemov & M. V. Gorkunov, JETP Letters, 103,25–29 (2016).
[5] V Kasyanova, AR Geivandov, VV Artemov, MV Gorkunov, SP Palto
Beilstein Journal of Nanotechnology, 9, 42-47(2018).
[6] IV Kasyanova, MV Gorkunov, VV Artemov, AR Geivandov, AV Mamonova, Serguei P Palto, Optics Express **26**, 20258-20269 (2018).
[7] MV Gorkunov, IV Kasyanova, VV Artemov, AV Mamonova, SP Palto
Beilstein Journal of Nanotechnology, **10**, 1691-1697 (2019).
[8] MV Gorkunov, AV Mamonova, IV Kasyanova, AA Ezhov, Vladimir V Artemov, Ivan V Simdyankin, Artur R Geivandov, Nanophotonics, (2022).
[9] MV Gorkunov, OY Rogov, AV Kondratov, VV Artemov, RV Gainutdinov, Alexander A Ezhov, Scientific reports **8**, 1-10 (2018).

Успехи и перспективы сфокусированных ионных пучков с газовым автоионным источником

Петров Ю.В.[1], **Вывенко О.Ф.**[1]

[1]*Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия*
e-mail: y.petrov@spbu.ru

Системы со сфокусированным ионным пучком давно и широко используются для анализа и обработки поверхности материалов с субмикронным разрешением. Наиболее распространены системы с жидкометаллическим источником ионов, а также системы с газовым плазменным источником. В данной работе речь идёт о системах, источником ионов в которых является острие, а ионизация газа происходит в области порядка межатомного расстояния.

В основе газовых автоионных источников лежит описанная Мюллером ионизация газа в сильном электрическом поле вблизи металлического острия [1]. Заложенные им принципы автоионной микроскопии позволяют с атомарным разрешением исследовать поверхность острия и наблюдать процесс изменения его формы. Именно эти принципы позволили разработать методы управляемого формирования острия и наблюдения одиночных атомов, на котором происходит ионизация газа [2]. В конце прошлого – начале нынешнего веков были разработаны газовые автоионные источники гелия [3], аргона [4], неона [4], ксенона, криптона [4], азота [5] и водорода [6], обладающие достаточно высокой яркостью для использования в ионных микроскопах и системах со сфокусированным ионным пучком. Однако, для коммерциализации таких систем требовалась стабильность источника на протяжении достаточно длительного периода. Наибольших успехов по стабилизации формы острия удалось добиться в случае источника ионов гелия. Позднее на основе гелиевого автоионного источника был разработан коммерчески доступный сканирующий ионный гелиевый микроскоп [7].

Появление готового устройства дало толчок к развитию применения сфокусированного пучка ионов гелия в нескольких направлениях. Было показано, что при воздействии ускоренными ионами гелия возбуждаются вторичные электроны с меньшими энергиями, чем при воздействии электронами той же энергии [8]. Этот факт в сочетании с малым сечением рассеяния легких ионов позволил получить рекордное разрешение литографии с использованием резиста [9]. С другой стороны, ионное облучение и распыление с разрешением в несколько нанометров, открыло возможность для развития ряда новых технологических приложений. В дальнейших работах, посвященных использованию систем со сфокусированным ионным пучком с газовым автоионным источником, выполненных, в том числе, и нашим коллективом, была показана возможность локального управления свойствами различных материалов. В частности, была продемонстрирована локальная модификация

оптической восприимчивости полупроводниковых квантовых ям для создания экситонных дифракционных решеток [10]. Показана возможность создания краевых состояний в графене [11]. Были созданы различные вихревые и скирмионные структуры в пленках с перпендикулярной магнитной анизотропией [12], а также Джозефсоновские переходы в сверхпроводящих пленках [13], при сохранении механической целостности пленок. Продемонстрирована возможность использования локальной модификации химических свойств для создания наноэлектромеханичеких элементов [14]. Таким образом, системы с газовыми автоионными источниками имеют ряд уникальных качеств, а перспективы их дальнейшего развития требуют пристального внимания.

Результаты получены с использованием оборудования Междисциплинарного ресурсного центра по направлению «Нанотехнологии» Научного парка СПбГУ.

Список литературы:

[1] E. Muller. *Advances in Electronics and Electron Physics*, **13**, 83 (1960).
[2] J.H. Orloff, L.W. Swanson. *J. Vac. Sic. Techn.*. **12**, 1209 (1975)
[3] T. Sakata, K. Kumagai, M. Naitou et al. *J. Vac. Sci. Techn. B,* **10**, 2842 (1992)
[4] H. Shichi, S. Matsubara, T. Hashizume. *Microsc. Microan.,* **25**, 105 (2019).
[5] M. Schmidt, A.Yasaka, M. Akabori, H. Mizuta. *Microsc. Microan.,* **23**, 758 (2017)
[6] G.L.Allan, G.J.F.Legge, J.Zhu. *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B*, **34**, 122 (1988)
[7] J. Notte, B. Ward, N. Economou, R. Hill, R. Percival, L. Farkas and S. McVey. *AIP Conf. Proc.,* **931**, 489 (2007)
[8] Yu.V. Petrov, O.F. Vyvenko. Book Chapter in *Helium Ion Microscopy*. Springer, Berlin (2016)
[9] V. Sidorkin, E. van Veldhovven, E. van der Drift, P. Alkemade, H. Salemnik and D. Maas. *J. Vac. Sci. Technol. B*, **27**, L18 (2009)
[10] Yu.V. Kapionov, P.Yu. Shapochkin, L.Yu. Beliaev, Yu.V. Petrov, et al. *Optics Letters*, **41**, 104 (2016)
[11] Yu.I. Latyshev, A.P. Orlov, V.A. Volkov, V.V. Enaldiev, I.V. Zagorodnev, O.F. Vyvenko, Yu.V. Petrov and P. Monceau. *Scientific Reports*, **4**, 7578 (2014)
[12] Д.А. Татарский, Н.С. Гусев, В.Ю. Михайловский, Ю.В. Петров, С.А. Гусев. *ЖТФ*, **89**, 1674 (2019)
[13] S. A. Cybart, E.Y. Cho, T.J. Wong, B.H. Wehlin, M.K. Ma, C. Huynh and R. C. Dynes. *Nature Nanotechnology*, **10**, 598 (2015)
[14] Yu.V. Petrov, E.A. Grigoryev, A.P. Baraban. *Nanotechnology*, **31**, 215301 (2020)

Моделирование распыления материала фокусированным ионным пучком методом функций уровня с учетом вторичных эффектов

Румянцев А.В., Боргардт Н.И.

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

Форма рельефа, получаемого при распылении материала фокусированным ионным пучком (ФИП), в основном определяется угловой зависимостью коэффициента распыления и переосаждением распыленных атомов. Однако в случае изготовления структур с высоким аспектным отношением заметную роль начинают играть так называемые вторичные эффекты, в том числе обратное рассеяние ионов и увеличение скорости распыления вторично осажденного материала. В данной работе продемонстрировано влияние учета данных эффектов на результаты моделирования распыления диоксида кремния SiO_2 методом функций уровня.

Для нахождения направлений вылета и энергий обратно рассеянных ионов в зависимости от значения угла падения θ проводились расчеты методом Монте-Карло в программе SDTrimSP [1]. Функция распределения этих ионов представлялась в виде произведения их распределения по углам $f_\Omega(\theta, \gamma, \varphi)$ с полярным γ и азимутальным φ углами, показанными на Рис. 1а, и по энергиям $f_E(\theta, E)$. Для функций $f_E(\theta, E)$ также находились соответствующие зависимости коэффициента распыления от угла падения ионов. Рассчитанные значения были сохранены в виде таблицы и использованы при дальнейшем моделировании.

С целью включения процесса обратного рассеяния падающих ионов в алгоритм моделирования методом функций уровня использовалась вспомогательная прямоугольная система координат с началом в центре каждого элемента поверхности dS, так что ее ось z была направлена вдоль нормали к поверхности $\vec{n}$ (Рис. 1а). Ось x системы координат выбиралась в плоскости падения пучка, а ось y – перпендикулярно этой плоскости. Углы γ и φ использовались для расчета потока обратно рассеянных ионов в направлении элемента поверхности dS'.

Для учета увеличения скорости распыления вторично осажденного материала $SiO_2^{(r)}$ вводились специальные расчетные сетки, позволяющие различать материал образца в исходном состоянии и переосажденный материал. При распылении $SiO_2^{(r)}$ скорость распыления исходного SiO_2 умножалась на экспериментально установленный коэффициент 1.15 [2].

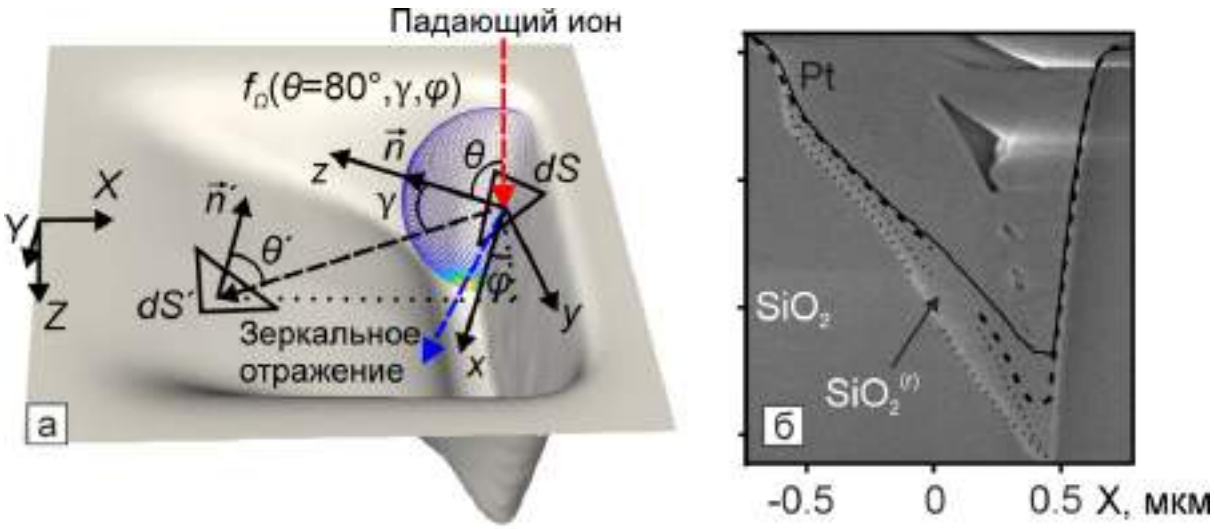


Рисунок 1. Схема процесса обратного рассеяния ионов (а). РЭМ-изображение (б) поперечного сечения тестовой структуры с наложенными расчетными профилями с учетом (толстая штриховая линия) и без учета (сплошная линия) вторичных эффектов. Пунктирной линией показана область переосажденного материала, а защитный слой платины обозначен Pt.

Экспериментальная проверка результатов моделирования проводилась на электронно-ионном микроскопе Helios NanoLab 650. С использованием прямоугольных шаблонов изготавливались тестовые структуры при энергии ионов 30 кэВ, токе пучка 900 пА, площади шаблонов 1×1 мкм^2, времени остановки 1.2 мс, количестве проходов ионного пучка равном 3 и шаге пучка в двух перпендикулярных направлениях 38.5 нм. На Рис. 1б показано полученное методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) изображение поперечного сечения изготовленной структуры. Наложение расчетных профилей (толстая штриховая линия) на микрофотографию выявило хорошее согласие вычислений и экспериментальных данных. Вместе с тем, как видно из Рис. 1б, профиль, полученный без учета рассмотренных эффектов (сплошная линия), хуже описывает форму создаваемых структур.

Таким образом, продемонстрировано, что учет вторичных эффектов при моделировании распыления материала методом ФИП позволяет повысить точность описания формы структур с высоким аспектным отношением.

Настоящая работа выполнена при финансовой поддержке Российского Научного Фонда (соглашение №21-79-00197).

Список литературы:

[1] H. Hofsäss, K. Zhang, A. Mutzke, *Appl. Surf. Sci.*, **310**, 134(2014)
[2] A. V. Rumyantsev, N. I., Borgardt, R. L. Volkov, Y. A. Chaplygin, *Vacuum*, **202**, 111128 (2022).

Комплектарные методы

Особенности исследования наноразмерных особенностей в гетерогенных сталях

Хомич А.А., Рогожкин С.В., Никитин А.А., Богачев А.А., Лукьянчук А.А., Разницын О.А., Шутов А.С.

[1] *Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт" Курчатовский комплекс теоретической и экспериментальной физики*
e-mail: artem.khomich@gmail.com)

Дисперсно-упрочненные оксидами (ДУО) стали обладают заметно более высокой жаропрочностью, чем традиционные стали за счет значительного числа равномерно распределенных оксидов. Стали данного класса разрабатываются для ядерных приложений конструкционных материалов первой стенки будущих термоядерных реакторов, в качестве материалов для оболочек топливных элементов в реакторах на быстрых нейтронах и для ряда конструкций в различных реакторных установках IV поколения [1]. Данные материалы могут выдерживать температуры до 700 °C, и ожидается их устойчивость к радиационному распуханию до 200 сна [2]. Механические свойства ДУО сталей существенно зависят от характеристик наноструктуры: размера и пространственного распределения дисперсных включений (оксидных частиц и кластеров). Данные включения лежат в широком диапазоне размеров от единиц нанометров и до десятков-сотен нанометров.

Методы просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) позволяют исследовать зёренную структуру, включения размерами вплоть до единиц нанометров [3]. Атомно-зондовая томография (АЗТ) хорошо зарекомендовала себя при исследовании кластеров/предвыделений размерами единиц нанометров, давая детальную информацию о пространственном распределении атомов различных химических элементов [3]. Последние разработки ДУО сталей обеспечивают создание включений в узком диапазоне размеров (менее 10 нм), где пересекаются границы возможностей ПЭМ и АЗТ, и не всегда понятно одинаковые или различные объекты детектируются этими методами. Кроме того, ПЭМ и АЗТ обладают существенной локальностью, что не позволяет с достаточной точностью определять объемные плотности включений. Для решения такого рода задач необходимы методы, позволяющие проанализировать наноструктуру достаточно большого объема материала (включающего значительное число зерен), такие как малоугловое рентгеновское рассеяние (МУРР) [4] и малоугловое рассеяние нейтронов (МУРН) [5].

В данной работе методами ПЭМ, АЗТ и МУРР проведено исследование 7 ДУО сталей, разработанных в Европе, Корее и Японии. Микроскопический анализ выявил значительное число наноразмерных оксидных включений и кластеров. Средний размер оксидов варьировался от 3 до 8 нм, объемная

плотность составляла от 2×10^{22} м$^{-3}$ до 13×10^{22} м$^{-3}$. Размеры кластеров близки к размерам оксидов, но их плотность варьировалась от 2×10^{22} м$^{-3}$ до 4×10^{23} м$^{-3}$.

Данная работа была поддержана грантом Российского научного фонда (проект № 17-19-01696).

Список литературы:

1. Carlan Y., Bechade J.-L., Dubuisson P., Journal of Nuclear Materials, V. 386–388. P. 430 (2009)
2. Wharry J.P., Swenson M.J., Yano K.H., Journal of Nuclear Materials, V. 486. P. 11 (2017)
3. M. Klimiankou, R. Lindau, A. Möslang, Journal of Nuclear Materials, V. 329–333, p. 347–351 (2004)
4. N. Oono, S. Ukai, Materials Transactions, Vol. 59, No. 10, P. 1651-1658 (2018)
5. R. Coppola, M. Klimiankou, R. Lindau, R.P. May, M. Valli, Physica, B. 350, P.545–548 (2004)

Применение рентгеновских методов комплементарно с другими методами анализа функциональных материалов на основе твёрдых растворов висмутидов III-V групп

Лихачёв И.А., Пашаев Э.М., Субботин И.А., Васильев А.Л., Трунькин И.Н.

НИЦ «Курчатовский институт»,123183, Москва, пл. академика Курчатова, 1
e-mail: likhachev_ia@rrcki.ru

Твёрдые растворы на основе элементов III и V групп периодической системы находят широкое применение в различных областях микро- и нано-электроники, спинтроники, оптоэлектроники и т.д. Внедрение в эти растворы небольшого количества атомов Bi, замещающих в кристаллической решётке элементы V группы, позволяет осуществлять управление зонной структурой полученных функциональных материалов с уникальными электрофизическими свойствами [1]. Например, гетероскомпозиции на основе $Ga(As_{1-x},Bi_x)$ демонстрируют резкое уменьшение ширины запрещённой зоны E_g в зависимости от содержания висмута x, аномально слабую зависимость величины E_g от температуры и гигантское, по величине достигающее E_g, спин-орбитальное расщепление [2].

Однако, практическое использование этих структур сдерживается технологическими трудностями при их изготовлении из-за склонности висмут-содержащих материалов на основе III-V групп к фазовому расслоению [3]. Поэтому необходим тщательный анализ получаемых материалов и технологических условий на всех этапах их изготовления, для чего полезно комплементарно применять как методы анализа структуры, интегральные и локальные, так и методы анализа зонной структуры, а также спектроскопические методы исследования.

В данной работе мы представляем серию исследований различных гетерокомпозиций типа Ga(In)(As,Bi), в которых небольшое количество висмута встроено в кристаллическую решётку вместо атомов As, рентгеновскими методами комплементарно с локальными методами исследования структуры (электронная микроскопия), изучением вольт-амперных и вольт-фарадных характеристик, спектроскопией глубоких уровней, фотолюминесценцией, рамановской спектроскопией и фотоэмиссионной спектроскопией с угловым разрешением (ARPES). Такие рентгеновские методы как высокоразрешающая рентгеновская дифракция и рентгеновская рефлектометрия в силу своего неразрушающего характера находят широкое применение при исследовании структуры наноразмерных гетерокомпозиций. Они позволяют анализировать качество слоёв и интерфейсов между ними с наилучшим разрешением [4].

Комплексом интегральных (рентгеновские дифрактомерия и рефлектометрия) и локальных (электронная микроскопия, микроанализ) методов были исследованы тонкие слои In(As,Bi) в матрице GaAs. Обнаружено фазовое

расслоение в тонком слое в виде Bi-содержащих кластеров InBi и In(As,Bi) с различной кристаллической структурой, ведущее к релаксации напряжения кристаллической решётки структуры слоя [5].

Исследование технологии изготовления подобных структур с привлечением фотоэмиссионной спектроскопии с угловым разрешением (ARPES) [6] позволило сформулировать возможные особенности роста структур методом молекулярно-лучевой эпитаксии в зависимости от технологических параметров (температура, потоки атомов).

Комплексное изучение широким набором методов структур типа Ga(As,Bi)/GaAs выращенных на высокоиндексных подложках [7] с различным легированием [8], позволило оценить влияние структурных свойств описанных образцов на их оптические и электрофизические свойства и их зависимость от типа легирования и от ориентации подложки, установить особенности структур изготовленных на высокоиндексных подложках и сформулировать предложения по изготовлению функциональных приборных композиций.

Авторы выражают благодарность Л.Л. Льву и И.П. Казакову за помощь в работе.

Список литературы:

[1] L. Wang, et al., *Crystals*, **7(3)**, 63 (2017).
[2] C.A. Broderick et al., *Semiconductor Science and Technology*, **27**, 9 (2012)
[3] A.G. Norman et al, *J. Vac. Sci. Technol. B*, **29**, 03C121 (2011)
[4] A.M. Afanas'ev et al., *Crystallography Reports*, **42**, 514 (1997)
[5] I. Likhachev, et al., *Journal of Materials Research*, **33**, 2342-2349 (2018)
[6] C.S. Fadley, *Synchrotron Radiation News*, **25**, 26-31 (2012)
[7] S. Alhassan et al., *Journal of Alloys and Compounds*, **885**, 16019 (2021)
[8] D. De Souza et al., *Semiconductor Science and Technology*, **36(7)**, 075018, (2021)

Электронная микроскопия в геологии

Кристаллообразование при термической деструкции шунгита

Товпенец Т.Ю.

Институт геологии Карельского научного центра РАН, Петрозаводск, Россия
e-mail: t.tovpenets@yandex.ru

Введение

Шунгитовые породы Онежской палеопротерозойской структуры (Феноскандинавский щит, Карельский кратон) [1] представляют собой докембрийские природные углерод-минеральные композиционные материалы с нано- и микродисперсным распределением и характерной морфологией компонент. В их состав входит от 1 до 99% углеродистого вещества (шунгита), а также, кварц, сложные алюмосиликаты и карбонаты с незначительным содержанием сульфидов и других акцессорных минералов. Шунгит является специфичной формой углерода, представляющей собой неграфитируемый фуллереноподобный углерод, отличающийся от графитового на уровне надмолекулярной, атомной и зонной (электронной) структуры [2].

Целью работы было проведение модельного эксперимента по изучению процессов кристаллообразования в шунгите при термическом воздействии.

Материалы и методы

Для исследования был отобран шунгит из месторождения Шуньга. Шунгит дробился и обрабатывался 10% раствором соляной кислоты, для удаления минеральных компонент с поверхности частиц. Далее одна часть образца подвергалась термическому окислению при температуре 500°C, а другая - 600°C. Полученная зола наносилась на алюминиевые пластины, без дополнительного напыления, для исключения углеродного отклика. Образцы исследовались на сканирующем электронном микроскопе VEGA 11 LSH фирмы Tescan с энергетической анализирующей приставкой INCA Energy фирмы Oxford Instruments. Обнаруженные микрокристаллы привязывались к координатам пластинок для дальнейшего исследования с помощью Рамановской спектроскопии (Раман-спектрометр Nicolet Almega XR с возбуждением аргоновым лазером с длиной волны 532 нм.).

Результаты и обсуждения

Выявлено, что на фоне зольных бесформенных образований, хорошо видны микроразмерные (~10 микрон) кристаллы с хорошей огранкой, которые никогда не наблюдаются в исходных образцах шунгита. Определен разнообразный класс микрокристаллов различной морфологии и состава (O, Na, Al, Si, S, K, V, P, Ca, Fe, Zn, Pb, Ni, Cu). Вследствие малых размеров кристаллов и невозможности их идентификации по составу был использован метод комбинационного рассеяния света. Было выявлено большое количество микрокристаллов, которые наиболее близки по имеющимся минералогическим базам к бультфонтейниту, алланиту, корнубиту и др. Один из обнаруженных микрокристаллов приведен на рис.1 со

спектром ЭДС (рис. 2), рамановский спектр для которого наиболее близок к алланиту $CaCeFe_2+Al_2(Si_2O_7)(SiO_4)O(OH)$.

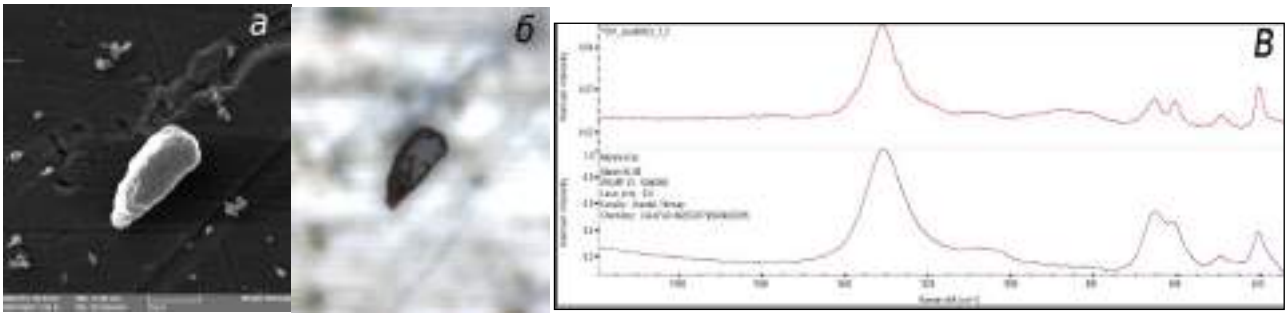


Рис.1. РЭМ снимок микрокристалла в отраженных электронах (а), световой снимок микрокристалла в рамановском микроскопе (б) и его спектр (в)

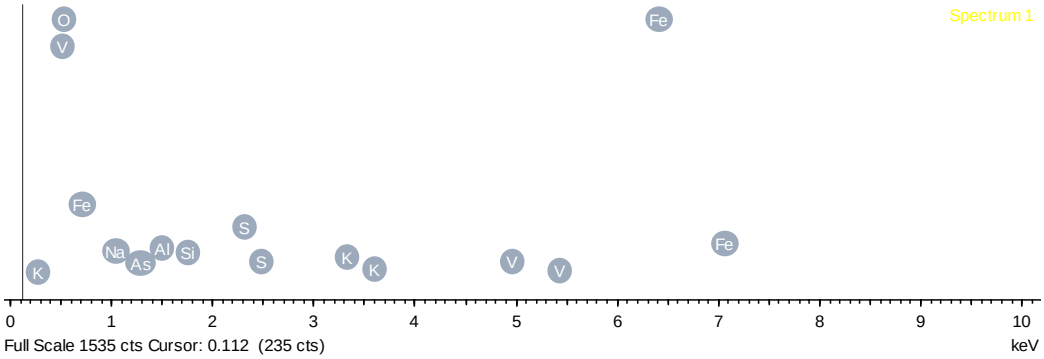


Рис.2. Элементный состав микрокристалла.

Поскольку данные микрокристаллы никогда не обнаруживались в шунгите, то возможным механизмом их образования предполагается сублимация. Подобный механизм может встречаться в природных условиях при внедрении интрузий в углеродсодержащие породы [3].

Работа выполнена в рамках темы НИР КарНЦ РАН «Геология и генезис месторождений, минералогия и технология шунгитовых пород Онежской структуры».

Список литературы:

[1] Онежская палеопротерозойская структура (геология, тектоника, глубинное строение и минерагения) / Ред. Л. В. Глушанин, Н. В. Шаров, В. В. Щипцов. Петрозаводск: КарНЦ РАН, С. 431 (2011)

[2] Ковалевский В. В. Шунгит или высший антраксолит? Зап. РМО, 138, № 5, 97-105. (2009)

[3] I. A. Zhukova, A. S. Stepanov, A. V. Korsakov, S.-Y. Jiang, *J Raman Spectroscopy*, **53(3)**, 485-496 (2022).

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

Морфологическое разнообразие комплексов Dps-ДНК

Камышинский Р.А.[1], Чесноков Ю.М.[1,2], Дадинова Л.А.[1], Можаев А.А.[1], Васильев А.Л.[1,2], Штыкова Э.В.[1]

[1]ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН
[2]НИЦ «Курчатовский институт»
e-mail: kamyshinsky.roman@gmail.com

Известно, что при неблагоприятных воздействиях окружающей среды клетки бактерий начинают вырабатывать ДНК-связывающий белок Dps, который выполняет защитную функцию, образуя упорядоченные комплексы с молекулами ДНК [1-2]. Однако до недавнего времени структура таких комплексов не была однозначно установлена. За последние годы наша группа провела множество экспериментов методами просвечивающей криогенной электронной микроскопии (крио-ЭМ) и малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР), которые позволили однозначно определить структуру биокристаллов комплекса [3], продемонстрировать их полиморфизм [4], а также оценить влияние буфера на структуру комплекса [5].

В настоящем докладе подводится итог проделанной многолетней работы и приводятся новые результаты исследований комплекса Dps с геномной ДНК методом криогенной электронной томографии (крио-ЭТ), демонстрирующие морфологическое разнообразие комплексов.

Данная работа была поддержана Российским Научным Фондом (проект 18-74-10071 «Структурные аспекты механизма протекции бактериального генома, как принципиальный шаг на пути преодоления резистентности бактерий к антибиотикам»)

Список литературы:

[1] S. Wolf, D. Frenkiel, T. Arad et al., *Nature*, **400**, 83–85 (1999).
[2] B. Ren, G. Tibbelin, T. Kajino et al., *Journal of Molecular Biology*, **329**, 467–477 (2003).
[3] L. Dadinova, Y. Chesnokov, R. Kamyshinsky et al., *FEBS Letters*, **593**, 1360-1371 (2019).
[4] R. Kamyshinsky, Y. Chesnokov, L. Dadinova et al., *Biomolecules*, **10**, 39 (2020).
[5] L. Dadinova, R. Kamyshinsky, Y. Chesnokov et al., *Int. J. Mol. Sci*., **22,** 6056 (2021).

Влияние 4-гексилрезоцина на структуру конденсированной ДНК в клетках Escherichia coli.

Генералова А. А.[1], Зайцев П. А.[2,1], Моисеенко А. В.[2,1], Лойко Н. Г.[3,1], Соколова О. С.[2], Крупянский Ю.Ф.[1]

1. Федеральный исследовательский центр химической физики им. Н.Н. Семёнова Российской академии наук, Москва, Россия
2. Биологический факультет, МГУ им. М. В. Ломоносова, Москва, Россия
3. Федеральный исследовательский центр "Фундаментальные основы биотехнологии" Российской академии наук, Москва, Россия

Изучение конденсации ДНК в клетке важно для понимания механизмов выживания бактерий и для медицины, поскольку упорядоченная конденсация ДНК обеспечивает устойчивость патогенных бактерий к действию антибиотиков. Бактерии *Escherichia coli* находятся в постоянно изменяющихся условиях окружающей среды, воспринимаемых ими как стресс. В ответ на стресс клетки *Escherichia coli* включают наследственные стратегии адаптации, основанные на структурных, биохимических и генетических перестройках, позволяющие им выжить в неблагоприятных условиях [1]. Авторами был изучен структурный ответ на стресс голодания, под действием которого клетки переходят в покоящееся состояние [2-4] 4-Гексилрезорцин является аналогом автоиндуктора анабиоза. Повышение его концентрации в клеточной культуре инициирует переход клеток в анабиотическое (метаболически неактивное) состояние, сильно напоминающее покоящееся состояние клеток, возникающее при стрессе голодания.

Целью данной работы было изучение структурной трансформации, конденсированной ДНК в нуклеоиде клетки бактерии Escherichia coli в стационарном состоянии под действием 4- гексилрезорцина в разной концентрации. Известно, что 4-гексилрезорцин переводит клеточные культуры последовательно, с увеличением концентрации, в анабиотическое и мумифицированное состояния.

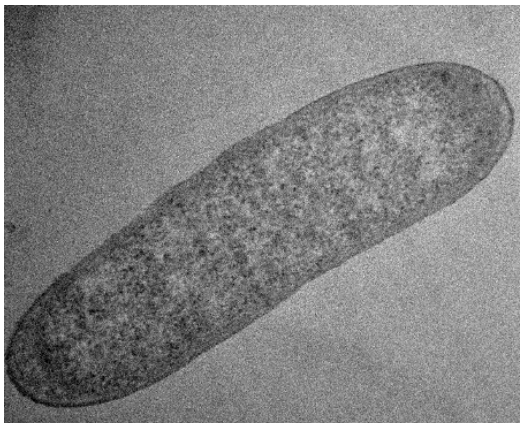


Рис. 1. Растущая клетка Escherichia coli (без воздействия гексилрезорцина)

Электронная микроскопия поперечных срезов выполнена на просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100 (JEOL, Япония).

В ходе исследования было обнаружено, что образцы клеток претерпели значительные изменения. В клетках без индукции DPS и без добавления гексилрезорцина отсутствовало какое-либо упорядочение (Рис.1).

При внесении в культуру гексилрезорцина в количестве 10^{-4} М, в клетке образовывалось упорядоченное состояние (Рис.2), похожее на нанокристаллическое, которое мы ранее наблюдали для покоящихся клеток.

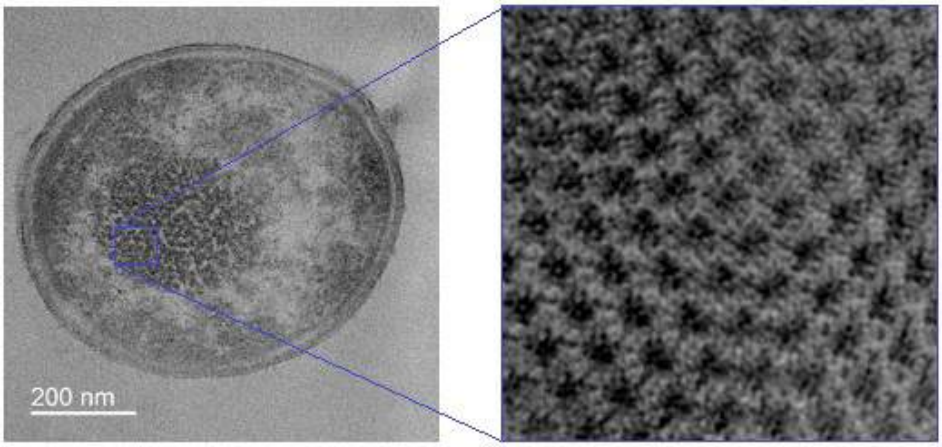


Рис. 2. Клетка Escherichia coli под воздействием гексилрезорцина 10^{-4}М

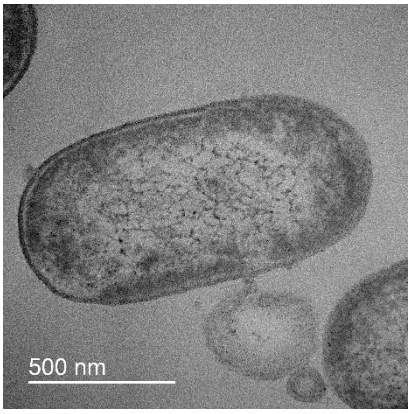


Рис. 3. Клетка Escherichia coli под воздействием гексилрезорцина 10^{-3}

Увеличение концентрации до 10^{-3} М (Рис. 3), переводит клетку в мумифицированное состояние. Такие клетки уже не способны вернуться к росту и размножению.

ФИЦ Работа выполнена в рамках Госзадания для ХФ РАН (№ Государственной регистрации 122040400089-6).

Литература:

[1] О.В.Бухарин, А.Л.Гинцбург, Ю.М.Романова, Г.И.Эль-Регистан. Механизмы выживания бактерий. // Медицина – 2005 г. – 367 с.

[2] Krupyanskii Y.F., Loiko N.G., Sinitsyn D.O., et al. Biocrystallization in Bacterial and Fungal Cells and Spores. // Crystallogr Rep – 2018 Volume 63 – P. 594-599. – DOI:10.1134/S1063774518040144

[3]. Loiko N., Danilova Y., Moiseenko A., et al. Morphological peculiarities of the DNA-protein complexes in starved Escherichia coli cells. // PLoS ONE – 2020 – Volume 15 – Issue №6 – DOI: :10.1371/journal.pone.0231562

[4] Krupyanskii Yu F. Architecture of Nucleoid in the Dormant Cells of Escherichia coli // Russian Journal of Physical Chemistry B – 2021 – – Volume 15 – Issue №2 – P. 326-343. – DOI: 10.1134/s199079312102007x

[5] Tereshkin E.V., Loiko N.G., Tereshkina K.B., Krupyanskii Yu. F. Migration of 4-Hexylresorcinol Through Escherichia coli Cell Membranes. // Russian Journal of Physical Chemistry B – 2021 – Volume 15 – Issue №6 – P. 1026-1035. – DOI: 10.1134/S1990793121060099

Структура фикобилисомы цианобактерии *Arthrospira platensis*

Сухинов Д.В.[1], Чесноков Ю.М. [1], Плохих К.С.[1], Рогов А.Г. [1], Готовцев П.М.[1,2], Сергеева Я.Э.[1,2]

[1]Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва
[2]Московский физико-технический институт (национальный исследовательский университет), Долгопрудный, Московская область
e-mail: lloss@rambler.ru

В работе представлено исследование структуры фикобилисом цианобактерии *Arthrospira platensis* B-12619, культивируемых в различных условиях.

Цианобактерии *A. platensis* являются одним из самых перспективных продуцентов пигмент-белкового комплекса С-фикоцианина, структурного компонента фикобилисом – светособирающих антенных систем цианобактерий и красных водорослей. Выделенный из биомассы цианобактерий С-фикоцианин обладает антиоксидантными [1], противовоспалительными [2], противораковыми [3] свойствами, вследствие чего повышение его содержания в биомассе, а также эффективности способов выделения и очистки является актуальной задачей в биотехнологии.

Показано, что при культивировании *A. platensis* на питательных средах разного состава, содержание С-фикоцианина в клетке варьировалось в пределах 12-16% в пересчете на сухой вес биомассы. С целью выявить причину таких колебаний с помощью крио-ПЭМ были получены томограммы тилакоидов *A. platensis*, содержащие фикобилисомы в нативном липидном окружении (Рис. 1а), без выделения или контрастирования. Для этого из *A. platensis* подготавливались тонкие срезы фокусированным ионным пучком Ga^+ при температуре жидкого азота (крио-ФИП) в двулучевой системе Versa 3D с последующим исследованием в криогенном просвечивающем электронном микроскопе Titan Krios (Thermo Fisher Scientific, США). Методом субтомографического усреднения определены структура и белковый состав фикобилисомы *A. platensis*, включающий в себя 2 молекулы фотосистемы (Рис. 1б, синие стрелки), находящиеся в мембране тилакоида, 3 глобулы аллофикоцианина (Рис. 1б, красные стрелки), соединенные с молекулами фотосистемы, и 18 белковых молекул С-фикоцианина, объединенных в 6 стопок по 3 молекулы (Рис. 1в, зеленые стрелки).

Расположение фикобилисом на мембране тилакоидов строго специализировано, что характерно для компартментов с высоким уровнем энергообмена. Тем не менее, структура фикобилисом, их количество и уровень специализации не изменялись при культивировании в средах различного состава.

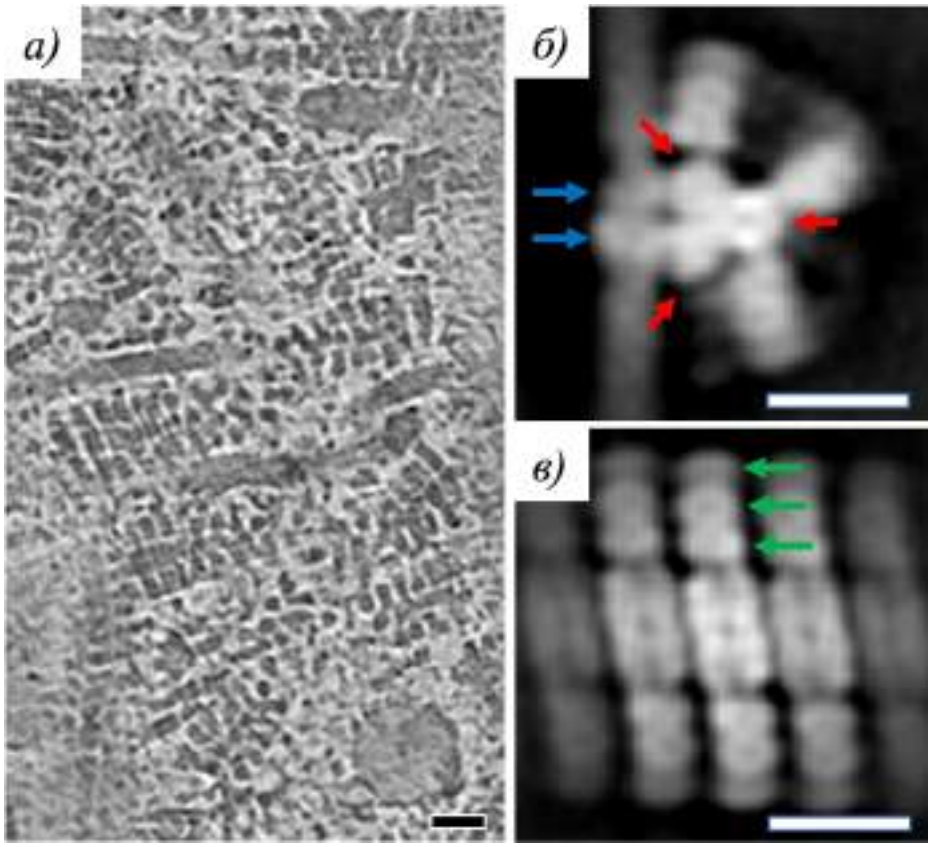


Рис. 1. Структура фикобилисомы A. platensis.
а) томографический срез тилакойда; б) срез реконструкции фикобилисомы, вид перпендикулярно мембране тилакоида; в) срез реконструкции фикобилисомы, вид параллельно мембране тилакоида.
Масштабный отрезок 20 нм

Данная работа была поддержана НИЦ «Курчатовский институт» (Тематический план исследований 1.10. «Создание платформенной технологии для глубокой комплексной переработки биомассы фототрофных микроорганизмов с получением широкого спектра востребованной химической продукции»).

Список литературы:

[1] M. Agrawal, S. Bansal, and K. Chopra, *J Food Sci Technol*, **58**, 4382-4390 (2021).
[2] S.M. Bannu, D. Lomada, S. Gulla, T. Chandrasekhar, P. Reddanna, and M.C. Reddy, *Curr Drug Metab*, **20**, 967-976 (2019).
[3] S. Braune, A. Krüger-Genge, S. Kammerer, F. Jung, and J.H. Küpper, *Life (Basel)*, **11** (2021).

Айлантон, компонент препаратов восточной медицины, связывается с А-сайтом эукариотической рибосомы и ингибирует рост опухолевых клеток

Сорокин И.И.[1,2#], Пичкур Е.Б.[3,4#], Гараева Л.А.[3,4], Штам Т.А.[3,4], Коневега А.Л.[3,4], Дмитриев С.Е.[1,5,6]

[1]НИИ физико-химической биологии имени А.Н.Белозерского, Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, Москва, Россия
[2]Центр исследований молекулярных механизмов старения и возрастных заболеваний, Московский физико-технический институт, Долгопрудный, Московская обл., Россия
[3]Петербургский институт ядерной физики им. Б.П.Константинова, НИЦ "Курчатовский институт", Гатчина, Россия
[4]Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", Москва, Россия
[5]Институт молекулярной биологии им. В.А.Энгельгардта РАН, Москва, Россия
[6]Факультет биоинженерии и биоинформатики, Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, Москва, Россия
#Два первых автора внесли равный вклад в работу
e-mail: sergey.dmitriev@belozersky.msu.ru

Айлант – дерево родом из Юго-Восточной Азии, широко используемое в озеленении на юге России. Препараты из разных частей этого растения широко применяются в традиционной медицине Индии, Кореи и Китая в качестве противоопухолевых и антивоспалительных средств, а также для борьбы с вирусными заболеваниями и паразитами. Одним из активных компонентов этих препаратов является айлантон, низкомолекулярное вещество из группы квассиноидов. Несмотря на хорошо задокументированные терапевтические эффекты айлантона в отношении ряда онкологических заболеваний, его мишень в клетке и молекулярный механизм действия оставались неизвестными. В данной работе методами мРНК-трансфекции и *in vitro* трансляции мы показали, что айлантон ингибирует биосинтез белка в клетках млекопитающих и дрожжей. Тоу-принтинг в клеточном лизате выявил остановку трансляции на стадии элонгации. С помощью криоэлектронной микроскопии высокого разрешения была получена структура 80S рибосомы человека в комплексе с айлантоном. Молекула айлантона находится в А-сайте 60S субчастицы, препятствуя связыванию аминоацил-тРНК. Разрешение 2.24 Å позволило изучить детали межмолекулярных контактов ингибитора с компонентами пептидилтрансферазного центра. Анализ влияния айлантона на трансформированные клеточные линии показал ингибирование роста и накопление клеток в G0/G1-фазе. Идентификация мишени айлантона открывает возможности для его использования в клинике.

Работа выполнена при поддержке гранта РНФ 19-74-20146.

Крио-ЭМ структура Bh29, представляющего новое семейство пролин-богатых антимикробных пептидов, ингибирующих биосинтез белка

Пичкур Е. Б.[1,2], **Пантелеев П. В.**[4], **Полесскова Е. В.**[1,3], **Шуленина О. В.**[1,2], **Мясников А. Г.**[1], **Овчинникова Т. В.** [4,5,6], **Коневега А. Л.**[1,2,3]

[1]Петербургский институт ядерной физики им. Б.П.Константинова, НИЦ "Курчатовский институт", Гатчина, Россия
[2]Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", Москва, Россия
[3]Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия
[4]Институт биоорганической химии. им. академиков М.М. Шемякина и Ю.А. Овчинникова РАН, Москва, Россия
[5]Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова, Москва, Россия
[6]Первый Московский государственный медицинский университет имени И.М. Сеченова, Москва, Россия

Быстрый рост устойчивости к антибиотикам среди бактериальных патогенов, наряду с трудностями с разработкой новых противомикробных препаратов, выявил острую необходимость в разработке новых противоинфекционных веществ. Основополагающая роль в биосинтезе белка и низкая склонность к мутациям делают рибосомы идеальной мишенью для антимикробных препаратов. Среди новых природных ингибиторов трансляции особый интерес представляют эукариотические антимикробные пептиды. В данной работе структурно охарактеризован новый класс пролин-богатых антимикробных пептидов жвачных животных.

Крио-ЭМ структура антибактериального пептида Bh29 с функциональным рибосомным комплексом была определена с разрешением 2.0Å. Данный пептид имеет наименьшую гомологию с известными пролин-богатыми пептидами среди всех представителей нового структурного семейства. Наши результаты показывают, что Bh29 связывается в рибосомном туннеле на 50S субъединице в обратной ориентации по отношению к формирующейся полипептидной цепи, образуя множество водородных связей, стэкинг и ван-дер-ваальсовых взаимодействий с рибосомой, закупоривая его. В глубине рибосомного туннеля в месте его сужения располагаются остатки Trp23 и Phe24 пептида Bh29, дополнительно сужая данную область, что является его уникальной структурной особенностью. Api137, пролин-богатый антибактериальный пептид насекомых, имеет сходный паттерн связывания, несмотря на противоположную ориентацию пептида в туннеле. В свою очередь, центральная часть Bh29 (остатки 12-22) образует контакты с 23S рРНК, схожие с контактами остатков 7-17 пролин-богатого пептида Bac7. Наши результаты позволяют заключить, что новое семейство пролин-богатых пептидов, представителем которого является Bh29, проявляет свою антибактериальную активность посредством ингибирования биосинтеза белка. В частности, они ингибируют образование первой пептидной связи и блокируют стадию элонгации трансляции, сочетая в себе способы

связывания с бактериальной рибосомой нескольких известных онкоцин- и Bac7-подобных пролин-богатых пептидов.

Работа выполнена при поддержке РНФ грант № 22-14-00278.

Накопление ионов железа в полости белка Dps

Чесноков Ю.М.[1,2], Камышинский Р.А.[1], Можаев А.А.[1], Дадинова Л.А.[1]

[1]ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН
[2]НИЦ «Курчатовский институт»
e-mail: chessyura@yandex.ru

Белок Dps обеспечивает структурную защиту бактериальной ДНК, формируя упорядоченные структуры в клетках *Escherichia coli*, подвергшихся стрессовому воздействию [1]. Кроме того, этот ферритиноподобный белок может осуществлять и химическую защиту бактериального нуклеоида, выполняя окисление и накопление ионов железа в полости белка [2].

В настоящей работе обсуждаются результаты *in vitro* исследования процесса накопления ионов железа в полости белка Dps методами просвечивающей криогенной электронной микроскопии (крио-ЭМ). Показано, что добавление ионов Fe^{2+} к раствору Dps приводит к формированию железосодержащих кластеров полости белка и его частичной агрегации.

Подробное изучение механизма связывания ионов железа с белком Dps методом анализа одиночных частиц позволило впервые установить, что образование железосодержащих кластеров происходит в течение первых 30 секунд инкубации, не приводя к существенным изменениям в течение последующих 24 часов. Показано, что размер и морфология кластеров практически не зависят от концентрации ионов железа в растворе, а большинство кластеров состоит из дискретных наночастиц размером 10-15 Å [3]. Увеличение концентрации железа приводит к увеличению доли кластеров большего размера, при этом значительная доля частиц Dps остаются незаполненными. Трехмерная классификация проекций частиц позволила изучить морфологическое многообразие железосодержащих кластеров.

С помощью метода анализа одиночных частиц получена трехмерная реконструкция с пространственным разрешением 3.2 Å для структуры Dps с 10 Å железосодержащим кластером. Показано, что железосодержащий кластер располагается в полости додекамера Dps рядом с гидрофобной порой, вблизи 3 глутаматных остатков [4]. Аналогичным способом была получена трехмерная реконструкция референсной структуры додекамера Dps с разрешением 2.59 Å.

Данная работа была поддержана Российским Научным Фондом (проект 18-74-10071 «Структурные аспекты механизма протекции бактериального генома, как принципиальный шаг на пути преодоления резистентности бактерий к антибиотикам»)

Список литературы:

[1] Williams, S.M.; Chatterji, D. *An Overview of Dps: Dual Acting Nanovehicles in Prokaryotes with DNA Binding and Ferroxidation Properties.* Springer International Publishing: Cham, Switzerland (2021).

[2] E. Chiancone, P. Ceci, A. Ilari, F. Ribacchi and S. Stefanini. Iron and proteins for iron storage and detoxification. *BioMetals*, **17**, 197–202 (2004).
[3] Y. Chesnokov, A. Mozhaev, R. Kamyshinsky, A. Gordienko, L. Dadinova. Structural Insights into Iron Ions Accumulation in Dps Nanocage. *Int. J. Mol. Sci*, **23,** 5313 (2022).
[4] L. Dadinova, R. Kamyshinsky, Y. Chesnokov, A. Mozhaev, V. Matveev, A. Gruzinov, A. Vasiliev, E. Shtykova. Structural Rearrangement of Dps-DNA Complex Caused by Divalent Mg and Fe Cations. *Int. J. Mol. Sci*., **22,** 6056 (2021).

Структура 80S рибосомы *Candida albicans* по данным криоэлектронной микроскопии

Усачев К.С.[1,2], Згадзай Ю.О.[3], Колосова О.А.[3], Стеценко А.[4], Ву Ч.[5], Брукле Д.[3], Валидов Ш.З.[1,2], Дженнер Л.[3], Рогачев А.[6], Юсупова Г.[3], Сакс М.[5], Гуськов А.И.[4,5], Юсупов М.М.[3]

[1]Казанский (Приволжский) федеральный университет, Казань, Российская Федерация
[2]ФИЦ Казанский научный центр РАН, Казань, Российская Федерация
[3]Institute of Genetics and Molecular and Cellular Biology, Страсбург, Франция
[4]Groningen Biomolecular Sciences and Biotechnology Institute, Гронинген, Нидерланды
[5]Texas A&M University, Техас, США
[6] Московский физико-технический институт, Долгопрудный, Российская Федерация

e-mail: k.usachev@kpfu.com

Дрожжеподобные грибки *Candida albicans* являются одним из наиболее распространенных грибковых патогенов человека, вызывающих многочисленные поверхностные (поражающих кожные или слизистые покровы) и внутренние инфекции (кандидоз). Около 80% населения планеты колонизировано этим патогеном, и во многих случаях он не проявляет своих патогенных свойств. Однако в случаях, когда происходит подавление нормальной бактериальной флоры, например, в результате химиотерапии или лечения антибиотиками, мультирезистентные штаммы *C. albicans* могут быстро колонизировать организм хозяина и препятствовать восстановлению нормальной флоры, что, в свою очередь, может вызвать множество других заболеваний, особенно у пациентов с ослабленным иммунитетом.

Одной из наиболее перспективных мишеней для действия антибиотиков является аппарат синтеза белка и рибосомы в клетке. В данном исследовании методом просвечивающей криоэлектронной микроскопии мы установили структуру 80S рибосомы *C. albicans* с разрешением 2.3 Å (Рис. 1а), а также структуру комплексов рибосомы с четырьмя известными эукариотическими ингибиторами: циклогексимидом, филлантозидом, анизомицином и бластицидином S с разрешением 2.9 Å (Рис. 1б) [1].

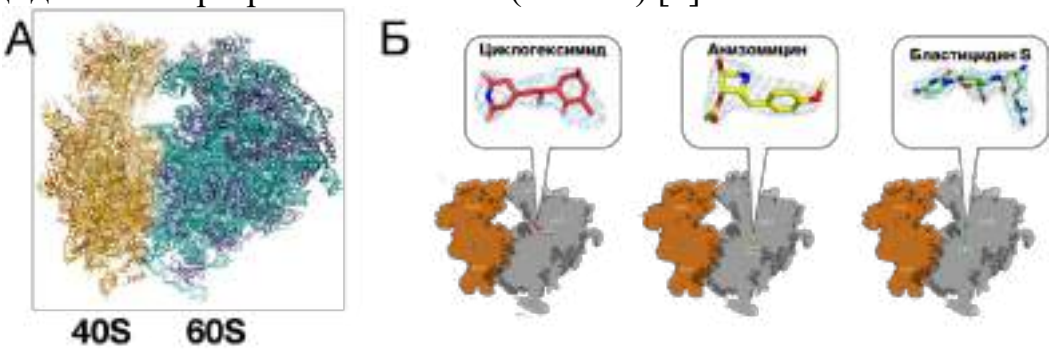


Рис.1. Структура 80S рибосомы Candida albicans по данным криоэлектронной микроскопии (А). Места связывания эукариотических ингибиторов на рибосоме C. albicans (Б).

В результате были обнаружены специфичные по своему строению участки Е-сайта рибосомы *C. albicans* по сравнению с рибосомой человека, что открывает возможность для разработки новых селективных антимикотиков активных в отношении *C. albicans*.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (гранты № 20-65-47031, №20-64-47041).

Список литературы:

[1] Y. Zgadzay, O. Kolosova, A. Stetsenko, C. Wu, D. Bruchlen, K. Usachev, Sh. Validov, L. Jenner, A. Rogachev, G. Yusupova, M.S. Sachs, A. Guskov and M. Yusupov, *Science Advances*, **8**, eabn1062 (2022).

Структура и динамика взаимодействия терапевтического антитела REGN10987 с S-белками вируса SARS-CoV-2 вариантов Дельта и Омикрон

Шенкарев З.О.[1,2], Пичкур Е.Б.[3,4], Нольде Д.Е.[1], Варижук А.[5], Кочаровская М.В.[1,2], Кирпичников М.П.[1,6], Люкманова Е.Н.[1,2,6]

[1]Институт биоорганической химии им. М.М. Шемякина и Ю.А. Овчинникова РАН
[2]Московский Физико-технический институт, Долгопрудный, Московская область, Россия
[3]Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", Москва, Россия
[4]Петербургский институт ядерной физики им. Б.П. Константинова НИЦ "Курчатовский институт", Гатчина, Россия
[5]Федеральный Исследовательский Клинический Центр Физико-Химической Медицины, ФМБА, Москва, Россия
[6]Междисциплинарная научно-образовательная школа Московского университета «Молекулярные технологии живых систем и синтетическая биология», Биологический факультет, МГУ им. М.В. Ломоносова
e-mail: zakhar-shenkarev@yandex.ru, ekaterina-lyukmanova@yandex.ru

Знание того, как нейтрализующие антитела распознают различные варианты вируса SARS-CoV-2, имеет решающее значение для разработки вакцин и терапевтических средств на основе антител. В настоящей работе мы определили структуру полноразмерного тримерного S-белка Дельта-варианта SARS-CoV-2 в комплексе с рекомбинантным аналогом Fab антитела REGN10987 методами крио-ЭМ с разрешением 2.3 Å (рис. 1). Области взаимодействия рецептор-связывающего домена S-белка (RBD) с Fab антитела были локально уточнены до разрешения 3.2-3.4 Å. В полученной структуре два RBD находятся в «нижнем» состоянии, а третий RBD принимает «верхнюю» конформацию. Fab взаимодействует с RBD в обеих конформациях, связываясь с фрагментом рецептор-связывающего мотива и блокируя узнавание ACE2 рецептора человека. Трехмерный анализ вариабельности выявил высокую подвижность интрфейсов взаимодействия RBD/Fab. Методами молекулярной динамики было получено объяснение различий, наблюдаемых во взаимодействии Fab с RBD Delta и Omicron вариантов вируса. Наше исследование дает структурное представление о роли всех известных на сегодняшний день значительных мутаций RBD Omicron и других вариантов SARS-CoV-2 в уклонении от взаимодействия с REGN10987. Полученные данные будут полезны для разработки новых терапевтических антител.

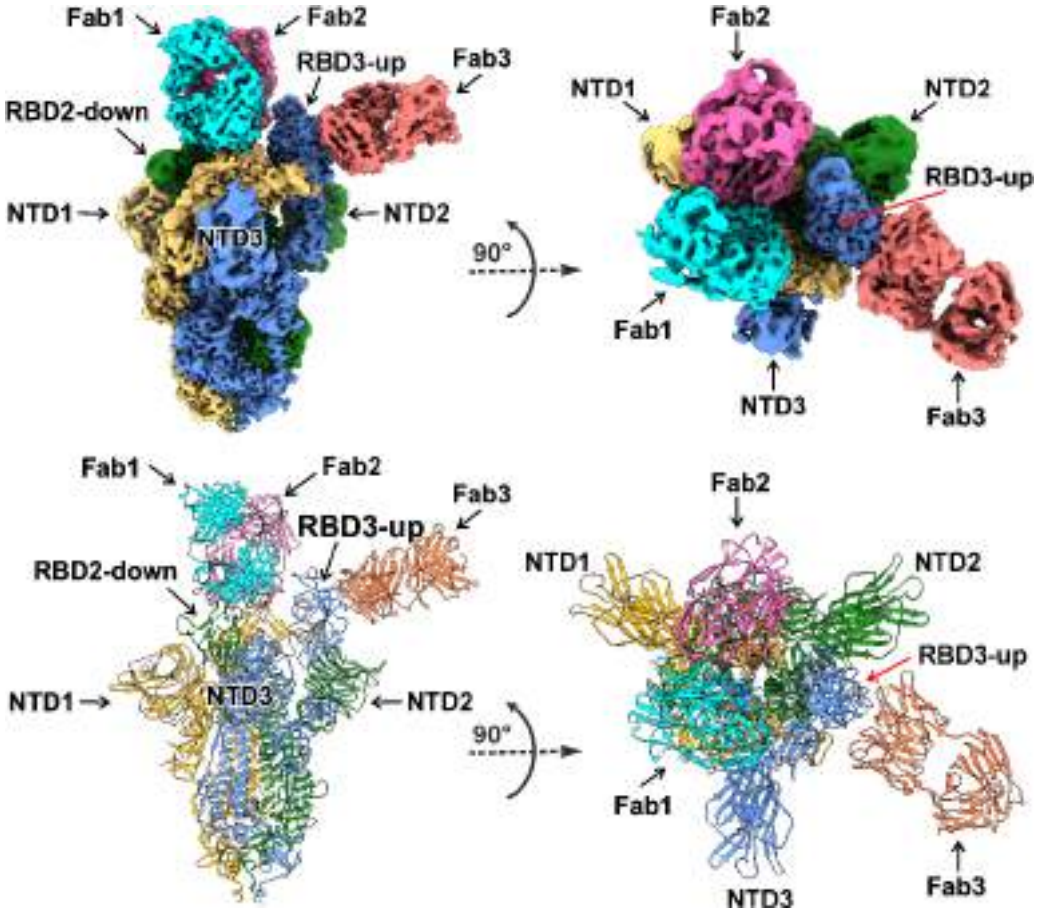


Рис.1. Крио-ЭМ структура полноразмерного спайкового белка Дельта варианта вируса SARS-CoV-2 в комплексе с Fab антитела REGN10987. Крио-ЭМ карта комплекса S-белок/Fab, уточненная до разрешения 2.3 Å, и псевдоатомная модель комплекса после локального уточнения областей RBD/Fab. NTD – N-концевой домен; RBD – рецептор-связывающий домен; Три протомера (1, 2 и 3) S-белка окрашены в желтый, зеленый и синий цвета соответственно. Соответствующие Fab окрашены в голубой, пурпурный и коралловый цвета. Комплексы RBD1/Fab1 и RBD2/Fab2 находятся в «нижней» конформации, а RBD3/Fab3 – в «верхней».

31 августа

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

Ультраструктурная организация реплицирующегося хроматина растений

Арифулин Е.А.[1], Кузнецова М.А.[1], Гурьянов Ф.А.[2], Сорокин Д.В.[2,3], Поташникова Д.М.[4], Широкова О.М.[5], Шеваль Е.В.[1,4]

[1]НИИ физико-химической биологии им. А.Н. Белозерского МГУ
[2]Лаборатория математических методов обработки изображений, факультет вычислительной математики и кибернетики МГУ
[3]Междисциплинарная научно-образовательная школа Московского Университета «Мозг, когнитивные системы, искусственный интеллект»
[4]Кафедра клеточной биологии и гистологии, биологический факультет МГУ
[5]ЦНИЛ ИФМ ФГБОУ ВО «ПИМУ»
e-mail: woodruff@belozersky.msu.ru

В ядрах и хромосомах эукариот ДНК с помощью специальных белков компактизуется в плотные хроматиновые комплексы, образующие систему иерархически сопряженных структур. До сих пор нет единого мнения об устройстве хроматина на высших уровнях компактизации, плохо изучены изменения структуры хроматина в функционально активном состоянии, т.е. в ходе репликации, транскрипции и репарации. В частности, противоречивы данные о судьбе высших уровней компактизации хроматина в ходе репликации. По одним данным этот процесс сопровождается перемещением за пределы компактных хроматиновых доменов участков ДНК, непосредственно затронутых репликацией. По другим данным репликация начинается на границах плотных блоков, которые затем декомпактизуются. Как видно, обе модели предполагают локальную декомпактизацию хроматина, которая может и не сопровождаться потерей структурной целостности крупных хроматиновых доменов.

В литературе принято выделять три категории ядер растений по количеству конденсированного хроматина. На начальном этапе работы нами была установлена корреляция между размером генома растения и количеством, и распределением конденсированного хроматина (гетерохроматина) в интерфазных ядрах. В ядрах растений с гиганствким геномом конденсированный хроматин формирует сеть анастомозирующих тяжей - интерфазных хромонем. Мы проанализировали структурную трансформацию хроматина в ходе репликации на примере хромонемных ядер корневой меристемы *Nigella damascena* L. Так как анализ с высоким разрешением целых корешков затруднен, все ультраструктурные исследования проводились на срезах толщиной от 100 до 200 нм, в зависимости от условий эксперимента. При помощи сортировки изолированных ядер по количеству ДНК были найдены и охарактеризованы три паттерна репликации, характерные для ранней средней и поздней стадии репликации. Необходимо отметить, что найденные паттерны репликации отличаются от аналогичных паттернов характерных для животных клеток, что

может быть связано с разным содержанием и пространственным распределением конденсированного хроматина.

Для исследования тонкой структуры хроматина на различных этапах репликации был применен метод корреляционной световой и электронной микроскопии (CLEM). Данный метод позволяет наложить картину репликационного мечения, регистрируемую в световом микроскопе на электронно-микроскопическое изображение ядер растений. В ходе получения изображений неизбежны искажения, возникающие из-за дисторсии и термической деформации объекта. Для максимально точного наложения изображений со светового и электронного микроскопов был разработан метод совмещения изображений, основанный на теории упругих деформаций и использовании функции взаимной информации интенсивности изображений. Было показано, что репликация протекает преимущественно в диффузном хроматине и на границе плотных блоков. В средней S-фазе происходит репликация большей части конденсированного хроматина, сопровождающаяся глобальной деконденсацией хромонем.

Таким образом, наблюдение за хроматином *Nigella damascena* L. позволяет сделать вывод о необходимости разборки высших уровней компактизации хроматина (интерфазных хромонем) для протекания в них процесса репликации.

Данная работа была поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (грант 20-54-12016). Авторы благодарят Программу развития МГУ (ПНР 5.13) и Nikon Center of Excellence НИИ ФХБ имени А.Н.Белозерского за предоставление доступа к оборудованию

Изменения ультраструктуры соматических ядер инфузории *Climacostomum virens* в процессе инцистирования (при криптобиозе)

Караджян Б.П.[1], Леонова О.Г.[2], Скарлато С.О[1], Попенко В.И.[2]

[1] Институт цитологии РАН, Тихорецкий просп. 4, Санкт-Петербург 194064, Россия
[2] Институт молекулярной биологии им. В.А.Энгельгардта РАН, Вавилова 32, Москва 119991, Россия
e-mail: popenko@eimb.ru

Криптобиоз – это "специфическое состояние организма, когда он не подает видимых признаков жизни и когда его метаболическая активность становится едва измеримой или обратимо останавливается" [1]. Многие одноклеточные и многоклеточные организмы используют это состояние для выживания в неблагоприятных условиях. Цисты инфузорий представляют собой интересный объект для изучения изменений морфологии клеток при криптобиозе. Например, известно, что покоящиеся цисты почвенных инфузорий и многочисленные таксоны других простейших могут сохраняться в вечной мерзлоте тысячи лет при отрицательных температурах.

Уникальной особенностью инфузорий является ядерный дуализм. Каждая клетка содержит одно или несколько транскрипционно-неактивных генеративных ядер (микронуклеусов), и (обычно одно) крупное транскрипционно активное соматическое ядро (макронуклеус), обеспечивающее функционирование клетки на протяжении вегетативного цикла [2]. В данной работе с помощью электронной и конфокальной микроскопии мы исследовали изменения ультраструктуры инфузорий *Climacostomum virens* в процессе инцистирования. Основное внимание уделялось морфологическим изменениям соматических ядер (макронуклеусов), ядрышек и макронуклеарного хроматина. Исследовали вегетативные интерфазные клетки, цисты через 1-2 ч после формирования стенки цисты, 2-месячные цисты, годовалые цисты и молодые вегетативные клетки после эксцистирования.

Процесс инцистирования у *C. virens*, как и у других инфузорий, сопровождается уменьшением объема клеток и образованием стенки цисты. Объем макронуклеуса также уменьшается (Рис.1, *a-c*). Это снижение, по-видимому, связано с конденсацией хроматина макронуклеуса, поскольку экструзии хроматина и материала ядрышек в цитоплазму во время инцистирования *C. virens* не наблюдалось. Ядрышки молодых и двухмесячных цист сохраняли типичную для интерфазных клеток морфологию с хорошо выраженными фибриллярным и гранулярным компонентами. Однако в одногодичных цистах ядрышки уменьшались в размерах и состояли из плотного однородного материала.

В то время как хроматин в микронуклеусах цист по морфологии не отличался от хроматина микронуклеусов на большинстве других стадий клеточного цикла, структура хроматина в макронуклеусах сильно меняется. В вегетативных интерфазных клетках *C. virens* макронуклеарный хроматин в

основном представлен отдельными тельцами размером 100–200 нм (Рис.1, *d, f*). По мере увеличения возраста цист хроматиновые тельца образовывали протяженные фибриллы. У годовалых цист все пространство макронуклеуса было заполнено фибриллами толщиной 100–200 нм (Рис.1, e, g). Такие фибриллы напоминают хромонемы в хромосомах высших эукариот и, по всей вероятности, образуются по сходным структурным механизмам [3] за счет большей адгезии "организующих центров" хроматиновых телец по сравнению с нуклеосомными фибриллами хроматина, располагающимися на их периферии.

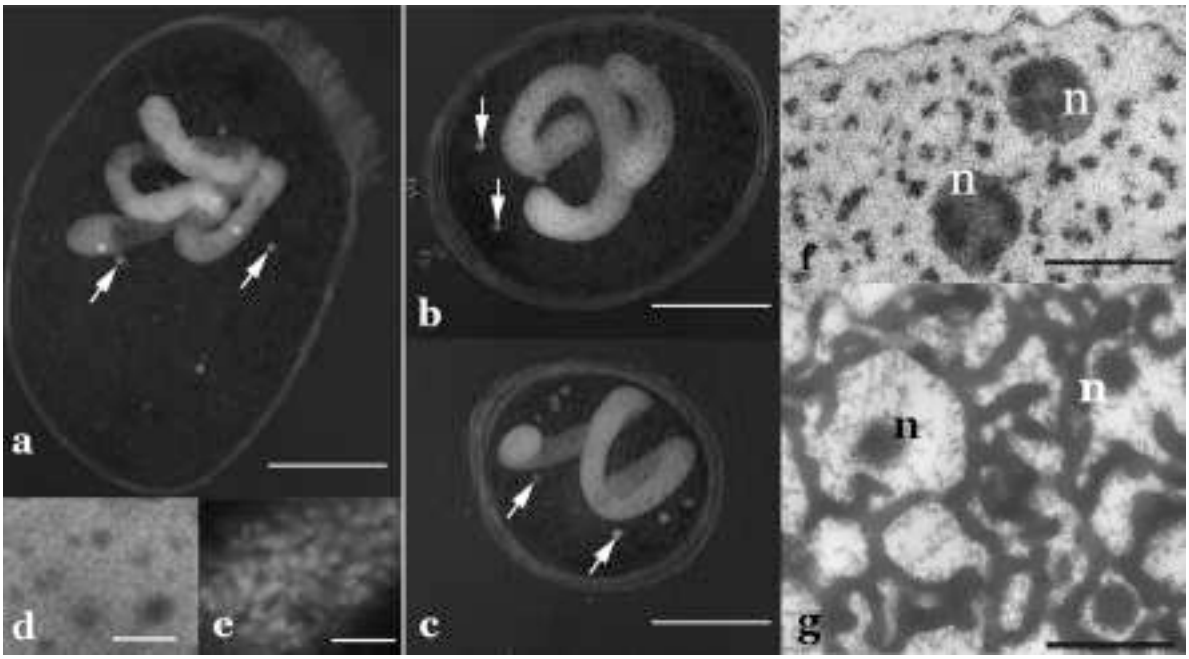


Рис.1. Конфокальная (a-e) и электронная (f, g) микроскопия Climacostomum viren. a – вегетативная интерфазная клетка; b – циста покоя возрастом 2 месяца; c - циста годовалого возраста. d, e – макронуклеусы интерфазной клетки (d) и годовалой цисты (e) при большем увеличении. f - ультратонкий срез макронуклеуса интерфазной клетки; g - ультратонкий срез макронуклеуса цисты возрастом 1 год. a-e – препараты окрашены DAPI. Стрелки указывают на микронуклеусы. Сокращения: n – ядрышки. Масштаб: a, b, c – 50 мкм, d, e – 5 мкм, f, g – 1 мкм

Список литературы:

[1] D. Keilin, *Proc. R. Soc. Lond. B Biol. Sci*., **150**, 149-191 (1959).
[2] I.B. Raikov, *Acta Protozool,* **34,** 151–171 (1995).
[3] O.G. Leonova, A.A. Potekhin, I.V. Nekrasova, B.P. Karajan, B.V. Syomin, V.S. Prassolov, and V.I. Popenko, *Mol Biol (Mosk).*, **55**, 999-1010 (2021).

Особенности ультраструктурной организации митохондриального аппарата скелетной мышцы.

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

НИИ физико-химической биологии им. А.Н. Белозерского, МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва, 119234, Ленинские горы, 1, стр. 40
e-mail: bakeeva@genebee.msu.ru

Согласно литературным данным, митохондриальный аппарат скелетных мышц имеет сложную структурную организацию. Ещё в одном из первых электронно-микроскопических наблюдений Паладе [1] показал, что в скелетных мышцах на уровне I-дисков митохондрии ветвятся между дисками соседних миофибрилл и описал митохондрии звёздчатой формы. Далее Готье и Падикула [2], Бубенцер [3] на основе анализа одиночных срезов диафрагмы крысы предположили, что в скелетной мышце имеется три типа митохондрий: 1) тонкие ветвящиеся, расположенные поперёк мышечного волокна; 2) более толстые, овальные, расположенные вдоль мышечного волокна; 3) сферические, расположенные у краёв клетки с ответвлениями, ведущими к центру мышечного волокна. Позже, нами на основе проделанных многих трёхмерных реконструкций мы показали, что в скелетных мышцах весь митохондриальный материал посредством специальных межмитохондриальных контактов собран в единую митохондриальную систему, образованную разветвлёнными гигантскими митохондриями, расположенными по обе стороны Z-линии и соединёнными в единый митохондриальный каркас продольными тяжами митохондрий, расположенными вдоль пучков миофибрилл. Эта система была определена нами как митохондриальный ретикулум [4-5]. Методами высоковольтной электронной микроскопии на нативной ткани трёх типов скелетной мышцы крыс Кирквуд с соавт. [6] продемонстрировал, что митохондриальный ретикулум - это *in vivo* существующая структура, которая не является результатом процесса фиксации или стагнации мышечной ткани. В настоящее время методами современной сканирующей микроскопии наглядно, в объёме продемонстрирована ультраструктура митохондриального ретикулума в скелетных мышцах [7]. В то же время некоторые авторы, обнаруживая на одиночных срезах скелетных мышц разветвлённую сеть, образованную протяженными митохондриями, рассматривают ее как результат врожденной миопатии [8] или признак старения [9]. Также в многочисленных работах, использующих морфомерический метод анализа ультраструктуры митохондрий, не учитывают особенности общей структурной организации митохондриального аппарата скелетной мышцы. Таким образом, несмотря на многолетнюю историю изучения, в настоящее время отсутствует четкое представление об ультраструктуре митохондриального аппарата скелетной мышцы.

Отсутствие единой системы митохондриального ретикулума нами было обнаружено в скелетной мышце голого землекопа (*Heterocephalus glaber*), где с возрастом формируется особая организация митохондриального аппарата, общая архитектура которого по морфологическим параметрам соответствует митохондриальной системе кардиоиоцитов [10].

Мы провели сравнительный анализ митохондриального аппарата скелетной мышцы мышей в возрасте 3 мес. и голого землекопа в возрасте 7 лет методом фотометрического анализа на конфокальном микроскопе в режиме реального времени. Впервые в режиме реального времени на поперечных срезах «живой» ткани скелетной мышцы мыши, не подвергшейся ни фиксации, ни заморозке, никакой-либо другой обработке показана система митохондриального ретикулума. То есть митохондриальный ретикулум – реально существующая особая организация митохондриального аппарата в скелетной мышце. На поперечных сечениях скелетной мышцы голого землекопа в возрасте 7 лет, в отличие от скелетной мышцы мыши 3 мес, выявлены одиночные, хаотично расположенные митохондрии.

Эти данные полностью подтверждают результаты предыдущих электронно-микроскопических исследований, открывших митохондриальный ретикулум как особую организацию митохондриального аппарата скелетной мышцы.

Список литературы:

[1] G.E. Palade, *Enzymes: Units of Biological Structure and Function*, Acad Press, New York (1956).
[2] G.F. Gauthier, H.A. Padykula, J Cell Biol, **28**, 333-354 (1966).
[3] H.J. Bubenzer, Z Zellforsch, 69, 520-550 (1966).
[4] L.E. Bakeeva, V.P. Skulachev and Y.S. Chentsov, Biochim Biophys Acta, **501**, 349-369 (1978).
[5] L.E. Bakeeva, Y.S. Chentsov and V.P. Skulachev, Eur J Cell Biol, **25**, 175-181, (1981).
[6] S.P. Kirkwood, E.A. Munn, G.A. Brooks Am J Physiol, 251, 395-402 (1986).
[7] B. Glancy, L.M. Hartnell, D. Malide, Z.X. Yu, C.A. Combs, P.S. Connelly, S. Subramaniam, R.S. Balaban, Nature **523**, 617-620 (2015).
[8] G. Pellegrini, S. Barbieri, M. Moggio, A. Cheldi, G. Scarlato, C. Minetti, Neuropediatrics **16**, 162-166 (1985).
[9] J.P. Leduc-Gaudet, M. Picard, F.St-J. Pelletier, N. Sgarioto, M.J. Auger, J. Vallée, R. Robitaille, D.H. St-Pierre, G. Gouspillou, Oncotarget, **6**, 17923-17937 (2015).
[10] V. B. Vays, I. M. Vangeli, C. M. Eldarov et al., *AGING-US.* **13** (2021).

Обнаружение упорядоченных кластеров системы ОКСФОС митохондрий на складках крист в интактных митохондриях сердца с помощью криогенной электронной микроскопии

Плохих К.С.[1], Чесноков Ю.М.[1], Нестеров С.В.[1], Камышинский Р.А.[1], Рогов А.Г.[1], Ягужинский Л.С.[2], Василов Р.Г.[1]

[1]Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва
[2]НИИ физико-химической биологии им. А.Н. Белозерского МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва
e-mail: konstantin.plokhikh@phystech.edu

В настоящей работе разрабатывается принципиально новый подход к исследованию структуры основной энергетической системы млекопитающих — системы окислительного фосфорилирования (ОКСФОС) митохондрий. Структура белковых комплексов и их взаимное расположение оценивается на томограммах, полученных с помощью крио-ПЭМ в нативном липидном окружении, без выделения и использования детергентов. Среди идентифицированных белков, расположение которых можно с высокой точностью определять в исследуемых препаратах: комплексы и суперкомплексы дыхательной цепи митохондрий, мономеры и димеры АТФ-синтаз, альфа-кетоглутаратдегидрогеназы, дегидрогеназы разветвленных альфа-кетокислот и пируватдегидрогеназы. Ранее на фрагментах митохондрий сердца мы обнаружили структуры олигомерных упорядоченных кластеров ОКСФОС, которые располагались в районе изгибов внутренней мембраны митохондрий [1]. Тем не менее, в наличии этого эффекта в целых неповрежденных митохондриях *in vivo* не было полной уверенности.

Для проверки наличия упорядоченных структур ОКСФОС в целых митохондриях сердца, нами были проведены эксперименты на измельченной ткани сердца крыс и выделенных митохондриях. Во избежание разрушения митохондрий были использованы сетки для электронной микроскопии со сплошной углеродной подложкой. Ввиду достаточно большой толщины образца, для улучшения пространственного разрешения применялась процедура утонения витрифицированных сеток с помощью сфокусированного ионного пучка в криогенном режиме. На полученных крио-ПЭМ изображениях не наблюдается признаков разрушения мембран митохондрий, а в митохондриях сердца обнаруживаются типичные для этой ткани ламеллярные структуры внутренней мембраны. После ручной маркировки расположения белков на томограммах в окрестности изгибов ламелей крист, были обнаружены структуры, аналогичные тем, которые ранее наблюдались на фрагментах мембран митохондрий. Эти результаты приведены на рисунке 1. Стоит отметить, что на томограммах фрагментов митохондрий расположение белков и их ориентация определены с высокой точностью и подтверждены тем, что усреднение их субтомограмм позволяет получить структуры с достаточно высоким разрешением, а на томограммах интактных митохондрий расположение

белков на данном этапе показано с существенно меньшей точностью. Работа по повышению точности определения расположения белков в целых митохондрий продолжается. Тем не менее, уже сейчас можно однозначно утверждать о качественной идентичности структур во фрагментах мембран и в целых митохондриях.

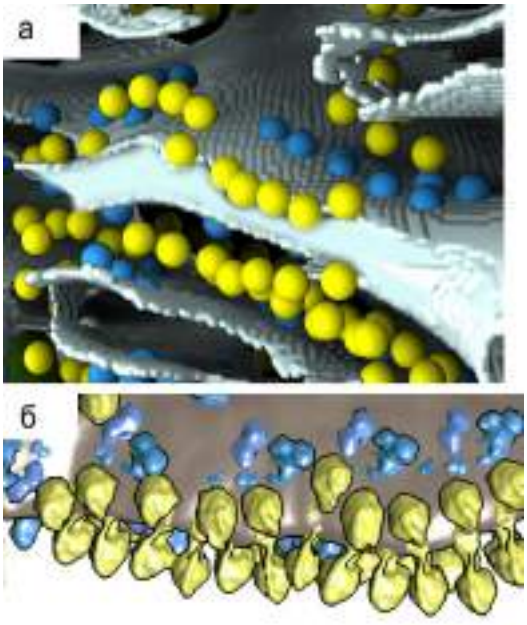


Рис.1. "Сравнение взаиморасположения белков в районе изгиба мембраны. (а) идентификация белков в ручном режиме на изгибе кристы на томограмме целых митохондрий; (б) ранее полученные результаты на фрагментах митохондрий [1]. Желтым обозначены АТФ-синтазы, синим — респирасомы"

В совокупности наши данные структурно подтверждают существование полного суперкомплекса ОКСФОС. Связывание протонных помп и АТФ-синтаз, однако, происходит не на уровне отдельных ферментов, а за счет стыковки упорядоченных олигомерных структур, образующих крупные кластеры. Такая структурная организации ОКСФОС обеспечивает эффективное сопряжение между протонными помпами и АТФ синтазами, а также защищает клетку от избыточной генерации активных форм кислорода.

Данная работа была поддержана НИЦ «Курчатовский институт» (Тематический план исследований 1.8. «Изучение процессов генерации, передачи и распределения энергии в живых организмах»).

Список литературы:

[1] S. Nesterov et al., *International journal of molecular sciences*, **22 (3)**, p. 1462 (2021)

Существует ли капсула кариосферы в ооцитах травяной лягушки? Электронно-микроскопическое исследование

Боголюбов Д.С.[1]

[1]*Институт цитологии РАН, Санкт-Петербург*
e-mail: dbogol@mail.ru

Капсула кариосферы — особый экстрахромосомный ядерный компартмент, ассоциированный с хромосомами, формирующими кариосферу (кариосому) — компактный узел хромосом, занимающий ограниченное пространство в крупном ядре ооцита на стадии диплотены профазы мейоза [1]. Основу капсулы кариосферы составляет полимеризованный актин (F-актин) и другие структурные белки, которые поддерживают кариосому в ядре ооцитов тех организмов, у которых кариосфера имеет капсулу. На протяжении 100 лет [2] считали, что в ядре вителлогенных ооцитов травяной лягушки *R. temporaria* формируется типичная капсула кариосферы в виде многослойной структуры, состоящей из фиброзного эластичного материала и сотен амплифицированных ядрышек [3].

Предпринятое нами ультраструктурное исследование заставляет пересмотреть классические представления о структурной роли капсулы кариосферы в поддержании кариосомы травяной лягушки. Нуклеоплазма ооцита *R. temporaria* обогащена F-актином, филаменты которого формируют обширную сеть, которая придает структурную стабильность компактному скоплению ядрышек с находящейся внутри кариосомой [4], однако F-актин не концентрируется в специализированной зоне (капсуле) вокруг хромосом. Характерное скопление ядрышек в центре ядра ооцита амфибий, демонстрирующее структурную стабильность даже при его изоляции вручную из ядра ооцита, нельзя рассматривать в качестве капсулы кариосферы, поскольку ядрышки — индивидуальные жидкие капли [5], а капсула кариосферы по определению имеет фиброзную структуру [1].

В нуклеоплазме ооцита *R. temporaria* присутствуют характерные немембранные тяжи, прежде называемые «псевдомембранами», которые считали главными структурными элементами капсулы кариосферы [3]. Эти тяжи соединяют «колечки» (*annuli*), демонстрирующие большое морфологическое сходство с ядерными порами. Однако, по нашим данным, *annuli* не содержат нуклеопорина 35 (Nup35) и, следовательно, пока не могут рассматриваться в качестве автономных поровых комплексов. Тяжи, соединяющие *annuli*, не содержат ни F-актина, ни ламина B и не образуют покрова вокруг кариосомы. Ламин B (а также Nup35) присутствует в нуклеоплазме ооцита *R. temporaria*, но концентрируется не в какой-либо структуре, напоминающей капсулу кариосферы, а в отдельных локальных участках (биомолекулярных конденсатах). Таким образом, кариосома *R. temporaria* не имеет протяженного фиброзного скаффолда — типичной капсулы кариосферы. Для сравнения в

работе был использован материал вителлогенных ооцитов жука *Tribolium castaneum*. У этих насекомых в ядре ооцита, наоборот, формируется обширный электронно-плотный слой (оболочка, или shell) — главный ультраструктурный компонент капсулы кариосферы, мажорным компонентом которого является F-актин.

Я благодарю Г.Н. Почукалину за материал ооцитов лягушки, подготовленный для электронной микроскопии, а также И.О. Боголюбову и А.О. Травину за помощь в работе с изолированными ядрами ооцитов.

Данная работа поддержана грантом № 22-24-00380 Российского научного фонда.

Список литературы:

[1] Bogolyubov D., *Int. Rev. Cell Mol. Biol.*, **337**, 1 (2018).
[2] Wagner K., *Arch. Zellforsch.*, **17**, 1 (1923).
[3] Gruzova M.N. and Parfenov V.N., *J. Cell Sci.*, **28**, 1 (1977).
[4] Ilicheva N.V., Pochukalina G.N., and Podgornaya O.I., *J. Cell. Biochem,* **120**, 15057 (2019).
[5] Strom A.R. and Brangwynne C.P., *J. Cell Sci.*, **132**, jcs235093 (2019).

Электронно-микроскопическое исследование щелевых контактов глиальных опухолей головного мозга

Кириченко Е.Ю.[1], Логвинов А.К.[2]

[1]Донской государственный технический университет, кафедра Биоинженерия
[2]Южный федеральный университет, лаборатория молекулярной нейробиологии
e-mail: kiriche.evgeniya@yandex.ru

Щелевые контакты (ЩК) занимают особое место среди различных типов межклеточных соединений, поскольку обеспечивают единственный путь прямого обмена биологически активными молекулами и продуктами метаболизма. Альтерации ЩК и коннексинов в настоящее время рассматривают в качестве важного патогенетического механизма образования, злокачественного роста и метастазирования глиальных опухолей головного мозга млекопитающих [1,2]. К настоящему времени накоплено достаточно большое количество данных об особенностях строения глиальных опухолей головного мозга, как на светооптическом уровне, так и на уровне ультраструктуры клеток этих новообразований. Вместе с тем, ультраструктурной характеристике межклеточных контактов глиальных неоплазм уделено мало внимания. Целью настоящего исследования являлось ультраструктурное исследование опухолей глиального происхождения с целью поиска доказательств возможного прямого межклеточного взаимодействия через щелевые контакты между малигнизированными клетками глиом.

Исследования проводились при сопровождении письменного информированного согласия пациентов и их родственников. Образцы хирургически резецированных глиальных опухолей (n=11) фиксировали в 4% параформальдегиде, отмывали в фосфатном буфере, постфиксировали в 1% OsO4, обезвоживали и заливали в эпоксидную смолу. Ультратонкие срезы контрастировали уранил ацетатом, цитратом свинца и просматривали под электронным микроскопом Jem 1011 (Jeol, Япония).

При последовательном просмотре полей зрения ультратонких срезов опухолей головного мозга химические симметричные и ассиметричные синапсы не обнаружены. При этом в образцах гемистоцитарной астроцитомы, плеоморфной ксантоастроцтомы, анапластической астроцитомы и глиобластомы идентифицируются ЩК, сформированные тонкими отростками, имеющими ультраструктуру астроглиальных. ЩК выявляются благодаря специфической ультраструктуре: две контактирующие плазматические мембраны, формирующие узкую, прямую зону – нексус с электронно-плотной щелью шириной не более 2-3 нм (Рис.1). При этом в окружающем контакты нейропиле все отростки, содержат глиофибриллы. Помимо одиночных щелевых контактов в одном поле зрения нередко встречаются несколько ЩК, нексусы которых попадают в плоскость среза при повороте гониометра на ± 15° (Рис. 1).

Длина нексусов всех обнаруженных ЩК не превышает 0,1 мкм. При этом, в олигодендроглиоме ЩК не обнаружено.

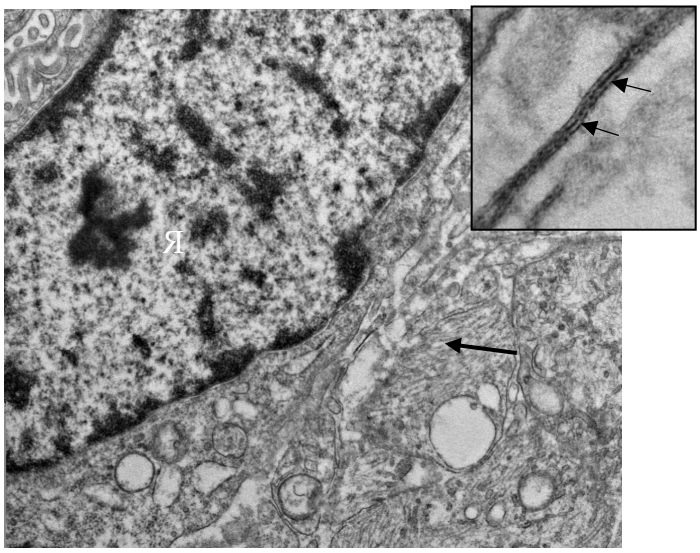


Рис.1. ЩК вблизи сомы опухолевой клетки глиобластомы. Врезка: увеличенный ЩК. Условные Обозначения: Я- ядро клетки, стрелка- ЩК. Увеличение: основное фото 40 000, врезка 250 000.

Таким образом, проведенное электронномикроскопическое исследование показало присутствие межклеточных ЩК с некоторыми ультраструктурными отличиями в образцах опухолей астроглиального происхождения низких и высоких грейдов. По современным данным, ЩК в астроцитомах способны создавать устойчивую самоподдерживающуюся сеть, способствующую прогрессированию опухоли и обеспечивающую сопротивление терапевтическому воздействию. В тоже время, заметная редукция количества ЩК, наиболее выраженная в образце олигодендроглиомы, может способствовать ускорению миграции опухолевых клеток в окружающую паренхиму. Безусловно, изучение ЩК должно быть продолжено на большей по численности группе глиальных опухолей для подтверждения выявленных в настоящей работе особенностей межклеточной коммуникации.

Данная работа была поддержана грантом РНФ № 22-25-00795, https://rscf.ru/project/22-25-00795/.

Список литературы:

[1] A. Tabernero, E. Gangoso, M. Jaraíz-Rodríguez, J. M. Medina, *Neuroscience*, **Volume 323**, Page 183-194 (2016).

[2] Oliveira, C. Christov, J. S. Guillamo et al., *BMC cell biology*, **Volume 6**, Page 7 (2005).

Применение низковольтной сканирующей электронной микроскопии для изучения морфологии агранулоцитов пациента с тяжелым течением COVID-19

Вельмискина А.А.[1,2], Михайловский В.Ю.[2], Никитин Ю.В.[3], Галактионов Н.К.[1,2], Мосенко С.В.[1,2], Анисенкова А.Ю.[1,2], Шнейдер О.В.[1], Щербак С.Г.[1,2], Иванов А.М.[3], Кондратов К.А.[1,2,3]

[1]СПб ГБУЗ «Городская больница №40», 197706, г. Санкт-Петербург, Россия
[2]Санкт-Петербургский государственный университет, 199034, г. Санкт-Петербург, Россия
[3]Военно-медицинская академия им. С.М. Кирова, 194044, г. Санкт-Петербург, Россия
e-mail: velmiskina96@mail.ru

В марте 2020 года ВОЗ объявила вспышку новой коронавирусной инфекции (COVID-19) глобальной пандемией. Основной причиной тяжелого течения этого заболевания признан цитокиновый шторм, характеризующийся избыточной активацией иммуннокомпетентных клеток и гиперпродукцией провоспалительных цитокинов. Патогенез цитокинового шторма при данном заболевании не изучен в полной мере, однако известно, что основными участниками процесса являются моноциты/макрофаги и лимфоциты. С помощью методов световой микроскопии было показано, что COVID-19 приводит к изменению морфологии этих клеток. В частности, моноциты и лимфоциты приобретают цитоплазматическую вакуолизацию, также среди лимфоцитов появляются атипичные, крупнозернистые, плазмоцитоидные формы [1]. Однако световая микроскопия не позволяет получить достаточно информации о детальной морфологии клетки. Для этого необходимо применение методов электронной микроскопии. Особенно перспективным методом для достижения этой цели является низковольтная сканирующая электронная микроскопия (НВСЭМ). Использование низких ускоряющих напряжений менее 1 кВ позволяет, с одной стороны, избежать накопления заряда при сканировании поверхности пучком электронов, а с другой стороны – обеспечивает высокую поверхностную детализацию получаемых изображений из-за меньшей глубины проникновения электронов. Таким образом, основными преимуществами данного метода являются отсутствие необходимости нанесения на образец слоя проводящего материала и, как следствие, сохранение исходной структуры биологических объектов, а также возможность визуализации этой структуры в нанометровом диапазоне. [2]. Целью данной работы являлось изучение внешней морфологии моноцитов и лимфоцитов пациента с цитокиновым штормом, вызванным COVID-19, с помощью НВСЭМ.

Образец клеток крови пациента (наличие положительного мазка на SARS-CoV-2, IL-6 = 34 пг/мл) после лизиса эритроцитов окрашивали антителами к CD45-APC, CD14-PC5.5, CD16-PC7 и проводили сортировку субпопуляций моноцитов и лимфоцитов на клеточном сортере MoFlo Astrios EQ (Beckman Coulter, США). Материал фиксировали по описанной ранее методике [3] и

проводили наблюдение на микроскопе Zeiss Merlin. Ускоряющее напряжение составляло величину 400 В, ток пучка – 80 пА. Для получения изображений использовался внутрилинзовый детектор вторичных электронов.

При анализе полученных изображений была выявлена высокая склонность моноцитов (рис.1) к распластыванию с образованием таких структур, как ламеллоплазма (рис. 1c), ламеллоподии (рис. 1b) и филоподии (рис. 1a, 1c). Микрорельеф клеточной поверхности был охарактеризован как смешанный, состоящий из складок и раффлов. Лимфоциты (рис. 2) чаще сохраняли правильную сферическую форму. Микрорельеф клеточной поверхности варьировал от сглаженного (рис. 1a) до микроворсинчатого (рис. 1b) типов. Также в большом количестве наблюдались сфероидные образования (пузыри) (рис. 1a, 1c) и филоподии, в том числе тонкие длинные нити (рис. 1a, 1b).

Рис.1. Морфология моноцитов пациента с COVID-19

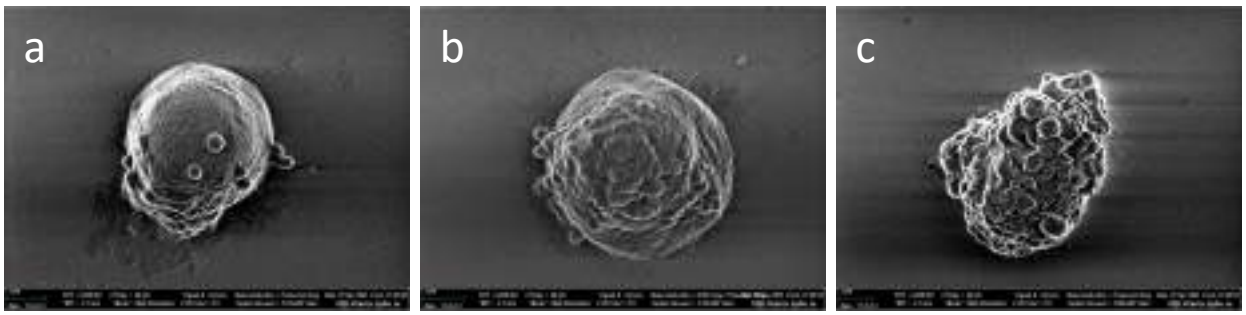


Рис.2. Морфология лимфоцитов пациента с COVID-19

Работа выполнена на оборудовании МРЦ по направлению «Нанотехнологии» СПбГУ.

Список литературы:

[1] O. Pozdnyakova et all., Am J Clin Pathol. 11;155(3):364-375. (2021).
[2] J. Pawley, H. Schatten (Eds.). Biological low-voltage scanning electron microscopy. New York: Springer-Verlag. 317 p. (2008).
[3] A. Fedorov et all., Platelets. ;31(2):226-235. (2020).

Свойства и функции малого белка теплового шока фитопатогенной микоплазмы *Acholeplasma laidlawii*, выявленные при помощи методов электронной микроскопии

Вишняков И.Е. [1], Чернова Л.С. [1, 2], Живайкина Д.А. [1, 2], Каюмов А.Р. [2]

[1]Институт цитологии Российской академии наук
[2]Казанский (Приволжский) федеральный университет
e-mail: innvish@incras.ru

Несмотря на крайне малый размер клеток, небольшой геном и скудный набор метаболических путей, фитопатогенные микоплазмы обладают разветвлённой мультишаперонной сетью, обеспечивающей устойчивость этих микроорганизмов к различным вариантам стрессовых воздействий. Одним из ключевых звеньев этой сети, по нашему мнению, являются малые белки теплового шока альфа-кристаллинового типа (мБТШ), выступающие в качестве белков «скорой помощи» и первыми принимающие на себя удар изменившихся обстоятельств. Основной функцией мБТШ считают их способность связываться с частично денатурированными полипептидными цепями и сохранять белки в фолдинг-компетентном состоянии до тех пор, пока их третичная и четвертичная структура не будет восстановлена при помощи АТФ-зависимых шаперонов (Hsp60, Hsp70, Hsp100). Стоит особо отметить, что гены, кодирующие мБТШ, найдены исключительно у микоплазм – паразитов пойкилотермных организмов (фитоплазм и спироплазм), тогда как микоплазмы гомойотермных хозяев их не содержат, по-видимому, за ненадобностью. Исследование свойств и функций мБТШ может способствовать установлению механизмов стрессоустойчивости фитопатогенных микоплазм и помочь в борьбе с возбудителями заболеваний сельскохозяйственно значимых растений.

С помощью методов электронной микроскопии нами были исследованы свойства и функции мБТШ модельного микроорганизма, микоплазмы *Acholeplasma laidlawii*, являющейся близким родственником фитоплазм и способной поражать культурные растения вроде риса и гороха посевного, вызывая появление признаков фитоплазмоза и влияя на их урожайность. *A. laidlawii*, в отличие от других фитоплазм, относительно легко культивируется в лабораторных условиях, и может быть выращена до высоких титров на искусственной питательной среде. Мы предполагаем, что данные, полученные на модельном объекте, могут быть экстраполированы на весь пул мБТШ фитопатогенных молликут.

С помощью просвечивающей электронной микроскопии и негативного контрастирования нами было показано, что мБТШ *A. laidlawii*, IbpA, представляет собой смесь агрегатов крупного размера, глобулярных структур с предположительным числом входящих в их состав мономеров в 24 субъединицы, а также фибрилл. Данные были подтверждены с помощью криоэлектронной

микроскопии. Были также изучены свойства мутантных форм IbpA с изменениями/делециями в N-концевой и C-концевой областях, содержащих характерные мотивы (WDPF, IEI). Был установлен нетривиальный для мБТШ механизм регуляции активности IbpA, основывающийся на конкурентном действии N- и C-концов, которое влияет на равновесие между фибриллярными и глобулярными структурами мБТШ. Глобулы IbpA могут представлять собой запасную форму шаперона, тогда как фибриллы гораздо активнее взаимодействуют с субстратными белками, предотвращая их необратимую денатурацию и агрегацию.

С помощью иммуно-электронной микроскопии была установлена локализация мБТШ в клетках микоплазм при разной температуре. Было показано, что в условиях теплового шока IbpA преимущественно располагается в так называемых «гранулярных тельцах», которые могут представлять собой стресс-гранулы данного микроорганизма. При холодовом стрессе IbpA, в основном, обнаруживается на мембране и в подмембранном пространстве, и теоретически может влиять на механические свойства мембраны, участвуя, таким образом, в защите внешней оболочки клеток *A. laidlawii*, не имеющих клеточной стенки. Кроме того, было показано, что IbpA содержится в мини-телах и внеклеточных везикулах *A. laidlawii*. Первые могут представлять собой аналог спор спорообразующих бактерий, позволяя микоплазме переживать широкий спектр неблагоприятных обстоятельств, тогда как вторые содержат большой набор бактериальных факторов вирулентности и участвуют в перестройке метаболизма организма-хозяина, способствуя более успешной колонизации патогеном растительных тканей.

Совсем недавно нами было продемонстрировано, что в присутствии краудинг агента и нуклеотидов (ГТФ, АТФ) IbpA может изменять свою форму с фибриллярной на глобулярную в зависимости от температуры окружающей среды. Данные эксперименты находятся на начальной стадии, но уже позволяют сделать первые выводы о механизме функционирования мБТШ микоплазмы *in vivo*. Детальное установление механизма работы IbpA в клетке *A. laidlawii* приведёт к возможности поиска потенциальных агентов, специфически блокирующих функцию именно бактериального мБТШ, но не его гомологов в клетках эукариот. Внесение возмущений в работу мультишаперонной сети значительно снизит стрессоустойчивость патогенных фитоплазм, что должно привести к их элиминации из заражённого организма.

Данная работа была поддержана Российским научным фондом, грант №22-24-01150.

Сравнительный анализ минеральных включений флаговых листьев диплоидных и гексаплоидных культурных видов овса (*Avena* L.)

Кузьмина Ю.И.

ФГБНУ «Федеральный научный селекционно-технологический центр садоводства и питомниководства» (ФНЦ Садоводства)
e-mail: ulvargach@gmail.com

В клетках различных органов растений могут образовываться кристаллы – отложения минеральных веществ, имеющие различную химическую природу и различающиеся по форме. Синтез минеральных включений в органах растений имеет долгую эволюционную историю [1, 2]. Однако, знания о формировании и возможной роли минеральных включений в органах растений остаются ограниченными.

Для изучения были взяты флаговые листы гексаплоидных и диплоидных культурных видов овса: посевного (*A. sativa* L.), византийского *(A. byzantina* C. Koch*)*; абиссинского *(A. abyssinaca* Hochst*.)* и песчаного *(A. strigosa Schreb.).* Методом растровой электронной микроскопии на аналитическом микроскопе JEOL JSM 6010 LA на всех изучаемых объектах были выявлены окаменелые клетки и минеральные включения, расположенные по линии вдоль проводящих пучков в форме изогнутой капли с гладкими краями (рис. 1 и 2). В зависимости от вида и формы растений, распределение данных включений на листовой пластине меняется.

Так, на гексаплоидных видах овса, минеральные включения расположены в строгой последовательности, они более крупные и единичные (рис. 1).

Включения на листовых пластинах диплоидных видов (рис. 2) меньше по размеру и их расположение на листовой пластине более хаотичное.

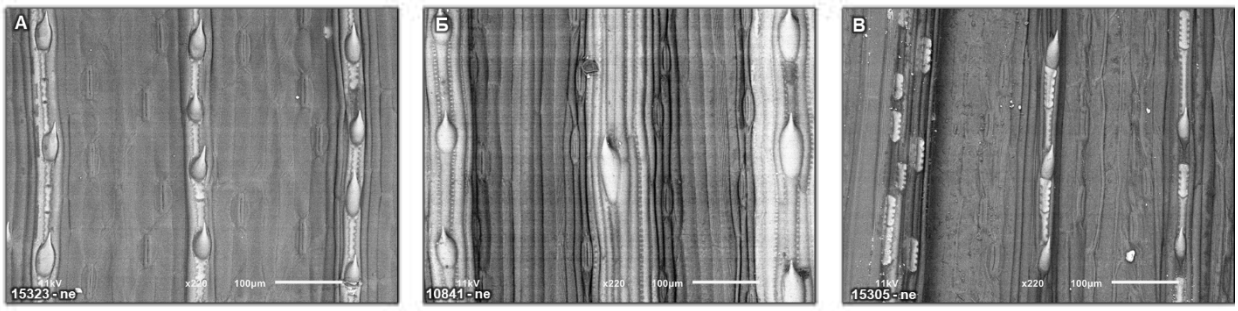


Рис.1. Строение абаксиальной стороны листовой пластины культурных гексаплоидных видов. А. овса византийского (A. byzantina C. Koch); Б – овса посевного пленчатой формы (A. sativa L. var. aurea); В - овса посевного голозерной формы (A. sativa L. var. chinensis)

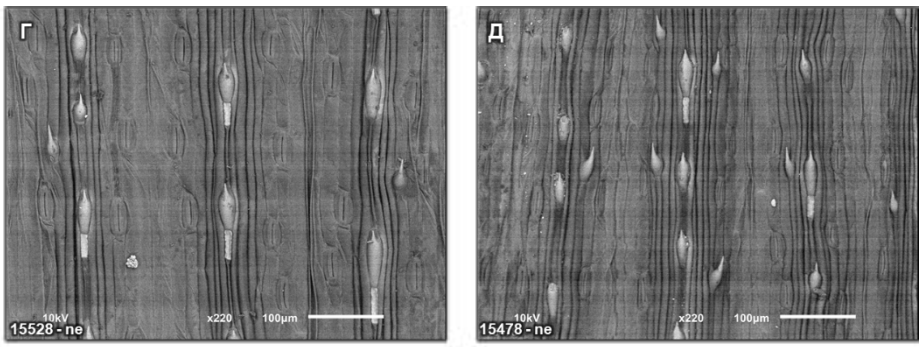


Рис.2. Строение абаксиальной стороны листовой пластины культурных диплоидных видов. Г. овса абиссинского (A. abyssinaca Hochst.); Д – овса песчаного (A. strigosa Schreb.).

Методом рентгеновской энергодисперсионной спектрометрии в минеральных включениях растений овса определено содержание различных элементов, но в большей степени O, C и Si, (рис. 3).

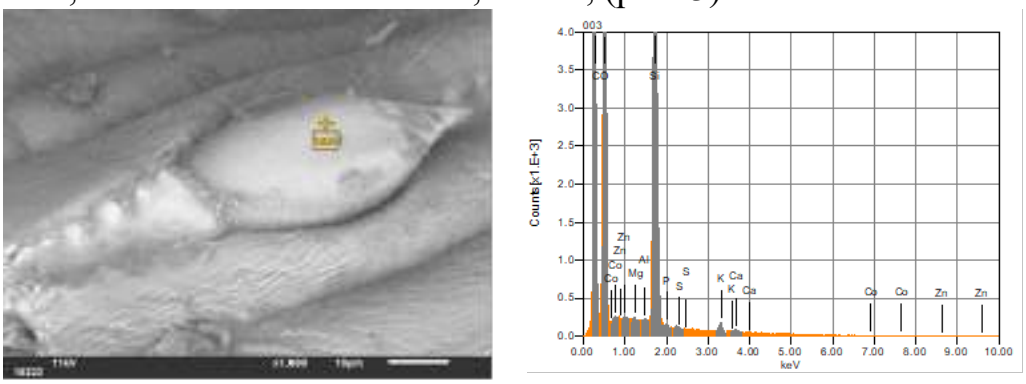


Рис. 3. Химический состав минеральных включений в листьях овса

Мы предполагаем, что кристаллы выполняют функцию поддержки растений и могут быть источником углерода в условиях стресса.

Благодарности: Автор выражает благодарность к.с.х.н. Мотылевой С.М. за консультацию во время работы с прибором.

Исследования выполнены в рамках государственного задания 0432-2021-0003 Сохранить, пополнить, изучить генетические коллекции сельскохозяйственных растений и создать репозитории плодовых и ягодных культур, заложенные свободными от вредоносных вирусов растениями.

Список литературы:

[1] V. Franceschi, P. Nakata, Annu Rev Plant Biol, 56, pp. 41‑71 (2005).

[2] R.F. Vincent, A.N. Paul Calcium oxalate in plants: Formation and Function. Annual Review of Plant Biology, (2005), 56, 41-71.

Ветвистоусые ракообразные (Crustacea: Cladocera) из отложений позднего эоцена Тибета

Неретина А.Н.[1], Котов А.А.[1], Сюй С.-Т.[2]

[1]Лаборатория экологии водных сообществ и инвазий, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова Российской академии наук
[2]Лаборатория экологии тропических лесов, Тропический ботанический сад Сишуанбаньна, Китайская академия наук
e-mail: neretina-anna@yandex.ru

Тибетское нагорье – самый крупный горный массив на Земле. Он образовался в раннем эоцене при столкновении Индостанской и Евразийской тектонических плит. Недавние комплексные исследования абсолютной высоты рельефа Тибетского нагорья свидетельствуют о том, что в эоцене этот горный массив был приподнят на высоту не более 3 000 метров над уровнем моря, а нынешних абсолютных отметок регион достиг только в неогене [1]. Особенности географического положения и рельефа Тибетского нагорья в позднем эоцене обуславливали теплый и влажный климат на этой территории, в условиях которого формировались специфические сообщества, характерные для влажных тропических лесов [2]. Несмотря на огромный интерес палеонтологов к этим сообществам, многие представители позднеэоценовой биоты Тибетского нагорья остаются неизученными. Особенно это касается микроскопических организмов.

Нами были проанализированы остатки ветвистоусых ракообразных (Crustacea: Cladocera) из позднеэоценового местонахождения в округе Сиеде (южная часть бассейна Ньимы, центральный Тибет, Китай), имеющие возраст около 39.5–37 млн лет. Остатки ракообразных были обнаружены в окаменевших серовато-белых слоистых известняках. В лаборатории крупные фрагменты известняка раскалывали на отдельные слои. Остатки ракообразных, заключенные в них, маркировали под бинокуляром ЛОМО (ООО «ЛОМО-МА», Россия) и исследовали на растровом электронном микроскопе TESCAN MIRA 3 LMH (ООО «ТЕСКАН», Чехия). Определение остатков проводили по имеющимся в распоряжении коллектива монографиям [3] и специальным статьям, а также с привлечением оригинальных данных по современным представителям кладоцер.

По результатам микроскопической обработки в исследованном материале нами были обнаружены многочисленные эфиппиумы *Moina* Baird, 1850 (Moinidae), имеющие грубую сетчатую орнаментацию и две локулы, и несколько эфиппиумов, предположительно принадлежащих *Daphnia* s.l. (Daphniidae), с мелкой бугорчатой орнаментацией и также двумя локулами. Сложности с систематикой некоторых современных представителей Moinidae и Daphniidae пока не позволяют провести определение найденных образцов до уровня вида.

Однако на основе анализа приуроченности таксонов надвидового ранга мы можем сделать вывод о том, что в ходе формирования исследованной толщи отложений выявленные таксоны были относительно хорошо представлены в палеосообществах, а виды рода *Moina* могли входить в состав комплекса доминирующих видов. Большинство представителей Moinidae, образующие эфиппиумы с двумя покоящимися яйцами, – это типичные обитатели временных эвтрофных водоемов, достигающие наибольшей численности и разнообразия в регионах с тропическим и субтропическим климатом. В исследованном местонахождении ископаемые кладоцеры сосуществовали с некоторыми теплолюбивыми растениями (Sabalites [4], Koelreuteria [5], Cedrelospermum [6], Limnobiophyllum [7], *Handeliodendron*, *Exbucklandia*, *Populus*, Magnoliales и Araliaceae [8]), а также с тропическими и субтропическими видами рыб [8] и насекомых.

Мы благодарим коллег из Китайской академии наук за предоставленные образцы. Исследование остатков ракообразных было проведено с использованием оборудования ЦКП ИПЭЭ РАН «Инструментальные методы в экологии». Анализ эфиппиумов ветвистоусых ракообразных выполнен АНН в рамках работ по гранту РНФ (проект № 22-14-00258).

Список литературы:

[1] S. Botsyun, P. Sepulchre, Y. Donnadieu, C. Risi, A. Licht, and J.K. Caves Rugenstein. *Science*, 363, eaaq1436 (2019).
[2] H. Wang, S. Dutta, R.S. Kelly, A. Rudra, S. Li, Q.Q. Zhang, ... & H.C. Zhang. *Palaeoworld*, 27(4), 506–513 (2018).
[3] A.A. Kotov, Morphology *and phylogeny of Anomopoda (Crustacea: Cladocera)*. KMK, Moscow (2013) [in Russian with English abstract].
[4] T. Su, A. Farnsworth, R.A. Spicer, J. Huang, F. Wu, J. Liux, ... & Z.-K. Zhou. *Science Advances*, 5, eaav2189 (2019).
[5] Jiang, H., Su, T., Wong, W. O., Wu, F., Huang, J., & Shi, G. (2019). Oligocene Koelreuteria (Sapindaceae) from the Lunpola Basin in central Tibet and its implication for early diversification of the genus. Journal of Asian Earth Sciences, 175, 99–108.
[6] L.B. Jia, T. Su, Y.J. Huang, F.X. Wu, T. Deng, Z.K. Zhou. *Journal of Systematics and Evolution*, 57(2), 94–104 (2019).
[7] S.L. Low, T. Su, T.E. Spicer, F.X. Wu, T. Deng, Y.W. Xing, Z.K. Zhou. *Journal of Systematic Palaeontology*, 18(5), 415–431 (2020).
[8] F. Wu, D. Miao, M.M. Chang, G. Shi, N. Wang. *Scientific Reports*, 7(1), 1–7 (2017).

Структурные характеристики шелка и его секреции у водяных клещей на примере *Limnesia maculata* (O.F. Müller, 1776) (Acariformes, Limnesiidae)

Шатров А.Б.[1], **Солдатенко Е.В.**[1], **Бенкен К.А.**[1], **Петров А.А.**[1]

[1]*ФГБУН Зоологический институт РАН*
e-mail: Andrey.Shatrov.1954@mail.ru

В последнее десятилетие нами было сделано открытие феномена шелклопрядения у водяных клещей, что расширило спектр членистоногих, способных к синтезу и секреции волокнистых субстанций разнообразного назначения [1]. Но если у других членистоногих, в том числе сухопутных клещей, для производства шелковых нитей используются модифицированные слюнные, а также специализированные абдоминальные (пауки) железы, то у водяных клещей для этих целей служат особые дермальные железы – синапоморфия, или новоприобретение, этой, весьма крупной, группы клещей после освоения ими водной среды пресноводных бассейнов [2].

В целях настоящего исследования дермальные железы водяного клеща *Limnesia maculata* (O.F. Müller, 1776) были изучены методами TEM, SEM, AFM, CLSM, DIC, а также методами поляризации и фазового контраста на базе ЦКП «Таксон» при Зоологическом институте РАН.

Дермальные железы в количестве 14 пар распределены по всему объему идиосомы (тела) клеща как с дорсальной, так и с вентральной стороны. Это крупные однотипные органы до 200 мкм в поперечнике, представляющие собой одну альвеолу и состоящие из столбчатого секреторного эпителия, расположенного базально, и обширной внутриальвеолярной полости, заполненной продолговатыми электронно-плотными секреторными гранулами. Клетки содержат большое количество коротких изогнутых цистерн гранулярного эндоплазматического ретикулума, а также специфически организованные комплексы Гольджи. Ядра с крупными ядрышками, что говорит об активных синтетических процессах, расположены базально либо в срединной зоне клеток. На поверхность тела дермальные железы открываются однотипными выводными отверстиями, образованными внутренними расходящимися аподемами с мышечным обеспечением и продолговатыми наружными складками с медиальными клапанами. Такого вида продолговатое отверстие обрамлено циркулярной складкой кутикулы, а у одного из его полюсов расположен как правило очень тонкий механорецепторный волосок. Номенклатура выводных отверстий дермальных желез водяных клещей, называемых гландуляриями и рассматриваемых в отрыве от их внутренней анатомии, довольно сложна и используется в филогенетических построениях [3].

В фиксированном состоянии секрет дермальных желез, обнаруживаемый на поверхности тела клещей, имеет вид сильно извитых трубочек, что, видимо,

является следствием определенной деформации белков, образующих нить. В воде же нити представляют собой тонкие (от 800 нм до 1.5 мкм) длинные однородные неветвящиеся трубки с остаточным содержимым, но чаще без него, располагающиеся в среде совершенно произвольно. Стенки трубок (100-200 нм) состоят из тонковолокнистого материала, волокна которого, состоящие, вероятно, из фибриллярных белков, ориентированы продольно либо переплетены под разными углами к продольной оси трубочки. Внешняя сторона стенки более рыхлая, чем внутренняя (Рис. 1).

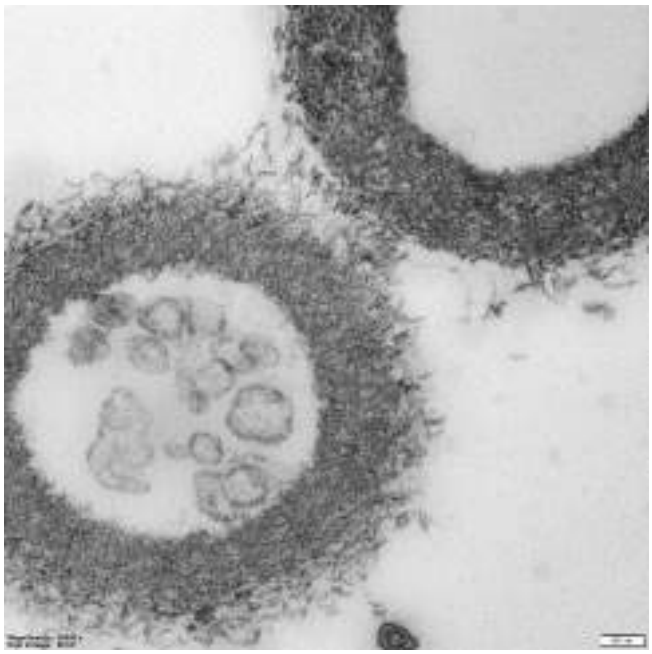


Рис. 1. Поперечный срез трубочек шелка водяного клеща. ТЕМ.

Эволюционное и этологическое значение всей системы шелкопрядения у водяных клещей остается неясной и требует дальнейшего анализа.

Данная работа выполнена по Госзаданию Минобрнауки № 1021051603202-7.

Список литературы:

[1] A.B. Shatrov, E.V. Soldatenko, and O.V. Gavrilova, *Journal of Natural History*, **50**, 2199-2214 (2016).

[2] A.B. Shatrov, and E.V. Soldatenko, *Arthropod Structure and Development*, **45**, 341-355 (2016).

[3] P.R. Wiles, *Journal of Natural History*, **31**, 1237-1251 (1997).

Стендовые доклады

Секция 1. Новые методы просвечивающей и растровой электронной микроскопии

Investigation of thermal stability of Nanostructured CoCrFeNiCu high-entropy alloy

Poliakov M.V.[1,2], Mikhaylov I.A.[1], Grishin T.S.[1], Volkova L.S.[1], Rogachev A.S.[2]

[1]*Institute of Nanotechnology of Microelectronics of the Russian Academy of Sciences,, 119991 Moscow, Russia.*
[2] *Merzhanov Institute of Structural Macrokinetics and Materials Science Russian Academy of Sciences (ISMAN), Chernogolovka, Moscow 142432, Russia*
e-mail: maxsimpolykovv@gmail.com

High-entropy alloys (HEA) attract attention in terms of their properties. On their basis, it is possible to create thermoelectric converters having high efficiency (ZT > 3 [1]) simultaneously with environmental friendliness and cheapness of production materials, corrosion-resistant coatings, as well as the creation of spintronics devices.

The concept of materials of this type is that all elements taken in equal or close molar fractions that are part of the alloy form one phase. Moreover, atoms of different types are randomly arranged in the crystal lattice, i.e. the HEA is a disordered solid substitution solution. With an increase in the content of components in the alloy, the configuration entropy increases and the stability of the structure increases [2].

Due to the differences in the sizes of atoms of different elements included in the alloy, the crystal lattice turns out to be strongly distorted, so the structure can be considered as intermediate between metastable metallic glasses in which there is no long-range order and stable crystalline phases with a small equilibrium concentration of defects. The features of the structure give rise to unique properties, such as: increased plastic deformation at low temperatures and a small diffusion coefficient. In this regard, the stability of HEA is particularly relevant [3].

The report discusses the results of studies of the thermal stability of a nanostructured CoCrFeNiCu high-entropy alloy. The stability of the CoCrFeNiCu HEA was studied after annealing lasting 1 day, 3 days, 10 days, 20 days and 204 days at a temperature of 800°C. Transmission electron microscopy was performed on cross sections prepared by the focused ion beam method. The elemental composition was obtained using energy-dispersive X-ray spectroscopy, and the phases were determined using diffraction of the selected region.

It is shown that the main structural changes occur on the first day of thermal annealing, but even prolonged annealing leads to further enlargement of the particles in the alloy.

List of literature:

[1] A. Bharwdaj et al., Current Research and Future Prospective of Iron-Based Heusler Alloys as Ther-moelectric Material, Nanotechnologies in Russia. 2019. Vol. 14, № 7–8. P. 281–289.

[2] N.F. Shkodich et al., Fast mechanical synthesis, structure evolution, and thermal stability of nanostructured CoCrFeNiCu high entropy alloy, Journal of Alloys and Compounds. 2022. Vol. 893. P. 161839.
[3] Cantor B. Multicomponent high-entropy Cantor alloys // Progress in Materials Science. 2021. Vol. 120.

3D Electron Tomography for Battery Materials

Lipovskikh S.*, Morozov A., Abakumov A.

Center of Energy Science and Technology, Skolkovo Institute of Science and Technology (Moscow, Russia)
** e-mail: s.lipovskikh@skoltech.ru*

With an increasing demand in portable electronic devices, breakthroughs in energy density, cycling rate, and shelf-life are necessary for advanced energy storage technologies. Although using Li-metal with liquid electrolyte would achieve high gravimetric energy density, safety concerns associated with material instabilities and heat release during Li dendrite growth through the liquid electrolyte may trigger internal short circuit of the battery, moving Li-metal further away from practical applications [1]. In order to suppress Li dendrite formation and improve overall battery safety, inorganic ceramic solid electrolytes are promising materials to overcome this problem.

Moving towards development of solid-state Li batteries, detailed understanding of morphological aspects of electrodes and electrolytes at nanometer scale becomes extremely important. However, do not forget, that conventional 2D scanning transmission electron microscopy (STEM) imaging reveals a projection of 3D object. It cannot provide us with complete information of morphology of solid-electrolyte such as porosity, tortuosity and 3-dimensional overview of grain structure, which is crucial for investigation of dendrite formation. Another important task is to take control over the structure of electrode layer deposited on top of solid-electrolyte interface.

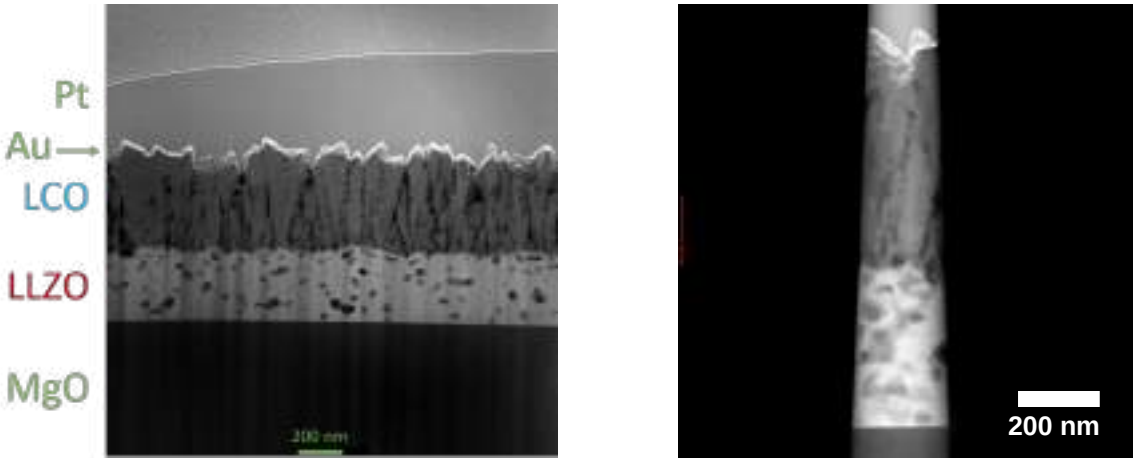


Fig.1. a) HAADF STEM image of the FIB lamella of LCO/Ta-LLZO/MgO sample b) STEM image of FIB tomography needle cut from LCO/Ta-LLZO/MgO sample

In order to get access to sample morphology in 3D, we utilize a new approach: 3D transmission electron tomography. 3D electron tomography acquisition consists of three steps. First, we collect a set of HAADF STEM images of needle-shaped sample for sample tilts in the range of -180° to +180°. Then, we align these images using algorithms, which analyze the cross-correlation between the collected images. The last

step is a reconstruction, visualization and quantitative analysis of the obtained 3D model of the sample.

In this paper, we studied samples with solid-electrolyte Ta-LLZO and cathode LCO layers with the thickness of ≈ 330 nm and ≈ 460 nm (see Fig. 1a), respectively, by electron tomography. We cut a needle-shaped sample normal to the surface by plasma focused ion beam (FIB). Sample length is 2 μm, sample thickness is 150 nm (see Fig. 1b).

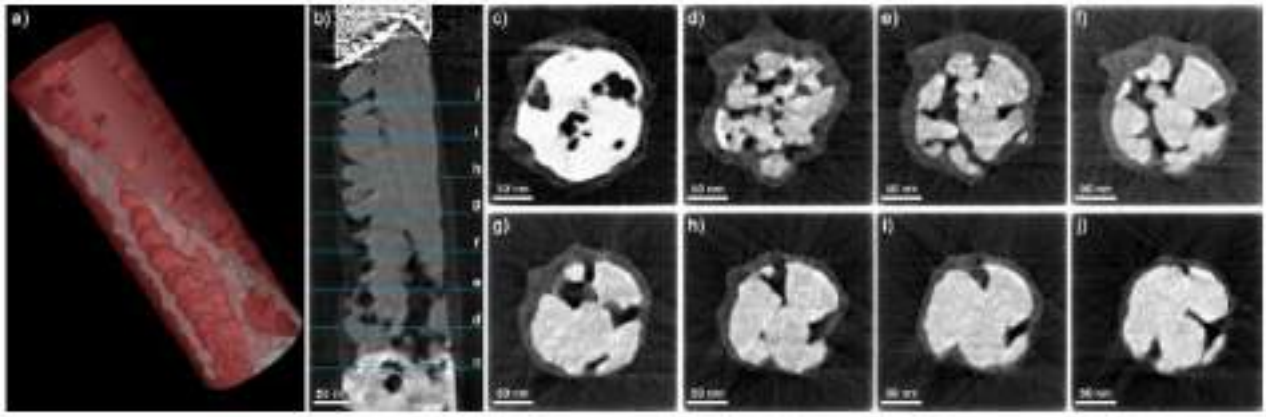


Fig.2. a) 3D model of LCO layer; b) vertical cross-section of LCO layer; c-j) horizontal cross-sections of LCO layer with the 50 nm step.

We reconstructed Ta-LLZO and LCO layers separately. First, 3D tomography reconstruction of Ta-LLZO layer demonstrates that pores are either closed or propagated along the Ta-LLZO layer. Next, 3D reconstruction of LCO layer allows us to image the horizontal 2D slices across the needle (see Fig. 2). They clearly show that on top of the LCO/Ta-LLZO interface plenty of tiny (< 50 nm) LCO crystallites are deposited. One part of the LCO particles stops growing at a distance of 100–150 nm from the Ta-LLZO surface, while the other part of crystallites continues to grow giving rise to the columns of inverted conical shape directed nearly perpendicular to the Ta-LLZO substrate. As a result, applying new 3D electron tomography approach can provide us with better control over battery fabrication and, thus, keys to its successful performance.

This work was supported by Skoltech-MIT New Generation Program (NGP).

References:

[1] T. Swamy, R. Park, et al., *Journal of The Electrochemical Society*, **165**, A3648-A3655 (2018).

Разработка методик для исследования внеклеточных везикул

Никишин И.И.[1], Сенковенко А.М.[1], Чевкина Е.М.[2], Скрябин Г.О.[2], Багров Д.В.[1]

[1]Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, биологический факультет, Москва, Россия
[2]Российский научный онкологический центр им. Н.Н.Блохина, Москва, Россия
e-mail: nikishin@mail.bio.msu.ru

Наша работа посвящена разработке комплекса методик, связанных с получением изображений отдельных внеклеточных везикул (ВВ) методами атомно-силовой (АСМ) и просвечивающей-электронной микроскопии (ПЭМ), а также разработке программы на основе нейронных сетей по обработке ПЭМ-изображений. В 2011 году было создано международное общество International Society for Extracellular Vesicles (ISEV), целью которого стало продвижение исследований, связанных с ВВ, и публикация рекомендаций MISEV по организации экспериментов с ними [1]. MISEV подчеркивает необходимость измерения размеров везикул методами микроскопии, визуализации морфологии, проверки целостности, оценки чистоты и отсутствия их агрегации.

Нами была разработана методика исследования внеклеточных везикул методом АСМ [2]. Показано, что результаты измерений корректны и самосогласованы по трем критериям: размеры частиц сохраняются при вариации поля зрения или концентрации образца, поверхностная плотность адсорбированных частиц увеличивается при увеличении концентрации (рис. 1).

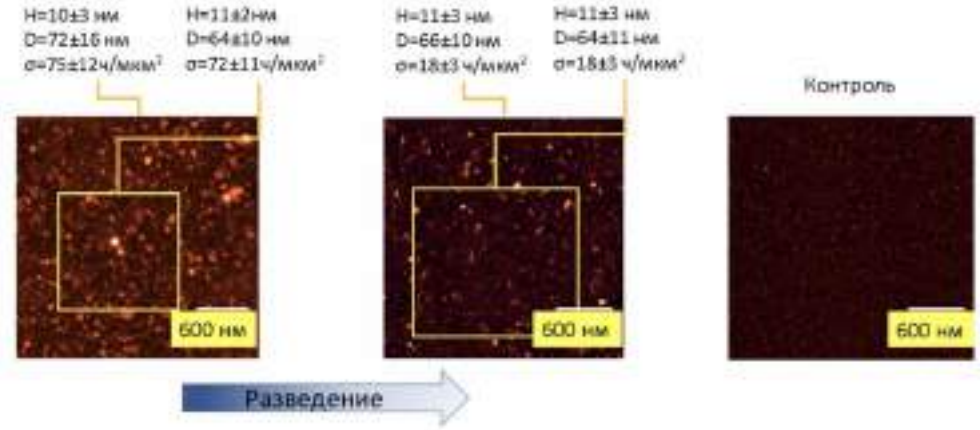


Рис. 1. Пример проверки соответствия АСМ-изображений предложенным критериям. Сверху значения средней высоты частиц над подложкой H, среднего диаметра D и средней поверхностной плотности.

Нами была разработана оригинальная методика корреляционной микроскопии, которая обеспечивает возможность исследования одной и той же единичной наночастицы методами АСМ и ПЭМ последовательно. С ее помощью показано, что морфология ВВ “сдутые мячики” (cup-shaped morphology), которая является типичной и общепринятой при их исследовании на ПЭМ с негативным

контрастированием, отличается от рельефа поверхности, измеренного методом АСМ (рис. 2).

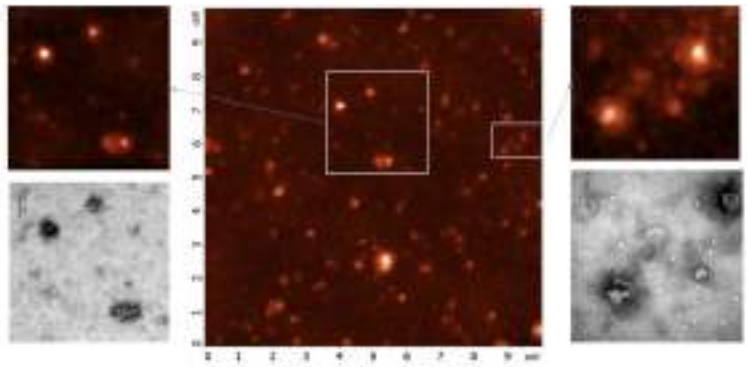


Рис. 2. Изображение общих полей зрения на АСМ (в оттенках красного) и на ПЭМ (в оттенках серого).

При обработке ПЭМ изображений ВВ мы столкнулись с задачей автоматизации обработки результатов экспериментов. Для этого был сформирован размеченный вручную набор ПЭМ-изображений ВВ различного происхождения. На его основе была обучена нейронная сеть Mask RCNN и создана программа ScanEV (bioeng.ru/scanev) для автоматизированной обработки ПЭМ-изображений везикул (рис. 3). Программа позволяет с высокой точностью проводить распознавание частиц (mAP 0.897, recall 0.912 при IoU 0.75) за характерное время 1 кадр/сек на GPU [3].

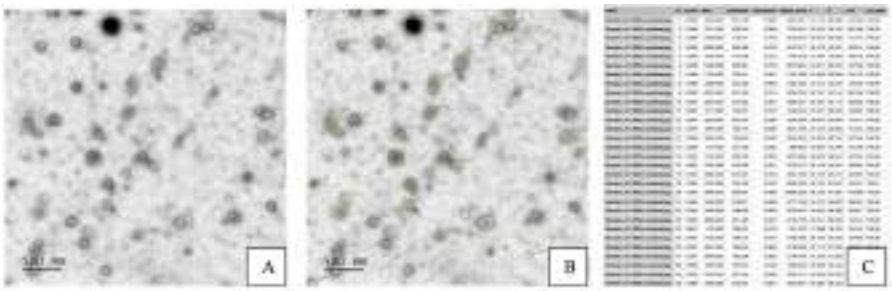


Рис. 3. Входное изображение (A) и результаты обработки (B, C).

В последние 10 лет активно развиваются диагностические процедуры, основанные на анализе ВВ. Можно надеяться, что разработанные нами методики будут способствовать развитию этого направления медицины.

Данная работа была поддержана грандом РФФИ №19-34-90148. Работа выполнена с использованием оборудования, приобретенного в рамках Программы развития МГУ им. М.В. Ломоносова до 2020 года.

Список литературы:

[1] C. Théry et al., “Minimal information for studies of extracellular vesicles 2018 (MISEV2018): a position statement of the International Society for Extracellular

Vesicles and update of the MISEV2014 guidelines," J. Extracell. Vesicles, vol. 7, no. 1, p. 1535750, Dec. 2018.
[2] D. V. Bagrov et al., "Application of afm, tem, and nta for characterization of exosomes produced by placenta-derived mesenchymal cells," Journal of Physics: Conference Series, 1942(1):012013, 2021.
[3] I. Nikishin et al., "Detection and characterization of extracellular vesicles in transmission electron microscopy by convolutional neural network." International Journal of Biomedicine, 9(S16), 2019.

Metastable states in exchange-coupled ferromagnetic disks

Tatarskiy D.A.[1,2], Pashen'kin I.Yu.[1], Skorokhodov E.V.[1], Gusev S.A.[1]

[1]Institute for Physics of Microstructures RAS, Department of Magnetic Nanostructures, Afonino, Akademicheskaya St.7, Nizhny Novgorod, 603087, Russia
[2]Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod, Gagarina Ave. 23, Nizhny Novgorod, 603950, Russia
e-mail: tatarsky@ipmras.ru

Low-frequency oscillations of magnetic vortices are of interest in connection with the prospects for their use in spin-transfer vortex nanooscillators. Combining vortices into arrays will significantly increase the generated power. The generation frequency depend on the metastable configuration of magnetization in overlapping arrays of disks. This paper presents the results of studies of metastable states in a system of exchange-coupled magnetic vortices by Lorentz transmission electron microscopy (LTEM) and computer simulation.

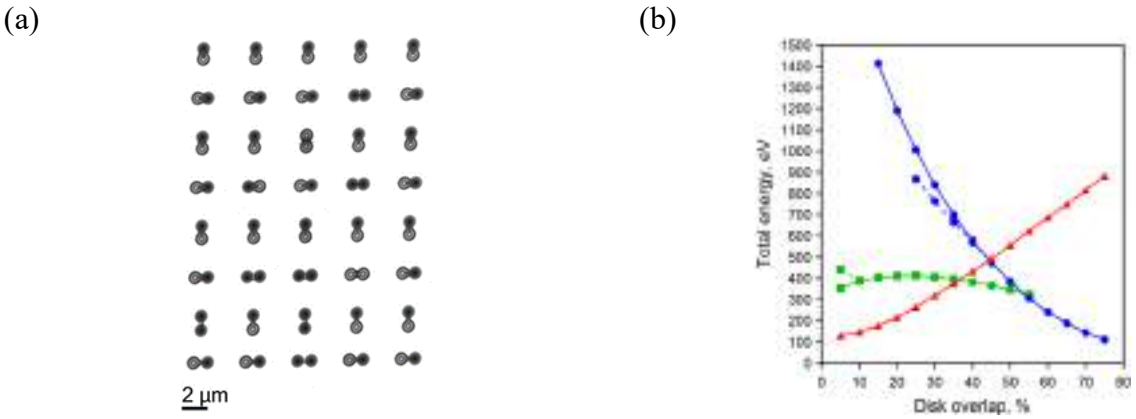


Fig. 1. (a) Micrograph of Fresnel contrast in a part of the double disk lattice; (b) Phase diagram of metastable states full magnetic energy in different magnetic states: red line – VV, solid green line – VAV, dashed green line – sVV, solid blue line – SV, dashed blue line – VC.

Arrays of ferromagnetic disks were fabricated by electron lithography and ion etching from a Permalloy film deposited on a 50 nm thick silicon nitride membrane by magnetron sputtering. The array consisted of double disks with a nominal diameter of 1 µm and overlaps from –10% to 80%. The LTEM measurements were carried out in TEM Carl Zeiss LIBRA 200MC adopted for operation in the Fresnel mode. The geometry of the array made it possible to apply an external uniform field both along the line connecting the centers of the disks and perpendicular to it by tilting the sample in the microscope column and weak excitation of the objective lens. A part of double disks lattice with the Fresnel contrast is shown on Fig. 1a.

Micromagnetic modeling was performed using the MuMax3 simulator. In a double disk with different overlaps, different initial distributions of the magnetization were established and, after the magnetization relaxed to equilibrium, the total magnetic energy of the system was calculated. There are two types of states with one vortex. In one case, the vortex core is localized at the geometric center of the overlapping disks

and a supervortex (SV) is formed. Such a state is unstable for small overlaps. It passes into the second type of a single-vortex state under an infinitely small influence of an external field, when the vortex is localized in one of the disks, and the C-state is realized in the second disk (VC). There are three types of two-vortices states. First, when the shells of the vortices are curled in different directions, a state with a rhombic domain between the disks (VV) is formed. It is the ground state for small overlaps. Secondly, if the vortex shells are curled in same directions, two variants are realized. In one case, a singularity arises between the disks and an antivortex (VAV) is formed, in the other case, both vortices are displaced and the antivortex "leaves" the disks (sVV). Note that for large overlaps, VAV and sVV are unstable and go over to SV. The energy diagram of all states is shown in Fig. 1b.

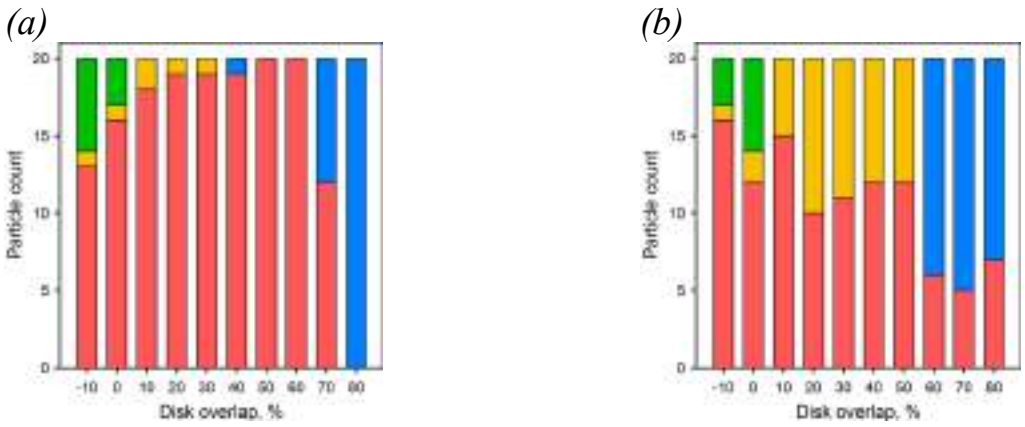


Fig. 2. Statistics of metastable states versus external magnetizing field direction: (a) along short side of a double disk; (b) along long side of a double disk. Colors for states: red – VV, yellow – VAV, green – sVV, blue SV.

Based on the Fresnel contrast in the microphotographs, we calculated the number of states in the double disks depending on both the overlap and the direction of the magnetic field application. The VV state is mainly formed up to 60% overlap during magnetization along short side. The VV and VAV states are formed with equal probability up to 50% overlap when we magnetize the double disks along the long side. Thus, we have shown that it is possible to change the state in double overlapping disks by applying an appropriate external field. The question of metastatble states and their control in double disk chains and lattices are very complicated. One should modify disks by cutting edges or alternating overlaps in chains and lattices to get an appropriate ground magnetic state with the help of shape anisotropy.

This research was performed with support from Russian Science Foundation (project No. 21–72–10176). The authors are grateful to V.L. Mironov and A.A. Fraerman for helpful discussions and A.N. Orlova for data processing. The facilities of Center "Physics and technology of micro- and nanostructures" at IPM RAS were used for the fabrication and analysis of the samples.

Электронно-оптические системы (ЭОС) с ускорением электронов пучка электростатическим полем

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

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук, г. Черноголовка, Московская область, ул. Академика Осипьяна, д. 6, 142432 Россия
e-mail: kazmiruk@iptm.ru

Обсуждаются преимущества применения электростатических полей для изменения энергии электронного пучка в ЭОС растровых электронных микроскопов (РЭМ) и литографов с целью повышения их разрешающей способности в режиме максимальной яркости при низких ускоряющих напряжениях. Наряду с высоким разрешением работа с максимально возможным током пучка обеспечивает повышение производительности как в режиме измерений, так и экспонирования.

Были смоделированы ЭОС РЭМ двух типов: с ускорением и последующим торможением электронов пучка в верхней части колонны, до последней конденсорной линзы, и торможением электронов после их ускорения непосредственно перед образцом [1]. Каждая из рассмотренных ЭОС содержит электронную пушку с катодом из LaB_6, магнитные конденсорные линзы с осевым зазором и магнитную объективную линзу с радиальным зазором [2].

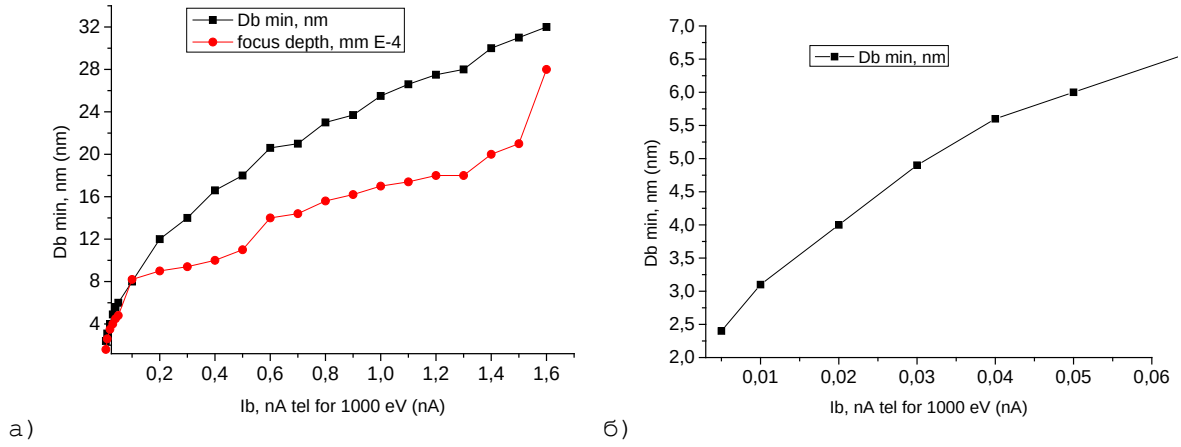


*Рис.1. Зависимость минимального диаметра зонда на образце (нм) – верхняя линия; и глубины фокуса (мм*10^(-4)) от тока зонда (нА) для ЭОС с торможением вверху колонны при телецентрическом режиме (а). Увеличение графика зависимости минимального диаметра зонда на образце для малых значений тока пучка (б). Конечная энергия электронов 1000 эВ*

Потенциал на трубчатом электроде – бустере [1] обеспечивает ускорение электронов, повышая яркость пучка, значение которой определятся удельной яркостью катода. Для различных значений тока пучка и конечной энергии

электронов от 5 до 0,5 кэВ траекторным методом в программе EOD [3] были рассчитаны минимальный диаметр зонда в плоскости рабочего отрезка и глубина фокуса, соответствующая увеличению диаметра зонда в 1,5 раз.

На рис. 1 приведены результаты, для ЭОС с торможением вверху колонны при работе системы нижний конденсор–объективная линза–образец в телецентрическом режиме, когда положение источника совпадает с положением задней фокальной плоскости нижней конденсорной линзы. Потенциал бустера составлял 10 000 В при конечной энергии электронов пучка 1000 эВ.

Данная работа выполнена в рамках госзадания **№ 075-00706-22-00.**

Список литературы:

[1] В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, А.А. Подкопаев, Т.Н. Савицкая, Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, **№ 7**, стр. 36 (2019).

[2] В.В. Казьмирук, И.Г. Курганов, Т.Н. Савицкая, Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, **№ 12**, стр. 89 (2020).

[3] Lencova B. and Zlamal J. Electron Ootical Design Program (EOD) version 3.69. (2009).

Quantum state tomography by ultrafast diffraction

Zheng Li[1], R.J. Dwayne Miller[2], Ischenko A.A.[3]

[1]State Key Laboratory for Mesoscopic Physics and Collaborative Innovation Center of Quantum Matter, School of Physics, Peking University, Beijing 10087, China
[2]Departments of Chemistry and Physics, University of Toronto, Toronto, Ontario M5S 3H6, Canada
[3]Lomonosov Institute of Fine Chemical Technologies, MIREA - Russian Technological University, Vernadskii Avenue 86, 119571 Moscow, Russia
email: ischenko.mirea@yandex.ru

Since the 1980, the scientific world made intensive efforts in order to register a movie about the coherent nuclei dynamics in the molecules, the fast dynamic processes in biological tissues and cells, and the structure dynamics of the solid in nanovolumes in time. The observed coherent changes in the nuclear subsystem by ultrafast diffraction methods determine the fundamental transition from the standard kinetics to the dynamics of the phase trajectory of the molecule and the tomography of molecular quantum state. Ultrafast diffraction measurements offer a new avenue for quantum state reconstruction, yielding the Wigner function from a tomographically complete set of time-dependent position probability densities [1].

Molecular quantum state measurements by ultrafast diffraction are complementary to quantum state preparation and control of matter by laser fields. Coherent nuclear dynamics can be followed in this way [1, 2] because the elastic scattering of fast electrons proceeds on an ultrashort (ultimately attosecond) time scale and represents a nondestructive probing technique (Fig. 1). Adequately, new avenues in physical chemistry are in development based on studies of coherent nuclear dynamics [1-3].

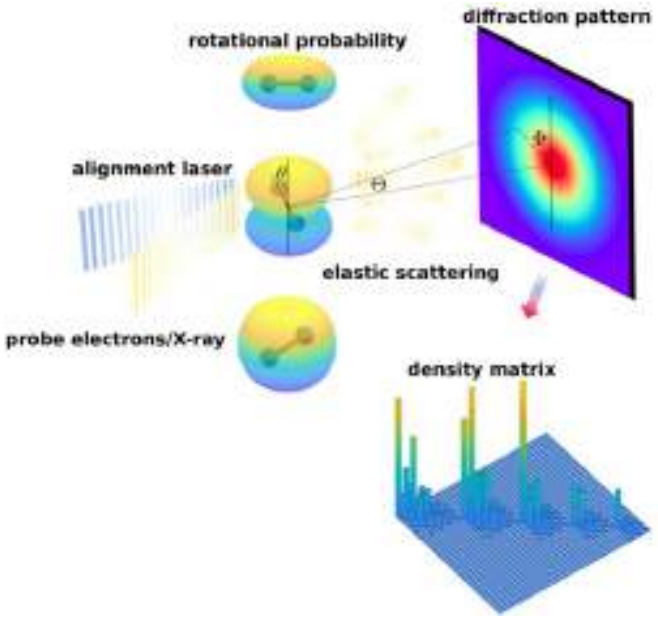


Fig. 1. Schematic drawing of the ultrafast electron diffraction experiment [3]

Ultrafast electron diffraction and time-resolved serial crystallography are the basis of the ongoing revolution in capturing at the atomic level of detail the structural dynamics of molecules. However, most experiments capture only the probability density of the nuclear wavepackets to determine the time-dependent molecular structures, while the full quantum state has not been accessed. Here, we introduce a framework for the preparation and ultrafast coherent diffraction from rotational wave packets of molecules, and we establish a new variant of quantum state tomography for ultrafast electron diffraction to characterize the molecular quantum states. The ability to reconstruct the density matrix and Wigner function, which encodes the amplitude and phase of the wavepacket, for molecules of arbitrary degrees of freedom, will enable the reconstruction of a quantum molecular movie from experimental x-ray or electron diffraction data [4].

In summary, we have demonstrated an iterative quantum tomography approach that is capable of extracting the density matrix of high-dimensional wavepacket of matter from its evolutionary probability distribution in time. The notorious dimension problem, which has prohibited for almost two decades the quantum tomographic reconstruction of molecular quantum state from ultrafast diffraction, has thus been resolved.

This quantum tomography approach can be straightforwardly extended to obtain quantum states of vibrational wavepackets as well. We expect this advance to have a broad impact in many areas of science and technology, not only for making the quantum version of molecular movies, but also for quantum state measurement in condensed matter physics, quantum computing and quantum information with imperfect knowledge of phase information, e.g. due to incomplete measurement for the sake of speed and efficiency [4].

Acknowledgments

This work was supported by RFBR Grant No. 20-02-00146.

References:

[1] A.A. Ischenko, P.M. Weber, and R.J. Dwayne Miller, *Chem. Rev*. **117**, 11066 (2017).

[2] R. Srinivasan, V.A. Lobastov, C.-Y. Ruan, and A.H. Zewail, *Helv. Chim. Acta* **86**, 1763 (2003).

[3] Z. Li, S. Gyawali, A.A. Ischenko, S. Hayes, and R.J. Dwayne Miller, *ACS Photonics* **7**, 296 (2020).

[4] M. Zhang, S. Zhang, Y. Xiong, H. Zhang, A.A. Ischenko, O. Vendrell, X. Dong, X. Mu, M. Centurion , H. Xu, R. J. Dwayne Miller, and Z. Li, *Nature Comm*. **12**, 5441 (2021).

Кинетика монте-Карло моделирования роста 2D моно- и нанокристаллов халькогенидов галлия и перенос заряда в них

Асадов С.М.[1], Мустафаева С.Н.[2]

[1]Институт катализа и неорганической химии Национальной академии наук Азербайджана
[2]Институт физики Национальной академии наук Азербайджана
solmust@gmail.com

Электрические и оптические свойства полупроводниковых двумерных (2D) нанокристаллов имеют перспективы использования в приборах квантовой электроники, например, оптические элементы и ключи, транзисторы, модуляторы и др. Функциональные возможности этих приборов определяются, в частности, такими параметрами нанокристаллов, как средний радиус, ширина запрещенной зоны, компонентный состав. Процессы нуклеации и роста нанокристаллов трудно предсказать, описать и контролировать [1]. Они связаны с временным существованием наночастиц, что затрудняет их количественную оценку. После образования зародышей, как правило, наблюдается их рост. При этом условие роста может отличаться от начальных стадий нуклеации. Кроме того, при кристаллизации могут действовать несколько технологически взаимодействующих процессов [2–4]. Интерес к полупроводниковым материалам на основе соединений типа $A^{III}B^{VI}$, для которых характерны квантовые эффекты, обусловлен потенциалом их применения в наноразмерных устройствах.

В настоящей работе процессы кристаллизации GaS и GaSe и их твердых растворов рассматриваются с учетом формирования моно- и нанокристаллов в закрытых системах. Нелинейные процессы кристаллизации этих полупроводников рассмотрены в рамках эволюционной теории кристаллизации в пространстве размеров. Эволюция распределения ядер частиц двух типов в растворе, содержащем халькогениды галлия, моделируется с использованием метода Монте-Карло [5].

Установлено, что в выращенных нами монокристаллах моносульфида (моноселенида) галлия GaS (GaSe) и их твердых растворах GaS_xSe_{1-x}, которые кристаллизуются в гексагональной сингонии, увеличение концентрации селена приводит к возрастанию проводимости на переменном токе (*ac*-проводимость) в диапазоне частот 5×10^4 –3.5×10^7 Гц. Проводимость монокристалла GaS_xSe_{1-x} с наибольшей концентрацией селена, например, при частоте 5×10^4 Гц почти на два порядка превышает проводимость монокристалла GaS. С увеличением частоты уменьшается разница в значениях проводимости образцов GaS_xSe_{1-x}. Во всей указанной области частот *ac*-проводимость GaS_xSe_{1-x} изменялась по степенному закону с показателем степени $n \leq 1$. В GaS показатель степени n составлял 0.8, а в $GaS_{0.5}Se_{0.5}$ после участка с $n = 0.8$ при частотах $\geq 6 \times 10^6$ Гц наблюдалась линейная зависимость проводимости от частоты. Наблюдаемая

частотная зависимость проводимости в монокристаллах GaS и $GaS_{0.5}Se_{0.5}$ свидетельствует о прыжковом механизме переноса носителей заряда. В рамках этого механизма с учетом радиуса локализации a = 14 Å и фононной частоты = 10^{12} Гц вычислили плотность состояний на уровне Ферми образцов GaS и $GaS_{0.5}Se_{0.5}$: $N_F = 8.8 \times 10^{18}$ и 2×10^{19} эВ$^{-1}$ · см$^{-3}$, соответственно.

Синтезированные в коллоидных растворах амина наночастицы на основе сульфида (селенида) галлия, росли в направлении кристаллографической с-оси кристалла. Учетом вероятности изменения размера в области созревания Оствальда по результатам КМС-моделирования аппроксимирована временная эволюция частиц на основе халькогенидов галлия по размерам. Сходимость результатов осуществляли путем подбора скорости двухкомпонентного кинетического уравнения коагуляции. Установлено, что если отдельная частица приобретает массу намного большую, чем остальная часть зародышей в области созревания, то в кинетическом уравнении необходимо учитывать статистические флуктуации в области большой массы частиц. Наблюдалось согласие между результатами моделирования Монте-Карло, численными решениями и экспериментальными данными по коллоидной агрегации частиц на основе халькогенидов галлия. Анализ стационарных распределений временной эволюции структурных единиц позволяет управлять двухкомпонентной агрегацией ядер-зародышей. В частности, это можно осуществлять за счет вариации свойств ядер частиц двух исходных компонентов с разными размерами.

Настоящая работа выполнена при частичной поддержке Фонда развития науки при Президенте Азербайджанской Республики (проект EİFBGM-4-RFTF\l/2017-21/05/l-M-07) и Российского фонда фундаментальных исследований (проект 18-57-06001 № Az_a 2018).

Список литературы

1. K.F. Kelton and A.L. Greer (Eds.), *Nucleation in Condensed Matter: Applications in Materials and Biology,* Pergamon Materials Series 15. Amsterdam, Elsevier, Pergamon (2010), 726 p. ISBN:9780080421476.
2. K. Sangwal. *Nucleation and Crystal Growth. Metastability of Solutions and Melts.* JohnWiley&Sons, Inc. (2018), 479 p. ISBN: 9781119461586.
3. С.М. Асадов, *Микроэлектроника*. **50**, С.1-15 (2021). https://doi.org/10.31857/S0544126921030029.
4. S.M. Asadov, S.N. Mustafaeva, V.F. Lukichev, *Russian Microelectronics*, **49**, P. 452–465 (2020). https://doi.org/10.1134/S1063739721010042.
5. D.P. Landau, K. Binder. *A Guide to Monte Carlo Simulations in Statistical Physics.* Cambridge University Press (2003). 384 p. ISBN: 0521 653142.

Фрактальный анализ магнитооптической визуализации процесса перемагничивания постоянного магнита в импульсном поле

Зигерт А.Д., Дунаева Г.Г., Кузьмин Н.Б., Сдобняков Н.Ю., Иванова А.И., Семенова Е.М.

Тверской государственный университет
e-mail: nsdobnyakov@mail.ru

В настоящем исследовании приводятся результаты эксперимента по воздействию на постоянный магнит импульсным полем разной величины и знака с последующей визуализацией полей рассеяния магнита индикаторной пленкой (ИП) методом полярного эффекта Керра. В качестве объекта исследования использовался постоянный магнит (ПМ) марки КС-37 (Sm-Co). Магнит помещали на одноосную Bi:ФГ пленку перпендикулярно оси текстуры ПМ. Эту систему подвергали воздействию импульсного поля, после чего регистрировали поля рассеяния, визуализированные с помощью ИП. В качестве источника импульсного поля использовался двойной соленоид (длительность импульса 40 мкс). На рис. 1 представлены изображения полей рассеяния базисной плоскости магнита КС-37, полученные средствами магнитооптики после воздействия импульсным полем в диапазоне от 0,1 до 1,5 Тл обеих полярностей. Видно, что образец находится в состоянии остаточной намагниченности, так как на изображениях присутствуют области противоположного контраста. Определив их относительное содержание можно оценить величину относительной намагниченности. На основании магнитооптических изображений, полученных после последовательного воздействия импульсного поля, был построен график полевой зависимости остаточной намагниченности (рис. 2 а), который имеет форму петли гистерезиса. Анализ полученных магнитооптических изображений был выполнен также с применением инструментов фрактальной геометрии. Этот метод эффективен, когда рассматривается поведение системы в изменяющихся условиях на основе анализа сложных изображений [2-3]. Фрактальная размерность определялась с использованием методики, описанной в [3].

На рис. 2 б представлена полевая зависимость ФР магнитооптических изображений полей рассеяния магнита, зарегистрированных с помощью ИП после воздействия импульсным полем в диапазоне от 0,1 до 1,5 Тл. Полученные зависимости $D_L(H)$ имеют максимумы, соответствующие микрофотографиям B и D рис. 1, на которых магнитооптическое изображение имеет наиболее развитую структуру. Минимально значение ФР составило 1,32, максимальное – 1,82. ФР, полученная на основе магнитооптических изображений полей рассеяния ПМ после воздействия импульсным полем, отражает процессы его перемагничивания, демонстрируя достаточно сложную форму гистерезиса. Таким образом, можно говорить о соответствии между магнитным состоянием

магнитного материала (остаточной намагниченностью) и фрактальной размерностью его магнитооптических изображений.

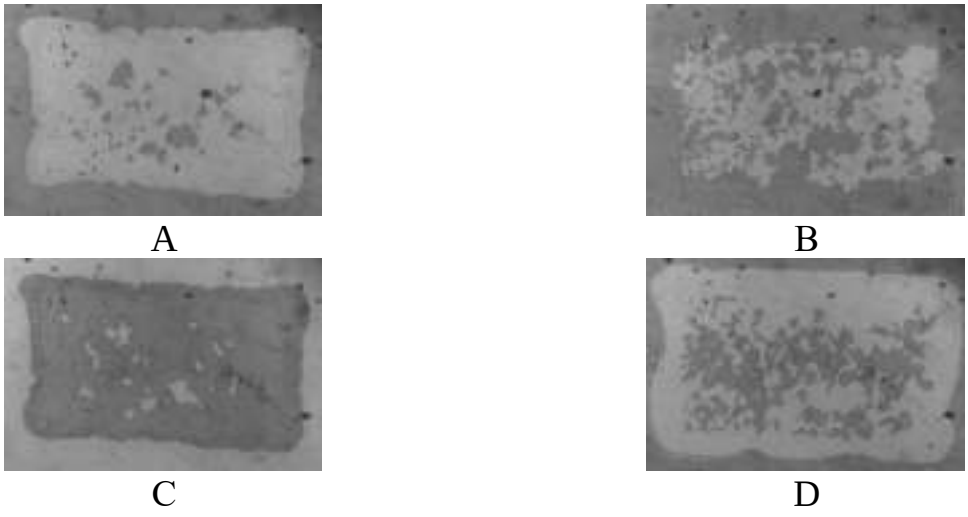


Рис.1. Микрофотографии постоянного магнита КС-37 *на Bi:ФГ плёнке, полученные при различных значениях импульса МП, указанных на рис. 2. Линейные размеры базисной плоскости магнита 1* x *1,7 мм*

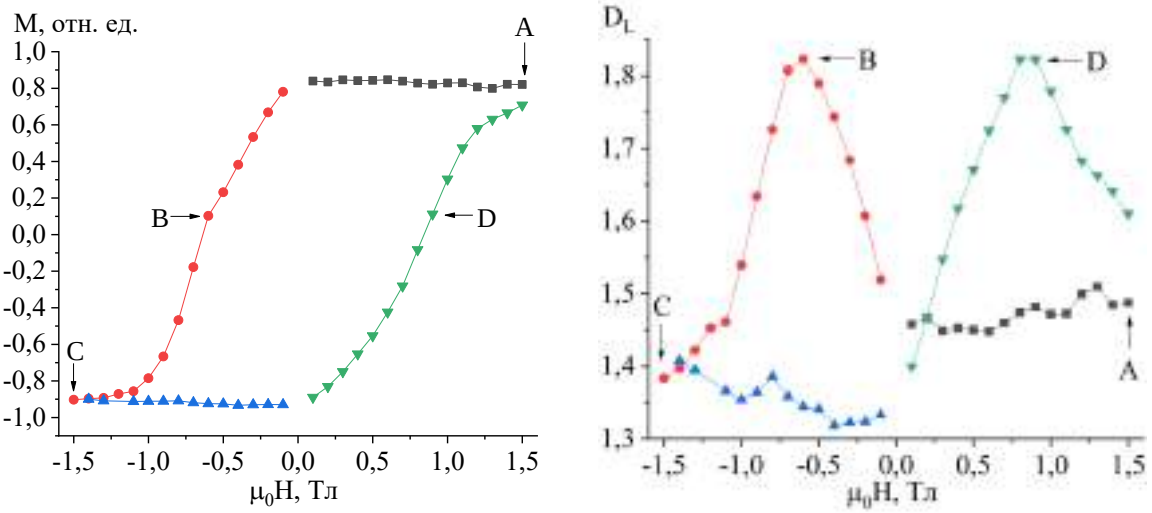


Рис.2. Зависимость остаточной относительной намагниченности $M(H)$ *(слева) и ФР* $D_L(H)$ *(справа) от внешнего импульсного МП. Цветовое обозначение соответствует следующему изменению внешнего импульсного МП*: ■ – $H_{max} \rightarrow 0$; ● – $0 \rightarrow H_{min}$; ▲ – $H_{min} \rightarrow 0$; ▼ – $0 \rightarrow H_{max}$

Работа выполнена при поддержке Минобрнауки РФ в рамках выполнения ГЗ в сфере научной деятельности (проект № 0817-2020-0007).

Список литературы:

[1] A. Hubert, R. Schaefer, *Magnetic domains: analysis of magnetic microstructures*, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg (1998)

[2] J. Feder, *Fractals*, Springer New York, New York (1988)
[3] A.D. Zigert, G.G. Dunaeva, N.Yu. Sdobnyakov, *Physical and chemical aspects of the study of clusters, nanostructures and nanomaterials*, **13**, 134 (2021).

Исследование поверхности металлических электролитических покрытий методом конфокальной лазерной сканирующей микроскопии

Денисова А.Г., Данилов В.А.

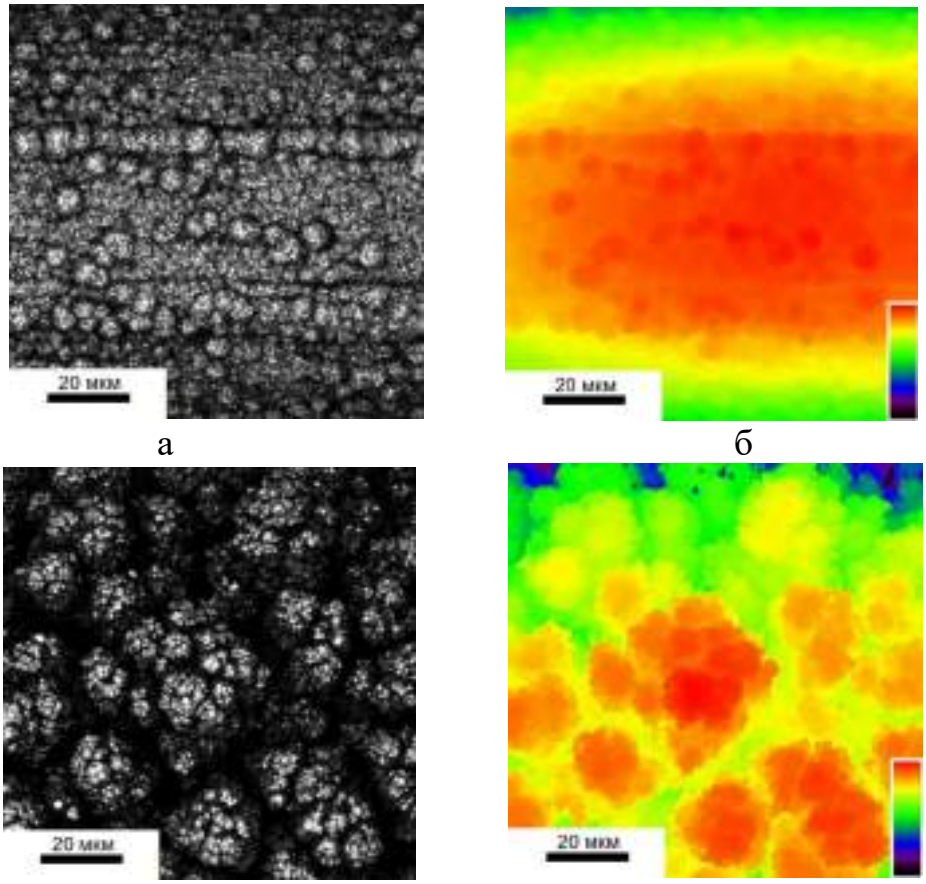
ФГБОУ ВО «Тольяттинский государственный университет»
e-mail: aliona.denisova.tlt@gmail.com

Каталитические реакции, как правило, протекают на поверхности катализатора, поэтому каталитические свойства материалов сильно зависят не только от его химического состава, но и от рельефа поверхности. На сегодняшний день активно используются пористые катализаторы, однако для некоторых каталитических процессов перспективными выделяют цельнометаллические [1, 2], где в качестве носителя используется металлическая сетка или пластина, поэтому необходимо нанесение на металлическую подложку каталитически активного покрытия с достаточно развитой поверхностью. Электролитические покрытия, закрепленные на металлическом носителе в виде сетки или пластины, перспективны для использования в качестве катализаторов [3], однако измерение удельной площади поверхности таких покрытий затруднено, поэтому встает вопрос количественной оценки «развитости» поверхности покрытий. Решением данной проблемы, вероятно, может стать использование конфокального лазерного сканирующего микроскопа (КЛСМ) для экспресс-оценки шероховатости, которая является одним из параметров, характеризующим рельеф поверхности.

В настоящей работе методом конфокальной лазерной сканирующей микроскопии исследовалась поверхность металлических электролитических покрытий. На металлических подложках было получено две серии образцов покрытий (серия №1 и №2) методом электроосаждения при разных режимах электролиза с целью изменения морфологии поверхности. Исследования поверхности проводили с использованием конфокального микроскопа OLYMPUS LEXT OLS 4000 с разрешающей способностью по оси Z – 10 нм и по оси XY – 120 нм при увеличении 2100х и площади сканирования (128×128) мкм. Для количественного описания поверхности полученных электролитических покрытий использовали оценку шероховатости по параметрам S_q, S_a, S_z.

По данным 2D снимков КЛСМ и распределению высот поверхности (Рис.1 а, б) видно, что образцы серии №1 представляют собой достаточно однородное и равномерное покрытие с микрорельефом из кристаллитов до 5 – 10 мкм. С изменением параметров электроосаждения морфология поверхности покрытий для серии №2 существенно изменилась (Рис.1 в, г): появились не плотно расположенные более крупные агломераты до 20 – 30 мкм, состоящие из более мелких кристаллитов на разной высоте. При этом в образцах серии №2 наблюдается больший перепад по высоте, чем для серии №1. Для полученных

покрытий значения параметров S_q составили 2,73 мкм и 7,03 мкм; S_a – 1,78 мкм и 5,57 мкм; S_z – 21,40 мкм и 64, 68 мкм соответственно для серии №1 и №2.



а б в г

Рис.1. 2D снимки морфологии поверхности покрытий и карты высот поверхности для образцов серии №1 (а, б) и №2 (в, г)

Таким образом, можно заключить, что для приблизительной количественной оценки «развитости» поверхности электролитических покрытий, возможно применение метода КЛСМ, однако только для микрорельефа. В случае присутствия нанообъектов на поверхности его применение ограничено.

Список литературы:

[1] M. L. Godoy, E. D. Banús, O. Sanz, M. Montes, E. Miró, V. G. Milt, *Catalysts*, **8**, 16 (2018).
[2] A. L. Tarasov, L. M. Kustov, *Catalysis in Industry,* **5**, 14 – 20 (2013).
[3] А. Г. Денисова, *Вектор науки ТГУ*, **2**, 29 – 34 (2016).

О возможностях максимально точного измерения электронограмм

Кулыгин А.К.*, Авилов А.С.

ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва
**e-mail: avilovanatoly@mail.ru*

В ряде случаев точность измерения электронограммы является определяющей для решения той или иной научной задачи. Это в частности, точное определение параметров кристаллической решётки, определение тонкой структуры электронной плотности (существенная информация о которой содержится в слабых дальнеугловых рефлексах), выявление примесных фаз малой концентрации, измерение слабых запрещённых рефлексов с целью изучения дефектов кристаллической структуры, изучение строения аморфных структур (дающих дифракционную картину в виде широких колец-гало), наблюдение за эволюцией дифракционной картины со временем (или сравнение дифракционных картин от сходных друг с другом образцов). Во всех таких случаях актуален вопрос об измерении электронограммы с максимально возможной точностью, достижимой техническими средствами.

Под точностью мы понимаем разрешение (способность различать как можно более мелкие угловые детали) и/или точное измерение интенсивности.

Задача повышения пространственного разрешения практически однозначно определяет необходимость применение метода сканирования (развёртки) дифракционной картины путём её отклонения магнитным полем перед неподвижным детектором. С помощью современных схемотехнических решений возможно с достаточно большой точностью задавать ток в отклоняющей катушке (пропорциональный угловому параметру $(\sin\theta)/\lambda$, где 2θ – угол дифракции) и с ещё большей точностью получать информацию о фактически протекающем токе (измеряется не непосредственно ток в катушке, а сигнал в управляющей цепи преобразователя напряжения в ток на операционном усилителе). Иные известные способы пространственного разрешения (применение фотопластинок, пластинок ImagePlate, различных типов матричных детекторов) дают существенно худшие результаты по пространственному разрешению из-за ограниченного количества зарядо-активных зерен, пикселов матрицы и т. п. на единицу площади поверхности детектора и погрешности их расположения. Также метод развёртки дифракционной картины магнитным полем перед неподвижным детектором позволяет решить неизбежно присутствующую проблему немонохроматичности электронного пучка (разброса длин волн электронов λ), позволяя регистрировать именно угловой параметр $(\sin\theta)/\lambda$, который обычно и представляет интерес.

Фактически задача сводится к синхронной регистрации сигналов детектора электронов и информации о токе в отклоняющей катушке (определяющую угловой параметр $(\sin\theta)/\lambda$, т. е. координату). Это позволяет

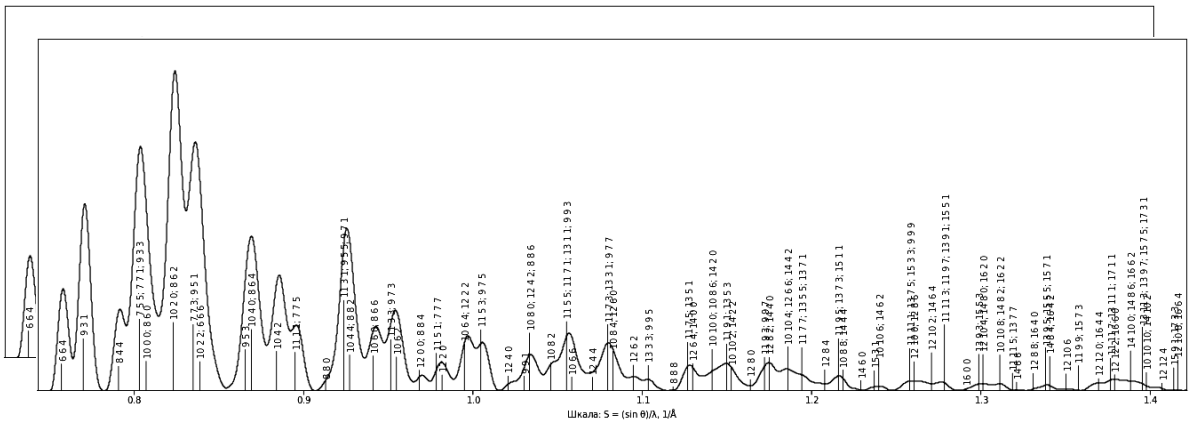
определить, какая была координата в момент каждого срабатывания детектора, а также построить статистику частотности встречаемости каждой координаты для нормировки.

Описанный способ подходит для достаточно стабильных образцов, т. к. для измерения требуется большое время развёртки (несколько минут, с повторами) и набора статистики. Общее время измерения вдоль отрезка прямой – от десятков минут до нескольких часов. Метод фактически подходит только для центрально-симметричных электронограмм (поликристаллические кольцевые рефлексы или аморфные кольцевые гало), где требуется только одномерное сканирование.

Точность можно повысить, записывая весь процесс измерения и затем, выявляя и отбраковывая интервалы времени, когда наблюдались аномальные процессы (микроразряды в электронной пушке, сопровождающиеся всплесками и провалами интенсивности, помехи в координатном канале развёртки).

Описанная схема измерений была реализована на электронографе ЭМР-102 с применением различных устройств регистрации. В одном из вариантов в качестве детектора использовалось ФЭУ с импульсным выходом (длина импульса 9 нс, интервал между импульсами 9 нс), в качестве регистрирующего устройства – АЦП L-CARD E20-10. Сигнал ФЭУ регистрировался по синхронному цифровому входу с частотой 60 МГц, сигнал координатной развёртки оцифровывался с частотой 2.5 МГц, разрешением 14 бит [1]. Полученные результаты описаны в работах [2, 3].

В другом варианте в качестве детектора применялся электронно-оптический преобразователь (ЭОП), в качестве регистрирующего устройства – АЦП ADLINK PCIE-9834. Оцифровка каналов ЭОП и развёртки производилась синхронно с частотой 80 МГц, разрешением 16 бит. На рисунке показана полученная электронограмма поликристаллического фторида бария BaF_2 (дальнеугловая область после вычитания фона, показаны положения рефлексов и подписаны их индексы).



Список литературы:

[1] Кулыгин А.К., Кулыгин К.В., Авилов А.С.// Кристаллография. 2020. Т. 65. № 2. С. 325-334/ Новые подходы к прецизионным измерениям дифракционных картин в электронографии

[2] Васин О.И., Кулыгин А.К., Новикова В.В., Авилов А.С.// Кристаллография. 2019. Т. 64. № 5. С. 732-738/ К методу построения функции радиального распределения в структуре аморфных веществ по дифракционным данным.

[3] Новикова В.В., Кулыгин А.К., Лепешов Г.Г., Авилов А.С.// Кристаллография. 2018. Т. 63. № 6. С. 876-883/ Электронное строение и распределение электростатического потенциала в нанокристаллах фторидов CaF2, BaF2 и LaF3 по данным электронографии.

Мультифрактальная спектроскопия зарядки одиночных волокон и нейроморфных сетей под электронным пучком в условиях СЭМ

Бурьянская Е.Л., Градов О.В., Ольхов А.А., Иорданский А.Л., Холуйская С.Н.

Федеральный исследовательский центр химической физики им. Н.Н. Семенова Российской академии наук

e-mail: o.v.gradov@gmail.com

Приложения мультифрактального анализа в микроскопии широко известны. Их объектами являются как неорганические, в том числе натуральные минеральные [1-7], так и полимерные [4] и гибридные композитные [5,6] материалы. Как правило, их исследования осуществляются в статическом режиме, а не для видеопотока, а метод микроскопии (например, атомно-силовая [7,8]) предопределяет невозможность True Real Time анализа данных. Для медленных режимов сканирования в SEM и EDXRS это также является ограничивающим фактором [9-11]. Между тем, для приложений, имеющих отношение к клинической медицине и оперативному принятию решений с использованием классификации и распознавания образов в реальном времени [12], в большинстве случаев это может являться критичным. В электронной микроскопии в экспериментах на сегнетоэлектрических полимерных волокнах это также явно имеет смысл, так как параметры эксперимента регулируются в реальном времени. Задачей будущего является создание мультифрактального анализатора реального времени на специализированных видеокартах для таких экспериментов. В то же время алгоритм и графическая визуализация для данного подхода могут быть проиллюстрированы.

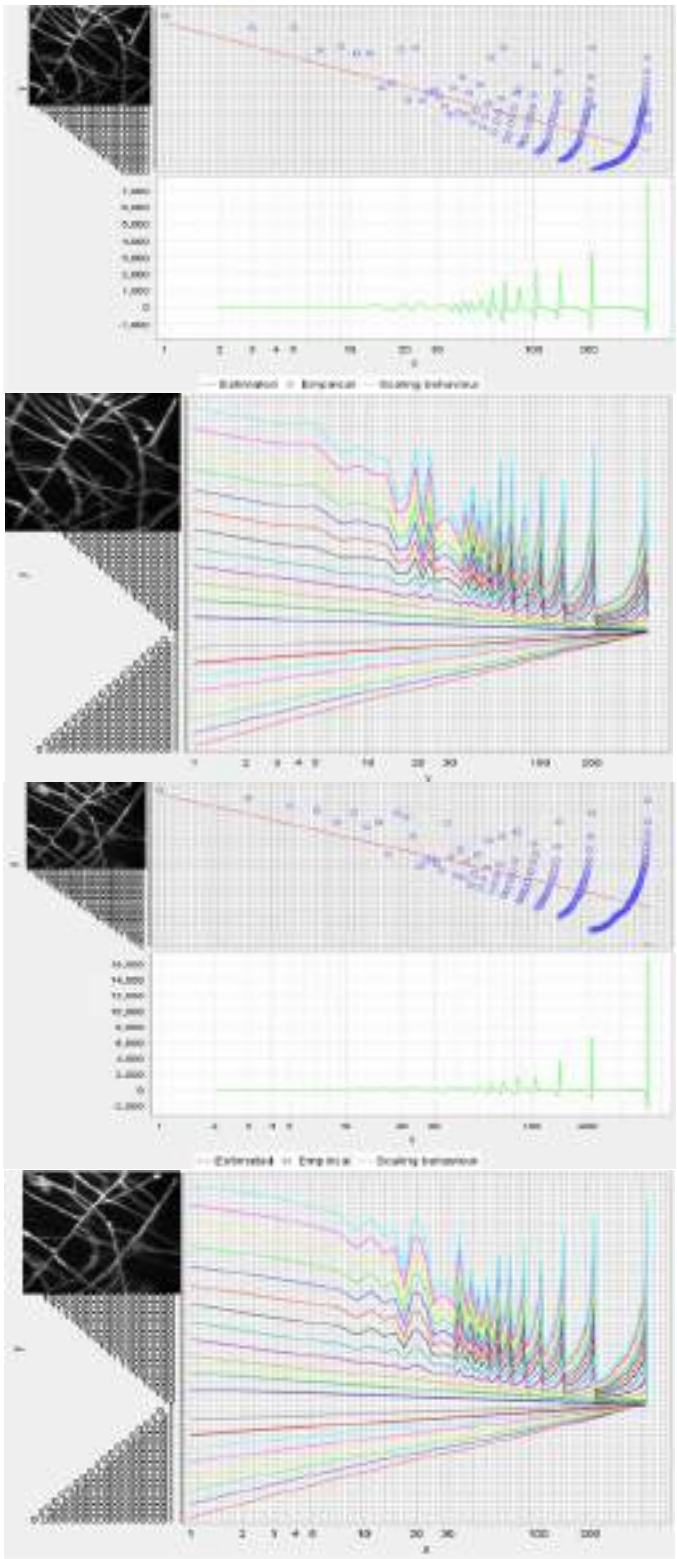


Рис.1.Изменения во времени мультифрактальных дескрипторов поведения сети.

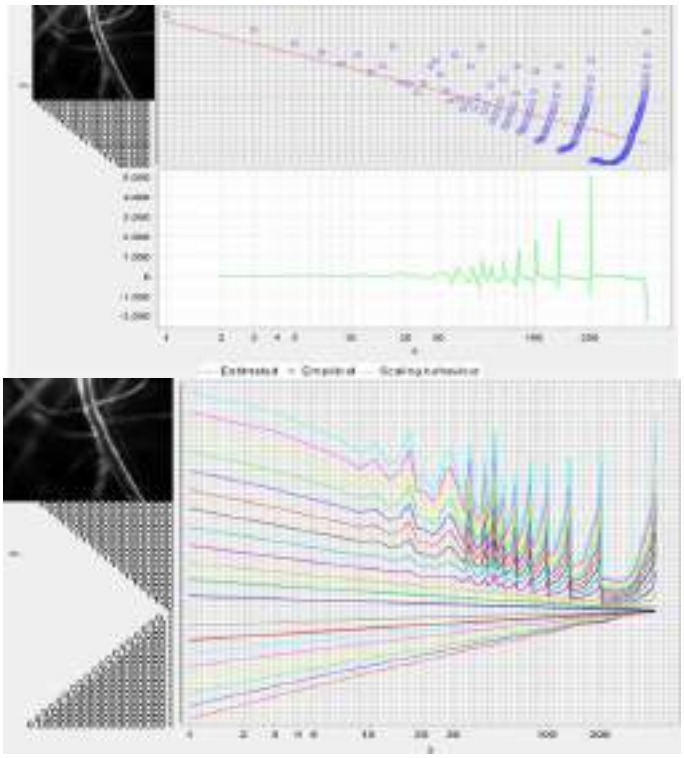


Рис.2. Результаты измерений

На рис. 1 приводится пример изменения мультифрактальных репрезентаций (их графической формы с характеристическими дескриптивными пиками) для волокон, используемых в медицине [13,14]. Можно найти элементы подобия с аналогичным анализом для одиночных волокон (рис. 2), компаративно анализируя их динамику.

Список литературы:

[1] T. Klenke, *Microchimica Acta*, **120**, 91-100. (1995).
[2] M.S. Cao, Q.W. Ren, and P.Z. Qiao, *Key Engineering Materials*, **324**, 891-894 (2006).
[3] M. Wang, C. Jiao, and L.I. Chuanming. *Petroleum Geology and Recovery Efficiency*, **26**, 72-79 (2019).
[4] VYu. Novikov, D.V. Kozitskii, I.S. Deev, V.S. Ivanova, and L.P. Kobets, *International Polymer Science and Technology*, **28**, 18-22 (2001).
[5] S.L. Mills, G.C. Lees, C.M. Liauw, and S. Lynch, *Macromolecular Materials and Engineering*, *289*(10), 864-871. (2004).
[6] S.L. Mills, G.C. Lees, C.M. Liauw, R.N. Rothon, and S. Lynch, *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, *44*(6), 1137-1151. (2005).
[7] M. Nasehnejad, M.G. Shahraki, and G. Nabiyouni, *Applied Surface Science*, **389**, 735-741 (2016).
[8] S. Solaymani, Ş. Ţălu, M. Ghoranneviss, S.M. Elahi, A. Shafiekhani, M. Hantehzadeh, and N.B. Nezafat, *International Nano Letters*, **10**, 15-22 (2020).

[9] E. Dănilă, L. Moraru, N. Dey, A.S. Ashour, F. Shi, S.J. Fong, S. Khan, and A. Biswas, *Optik*, **164**, 538-546 (2018).
[10] P. Zhang, S. Lu, J. Li, X. Chang, J. Li, W. Li, G. Chen, S. Wang, and W. Feng, *Energy Exploration & Exploitation*, **38**, 613-628 (2020).
[11] R. Abreu-Villela, C. Adler, I. Caraballo, and M. Kuentz, *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*,**150**, 241-247 (2018).
[12] J. Vasiljevic, B. Reljin, J. Sopta, V. Mijucic, G. Tulic, and I. Reljin, *Biomedical microdevices*, **14**, 541-548 (2012).
[13] O.V. Gradov, M.A. Gradova, S.N. Kholuiskaya, and AA. Olkhov, *IEEE Transactions on Plasma Science*, **50**, 178-186 (2022).
[14] O.V. Gradov, M.A. Gradova, I.A. Maklakova, and S.N. Kholuiskaya, *Mat.Res.Proc*, **21**, 370–383 (2022).

Углеродные точечные полевые эмиттеры ионов

Бернацкий Д.Л., Павлов В.Г.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН
e-mail: vpavlov@ms.ioffe.ru

Полевые эмиттеры позволяют получать узкие пучки заряженных ионов различного состава. Они могут использоваться в различных ионнолучевых диагностиках и технологиях. Источником ионов в большинстве случаев является металлическое острие с радиусом закругления вершины порядка 10÷1000 nm. Используются несколько механизмов получения ионов в сильном электрическом поле [1]: полевая ионизация (превращение в ионы молекул газа возле поверхности эмиттера), полевая десорбция (ионизация молекул. адсорбированных на поверхности) и полевое испарение (удаление в ионизованном состоянии собственных атомов эмиттера).

В данной работе изучается способ получения ионных пучков, в котором используется один из видов полевой десорбции – непрерывная полевая десорбция щелочных и щелочноземельных металлов [2]. В изучаемом методе ионы образуются из адсорбированных на поверхности эмиттера атомов, которые эмитируются с вершины острия или ее части. Удаленные атомы замещаются в зоне десорбции за счет поверхностной диффузии адсорбированных атомов в неоднородном электрическом поле.

Непрерывная полевая десорбция с использованием эмиттеров из тугоплавких металлов позволяет получать непрерывные потоки ионов с небольшого участка поверхности вплоть до одного атома. Эмиссия ионов продолжается достаточно большое время за счет запаса адсорбата на боковой поверхности эмиттера. Недостатком металлических эмиттеров является высокие требования к вакуумным условиям. Адсорбция химически активных газов, ионная бомбардировка и поверхностная самодиффузия материала эмиттера изменяют условия на поверхности эмиттера (работа выхода и локальная напряженность электрического поля), от которых сильно зависит полевая десорбция. Частично этих недостатков лишены эмиттеры из углеродных материалов. Особенностью графита и графена на поверхности металла является способность интеркалировать, т.е. накапливать между графеновыми слоями в графите и между графеновой пленкой и подложкой, различные атомы и молекулы, в том числе атомы щелочных и щелочных металлов. Возможно, это свойство позволит дополнительно накапливать адсорбат и защищать его от внешних воздействий.

В качестве материалов эмиттеров выбраны иридий и рений. Эти металлы химически не взаимодействуют с углеродом. Рений образует с углеродом твердые растворы, иридий практически не растворяет углерод. Острия изготавливались электрохимическим травлением проволок. Углерод наносился

разложением молекул бензола на нагретой поверхности эмиттера. В качестве адсорбатов использовались Na, K, Cs и Ba. Эксперименты проводились на установке полевого эмиссионного микроскопа. Для контроля эмитирующей поверхности использовались методики полевой электронной и полевой десорбционной микроскопии. Для получения эмиссионных изображений и анализа получающихся ионных потоков использовался детектор из двух микроканальных пластин диаметром 56 мм и люминесцентного экрана.

После отжига эмиттеров в вакууме в камере микроскопа при 2300 K вершина острия приобретает форму близкую к полусфере с плоскими плотноупакованных гранями и переходными областями между ними. При разложении бензола на поверхности образовывались различные углеродные структуры: отдельные атомы углерода, один или несколько слоев графена на плоских гранях, кристаллы графита. Эмиссия ионов наблюдалась как при десорбции адсорбированных на поверхности атомов, так и из интеркалированного состояния, которая происходила и после удаления адсорбата с поверхности. При эмиссии с пленки графена наблюдались импульсы ионного тока, что можно объяснить отрывом края пленки электрическим полем и практически мгновенным выходом из-под нее адсорбата. С кристалла графита эмиссия могла проходить или со всей поверхности, или с ребер (рис. 1a), или с угла (рис. 1b). В этом случае размер источника ионов составлял порядка 1 nm.

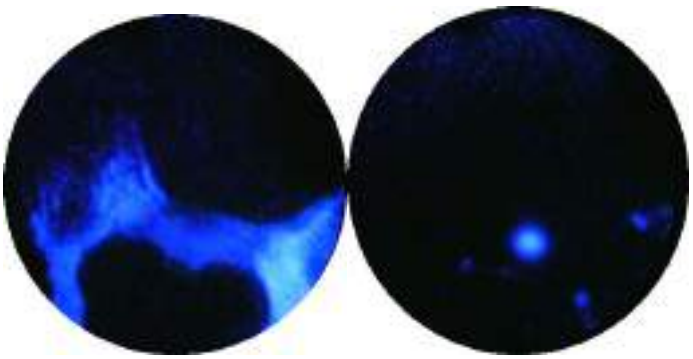


Рис.1. Эмиссия ионов калия с кристалла графита на острие из иридия. Изображения сечения пучков на экране полевого эмиссионного микроскопа.

Список литературы:

[1] E.W. Muller, T.T. Tsong. Field Ion Microscopy, Field Ionization and Field Evaporation, Pergamon Press, (1973).
[2] Д.П.Бернацкий, В.Г. Павлов, *Известия РАН. Сер.физ.*, **73**, 713 (2009).

Квантовый размерный эффект в тонкой монокристаллической пленке при среднийх энепгиях электронов

Шкорняков С.М.[1]

[1]*ФНИЦ «Кристаллография и фотоника», Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН, 119333 Москва, Россия*
E-mail: shkornyakov@mail.ru

Проведен расчет по ранее полученным формулам коэффициентов отражения и прохождения электронов средней энергии от тонкой монокристаллической пленки при их нормальном падении. Определены энергетические интервалы между дифракционными максимумами на кривой отражений электронов. Также показано, что при средних энергиях частиц проявляется заметный квантовый размерный эффект у блоховских волн, формирующихся в монокристаллической пленке. Его проявления достаточны для экспериментального наблюдения эффекта, как на кривых отражения, так и на кривых прохождения. Предложены различные схемы эксперимента. Таким образом, указана возможность наблюдения эффекта не только у электронов низкой энергии (5-20эВ), как об этом было известно ранее, но и у частиц средней энергии (10-20 кэВ) [1].

Список литературы:

[1] Шкорняков С.М. // *Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед.* №2, с.104, (2022).

Магнитные наводки на STEM-изображениях: механизм формирования, моделирование и восстановление

Заводов А.В., Зайцев Д.В.

НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ
e-mail: zavodovad@gmail.com

Сканирующая просвечивающая электронная микроскопия (STEM) заняла прочное место в широком ряду методов исследования атомной структуры материалов ещё с начала 2000-х годов. Появление кольцевых высокоугловых темнопольных детекторов (HAADF) и корректоров сферических аберраций сделало метод ещё более информативным, а получаемые изображения – легко интерпретируемыми. Однако, метод очень требователен к условиям внешней среды, в частности к уровню магнитных полей [1]. Магнитные поля, вызываемые переменным током в силовых кабелях – наиболее распространённая причина искажений STEM изображений. Как показывает практика, экранирование и активное подавление внешнего переменного магнитного поля не решает проблемы полностью. По этой причине исследователи предпринимают попытки последующей обработки получаемых изображений.

Понимание геометрии искажений на STEM-изображениях является ключевым этапом к их восстановлению. Несмотря на кажущуюся хаотичность искажений, все они могут быть разложены на отдельные компоненты посредством анализа FFT изображений, отождествлены с исходным изображением и впоследствии устранены. В докладе будут приведены примеры искажений, образующиеся при различных условиях съёмки, отличающиеся главным образом временем выдержки на точку.

В работе приведён детальный разбор механизма искажений STEM-изображений в условиях действия периодического магнитного поля, описан вклад вертикальной и горизонтальной компонент, показано влияние времени выдержки на точку (dwell time) на вид искажений. Моделирование искажений под действием переменного магнитного поля наглядно показывает, что в зависимости от условий сьёмки искажения от одной и той же частоты (например, 50 Гц) могут проявляться как виде изгиба и сжатия/растяжения всего изображения, так и в виде мелкой «пилы» различной формы (рис. 1).

Также в работе показана связь параметров искажения изображения с видом FFT изображений, объяснён механизм появления «лишних» групп рефлексов, тяжей, дублетов, в динамике показано изменение Фурье-изображений при изменении скорости сканирования в условиях переменного магнитного поля. Основываясь на понимании механизма искажений и их динамики, приведено описание процедуры получения синхронизированных изображений по основной частоте внешнего магнитного поля.

Несмотря на то, что синхронизация скорости сканирования с внешним переменным магнитным полем позволяет повысить эффективную разрешающую

способность, изображения, полученные таким способом, требуют коррекции с целью устранения остаточных искажений типа изгиба и сжатия/растяжения, так и «пилы» от частот некратных 50 Гц. В работе приведено описание алгоритма и процедуры восстановления STEM-изображений, даны примеры восстановления изображений, полученных при различных условиях съёмки. Предлагаемый метод кардинально отличается от ранее предлагаемых методов восстановления [2-4], основанных на искусственном смещении строк в локальных областях изображения. Метод основан на подборе функции искажения, представляющей собой сумму синусоид с различными амплитудами и частотами по двум направлениям:

$$\sum_i \left(\frac{A_{x_i}}{2} \cdot \sin\left(\frac{2\pi}{T_i} \cdot (n - \varphi_{x_i}) \right) + \frac{A_{y_i}}{2} \cdot \sin\left(\frac{2\pi}{T_i} \cdot (n - \varphi_{y_i}) \right) \right)$$

Указанная функция позволяет вычислить при заданных параметрах магнитного поля отклонение электронного пучка в любой точке n изображения. Для полного восстановления искажений от одной частоты необходимо подобрать значения 5 параметров: периода T_i, амплитуд A_{xy_i} и смещений φ_{xy_i} по двум перпендикулярным направлениям.

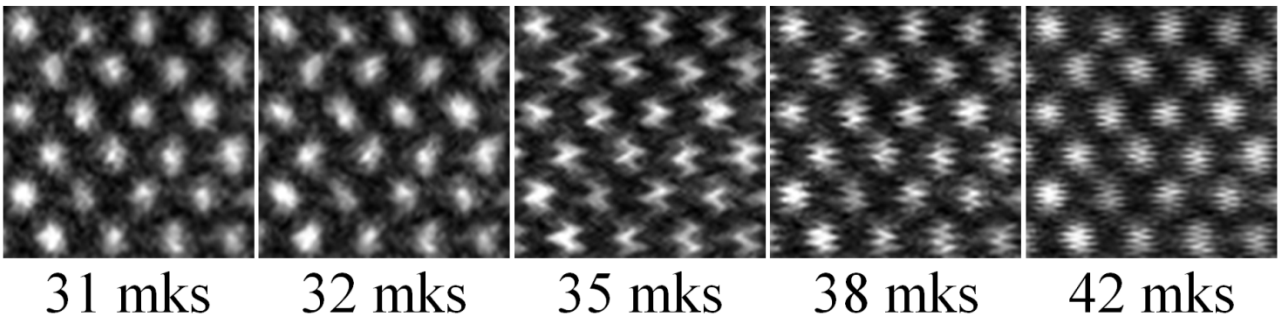


Рис. 1. Вид искажений от внешнего магнитного поля частотой 50 Гц при различной выдержке на точку (dwell time). Расчётные изображения. Ширина исходного изображения составляла 512 пикселей.

Список литературы:

[1] D.A. Muller, E.J. Kirkland, M.G. Thomas, J.L. Grazul, L. Fitting and M. Weyland, *Ultramicroscopy*, **106**, 1033 (2006).
[2] N. Braidy, Y.L. Bouar, S. Lazar and C. Ricolleau, *Ultramicroscopy*, **118**, 67 (2012).
[3] L. Jones, P.D. Nellist, *Microscopy and Microanalysis*, **19**, 1050 (2013).
[4] S. Ning, T. Fujita, A. Nie, Z. Wang, X. Xu, M. Chen, S. Yao and T.Y. Zhang, *Ultramicroscopy*, **184**, 274 (2018).

Новые аналитические возможности в сканирующей электронной микроскопии при детектировании обратнорассеянных электронов

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

МГУ им М.В. Ломоносова, Москва, 119991 Ленинские Горы, 2
e-mail: rau@phys.msu.ru

В сообщении приводятся новые возможности режима обратнорассеянных электронов (ОРЭ) в сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Изложена методика определения толщин тонких нанопленок на массивной подложке, глубины залегания и толщины подповерхностных элементов трехмерной микроструктуры. Показана возможность экспресс- определения атомного номера Z массивного образца, т.е. химического состава. И, наконец, предлагается новая методика измерения поверхностных потенциалов электронно-лучевой зарядки в диэлектрических образцах.

Указанные разработки реализуются следующим образом. Вначале производится градация шкалы серого на экране СЭМ от 0 до 100 с шагом в 0.01. Это позволяет различить перепады детектируемого сигнала ОРЭ на 2%, что соответствует чувствительности глаза человека различать яркость двух соседних точек в 2%. Калибровка шкалы производится по двум известным образцам-стандартам, состоящим из чистых массивных элементов с разным Z, например, Si и Au. Сигналы I_s от этих элементов должны укладываться в линейном диапазоне шкалы серого согласно условию:

$$I_S = L + C(\eta_0 \mathcal{E}_0), \qquad (1)$$

где L – уровень (level), C – контраст (contrast). Значения коэффициентовы ОРЭ η_0 и их средней приведенной энергии $\mathcal{E}_0 = \langle E \rangle / R_0$ определяются по известным соотношениям [1, 2, 3].

$$\eta_0(Z) = \exp(-6.24Z^{-0.5})\,;\ \mathcal{E}_0 = 1.09(1 - Z^{-0.3}) = 0.47(1 + 1.4\eta_0). \qquad (2)$$

Две неизвестные контакты L и C определяются из двух измерений I_{s0}. На двух образцах-стандартах при определенной энергии первичных электронов E_0, например, при E_0 = 10 кэВ, I_{S0}(Si) = 0.48, I_{s0}(Au) = 0.9. Подставляя эти значения в (1) находим L = 0.48, C = 1.5.

Для определения Z массивного образца из формулы определяется произведение $\eta\mathcal{E}$, которое однозначно соответствует именно этому элементу. Для определения толщины d плёнки на массивной подложке используется соотношение (1), где искомыми параметрами является η_{sf} и $\mathcal{E}_{sf}$, которые находятся из выражений (3), (4):

$$\eta_{sf} = \eta_{s0} + \left(\eta_{f0} - \eta_{s0}\right)\frac{\eta_f}{\eta_0}\,;\ \mathcal{E}_{sf} = 0.47(1 + 1.4\eta_{sf}) \qquad (3)$$

где

$$\frac{\eta_f}{\eta_0} = [1 - \exp\left(-A\left(\frac{d}{R_0}\right)^p\right), \quad R_0 = \frac{74E_0^{1.55}}{\rho^{0.9}} \qquad (4)$$

Здесь параметры $A^{-1} = 0.49\exp[-0.022(Z+2]$, $p = 1.12{\eta_0}^{-0.33}$, η_{s0} и η_{f0} – это коэффициенты ОРЭ от материалов массивных элементов подложки и плёнки, ρ –плотность материала мишени.

Для определения толщин плёнок, скрытых под поверхностной пленкой толщиной *t*, берутся значения η_{sf} выступающие теперь в качестве подложки, на которую нанесена пленка *t*. При этом учитывается то обстоятельство, что на подложку падает ослабленный поток электронов, что вызывает уменьшение значения R_0 до $R_1 = 74\langle E\rangle^{0.55}/\rho$, где $\langle E\rangle = 0.9\exp(-t/R_2)$, R_2 – глубина пробега электронов в материале пленки. Новые значения $\eta_{sf}^{'}$ и $\mathcal{E}_{sf}^{'}$, будут равны $\eta_{sf}^{'} = \eta_{sf} + (\eta_{f0}^{'} - \eta_{sf})\eta_f^{'}/\eta_{0f}$; где $\eta_{f0}^{'}$ и $\eta_f^{'}$ - это соответственно коэффициенты отражения от массивного материала покровной плёнки и от свободной пленки толщиной t. В этом случае в расчетной формуле (4) фигурируют параметры A и p для материала Z покровной пленки. Измеряя сигнал I_s при двух энергиях E_0 получаем два уравнения $I_s = f(E_0, d, t)$, из которых находятся значения *d* и *t*.

Ещё одним важным применением данной методики регистрации сигнала ОРЭ является возможность детектировать (измерять) локальные поверхностные потенциалы зарядки диэлектрических мишеней под воздействием электронного облучения. При отрицательной зарядке диэлектриков электронным пучком коэффициент вторичной эмиссии электронов быстро приходит к равновесному состоянию, равному единице, в то время как кинетическая характеристика потенциала зарядки значительно запаздывает во времени [5]. Под действием зарядового поля вторичные электроны ускоряются до энергии $E = E_0 - qV_s$. Приняв, что суммарный коэффициент вторичной эмиссии и ОРЭ равен единице, по измеренному сигналу I_s на основании соотношений (1) и (3) однозначно определяется энергия ускоренных электронов *E*, а по ней и значения потенциала зарядки $V_s(t)$ вплоть до равновесного значения V_{s0}.

Список литературы:

[1] L. Reimer. *Scanning Electron Microscopy. Physics of Image Formation and Microanalysis. Springer.* Berlin. 1998.
[2] H.J. Fitting, J. *El. Spectr. Rel Phenom*, **136**. 265 (2004)
[3] E.I. Rau, V. Yu. Karaulov, V.S. Zaitsev. *Rev. Sci. Instr.* **90**, 023701 (2019)
[4] В. В. Забродский и др. *Изв. РАН. сер. физич.,* **83**, 1488 (2019)
[5] Э. И. Рау, А. А. Татаринцев. *ФТТ*, **63**, 574 (2021)

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

Построение и анализ атомной модели 40S субчастицы рибосомы пшеницы

Кравченко О.В. [1], Баймухаметов Т.Н. [2], Афонина Ж.А. [1], Василенко К.С. [1]

[1]Институт белка РАН, Пущино
[2]Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", Москва
e-mail: corresponding_author@email.com

Рибосома – один из главных нуклеопротеидных комплексов в клетке и единственный, встречающийся во всех доменах жизни. В последние годы получено большое число структур рибосом и рибосомных субчатиц из разных организмов. Однако выбор объектов для изучения очень неравномерен. Из всего царства растений на настоящий момент опубликована только одна модель рибосомы, построенная на основании анализа крио-ЭМ плотности 80S рибосомы пшеницы, полученной с относительно низким разрешением – 5.5Å. С использованием современного оборудования и вычислительных подходов нам удалось получить карту электронной плотности для 40S субчастицы рибосомы пшеницы (*Triticum aestivum*) с разрешением 2.7Å. и построить ее атомную модель.

Были построены атомные модели рРНК и 34-х рибосомных белков малой субчастицы. Были выявлены многие особенности структуры рибосомных белков растений. В имеющиеся структурные данные было внесено большое количество дополнений и исправлений. Разрешение 2.7Å позволило дискриминировать последовательности белков с высокой точностью и, в ряде случаев, впервые точно определить гены *Triticum aestivum*, кодирующие конкретные рибосомные белки. Уникальная укладка больших фрагментов рибосомных белков uS4, eS4, eS8, eS15 и eS17 растений была определена впервые.

Разрешение полученной нами карты электронной плотности позволило провести систематический анализ пост-транскрипционных модификаций 18S рРНК пшеницы, таких как псевдо-уридилирование, 2'-О-метилирование рибозы, а также метилирование и ацетилирование оснований. Были подтверждены многие из ранее предсказанных модификаций рРНК растений. Вместе с тем, было обнаружено, что в структуре 40S субчастицы, полученной из зародышей пшеницы, отсутствуют некоторые консервативные для растений модификации нуклеотидов 18S рРНК. Это является прямым подтверждением имеющихся данных, указывающих на то, что профиль модификаций рибосомной РНК растений может изменяться в процессе прорастания. Были подтверждены пост-трансляционные модификации некоторых рибосомных белков, такие как отщепление N-концевого метионина и ацетилирование N-конца.

Полученную модель малой рибосомной субчастицы растений планируется использовать в качестве референсной при анализе структуры ее комплексов с факторами трансляции.

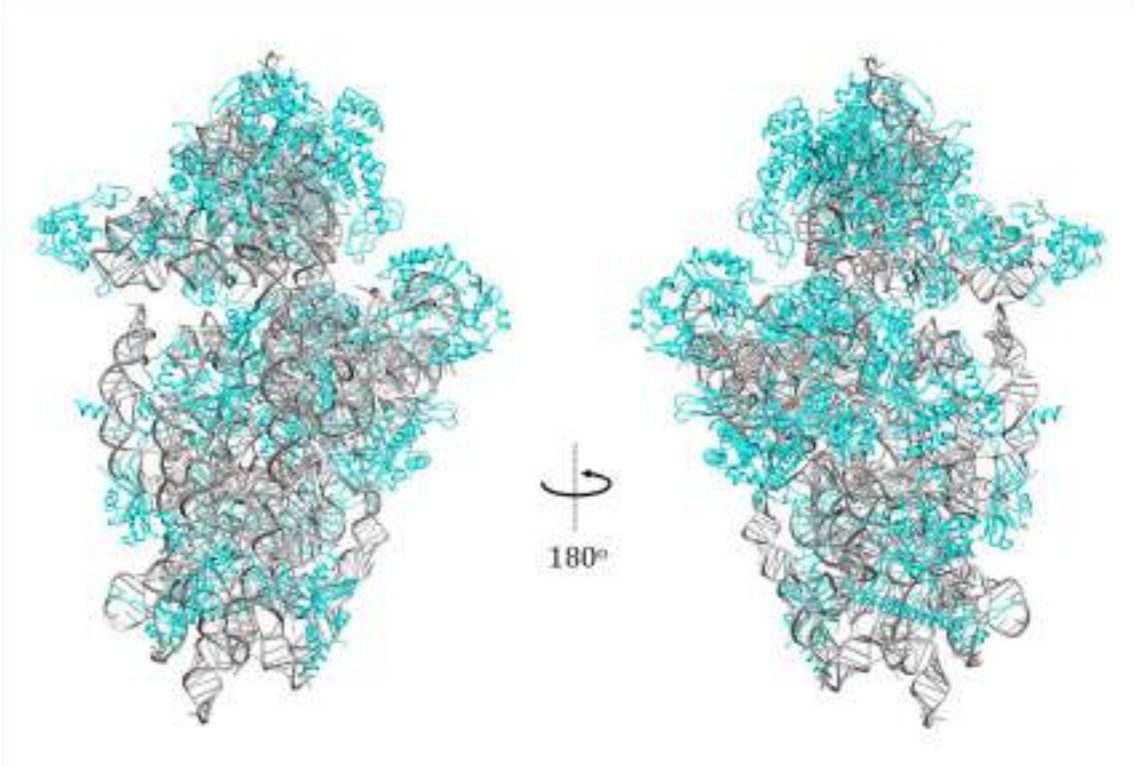


Рис.1. Ленточная модель 40S субчастицы рибосомы пшеницы Triticum aestivum. Голубым цветом выделены модели рибосомных белков.

Данная работа была поддержана Российским научным фондом (грант № 19-74-20186)

Электронно-микроскопический анализ фибробластов пациента с синдромом Коэна

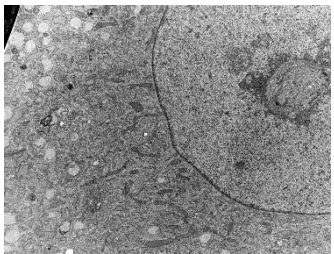
Морозова К.Н.[1,2], Пристяжнюк И.Е. [1], Хабарова А.А. [1], Шнайдер. Т.А.[1], Киселева Е.В. [1]

[1] Федеральный исследовательский центр Институт цитологии и генетики СО РАН, Новосибирск
[2]Национальный исследовательский Новосибирский государственный университет
e-mail: morozko@bionet.nsc.ru

Синдром Коэна (СК) – это редкое аутосомно-рецессивное заболевание, характеризующееся задержкой роста и умственного развития, микроцефалией, гипотонией, дистрофией сетчатки и нейропенией. Белок COH1, мутации которого приводят к развитию СК, относится к одному из ключевых участников системы внутриклеточного мембранного транспорта, центральным звеном которого является комплекс Гольджи [1-3]. Целью настоящей работы было определение структурно-функциональных нарушений, присутствующих в клетках культур фибробластов, полученных из биопсийного материала пациентов, носителей мутации *COH1*, по сравнению с клетками от здоровых доноров. Образцы фиксировали согласно ранее разработанному протоколу [4].

Электронно-микроскопический анализ показал, что в фибробластах пациента с СК наблюдается расширение диктиосом и фрагментация аппарата Гольджи, что характерно для больных СК [1]. Дополнительно установлено, что цитоплазма этих клеток характеризуется высокой плотностью органелл, включая аутофаголизосомы и аутофагосомы, а также множеством липидных капель и светлых вакуолей. Отмечено уменьшение количества шероховатого ЭПР и неравномерное расположение рибосом на его мембранах. В цитоплазме увеличено количество пучков микрофиламентов, иногда вплотную прилегающих к ядерной оболочке, что может блокировать ядерно-цитоплазматический транспорт. Наблюдались также многочисленные изменения в строении крист митохондрий и разреженность их матрикса. Таким образом, проведенный морфологический анализ организации фибробластов пациента с синдромом Коэна выявил в них комплекс дефектов, свидетельствующий о нарушении функционирования и взаимодействия внутриклеточных структур, что может отрицательно влиять на процессы внутриклеточного везикулярного транспорта и липидного обмена.

Данная работа была поддержана бюджетным проектом FWNR-2022-0015 ФИЦ ИЦиГ СО РАН. Культивирование линий клеток проводили на базе ЦКП «Коллекция плюрипотентных культур клеток человека и млекопитающих общебиологического и биомедицинского направления» ИЦиГ СО РАН (https://ckp.icgen.ru/cells).



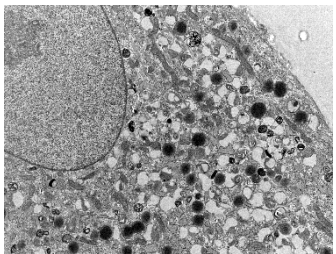


Рис.1. Ультраструктура клеточных культур фибробластов здоровых доноров (слева) и пациентов с синдромом Коэна (справа). В цитоплазме фибробластов с СК наблюдается множество липидных капель и светлых вакуолей, а также аутофаголизосом и аутолизосом. Аппарат Гольджи фрагментирован.

Список литературы:

[1] W. Seifert et al. *Journal of Biological Chemistry.* **286,** 37665 (2011).
[2] YK. Lee et al. *Journal of Clinical Medicine.* **9**, 1886 (2020).
https://doi.org/10.3390/jcm9061886
[3] S. Passemard et al. *Cell Stress*, **3**, 369 (2017).
[4] K. Morozova et al. *PlosOne*, **13** (2018).

Неполная ассоциации ядрышек в культивируемых клетках рака толстой кишки человека HCT116

Швыркова А.А.[1,2], Кузьменко О.Л.[1], Арифулин Е.А.[2], Широкова О.М.[3], Шеваль Е.В.[2,4]

[1] Факультет биоинженерии и биоинформатики МГУ
[2] НИИ физико-химической биологии им. А.Н.Белозерского МГУ
[3] ЦНИЛ ИФМ ФГБОУ ВО «ПИМУ»
[4] Кафедра клеточной биологии и гистологии, биологический факультет МГУ
e-mail: anshvyrkova@gmail.com

Эукариотические клетки могут разделять метаболические пути либо путем формирования мембранных органелл, либо безмембранных компартментов - биомолекулярных конденсатов. Механизм разделение фаз на границе жидкость-жидкость (англ. liquid-liquid phase separation, LLPS) является одним из основных при формировании большинства биомолекулярных конденсатов [1].

Ядрышко - самая крупная немембранная органелла в ядре эукариотических клеток, также формируется путем LLPS [1]. Ядрышки способны сливаться друг с другом (этот процесс называют ассоциацией ядрышек). Процесс слияния, характерный и для многих других биомолекулярных конденсатов, приводит к образованию гомогенных по структуре образований. Однако ядрышко имеет сложную внутреннюю организацию, что может препятствовать потере индивидуальности сливающихся структур. Целью данной работы является поиск и изучение ситуаций неполной ассоциации ядрышек.

Так как ядрышки формируются за счет LLPS, то их форма, как и у капель жидкости стремится к круглой. Однако существуют некоторые культуры клеток, в которых ядрышки имеют отличную от шара разветвленную форму. Мы проанализировали форму ядрышек в шести клеточных культурах человека, и обнаружили, что в двух из них - U2OS и HCT116 - ядрышки имеют неправильную форму. Для работы мы использовали клетки HCT116 (рак толстой кишки человека). Так как ядрышко формируется как результат активности рибосомных генов [2], мы попытались обратить процесс ассоциации с помощью обработки актиномицином D (ActD). ActD выступает ингибитором транскрипции и в его присутствии наблюдается увеличение количества ядрышек в культуре HCT116. Прижизненные наблюдения ядрышек сложной формы показали, что такая форма не является промежуточной стадией слияния нескольких ядрышек и может поддерживаться длительное время. Таким образом, сложная форма ядрышек в клетках HCT116, как минимум, частично обусловлена неполным слиянием ядрышкового материала.

Анализ трехмерной организации ядрышек с использованием конфокальной микроскопии и серийных ультратонких срезов показал, что неправильная форма может быть связана с многочисленными контактами ядрышек с ядерной оболочкой. Контакт ядрышек с ядерной оболочкой осуществляется через скопления гетерохроматина. Также при реконструкции ядер по электронным

микрофотографиям было показано, что часто ядрышко крепится к каналу ядерной оболочки (такие каналы характерны для используемой культуры). Обработка ингибитором ацетилтрансфераз гистонов трихостатином А [3] приводила к увеличению числа ядрышек на клетку, что говорит о фрагментации не полностью слитых ядрышек без стабилизации этого состояния хроматином.

По современным представлениям ядрышко способно являться сенсором различных клеточных стрессов, претерпевая морфологические и функциональные изменения в ответ на внешние воздействия [4]. Такие изменения морфологии ядрышка вызваны активными процессами, которые, возможно, вносят вклад и в ассоциацию ядрышек. С помощью индукции клеточного стресса тепловым шоком было показано нарушение стабильной структуры ядрышек, проявляющееся снижением их округлости и числа на клетку.

Таким образом, ассоциация ядрышек в культуре HCT116 может быть неполной, процесс ассоциации можно обратить. Сложная форма ядрышек поддерживается контактами с ядерной оболочкой через гетерохроматин. Активные процессы, вызванные внешними воздействиями, способны нарушать сложную форму ядрышек.

Данная работа была поддержана Российским научным фондом (проект 21-74-20134).

Список литературы:

[1] I.A. Sawyer, D. Sturgill, and M. Dundr, *Wiley Interdisciplinary Reviews: RNA*, **10**, e1514 (2019)
[2] D. Hernandez-Verdun, P. Roussel, M. Thiry, V. Sirri, and D.L.J. Lafontaine, *Wiley Interdisciplinary Reviews: RNA*, **1**,415–431 (2010)
[3] K.F. Tóth, T.A. Knoch, M. Wachsmuth, M. Frank-Stöhr, M. Stöhr, C.P. Bacher, G. Müller, and K. Rippe, *Journal of Cell Science*, **117**, 4277–4287 (2004)
[4] K. Yang, J. Yang, and J. Yi, *Cell Stress*, **2**, 125–140 (2018)

Роль белка Hfq в биогенезе 30S субчастицы рибосомы

Грибанова А.Е. [1], Кравченко О.В. [1], Максимова Е.М. [1], Баймухаметов Т.Н. [2], Корепанов А. П. [1], Столбоушкина Е.А. [1]

[1]Институт белка РАН, Пущино, Россия
[2]НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия
e-mail: gribanovalina9@yandex.ru

Биогенез рибосом – это чрезвычайно сложный процесс, в результате которого формируются функционально активные рибосомы, способные осуществлять синтез полипептида. Так, созревание бактериальной малой рибосомной субчастицы (30S) включает процессинг 17S рРНК – предшественника 16S рибосомной РНК и последовательное присоединение двадцать одного рибосомного белка [1]. Для осуществления этого процесса в клетке имеются факторы биогенеза, которые промотируют и контролируют образование «правильной» структуры рРНК функционально важных участков рибосомы. Без них процесс созревания рибосом замедляется, и в клетке накапливаются незрелые субчастицы.

Недавно было показано, что белок Hfq, известный как регулятор трансляции многих мРНК в *Escherichia coli*, может выполнять функцию фактора биогенеза малой рибосомной субчастицы [2]. В связи с этим, целью нашей работы является изучение роли белка Hfq в биогенезе рибосом.

Совокупность методов генной инженерии и криоэлектронной микроскопии позволяет идентифицировать функцию любого фактора биогенеза в процессе созревания рибосом. Поэтому, мы получили незрелые 30S субчастицы из клеток штамма *E. coli*, в котором из хромосомы ген белка Hfq был удален. Такие рибосомные субчастицы нами были проанализированы в экспериментах по криоэлектронной микроскопии. В результате предварительной 3D-классификации полученные незрелые Δ*hfq* 30S субчастицы были сгруппированы в пять классов, отражающие поэтапное появление интермедиатов сборки малой субчастицы рибосомы в отсутствии белка Hfq. В настоящее время проводится построение и уточнение атомных моделей этих субчастиц.

Данная работа была поддержана грантом РНФ 19-74-20186 Ж.А.А.

Список литературы:

[1] W. A. Held, B. Ballou, S. Mizushima, M. Nomura, *The Journal of biological chemistry*, **249**(10), 3103–3111 (1974).
[2] J. M. Andrade, R. F. Dos Santos, I. Chelysheva, Z. Ignatova, C. M. Arraiano, *The EMBO journal*, **37**(11), e97631 (2018).

Применение метода иммуноэлектронной микроскопии для локализации пептидазы DPP3 (DPP III) в ультраструктурах тканей млекопитающих

Кропотова Е.С.[1,2], Мартынова М.Г.[3], Быстрова О.А.[3], Мосевицкий М.И.[1,2]

[1]Петербургский Институт Ядерной Физики им. Б.П.Константинова Национального Исследовательского Центра "Курчатовский Институт", г. Гатчина, Ленинградская обл.
[2]Институт Высокомолекулярных Соединений РАН, г. Санкт-Петербург
[3]Институт Цитологии РАН, г. Санкт-Петербург
e-mail: m_mosev@mail.ru

Электронная микроскопия ультратонких срезов биологических объектов, в том числе, фрагментов ткани различных органов, позволяет локализовать определенный белок в конкретных структурах, в том числе, внутри клеток. С этой целью в срезы вносят антитела к исследуемому белку и вторичные антитела, конъюгированные с коллоидным золотом. При наблюдении срезов в электронном микроскопе скопления частиц коллоидного золота обозначают места присутствия исследуемого белка. В настоящей работе метод иммуноэлектронной микроскопии применен для локализации пептидазы DPP3 (DPP III). Этот фермент, обладающий двумя пептидазными активностями [1], обнаружен во многих тканях млекопитающих [2]. В ряде опухолей (рак молочной железы, рак яичников, рак прямой кишки) наблюдается повышенное содержание DPP3 [3-5]. Отмечено участие DPP3 в регуляции кровяного давления [6]. Пептидаза DPP3 способна удалять дипептид с N-конца [7] и трипептид с C-конца [1]. пептида-субстрата размером до 10 аминокислот. Роль DPP3 в жизнедеятельности нормальных или опухолевых клеток не установлена. На пути решения этой задачи локализация DPP3 в клетке является важным этапом. В литературе DPP3 упоминается как цитозольная пептидаза [8]. Однако этот фермент был выявлен в мембранной фракции [9]. Нами указанным выше методом изучено распределение DPP3 в мозге (кора больших полушарий) и в печени крысы. Использованы поликлональные антитела к DPP3 фирмы LSBio. Полученные данные (Рис. 1) свидетельствуют, что пептидаза DPP3 не распределена равномерно в цитозоле (цитоплазме), а локализована в определенных элементах ультраструктуры клетки. В первую очередь, DPP3 концентрируется в митохондриях, а также сосредоточены в отдельных участках плазматической мембраны. Полученные результаты открывают путь к раскрытию роли DPP3 в клеточном метаболизме.

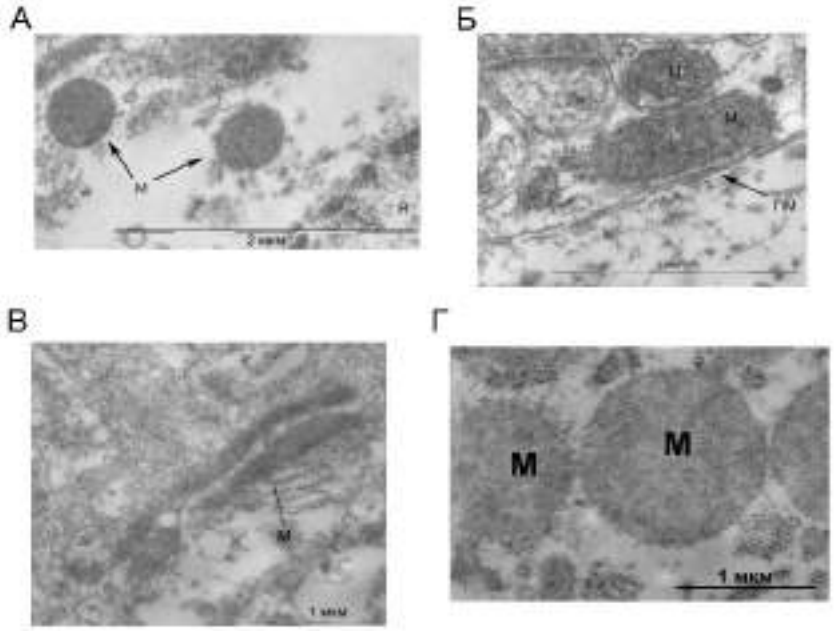


Рис.1. Локализация пептидазы DPP3 в митохондриях и отдельных участках плазматической мембраны нейронов и гепатоцитов крысы методом иммуноэлектронной микроскопии. Вторичные антитела конъюгированы с коллоидным золотом (размер частиц 10 нм). А, Б – мозг; кора больших полушарий. В – мозжечок. Г – печень. М – митохондрии, Я – ядро, ПМ – плазматическая мембрана

Авторы благодарны Д.С. Боголюбову, А.Л. Тимковскому и Ю.А. Скорику за содействие.

Список литературы:

[1] E.S. Kropotova, E.N. Pavlova, S.N. Naryzhny and M.I. Mosevitsky, *Biochem Biophys Res Commun.*, **Aug 6;616**, 110-114 (2022)
[2] M. Abramić, D. Schleuder, L. Dolovcak, W. Schroder, K. Strupat, D. Šagi, J. Peter-Katalini´and L. Vitale, *Biol. Chem.*,**381 (12)**,1233–1243 (2000)
[3] S. Simaga, D. Babic, M. Osmak, M. Sprem and M. Abramic, *Gynecol. Oncol.*,**91**, 194–200 (2003)
[4] K. Lu, A.L. Alcivar, J. Ma, T.K. Foo, S. Zywea, A. Mahdi, Y. Huo, T.W. Kensler, M.L. Gatza and B. Xia, *Cancer Res.*, **77**, 2881-2892 (2017)
[5] Y. Tong, Y. Huang, Y. Zhang, X. Zeng, M. Yan, Z. Xia and D. Lai, *Cell Death Dis.* **12(6)**, 529 (2021)
[6] X. Pang, A. Shimizu, S. Kurita, D.P. Zankov, K. Takeuchi, M. Yasuda-Yamahara, S. Kume, T. Ishida and H. Ogita, *Hypertension.*, **68**, 630-641 (2016)
[7] S.C. Prajapati and S.S. Chauhan, *FEBS J.*, **278**, 3256–3276 (2011)
[8] I. Ohkubo, Y.H. Li, T. Maeda, Y. Yamamoto, T. Yamane, P.G. Du and K. Nishi, *Biol. Chem.*, **Dec;380(12)**,1421-1430 (1999)
[9] P. Attri, D. Jodha, J. Singh and S. Dhanda, *Mol Biol Rep.*, **Oct;45(5)**, 973-986 (2018)

Исследование адгезии клеток первичной нейрональной культуры на биосовместимых матриксах

Д.А. Кириллова[1], Т.Д. Пацаев[1], Е.В. Ястремский[1,2], Р.В. Шариков[1], Н.А. Шарикова[1], А.М. Азиева[1]

[1]НИЦ «Курчатовский институт»
[2]Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН
e-mail: asya.azieva@gmail.com

Создание биосовместимых матриксов для решения актуальных задач тканевой инженерии требует изучения их механических свойств и взаимодействия с различными культурами клеток [1-2].

Целью настоящего исследования был сравнительный анализ адгезии первичной нейрональной культуры, полученной из мозга новорожденной мыши линии C57BL/6 [3], на композитных полилактидных матриксах с губчатой и нетканой волокнистой структурой.

В ходе исследования было показано влияние компонентов в структуре композитных матриксов на адгезию клеток.

Изучение воздействия морфологии матриксов на адгезию клеток проводили методом иммуногистохимического окрашивания с последующей конфокальной микроскопией. Далее количество клеток считали с помощью программы ImageJ.

Применение комплементарных методов растровой электронной микроскопии (РЭМ) и РЭМ в режиме естественной среды (ЕРЭМ, англ. ESEM) совместно с традиционными гистологическими методами в конечном итоге позволило получить визуализацию расположения клеток на трехмерной структуре биоматрикса.

Данная работа была поддержана РНФ (проект № 21-13-00321 «Деформационное поведение биоразлагаемых матриксов различного типа при механических нагрузках»).

Список литературы:

[1] Vasilyev, A. V., Kuznetsova, V. S., Bukharova, T. B., Grigoriev, T. E., Zagoskin, Y., Korolenkova, M. V., ... & Kulakov, A. A. (2020). Development prospects of curable osteoplastic materials in dentistry and maxillofacial surgery. Heliyon, 6(8), e04686.

[2] Grigoriev, T. E., Lukanina, K. I., Gotovtsev, P. M., Gorin, K. V., Melnikova, A. A., Antipova, C. G., ... & Chvalun, S. N. (2020). Chitosan-based fiber-sponge materials as a promising tool for microalgae harvesting from Lake Baikal. Journal of Applied Polymer Science, 137(40), 49209.

[3] Sokolov, I., Azieva, A., & Burtsev, M. (2016). Patterns of spiking activity of neuronal networks in vitro as memory traces. In Biologically Inspired Cognitive Architectures (BICA) for Young Scientists (pp. 241-247). Springer, Cham.

Аналитическая РЭМ в изучении устойчивости яблони к абиотическому стрессу

Мотылева С.М., Куликов И.М., Медведев С.М.

ФГБНУ ФНЦ Садоводства
e-mail: motyleva_svetlana@mail.ru

Особенности кутикулярного слоя листьев играют существенную роль в адаптации растений к существующим условиям окружающей среды. Это связано как с регуляцией апертуры защитных клеток, так и с морфологическими параметрами, то есть - количеством устьиц на площади листа, их размером, формой (Hetherington aend Woodward, 2003; Mizutani and Kanaoka, 2017).

Исследования сравнительной микроморфологии поверхности листьев яблони и химический состав минеральных включений в проводящей системе иммунных (с геном Vf) и среднеустойчивых к парше (*Venturia inaequalis*) сортов колонновидной яблони выполнены на аналитическом РЭМ JEOL JSM 6010 LA в лаборатории биохимии и физиологии ФНЦ Садоводства.

Для листьев различных сортов яблони характерна оригинальная микротопография эпидермального покрова, изученная нами ранее (Мотылева и Кузнецов, 2010). Адаксиальная сторона листьев изучаемых сортов яблони характеризуется различно организованной складчатой микротопологией, восковой слой хорошо развит, а скульптура рисунка является сортоспецифичной. На абаксиальной стороне листьев иммунных сортов яблони трихомы располагаются не только вдоль центральной серединки, но и в межжилковом пространстве. Вокруг устьиц расположены многочисленные тяжи, которые являются своеобразными складками кутикулы; устьица имеют высокие перистоматические валики. Эти морфологические структуры могут остановить внедрение патогена. У среднеустойчивых сортов яблони трихомы расположены редко, однако перистоматические валики более плоские (рис.1). Такие кутикулярные складки существенно снижают смачиваемость эпидермиса и обеспечивают более высокую устойчивость к патогенам.

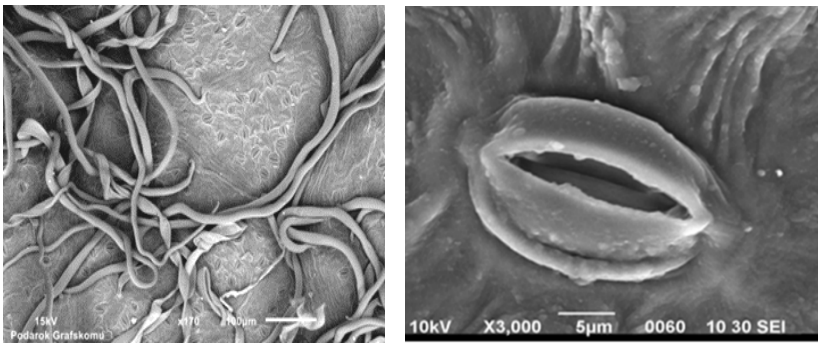


Рис.1. "Трихомы и устьице листа яблони

В клетках различных растений также образуются кристаллы, содержащие Ca. Исследования подтвердили, что Ca 2+ является ключевым элементом

сигнальных путей, мобилизуемых во время взаимоотношений между растениями и патогенами (Reddy and, Reddy, 2004). На поперечных срезах центральной серединки обнаружены многочисленные включения (продукты метаболизма), которые накапливаются в виде гранул и кристаллов. Удалось установить, что в листьях иммунных сортов яблони образуются кристаллы двух типов – параллелограммовидные и округло-звездчатые, в то время как у среднеустойчивых сортов включения в основном округло-звездообразные. Локальный EDS-анализ показал, что включения содержат Ca (5,9-8,3 массовых %), K (0,34-0,38 массовых %), K и S, P, Mg и Na с 0,03-0,07 массовых % S, P, Mg и Na (рис. 7). Включения параллелограммовидной формы содержат Ca и K в три и два раза больше, соответственно в 3 раза и K в 2 раза больше, чем округло-звездчатые включения (рис.2).

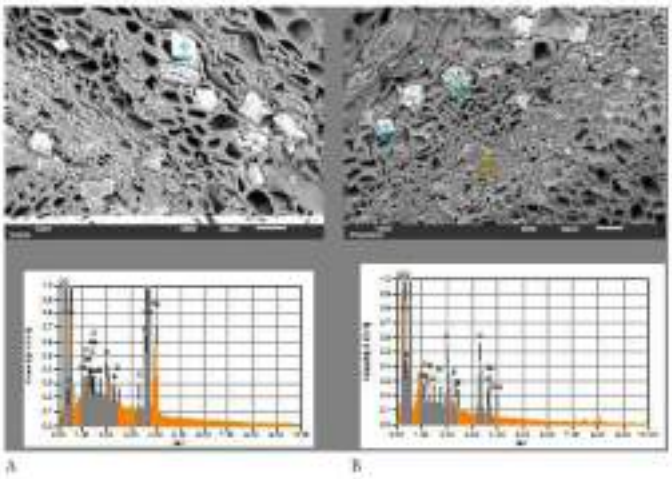


Рис.2. Кристаллы на поперечных срезах центральной жилки листа иммунного сорта Валюта (А) и среднеустойчивого к парше сорта Президент (В). Точки проведения микроанализа обозначены (+)

Результаты настоящего исследования говорят о том, что физиологические и метаболические процессы в листьях иммунных и среднеустойчивых к Venturia inaequalis колонновидных сортов яблони протекают по-разному.

Список литературы:

[1] S. Motyleva and M. Kuznetsov Micromorphology of leaves of triploid apple varieties immune to scab. Sovrem. Sadovodstvo. 1: 72–-78. (2010).

[2] A.M. Hetherington, and F.I. Woodward .The role of stomata in sensing and driving environmental change. Nature. 424: 901–-908. (2003).

[3] M. Mizutani and M.M. Kanaoka. Environmental sensing and morphological plasticity in plants., in Seminars in Cell and Developmental Biology, New York,: Academic, vol. 83:, pp. 69–-77. (2017).

[4] Reddy VS, Reddy AS (2004). Proteomocs of calcium-signalling components in plants. Phytochemistry. 65: 1745-1776.

Комплексное исследование штамма *Coelastrella rubescens* NAMSU R1 методами микроскопии

Зайцева А.А.[1], Зайцев П.А.[1], Горелова О.А.[1], Бахарева Д.А.[1], Лобакова Е.С.[1]

[1]Московский Государственный Университет имени М.В.Ломоносова, биологический факультет, кафедра биоинженерии
e-mail: zaytsevaAA@my.msu.ru

Микроводоросль *C. rubescens* NAMSU R1 была выделена с поверхности коры дерева в 2020 году в виде оранжево-красного налета. Приобретение яркой окраски обусловлено способностью данного фототрофа к накоплению каротиноидов [1]. Сочетание различных методов световой и электронной микроскопии применено для характеристики внутриклеточных включений данного микроорганизма с целью характеристики нового штамма и выявления его биотехнологического потенциала.

Культивирование микроводоросли вели на минеральной среде на свету низкой и высокой интенсивности: 40 и 150 мкмоль фотонов/($м^2$с) ФАР, соответственно, в течение 21 сут. Первичный анализ клеточных включений проводили с помощью светлопольной, флуоресцентной и поляризационной микроскопии. Традиционную просвечивающую электронную микроскопию (ПЭМ) применяли для оценки локализации, электронной плотности, размеров и упаковки наноструктур внутриклеточных включений. Подготовку образцов проводили согласно [2]. Аналитическую ПЭМ (АПЭМ) с помощью энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДРС) [3] использовали для анализа элементного состава вакуолярных включений.

Культура клеток штамма *C.rubescens* NAMSU R1 характеризовалась наличием внутриклеточных включений различных локализации и химического состава. Согласно данным оптической микроскопии были отмечены включения, морфологически сходные с липидными глобулами. Анализ ультратонких срезов образцов данного штамма с помощью ПЭМ выявил наличие крупных, сливающихся между собой цитоплазматических олеосом. При этом количество данных структур увеличивалось в клетках, пребывающих под действием света высокой интенсивности, наряду с появлением оранжево-красной окраски. Увеличение количества и объема липидных включений характерно для каротиногенных микроводорослей на ярком свету. ПЭМ выявила также более мелкие и более электронно-плотные пластоглобулы в хлоропластах и уникальные пластоглобулы с остатками тилакоидов в вакуолях.

Также в клетках были отмечены включения не имеющие окраски, но обладающие кристаллической структурой, что было показано с помощью поляризационной микроскопии. Согласно результатам АПЭМ, проведенным на полутонких срезах, данные кристаллы содержали значительное количество азота, что позволяет отнести их к пуриновым кристаллам. Помимо этого, внутри вакуолей наблюдались включения разного размера, окрашиваемые

специфическим флуоресцентным красителем DAPI, что характерно для полифосфтов. На ультратонких срезах были отмечены включения высокой электронной плотности разного размера, иногда упакованные в структуры наподобие тяжей и/или многожильного кабеля. Анализ с помощью АПЭМ показал наличие фосфора в данных включениях, что позволяет отнести их к полифосфатам. Пуриновые кристаллы и полифосфаты являются важными для биотехнологии соединениями, при этом первые не были ранее описаны для микроводорослей рода *Coelastrella*.

Применение различных методов микроскопии позволило охарактеризовать внутриклеточные структуры клеток штамма *C. rubescens* NAMSU R1. В частности, их комбинация помогла установить локализацию и химический состав включений, имеющих значение для фундаментальной и прикладной науки.

Данная работа была поддержана грантом президента № МК-1952.2021.1.4

Список литературы:

[1] A. Zaytseva, K. Chekanov, P. Zaytsev, D. Bakhareva, O. Gorelova, D. Kochkin, and E. Lobakova, *Plants*, **10(12)**, 2601 (2021).

[2] O. Gorelova, O. Baulina, A. Solovchenko, K. Chekanov, O. Chivkunova, T. Fedorenko, and E. Lobakova, *Protoplasma*, **252(2)**, 489-503 (2015).

[3] A. Shebanova, T. Ismagulova, A. Solovchenko, O. Baulina, E. Lobakova, A. Ivanova, A. Moiseenko, K. Shaitan, V. Polshakov, L. Nedbal and O. Gorelova, *Protoplasma*, **254(3)**, 1323-1340 (2017).

Локализация фибрилларина в ядрышках инфузорий с субхромосомной организацией макронуклеарного генома.

Леонова О.Г.[1], Караджян Б.П.[2], Попенко В.И.[1]

[1] *Институт молекулярной биологии им. В.А.Энгельгардта РАН, Вавилова 32, ,Москва 119991, Россия*
[2] *Институт цитологии РАН, Тихорецкий просп. 4, Санкт-Петербург 194064, Россия*

e-mail: popenko@eimb.ru

Ядрышко является важным структурным компонентом ядра. В ядрах высших эукариот ядрышки собираются вокруг областей ядрышкового организатора, где расположены гены рибосомной ДНК (рДНК). В интерфазных ядрышках высших эукариот выделяют три основных структурных компонента, соответствующих разным этапам биогенеза рибосом: фибриллярный центр (ФЦ), плотный фибриллярный компонент (ПФК) и гранулярный компонент (ГК). В последние годы появилось много информации о протеоме ядрышек [1]. Охарактеризовано более нескольких сотен растительных и человеческих белков, стабильно совместно очищающихся с изолированными ядрышками. Показано, что ядрышковый протеом в значительной степени сохраняется в процессе эволюции [1].

Одним из высокоэволюционно консервативных ядрышковых белков является фибрилларин. Гомологи фибрилларина присутствуют в клетках различных видов от архея до человека Он играет важную роль в раннем процессинге и модификации пре-рРНК, сборке рибосом, а также важен для раннего эмбрионального развития. Во время интерфазы фибрилларин обнаруживается в основном в фибриллярных центрах и плотном фибриллярном компоненте ядрышек, а также в тельцах Кахаля [2].

В настоящее время мало что известно о распределении ядрышковых белков у инфузорий. У инфузорий ядрышки расположены в макронуклеусах – транскрипционно активных высокополиплоидных соматических ядрах. Ядрышки инфузорий очень разнообразны по морфологии, что отчасти можно объяснить особенностями организации макронуклеарного генома. В отличие от геномов ядер высших эукариот геном макронуклеуса представлен набором относительно коротких молекул ДНК. Все виды инфузорий можно разделить на две группы: инфузории, в которых молекулы ДНК макронуклеуса имеют «субхромосомный» (от нескольких десятков до нескольких сотен т.п.н.) и «генный» (в основном 0,5-25 т.п.н.) размер [3]. Каждая из этих молекул ДНК оканчивается теломерами на обоих концах, имеет ориджин репликации и обычно рассматривается как нано- или мини-хромосома. Высказывалось предположение, что отсутствие "классических" хромосом большого размера может быть причиной необычной пространственной организации ядрышек, наблюдающейся у некоторых видов инфузорий [4].

В данной работе изучались *Bursaria truncatella*, *Paramecium multinucleatum* и *Didinium nasutum*. Все эти инфузории относятся к видам с субхромосомной

организацией генома макронуклеуса. Целью данной работы было изучение локализации фибрилларина в их ядрышках с помощью конфокальной микроскопии. Полученные результаты сопоставлены с данными электронной микроскопии по морфологии ядрышек этих видов.

Наши данные показывают, что пространственная организация ядрышек у изучавшихся видов инфузорий различна. Известно, что у высших эукариот фибрилларин во время интерфазы обнаруживается в основном в плотном фибриллярном компоненте ядрышек, где он участвует в метилировании и процессинге пре-рРНК. С помощью конфокальной микроскопии мы показали, что в ядрышках *B. truncatella* и *P. micronucleatum* эти процессы происходят в центральной области, в то время как у *D. nasutum* фибрилларин расположен на периферии ядрышкового домена.

С помощью трехмерных электронно-микроскопических реконструкций показано, что ядрышки *D. nasutum,* которые выглядят на единичных срезах как отдельные обособленные структуры, являются частью крупных сложных разветвленных ядрышковых сетей. 3D-модели, построенные на основе серийных ультратонких срезов, показывают, что в этих ядрышковых доменах фибриллярный компонент располагается на периферии, а гранулярный — в центральной части ядрышках [5]. В совокупности с конфокальными данными о локализации фибрилларина это свидетельствует о том, что процессинг рРНК в ядрышках *D. nasutum* происходит от периферии ядрышка к его центру. Наши данные также свидетельствуют о том, что малые размеры и отсутствие типичных хромосом не могут быть единственным фактором, определяющим необычную пространственную организацию ядрышкового домена некоторых инфузорий.

Список литературы:

[1] J.S. Andersen, Y.W. Lam, A.K. Leung, S.E. Ong, C.E. Lyon, A.I. Lamond, and M. Mann M. *Nature,* **433**, 77-83 (2005).
[2] M.A. Amin, S. Matsunaga, N. Ma, H. Takata, M. Yokoyama, S. Uchiyama, and K. Fukui. *Biochem. Biophys. Res. Comm.,* **360**, 320-326 (2007).
[3] I.B. Raikov*, Acta Protozool.*, **34,** 151–171 (1995).
[4] J. Postberg, O. Alexandrova, and H.J. Lipps. *Chromosome Res.,* **14**, 161–175 (2006).
[5] O.G. Leonova, B.P. Karajan, Yu.F. Ivlev, J.L. Ivanova, S.O. Skarlato, and V.I. Popenko. *Biol. Res.*, **46**, 69–74 (2013).

Применение метода иммуноэлектронной микроскопии для локализации пептидазы DPP3 (DPP III) в ультраструктурах тканей млекопитающих

Кропотова Е.С.[1,2], Мартынова М.Г.[3], Быстрова О.А.[3], Мосевицкий М.И.[1,2]

[1]Петербургский Институт Ядерной Физики им. Б.П.Константинова Национального Исследовательского Центра "Курчатовский Институт", г. Гатчина, Ленинградская обл.
[2]Институт Высокомолекулярных Соединений РАН, г. Санкт-Петербург
[3]Институт Цитологии РАН, г. Санкт-Петербург
e-mail: m_mosev@mail.ru

Электронная микроскопия ультратонких срезов биологических объектов, в том числе, фрагментов ткани различных органов, позволяет локализовать определенный белок в конкретных структурах, в том числе, внутри клеток. С этой целью в срезы вносят антитела к исследуемому белку и вторичные антитела, конъюгированные с коллоидным золотом. При наблюдении срезов в электронном микроскопе скопления частиц коллоидного золота обозначают места присутствия исследуемого белка. В настоящей работе метод иммуноэлектронной микроскопии применен для локализации пептидазы DPP3 (DPP III). Этот фермент, обладающий двумя пептидазными активностями [1], обнаружен во многих тканях млекопитающих [2]. В ряде опухолей (рак молочной железы, рак яичников, рак прямой кишки) наблюдается повышенное содержание DPP3 [3-5]. Отмечено участие DPP3 в регуляции кровяного давления [6]. Пептидаза DPP3 способна удалять дипептид с N-конца [7] и трипептид с C-конца [1]. пептида-субстрата размером до 10 аминокислот. Роль DPP3 в жизнедеятельности нормальных или опухолевых клеток не установлена. На пути решения этой задачи локализация DPP3 в клетке является важным этапом. В литературе DPP3 упоминается как цитозольная пептидаза [8]. Однако этот фермент был выявлен в мембранной фракции [9]. Нами указанным выше методом изучено распределение DPP3 в мозге (кора больших полушарий) и в печени крысы. Использованы поликлональные антитела к DPP3 фирмы LSBio. Полученные данные (Рис. 1) свидетельствуют, что пептидаза DPP3 не распределена равномерно в цитозоле (цитоплазме), а локализована в определенных элементах ультраструктуры клетки. В первую очередь, DPP3 концентрируется в митохондриях, а также сосредоточены в отдельных участках плазматической мембраны. Полученные результаты открывают путь к раскрытию роли DPP3 в клеточном метаболизме.

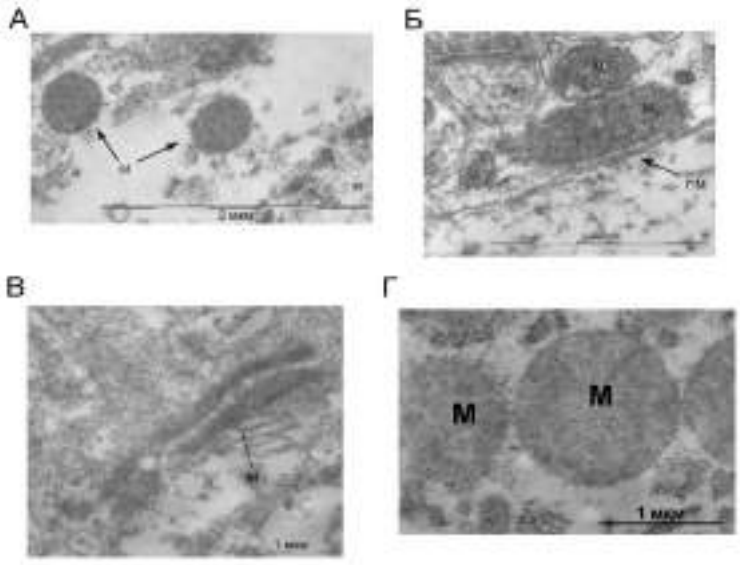


Рис.1. Локализация пептидазы DPP3 в митохондриях и отдельных участках плазматической мембраны нейронов и гепатоцитов крысы методом иммуноэлектронной микроскопии. Вторичные антитела конъюгированы с коллоидным золотом (размер частиц 10 нм). А, Б – мозг; кора больших полушарий. В – мозжечок. Г – печень. М – митохондрии, Я – ядро, ПМ – плазматическая мембрана

Авторы благодарны Д.С. Боголюбову, А.Л. Тимковскому и Ю.А. Скорику за содействие.

Список литературы:

[1] E.S. Kropotova, E.N. Pavlova, S.N. Naryzhny and M.I. Mosevitsky, *Biochem Biophys Res Commun.*, **Aug 6;616**, 110-114 (2022)
[2] M. Abramić, D. Schleuder, L. Dolovcak, W. Schroder, K. Strupat, D. Šagi, J. Peter-Katalinić and L. Vitale, *Biol. Chem.*,**381 (12)**,1233–1243 (2000)
[3] S. Simaga, D. Babic, M. Osmak, M. Sprem and M. Abramic, *Gynecol. Oncol.*,**91**, 194–200 (2003)
[4] K. Lu, A.L. Alcivar, J. Ma, T.K. Foo, S. Zywea, A. Mahdi, Y. Huo, T.W. Kensler, M.L. Gatza and B. Xia, *Cancer Res.*, **77**, 2881-2892 (2017)
[5] Y. Tong, Y. Huang, Y. Zhang, X. Zeng, M. Yan, Z. Xia and D. Lai, *Cell Death Dis.* **12(6)**, 529 (2021)
[6] X. Pang, A. Shimizu, S. Kurita, D.P. Zankov, K. Takeuchi, M. Yasuda-Yamahara, S. Kume, T. Ishida and H. Ogita, *Hypertension.*, **68**, 630-641 (2016)
[7] S.C. Prajapati and S.S. Chauhan, *FEBS J.*, **278**, 3256–3276 (2011)
[8] I. Ohkubo, Y.H. Li, T. Maeda, Y. Yamamoto, T. Yamane, P.G. Du and K. Nishi, *Biol. Chem.*, **Dec;380(12)**,1421-1430 (1999)
[9] P. Attri, D. Jodha, J. Singh and S. Dhanda, *Mol Biol Rep.*, **Oct;45(5)**, 973-986 (2018)

Анализ структуры гидрогеля наночастиц золота методами криогенной электронной микроскопии и томографии

Михуткин А.А.[1], Камышинский Р.А.[2], Кузнецов Н.М.[1], Лебедев-Степанов П.В.[2,3], Степко А.С.[2], Васильев А.Л.[1,2]

[1] Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия

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

[3] Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ, Москва, Россия

e-mail: Alex.Mikhutkin@gmail.com

Наноструктурированные покрытия, сформированные на основе упорядоченных микро- и наноматериалов, перспективны в различных областях науки и техники. В частности, в электронно-вакуумной технике необходимы однородные упорядоченные слои металлических наночастиц различного состава на подложках. Благодаря своим уникальным свойствам наночастицы золота используют в катализе, биологии и в синтезе полимерных нанокомпозитов. Для получения покрытий с необходимой микро- и наноструктурой важно понимание реологических свойств и структуры дисперсий, поэтому изучение процессов распределения и агломерации наночастиц в золях и гелях становится важной задачей. Полную информацию о таких системах можно получить только посредством восстановления микроструктуры жидкой (вязкой) фазы. Такую возможность дает использование криогенной электронной микроскопии [1]. В представленной работе для анализа трехмерной структурной организации гидрогеля наночастиц золота был использован метод криоэлектронной томографии (крио-ЭТ).

Методом дегидратации из раствора (переход “золь-гель”) получен гидрогель наночастиц золота, стабилизированных цитратным буфером. Крио-ПЭМ и крио-ЭТ исследования проводили с помощью просвечивающего электронного микроскопа Titan Krios 60-300 TEM/STEM (Thermo Fisher Scientific, США). Для обработки, реконструкции и анализа применяли программное обеспечение Avizo (Thermo Fisher Scientific, США).

В исследовании были получены крио-ПЭМ-изображения (рис. 1а) гидрогеля, и по данным крио-ЭТ [2] построена 3D-модель (рис. 1г). Таким образом было получено пространственное распределение наночастиц. Затем с использованием двух подходов был выполнен комплексный количественный анализ структуры гидрогеля как в 2D (рис. 1б, в), так и в 3D [2] (рис. 1д, е) приближениях. Получены данные о разделенных частицах (рис. 1б, д) и кластерах (рис. 1в, е), был рассчитан ряд параметров, характеризующих пространственное распределение, размеры, форму наночастиц и кластеров, в том числе объемы, диаметры частиц, расстояния между соседними частицами, количество ближайших частиц-соседей, количество частиц в каждом кластере, соотношение объемов/площадей отдельных частиц и кластеров [2].

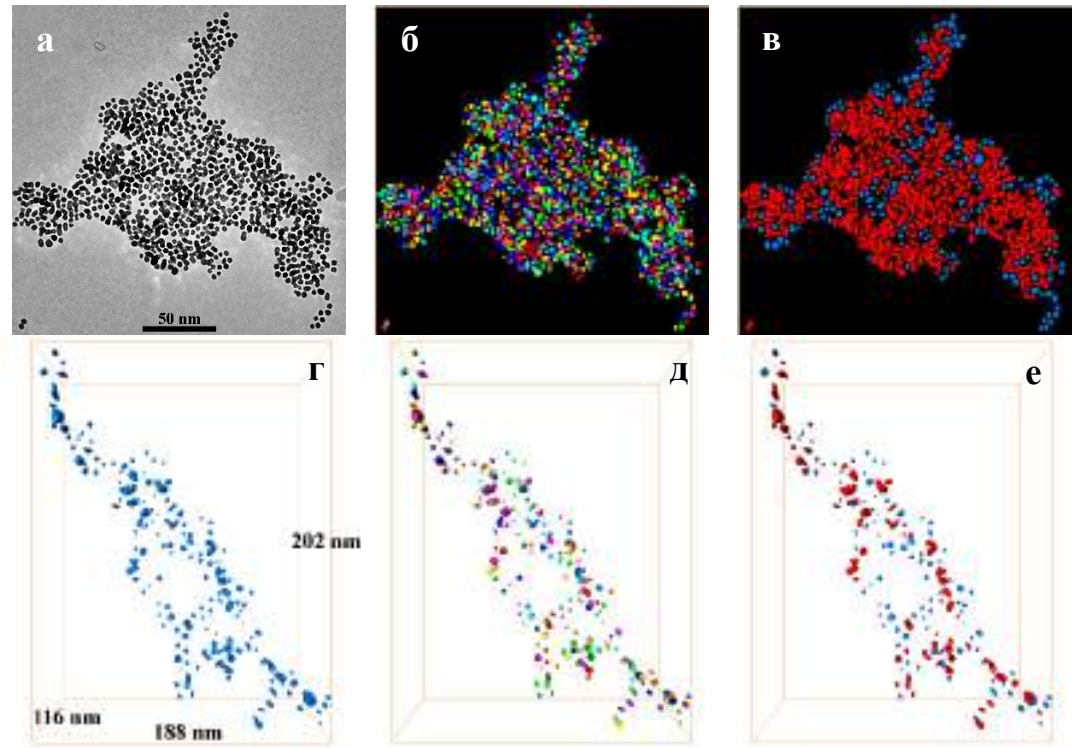


Рис. 1. Крио-ПЭМ и крио-ЭТ и анализ гидрогеля наночастиц золота: а – крио-ПЭМ-изображение; б – 2D-анализ разделенных частиц; в – кластеры и отдельные частицы в 2D (показаны двумя разными цветами – красным и синим, соответственно); г – 3D-модель по данным крио-ЭТ; д – 3D-анализ разделенных частиц; е – кластеры и отдельные частицы в 3D (показаны двумя разными цветами – красным и синим, соответственно).

Использование методов крио-ПЭМ и крио-ЭТ в сочетании со сложной многоэтапной обработкой, визуализацией и количественным анализом позволило получить расширенное представление о структуре гидрогеля наночастиц золота в нативном состоянии в 3D и комплексно численно охарактеризовать гидрогель. Показано, что используемые в исследовании методы открывают новые перспективы в исследовании коллоидных растворов и выявлении взаимосвязи структура–свойства.

Работа выполнена при частичной поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, а также при частичной поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 19-02-00937), и частичной поддержке НИЦ «Курчатовский институт».

Список литературы:

[1] N.M. Kuznetsov, S.I. Belousov, A.V. Bakirov et al., *Carbon*, **161**, 486 (2020).
[2] А.А. Михуткин, Р.А. Камышинский, Н.М. Кузнецов и др., *Российские Нанотехнологии*, **17**(3), 141 (2022).

Количественный анализ изменения морфологии биомедицинских матриксов при плазменной модификации методами РЭМ

Михуткин А.А.[1], Ястремский Е.В.[1,2], Пацаев Т.Д.[1], Антипова К.Г.[1], Шариков Р.В.[1], Шарикова Н.А.[1], Луканина К.И.[1], Григорьев Т.Е.[1], Васильев А.Л.[1,2]

[1] Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия
[2] Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия
e-mail: Alex.Mikhutkin@gmail.com

Важнейшую роль в тканевой инженерии играют адгезионные свойства матриксов, которые в основном зависят от химических и структурных особенностей их поверхности, а сама морфология внеклеточных матриксов является определяющей для роста и развития клеток с последующим формированием ткани. Поэтому разработка искусственных внеклеточных матриксов из биополимерных материалов с оптимальными характеристиками для клеточной активности имеет большое значение для регенеративной медицины.

В качестве искусственных внеклеточных матриксов могут применятся различные типы биополимерных материалов – пленки, губки и нетканые (волокнистые) материалы. Для оптимизации микроструктуры поверхности данных материалов в целях улучшения взаимодействия с клетками предлагается изменение их шероховатости путём плазменной обработки.

В настоящей работе исследовано влияние плазменной обработки полилактидных матриксов различных типов – пленок, губок, волокнистых нетканых материалов – на их морфологию, а также гидрофильность поверхности. Образцы полимерных материалов обрабатывались плазмой в установке PELCO easiGlow (Ted Pella, США) (продолжительность обработки 30 и 60 минут) и сравнивались с контрольными (необработанными) образцами. Определение морфологических особенностей матриксов проводилось методами растровой электронной микроскопии (РЭМ). Изображения были получены в РЭМ Versa 3D DualBeam и Helios NanoLab (Thermo Fisher Scientific, США).

Полученные в ходе исследования РЭМ-изображения позволили увидеть эволюцию морфологии полимерных матриксов вследствие плазменной обработки (образование поверхностного рельефа), однако для численной оценки данных изменений потребовалось применить специальный метод трехмерной реконструкции поверхности по двум изображениям с РЭМ (стереопаре) на базе стереофотограмметрического подхода [1]. Трехмерная реконструкция производилась с помощью ПО Alicona MeX (Bruker Alicona, Австрия). В результате были получены полноценные трехмерные модели поверхностей образцов (рис. 1), что позволило подсчитать ряд количественных характеристик, характеризующих изменение рельефа (шероховатости) и реальной площади поверхности при ее модификации плазмой, включая высоты рельефа, среднее

квадратичное отклонение *Sq*, наибольшую высоту неровностей *Sz*, отношение реальной площади поверхности рельефа к площади проекции области R_S, и сравнить их для модифицированных и контрольных образцов [2].

Для подтверждения результатов проводились также измерения удельной площади поверхности методом БЭТ (метод Брунауэра, Эммета и Теллера [3]) на анализаторе удельной поверхности и пористости Autosorb iQ (Quantachrome Instruments, США).

Кроме этого, методом РЭМ в условиях естественной среды (ЕРЭМ) исследована смачиваемость поверхности при модификации плазмой.

Полученные в работе результаты свидетельствуют о том, что обработка плазмой способствует образованию рельефа на поверхностях матриксов всех рассматриваемых типов (пленок, губок и нетканых материалов), существенно увеличивая шероховатость, причем параметрами модификации возможно управлять, изменяя время воздействия плазмы на образцы. Такое изменение рельефа поверхности полимерных матриксов улучшает их гидрофильность, не оказывая существенного влияния на другие характеристики.

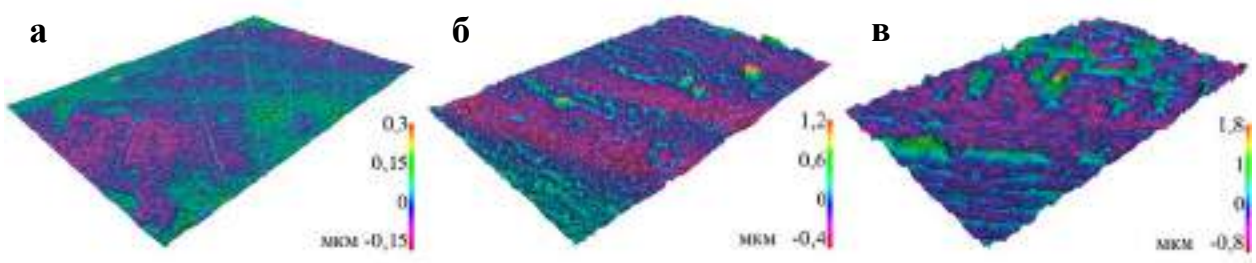


Рис. 1. Трехмерные модели поверхностей образцов пленок: необработанной (а) и после обработки плазмой – в течение 30 мин (б) и в течение 60 мин (в). [2]

Работа была проведена при финансовой поддержке РНФ (грант № 21-13-00321 "Деформационное поведение биоразлагаемых матриксов различного типа при механических нагрузках").

Список литературы:

[1] А.А. Михуткин, А.Л. Васильев, *Кристаллография*, **59**(6), 999 (2014).
[2] Е.В. Ястремский, Т.Д. Пацаев, А.А. Михуткин и др., *Кристаллография*, **67(**3), 451 (2022).
[3] С. Брунауэр, *Адсорбция газов и паров*, Издатинлит, Москва (1948).

Исследование влияния ибупрофена на связывание человеческого сывороточного альбумина с β-амилоидным пептидом

Мачулин А.В.[1], Немашкалова Е.Л.[2], Литус Е.А.[2]

[1] ФГБУН ФИЦ «Пущинский научный центр биологических исследований РАН», Институт биохимии и физиологии микроорганизмов им. Г.К. Скрябина, 142290 Пущино, Московская область
[2]ФГБУН ФИЦ «Пущинский научный центр биологических исследований РАН», Институт биологического приборостроения, 142290 Пущино, Московская область
e-mail: and.machul@gmail.com

Человеческий сывороточный альбумин (ЧСА) является природным буфером амилоидного β-пептида (Аβ), главного фактора развития болезни Альцгеймера (БА) [1]. Одним из перспективных подходов к терапии БА является содействие выведению Аβ из центральной нервной системы путем воздействия на человеческий сывороточный альбумин (ЧСА), являющийся природным «депо» Аβ. Этот подход может быть реализован за счет увеличения сродства ЧСА к Аβ путем воздействия лигандов ЧСА [2]. Ибупрофен (IBU), являющийся лигандом ЧСА − безрецептурный нестероидный противовоспалительный препарат, широко используемый для облегчения боли, лихорадки и воспаления. Эпидемиологические исследования показывают, что длительный прием IBU снижает риск развития БА [3].

Для исследования влияния IBU на связывание ЧСА с Аβ было проведено изучение кинетики процесса образования фибрилл Аβ (флуоресцентный тест с тиофлавином Т, ThT) и электронно-микроскопическое исследование (трансмиссионная электронная микроскопия, ТЭМ) образцов фибрилл рекомбинантного человеческого Аβ40 дикого типа, полученных в присутствии ЧСА и/или IBU (Рис.1,2). Кинетику роста фибрилл Аβ40 отслеживали по изменению интенсивности флуоресценции ThT (10 мкМ) с помощью планшетного ридера Synergy H1 (BioTek, США). Для описания данных использовали: величину максимальной интенсивности флуоресценции (I_{max}), длительность лаг фазы (lag) и эффективную константу скорости фибриллообразования (k_{app}). Присутствие ЧСА (2 мкМ)/IBU (20 мкМ) не вызывало статистически значимого снижения величины I_{max} по сравнению с таковой для фибрилл Аβ40 в отсутствие ЧСА/IBU, но приводило к изменению величины lag: увеличению на 80% для ЧСА и уменьшению на 50% для IBU. Комбинация ЧСА с IBU приводила к снижению величины I_{max} в 2,5 раза, росту lag на 40% и снижению величины k_{app} на 17%. Полученные образцы фибрилл Аβ40 исследовали с помощью трансмиссионного электронного микроскопа Tecnai G2 Spirit Bio (TWIN) (FEI Company, Чехия) (120 кэВ), оснащенного ПЗС-камерой высокого разрешения ORIUS SC 1000B (Gatan, Inc., США) в Государственном научном центре прикладной биотехнологии и микробиологии, Оболенск, Московская область, Россия.

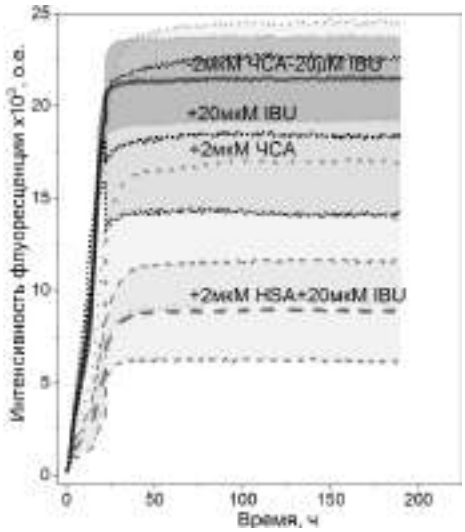


Рис.1. Кинетика образования фибрилл Aβ40 в присутствии /отсутствие ЧСА и IBU.

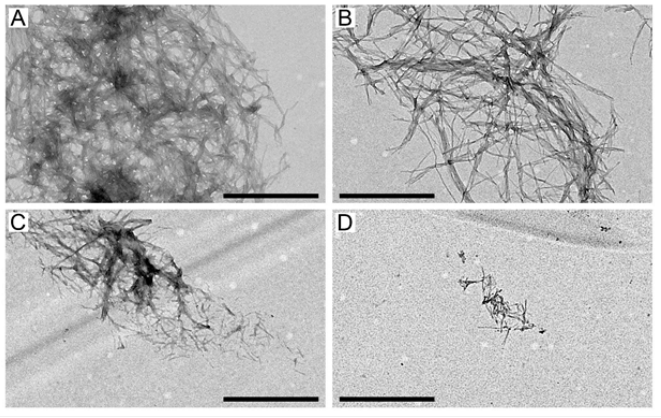


Рис.2. Микрофотографии, полученные методом ТЭМ. Фибриллы Aβ40 без добавок (панель A), в присутствии IBU (панель B)/ЧСА (панель C)/ЧСА и IBU (панель D). Бар составляет 1 мкм.

В образце Aβ40 была обнаружена плотная сетка переплетенных зрелых фибрилл длиной до нескольких микрометров в длину. Фибрилляция в присутствии IBU приводит к образованию фибрилл с измененной морфологией: волокна имеют более «четкую» структуру. Присутствие ЧСА предотвращает образование длинных волокон, процесс фибрилляции заметно подавляется. Совместное использование ЧСА и IBU приводит к исчезновению зрелых волокон. В целом, данные ТЭМ соотносятся с данными тестов с ThT и свидетельствуют о подавляющем воздействии ЧСА и его комбинации с IBU на фибрилляцию Aβ40.

Таким образом, полученные данные демонстрируют, что IBU усиливает способность ЧСА ингибировать процесс образования фибрилл Aβ40, что согласуется с результатами эпидемиологических исследований.

Данная работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, грант № 20-74-10072 (Литус Е.А.).

Список литературы:

[1] A. Roda, G. Serra-Mir, L. Montoliu-Gaya, L. Tiessler, and S. Villegas, *Neural Regen Res,* **17**, 1666 (2022)

[2] E. Litus, A. Kazakov, E. Deryusheva, E. Nemashkalova, M. Shevelyova, A. Nazipova, M. Permyakova, E. Raznikova, V. Uversky, and S. Permyakov, *International Journal of Molecular Sciences*, **22**, 5896 (2021).

[3] Vlad, S. Miller, D. Kowall, N. Felson, D. Protective effects of NSAIDs on the development of Alzheimer disease. *Neurology,* **70**, 1672 (2008).

Атипичные нейроны с высокой плотностью расположения дефектных шипиков в популяции нейронов с 69 CAG повторами в гене хантингтина

Сульдина Л.А.[1], Морозова К.Н.[1,2], Маланханова Т.Б. [1], Киселева Е.В. [1]

[1]Институт Цитологии и генетики СО РАН, Новосибирск, Россия
[2]Новосибирский государственный университет, Новосибирск, Россия

e-mail: suldina@bionet.nsc.ru

Болезнь Хантингтона – наследственное нейродегенеративное заболевание, вызванное увеличением числа CAG повторов (более 35) в гене *Htt*, что приводит к удлинению полиглутаминового тракта в белке хантингтина и способствует формированию агрегатов [1]. Нами ранее были выявлены существенные нарушения в строении трансгенных мутантных нейронов, дифференцированых из ИПСК со встройкой 69CAG повторов в ген хантингтина [2]. В популяции этих нейронов помимо клеток с типичными короткими шипиками на дендритах (Рис.1. а), впервые были обнаружены атипичные клетки с патологически удлиненными и аномально разветвленными или слипшимися шипиками (Рис.1. б).

Целью настоящей работы был сравнительный анализ длины шипиков, а также плотности их распределения на дендритах нейронов в составе 4-х клеточных культур: 2-х контрольных с низким числом (23) CAG повторов (линии *iMA1L, r2Lf*) (тип I) и 2-х трансгенных с высоким числом (69) CAG повторов (линии*69Q-9T и 69Q-25L*), имеющих типичные по морфологии шипики (тип II), либо удлиненные и аномальные по морфологии шипики (тип III). Согласно проведенному морфометрическому анализу электронномикроскопических изображений с использованием программы ImageJ, (https://imagej.nih.gov/ij/), средняя длина и плотность расположения шипиков типа I на дендритах нейронов в контрольных культурах составляли соответственно 3 мкм, и 3 шипика на 10 мкм. Длина шипиков типа II в мутантных нейронах составляла в среднем 2,5 мкм, а плотность их расположения на дендритах была снижена по сравнению с контрольными в 1.5 раза и составляла 2 на 10 мкм. Это согласуется с данными о снижении плотности распределения шипиков на дендритах нейронов при нейродегенеративных заболеваниях [3]. Длина шипиков в мутантных аномальных нейронах типа III варьировала от 4,7 мкм до 6,2 мкм, а плотность их расположения была увеличена в 2,5 раза по сравнению с контрольными клетками. Деформация шипиков в атипичных нейронах, возможно, связана с нарушением в них функции цитоскелета при накоплении Ca^{2+}, поступающего из внутриклеточного депо, что характерно для болезни Хантингтона [4], либо с увеличенной полимеризацией актина, вызывающей увеличение длины шипиков [5]. Появление атипичных нейронов

может отражать прогрессирующее развитие болезни Хантингтона, коррелирующее с увеличением числа CAG повторов в гене *Htt*.

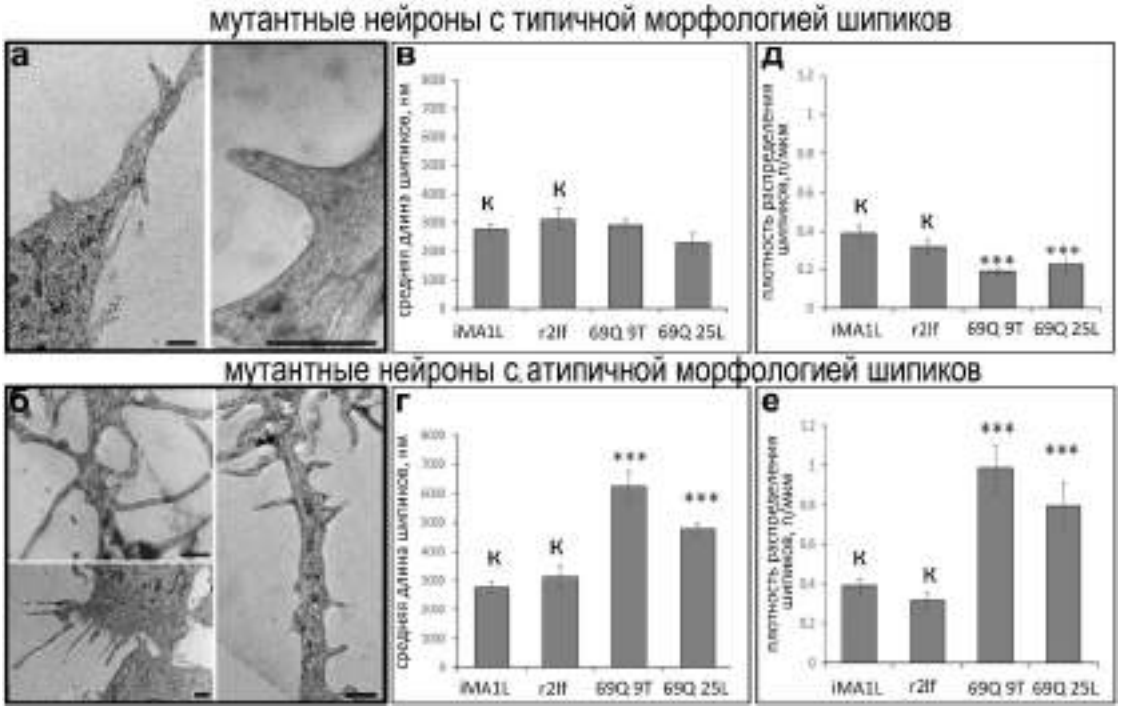


*Рис.1. Морфометрический анализ длины и плотности распределения шипиков на дендритах нейронов в 4х линиях нейронов (к- iMA1L и r2Lf ; 69 CAG повторов - 69Q-9T и 69Q-25L) а, б – шипики с нормальной и атипичной морфологией; в, г – длина шипиков с нормальной и атипичной морфологией; д,е –плотность распределения шипиков с нормальной и атипичной морфологией. Масштабный отрезок 1 мкм. * p<0,05, ** p<0,01, *** p<0,001*

Данная работа была поддержана бюджетным проектом FWNR-2022-0015 ФИЦ ИЦиГ СО РАН.

Список литературы:

[1] P. Nopoulos, *Dialogues in clinical neuroscience?* **18**, 91-98 (2016).

[2] T. Malankhanova, L. Suldina, E. Grigor'eva, S. Medvedev, J. Minina, K. Morozova, ... and A. Malakhova, *Journal of personalized medicine*, **10(4)**, 215 (2020).

[3] S.J. Bulley, C.J. Drew and A.J., *Journal of Huntington's Disease*, ***1*(2)**, 267-273. (2012).

[4] E. Pchitskaya, A. Rakovskaya, M. Chigray and I. Bezprozvanny, *International journal of molecular sciences*, **23(4)**, 2274 (2022).

[5] B.G. Burnett, J. Andrews, S. Ranganathan, K.H. Fischbeck, and N.A. Di Prospero, *Neurobiology of disease*, **30(3)**, 365-374 (2008).

Изучение морфологии поверхности штаммов *E.coli*, как подход к предсказанию адсорбции лекарственных препаратов на бактериальные клетки

Тычинина А.С.[1], Скуредина А.А.[1], Голышев С.А.[1,2], Копнова Т.Ю.[1], Якупова Л.Р.[1], Белогурова Н.Г.[1], Кудряшова Е.В.[1]

[1]Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, Химический факультет, г. Москва ул. Ленинские Горы, д. 1, стр. 11Б
[2]Научно-исследовательский институт физико-химической биологии имени А.Н. Белозерского, МГУ, г. Москва, Ленинские Горы, д. 1, стр. 40
e-mail: tychinina.a@yandex.ru

Для изучения антибактериальной активности лекарственных форм используют различные грамположительные и грамотрицательные бактерии. Среди всех микроорганизмов наиболее часто используется *Escherichia coli.* Штаммы *E.coli* различаются не только особенностями биохимических реакций метаболизма, но также и морфологией клеточной стенки [1]. Различия в морфологии поверхности может оказывать влияние на адсорбцию лекарственных форм, и как следствие изменять антибактериальную активность препаратов.

Изучена адсорбция антибактериального лекарства левофлоксацина (ЛВ), а также его комплекса с носителем сульфобутиловым эфиром β-циклодекстрина, на бактериях *E.coli* MH 1, *E. coli* JM 109 и *E. coli* ATCC 25922. ЛВ является антибактериальным препаратом широкого спектра действия [2], который используется в терапии различных заболеваний, в том числе и тяжелых инфекций дыхательных путей, возникших на фоне COVID-19.

Установлено, что адсорбция ЛВ в диапазоне концентраций 20-200 мкг/мл в 1,2 и 2 раза выше для штаммов *E. coli* JM 109 и *E. coli* ATCC 25922 соответственно по сравнению со штаммом *E. coli* MH1. Кроме того, для комплекса ЛВ-носитель наблюдается аналогичная тенденция, однако усиление адсорбции ЛВ в 1,5 и 3 раза соответственно.

Для изучения влияния морфологии поверхности бактерий на адсорбцию лекарственного препарата в данной работе бактериальные клетки исследовали методом ТЕМ, который является высокоинформативным методом анализа структуры и состояния клеток.

На рисунке показаны микрофотографии клеток исследуемых штаммов *E. coli*. Обнаружено, что для всех трех штаммов *E. coli* характерны примерно одинаковые размеры клеток, а также наблюдается наличие жгутиков (несколько штук на одну бактериальную клетку) длинной примерно до 4 мкм.

Также установлено, что штаммы *E. coli* ATCC 25922 и *E. coli* JM 109 имеют на всей своей поверхности белковые выросты пили (фимбрии), что не характерно для штамма *E. coli* MH1. Длина пилей для штамма *E. coli* JM 109 составляет порядка 0,3 – 1 мкм. По визуальной оценке, *E. coli* ATCC 25922 характеризуется

более тонкими и короткими фимбриями, но их количество гораздо больше в сравнении со штаммом *E. coli* JM 109.

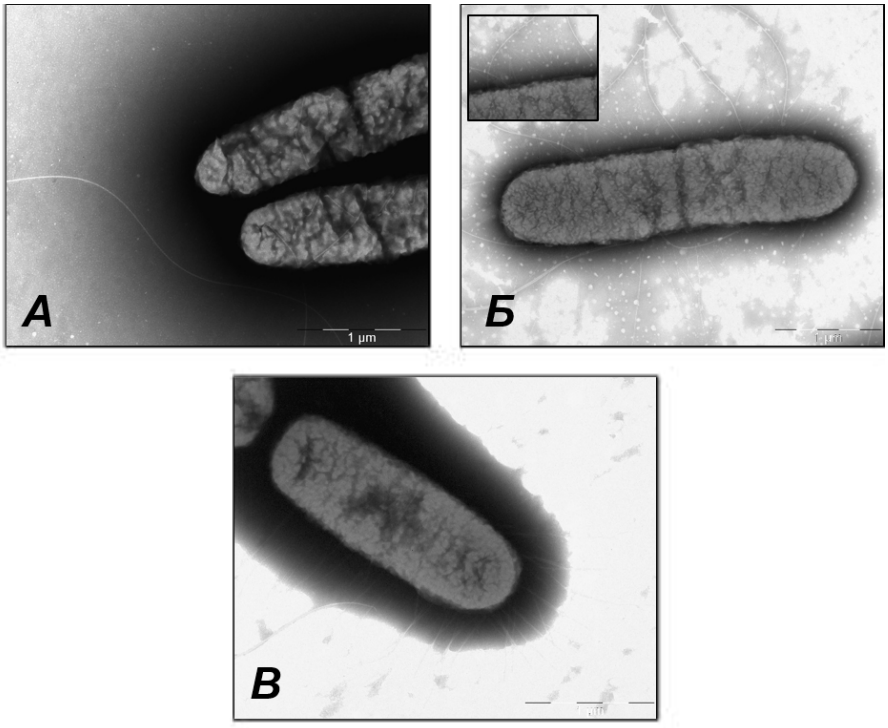


Рис. Микрофотографии поверхности бактерий Escherichia coli MH1 (А), JM109 (Б), ATCC 25922 (В). Масштабные отрезки – 1 мкм.

На основании результатов исследования эффективности адсорбции лекарственных форм ЛВ и морфологии поверхности *E.coli* можно сделать вывод, что фимбрии усиливают адсорбцию как самого ЛВ, так и его комплексов с носителем. Усиление адсорбции лекарства может способствовать увеличению его локальной концентрации и, как следствие, усиливать антибактериальную активность препарата.

Полученные результаты важны при разработке новых лекарственных форм и предсказания изменения их антибактериального действия.

Данная работа выполнена с использованием ИК-Фурье спектрометра Tensor 27 Bruker и спектрометра кругового дихроизма Jasco J-815 при поддержке Программы развития МГУ и оборудования, приобретенного в рамках Программы развития МГУ ПНР 5.13.

Список литературы:

[1] Y. Chao, T. Zhang, *Langmuir*, **Volume 27**, 11545-11553 (2011).
[2] H.A.A. Ezelarab et. al., *Archiv der Pharmazie*, **Volume 351**, 1-13 (2018).

Обусловленные возрастом преобразования структуры митохондриального аппарата скелетной мышцы человека

Бакеева Л.Е.[1], Вайс В.Б.[1], Вангели И.М.[1], Эльдаров Ч.М.[1], Ефименко А.Ю.[2], Попов Д.В.[3], Виговский М.А.[2]

[1]НИИ физико-химической биологии им. А.Н. Белозерского, МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва
[2]Институт регенеративной медицины, Медицинский научно-образовательный центр, МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва
[3]ФГБУН ГНЦ РФ Институт медико-биологических проблем РАН, Москва
e-mail: bakeeva@genebee.msu.ru

Как известно, механизм старения организма и развития возраст-зависимых патологий являются одними из ключевых проблем биологии.

Изучение процессов старения невозможно без исследования ультраструктуры митохондрий, что приводит в настоящее время к радикальному изменению наших представлений об особенностях ультраструктуры, закономерностях и механизмах ультраструктурных перестроек митохондрий. Обусловленные возрастом перестройки ультраструктуры митохондрий в литературе известны в меньшей степени, чем функциональные. Если в настоящее время является общепризнанным ключевое значение возрастной митохондриальной дисфункции в развитии саркопении, то данные об ультраструктуре митохондриального аппарата чрезвычайно противоречивы. Основным методом, используемым во множестве публикаций о возрастных изменениях структуры митохондриального аппарата, является морфометрический ультраструктурный анализ, не подкрепленный детальным рассмотрением ультраструктурных параметров митохондриального аппарата. Так, на биопсийном материале скелетной мышцы пожилых людей (69-70 лет) показано снижение числа митохондрий в субсарколеммальной области [1] и межфибриллярных митохондрий [2]. При этом, значительного влияния возраста на размер митохондрий в межфибриллярных или субсарколеммальных областях мышечных волокон скелетной мышцы авторами не было обнаружено. Среди огромного числа работ, посвященных структурной и функциональной организации митохондрий при старении, всегда можно найти работы, результаты которых не соответствуют рассматриваемым в литературе представлениям о возраст-зависимых изменениях ультраструктуры митохондрий.

Мы провели сравнительное исследование ультраструктуры митохондриального аппарата скелетной мышцы пациентов в возрасте 68 лет - 81 года и молодых людей 25-28 лет. Оказалось, что с возрастом происходит значительная перестройка как пространственной организации митохондриального аппарата, так и внутренней ультраструктуры митохондрий скелетной мышцы. С возрастом в субсарколлемальной области формируются

огромные скопления мелких митохондрий удлиненной формы с незначительным количеством хаотично расположенных крист и электронно-прозрачным матриксом. Межфибриллярные митохондрии также характеризуются электронно-прозрачным матриксом и произвольно расположенными редкими кристами. В литературе эти изменения рассматривают как пролиферацию, структурную реакцию ткани на дисфункцию митохондрий при старении.

У молодых людей структура митохондриального аппарата соответствует классическим представлениям как об общей организации структуры митохондриальной популяции, так и об особенностях внутренней ультраструктуры митохондрий. В субсарколеммальной зоне располагаются крупные митохондрии округлой формы с удлиненными выростами, которые, как известно по литературным данным, входят в межфибриллярную область, составляя единую систему митохондриального ретикулума скелетной мышцы. Митохондрии имели хорошо выраженный электронно-плотный матрикс, значительное количество плотно упакованных крист.

Полученные данные хорошо согласуются с хорошо изученными в настоящее время метаболическими процессами, развивающимися с возрастом и проводящие к постепенному ослаблению мышечной функции, что связывают прежде всего с функциональными характеристиками митохондрий.

Данная работа была поддержана Российским научным фондом (грант 21-15-00405), государственным заданием МГУ им. М.В. Ломоносова и выполнена с использованием оборудования, полученного в рамках программы развития МГУ им. М.В. Ломоносова.

Список литературы:

[1] J. D. Crane, M.C. Devries, A. Safdar et al., *The Journals of Gerontology.* **65(A).** 119–128 (2010).

[2] J. Orlander, K. Kiessling, L. Larsson et al., *Acta Physiol Scand.* **104.** 249-261 (1978).

Особенности третичной структуры и строения активного центра гипертермофильной бета-галактозидазы из археи *Desulfurococcus amyloliticus*

Пичкур Е.Б.[1], Киль Ю.В.[2], Сергеев В.Р.[2,3], Коневега А.Л. [1,2], Самыгина В.Р. [1,4], Рычков Г.Н. [2,3]

[1]Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва
[2]Петербургский институт ядерной физики НИЦ «Курчатовский институт», Гатчина
[3]Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург
[4]Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва
e-mail: Rychkov_GN@pnpi.nrcki.ru

Выявление новых β-галактозидаз, характеризующихся особыми экстремофильными свойствами, представляет большой интерес как для выяснения каталитического механизма реакций высокотемпературного расщепления и синтеза β-D-гликозидной связи, так и для промышленного применения этих реакций в технологических процессах производства низколактозных молочных продуктов, глюкозо-галактозных сиропов и синтеза различных типов галактоолигосахаридов, являющихся пребиотиками. Ранее мы показали, что клонированная нами новая β-Галактозидаза (EC 3.2.1.23) из гипертермофильной археи *Desulfurococcus amyloliticus*, DaβGal, представляет собой гомодимер [1] и катализирует реакцию расщепления β-O-гликозидной связи в лактозе и в синтетических β-D-галактозидах (паранитрофенилфукозиде, пНФФук и паранитрофенилгалактозиде, пНФГал) [2].

На текущем этапе исследования методами криоэлектронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа установили атомарную структуру DaβGal.

Набор данных для образца DaβGal в насыщающем растворе β-D-галактопиранозы провели на микроскопе Titan Krios (Thermo-Fisher, США), оснащенном прямым детектором электронов Falcon II с использованием ускоряющего напряжении 300 кВ. После предварительной подготовки в *Warp* изображения обработали с помощью *CryoSPARC* и *Relion 3.0*. Итоговый подкласс изображений использовали для трехмерной реконструкции с учётом осевой симметрии 2-го порядка (C2). Атомная модель была построена *de novo* с использованием программных пакетов *Coot* и *Phenix*. Плотность молекулы галактозы в активном центре обнаружить не удалось. Разрешение структуры составило 2.84Å.

Набор дифракционных данных с кристалла DaβGal получен при 100 K с использованием синхротронного излучения (ESRF, Гренобль, Франция). Структура решена при разрешении 2,15 Å методом молекулярного замещения., В качестве начальной модели была использована структура криоЭМ.

Часть отсутствующей в модели структурной информации восстановлена с помощью методов молекулярного моделирования в программе *ICM Pro*, в частности, достроили петлю между остатками E739 и E746, добавили N-

концевые остатки L973-T975, замкнули дисульфидные связи между остатками цистеина 5-32, 333-357, 483-485, 527-567 и рассчитали зарядовое состояние аминокислотных остатков димера при pH 6.0, используя алгоритм proPka [3]

Сравнение третичной структуры DaβGal с бета-галактозидазой гриба *Trichoderma reesei* (TrβGal, PDB code 3ogr) показало, что в отличие от последнего, каталитический домен окружают 6, а не 5 доменов, имеющих топологию бэта-сэндвичей. Полипептидная цепь дважды в прямом и обратном направлениях насквозь пронизывает домены 4, 5, 6, таким образом общий ход цепи через домены можно представить, как 1-2-3-4-5-6-7-6-5-4. Также существенные отличия наблюдаются и в структурной организации активных центров этих ферментов. Каталитическими остатками DaβGal являются E149 (кислотно-основный) и E221 (нуклеофильный). Необходимо отметить присутствие в активном центре DaβGal остатка C91, обуславливающего чувствительность фермента к ионам меди.

Возможные варианты связывания лактозы и двух синтетических сахаридов пНФГал и пНФФук исследовали методом молекулярного докинга с помощью ICM Pro с последующем уточнением структуры комплекса методом молекулярной динамики с явным учётом растворителя, проведённом в пакете программ Amber18. Исходя из результатов молекулярного моделирования, можно предположить, что экспериментально наблюдаемое увеличение активность DaβGal в отношении пНФФук в сравнении с пНФГал связано с присутствием в активном центре DaβGal гидрофобного остатка F287, взаимодействующего с метильной группой атома C6 пНФФук, в то время как в TrβGal на его месте находится остаток Y287, способный образовывать дополнительную водородную связь с гидроксильной группой при атоме C6 галактозы.

Работа поддержана Российским научным фондом (грант № 19-74-20146) в части выделения и очистки белка и получения структуры методом криоЭМ. Кристаллическая структура белка получена в рамках тематического плана НИЦ "Курчатовский Институт".

Список литературы:

[1] A.A. Cheblokov, E.B. Pichkur, Y.V. Kil, V.R. Sergeev, and G.N. Rychkov, *International Journal of Biomedicine*, **9(S1)**, 36-37 (2019).

[2] В.Р. Сергеев, Н.И. Горбунов, Ю.В. Киль, Г.Н. Рычков. *Материалы Школы-конференции «Генетика микроорганизмов: от геномики к биоэкономике», Биотехнология,* С. 77 (2018).

[3] G. Martínez-Rosell, T. Giorgino, and G. De Fabritiis, *Journal of Chemical Information and Modeling*, **57(7)**, 1511-1516, (2017).

RNA Charging Effect Registration under the SEM Electron Beam: Novel Multi-Angle Techniques based on Vectorscopes or Waveform Monitors

Gradov O.V.[1], Gradova M.A. [1], Maklakova I.A.[1,2], Alexandrov P.L.[3,4], Ratnovskaya A.V.[5]

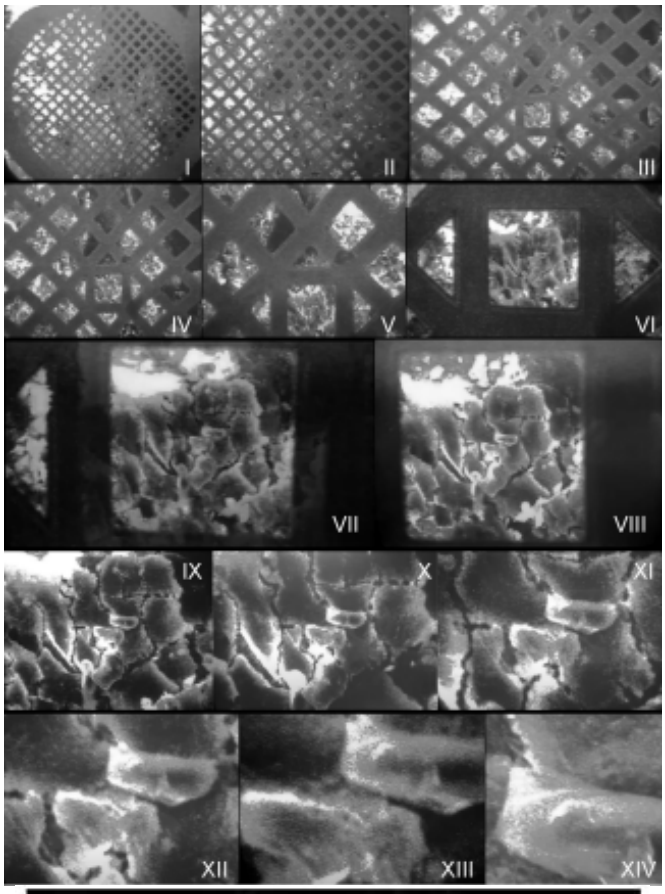
[1]N.N. Semenov Federal Research Center for Chemical Physics of the Russian Academy of Sciences
[2] N.M. Emanuel Institute of Biochemical Physics of the Russian Academy of Sciences
[3]Shemyakin-Ovchinnikov Institute of Bioorganic Chemistry, Russian Academy of Sciences (IBCh RAS)
[4]Institute of Higher Nervous Activity and Neurophysiology of RAS
[5]Moscow State University, Faculty of Biology
e-mail: o.v.gradov@gmail.com

SEM studies of RNA were carried out using JEOL JSM-T330 electron microscope with a waveform monitor connected to its BNC connector, allowing to control the charging of the dielectric surface and to observe the charge waves on the sample surface. Solid state RNA samples were studied on a formvar-covered 200 mesh copper grid, and magnification was adjusted until a single structural unit appeared in the field of view, so that the charge propagation could be observed on it. Charging of this sample fragment was recorded in the waveform monitoring mode in the survey mode (registration of the bursts and charging waves on the granule as a whole) and in the high-resolution mode (tracking the shape of single waves).

At the magnification allowing to see a single granule (Fig. 1), oscillograms (from a waveform monitor) of its individual fragments were recorded before and after granule overcharging at different magnifications (Fig. 2). It was shown that in some cases the entire edge area of the sample is charged under the electron beam, while in other cases the charge is located in an isolated dielectric point of the sample, which was initially in the valley. The latter suggests applicability of a "capacitor charging-discharging" mechanism in this case with the electric double layer of the RNA particle operating as a capacitor. To confirm this assumption it is necessary to measure the discharge time constant: in contrast to the spatially distributed lateral charge-discharge phenomenon with the lifetime longer than the exposure time by one frame in the TV mode and also longer than the scanning time of the individual lines, which are used to produce the integral oscillogram, the discharge of a single particle, as a rule, is a rather fast pulsed process, the times of which are significantly less than the exposure time per frame in the TV-mode or comparable to the scanning time of several lines.

The studies of the charge behavior (standing waves and traveling waves) on the surface of the RNA granules in a high-resolution waveform monitoring mode revealed the nonstationarity of the charge distribution. In some dissections, the amplitude of the charge "lighting/flashing" is much greater than in others, and variability of the spatial amplitude in such cases is also higher. Thus, it is shown that there are predominant directions of the charge propagation. This indicates a certain order in the matter arrangement within the granule, which favors "commutation" along the given equivalent circuit, depending on the orientation (there is a similar phenomenon in the theory of phased arrays and the theory of multiangle direction finding. The above

results suggest that it is possible: a) to consider the surface of the RNA granules as an "electrophysical signal modulator"; b) to select low-frequency and high-frequency regions in the signal propagation, revealing the contribution of the structures of various scales to the “modulation” and the final signal of the “black box” of the RNA granule, which we record in the high-resolution waveform monitoring mode. The last problem after the stigmator, adjustment can be effectively solved. In this case, the texture envelopes, which, by definition, do not depend on the local fluctuations or changes of the charge displaying only the profile of the granule structure and cannot be improved in resolution when analyzing higher-frequency modulation, remain stable and not fully resolved. Frequency discrimination is the optimal tool for detecting modulation by the surface of the charged substance of the propagated charge / signal, including at different orientation azimuths of detection [1]. The revealed results can help in the analysis of the mechanisms of electrostatic self-assembly of RNA-containing microstructures on physically anisotropic surfaces during abiogenesis and (physico-)chemical evolution [2].



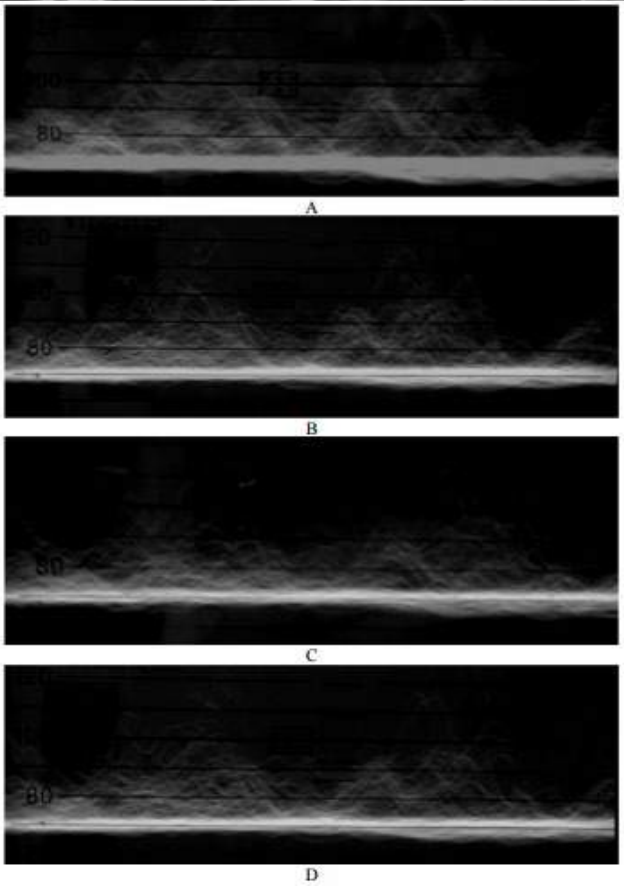


Fig. 1: SEM visualization of RNA granules. Fig. 2: Charging of the singular granules.

Список литературы:

[1] O.V. Gradov, I.A. Maklakova, M.A. Gradova, A.I. Sergeev, and Yu.K. Naganovskiy, *Materials Science Forum*, **1037**, 84–104 (2021).

[2] M.A. Gradova, O.V. Gradov, Yu.K. Naganovskiy, and A.I. Sergeev, *Viva Origino (Japan)*, **48**, 1–6 (2020).

Детализация β-амилоидов, формируемых инфекционным прионом при болезни Крейтцфельдта-Якоба

Асташонок А.Н.

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

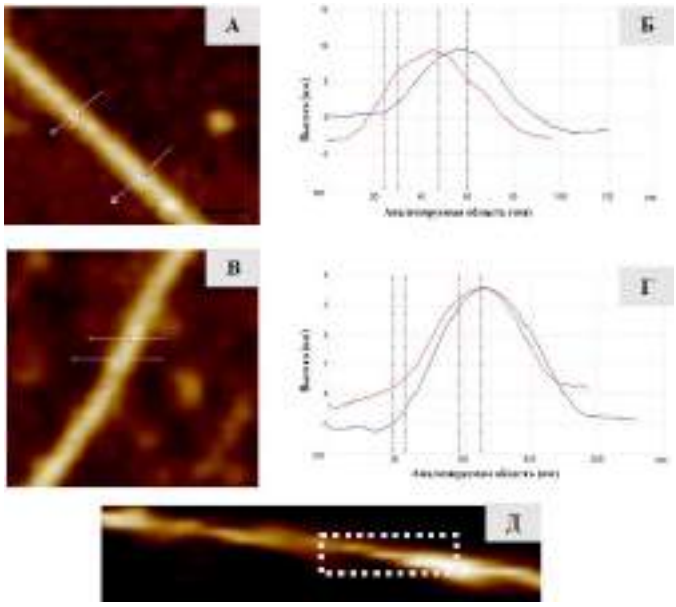
Прионные заболевания считаются особым классом болезней человека и животных, связанных с избыточным синтезом в ткани ЦНС агрегатов β-складчатого приона, именуемого PrP_{Sc}, PrP_d или PrP_{27-30}, устойчивого к действию протеолитических ферментов [1]. Большинство исследований по изучению структурной организации прионов выполнены на безопасных для экспериментаторов рекомбинантных вариантах белка PrP. Имеются ли различия в организации различных агрегированных форм прионов, выделенных при болезни Крейтцфельдта-Якоба (БКЯ) остается неизученным.

Цель работы: выделить из ткани ЦНС разноразмерные прионные (PrP_d) β- амилоиды и дать их наноскопическую характеристику.

Материалы и методы. В работе использовали инфекционные образцы мозговой ткани 3 умерших с подтвержденным патологоанатомически и вирусологически диагнозом БКЯ (УЗ «Городское клиническое патологоанатомическое бюро» г. Минска). Для воспроизведения БКЯ использовали инбредных мышей линии C57Bl/6. Для выделения патологических белков использовали метод [2].

Атомно-силовая микроскопия (АСМ). Использовали тейпинговые микрозонды (константа жесткости – 3 Н/м, резонансная частота – 60 кГц, радиус – <10 нм). Топографические изображения различных патологических белковых структур (шаг разведения 10^{-2}-10^{-3}), нанесенных слюдяную поверхность, получали на микроскопе Nanoscope IIId MultiMode (Bruker, США), оборудованном J-сканером.

Результаты. С использованием АСМ исследовали более композиционно сложные структуры, формируемые прионом PrP_d (рисунок 1). Установлено, что высота β-амилоидной фибриллы при анализе микропрофилей сечения, проведенных в различных участках поверхности, соответствовала значениям 10±1,7 нм. Параметр ширины при этом не превышал среднего диапазона 25-27 нм.



А,В – 2D-топограммы амилоидных фибрилл, формируемых возбудителем БКЯ (масштабная шкала – 20 нм);
Б, Г – изображения профилей высоты анализируемых фибрилл в положениях, обозначенных пунктирными линиями;
Д – деконволюция изображения амилоидной фибриллы приона, показывающее повторяющуюся структуру по всей ее длине в виде спирали (масштабная шкала – 20 нм)
Рис. 1. Инфекционные β-амилоидные фибриллы при АСМ

Следует отметить, что у отдельных амилоидных фибрилл, выделенных из мозга наблюдали сглаженность микропрофиля поверхности. На топограммах регистрировались уменьшенные значения высоты (~4 нм). Данный факт можно объяснить следующим: 1) различиями в степени выраженности ограниченного протеолитического расщепления, влияющего на структуру и поверхностную наногеометрию амилоидных фибрилл; 2) наличием в образцах индифферентных пространственно-гетерогенных фибриллярных вариантов PrP, изомеры которых различаются углом вращения (α-левовращающие структуры или β-правовращающие изомеры), а также степенью их суперскрученности.

Заключение. Полученные данные, на наш взгляд, важны для понимания роли конформационных перестроек в инфекционной патологии человека. Кроме того, мы надеемся, что данное исследование поможет уточнить штаммовые различия при скрепи и БКЯ и возможно других прионных заболеваний.

Благодарности. Выражаем благодарности сотрудникам кафедры патологической анатомии УО «Белорусский государственный медицинский университет (д.м.н., проф. Недзведзю М.К., к.м.н., доц. Гузову С.А.) за помощь в предоставлении аутопсийного материала для исследования.

Список литературы:

[1] C.J. Sigurdson, J.C. Bartz, and M. Glatzel, *Annual Review of Pathology*, Volume 14. Page 497–516 (2019).

[2] F. O. Bastian, *J. Virol. Methods,* Volume. 130. Page. 133–139 (2005).

Данная работа поддержана Министерством Здравоохранения Республики Беларусь (регистрационный № задания 20210323, срок выполнения 2021-2023 гг.).

Влияние таксифолина на развитие митохондриальной дисфункции в миокарде крыс при экспериментальной кардиомиопатии

Белослудцева Н.В.[1], Урюпина Т.А.[1], Степанов М.Р.[2], Ананян М.А.[2], Павлик Л.Л.[1], Миронова Г.Д.[1]

[1]ФГБУН Институт теоретической и экспериментальной биофизики РАН, Пущино, Московская обл.Россия; e-mail: nata.imagination@gmail.com
[2]ООО Продвинутые Технологии, Москва, Россия

В настоящее время накапливаются данные о том, что развитие митохондриальной дисфункции и сопутствующего окислительного стресса в ткани миокарда является одним из основных патогенетических факторов при ишемическом и реперфузионном повреждении сердца [1-2]. Кардиомиопатии относятся к наиболее тяжелым патологиям миокарда, характеризующимся резистентностью к проводимой терапии и высокой смертностью. В условиях гиперпродукции АФК в поврежденных митохондриях одним из эффективных методов терапии является использование мощных антиоксидантов, в частности, биофлавоноидов, относящихся к так называемой Р-витаминной группе. Одним из наиболее сильных антиоксидантов природного происхождения является дигидрокверцетин (ДГК) [3].

В настоящей работе были исследованы структурно-функциональные изменения митохондрий в миокарде левого желудочка крыс при изопреналин-индуцированной кардиомиопатии (ИК) и возможность их коррекции с помощью курсового перорального применения ДГК в матрице поливинилпирролидона (коммерческое название– таксифолин аква (ТА)). Предварительные эксперименты на культуре клеток продемонстрировали, что ТА обладает значительно более выраженными антигипоксантными свойствами, по сравнению с традиционной формой ДГК.

Электронно-микроскопическое исследование показало, что развитие кардиомиопатии у крыс сопровождается нарушением упорядоченности расположения митохондрий и их ассоциации между собой, появлением разрывов наружной мембраны и митохондриальных крист, а также набуханием митохондриального матрикса. Морфометрический анализ показал, что введение изопреналина крысам приводило к снижению количества митохондрий и уменьшению их размера в кардиомиоцитах. Курсовое применение ТА частично предотвращало изопреналин-индуцированное разупорядоченное расположение митохондрий и сохраняло структуру митохондриальных крист, а также препятствовало снижению количества и размера органелл в кардиомиоцитах.

С помощью полярографического метода было установлено, что при кардиомиопатии наблюдается снижение коэффициентов дыхательного контроля и АДФ/О в изолированных митохондриях сердца. Введение ТА крысам с кардиомиопатией достоверно увеличивает эти показатели, что свидетельствует о повышении эффективности синтеза АТФ в органеллах. Применение ТА также

существенно снижало интенсивность свободно-радикальных процессов и препятствовало снижению скорости транспорта калия, отражающего функционирование АТФ-зависимого калиевого канала, в митохондриях сердца крыс с кардиомиопатией. Полученные данные указывают на защитное действие ТА в отношении развития митохондриальной дисфункции и окислительного повреждения органелл, в связи с чем он может быть рекомендован к использованию в качестве дополнительного средства для профилактики и защиты клеток миокарда при сердечно-сосудистых патологиях.

Работа поддержана грантом РФФИ № 20-015-00029_А.

Список литературы

[1]. B. Zhou and R. Tian Mitochondrial dysfunction in pathophysiology of heart failure. *J Clin Invest.* (2018), **128(9)**, 3716-3726.

[2]. K.N. Belosludtsev, M.V. Dubinin, E.Y. Talanov, V.S. Starinets, K.S. Tenkov, N.M. Zakharova and N.V. Belosludtseva Transport of Ca^{2+} and Ca^{2+}-Dependent Permeability Transition in the Liver and Heart Mitochondria of Rats with Different Tolerance to Acute Hypoxia. *Biomolecules* (2020), ***10***, 114.

[3]. Z. Tang, C. Yang, B. Zuo, Y. Zhang, G. Wu, Y. Wang and Z. Wang Taxifolin protects rat against myocardial ischemia/reperfusion injury by modulating the mitochondrial apoptosis pathway. *PeerJ.* (2019), 7:e6383.

Получение наноструктурированных костных материалов для регенерации дефектов кости

Бойченко О.П.,[1,2] Москалец А.П.,[2] Морозова О.В.,[2,3] Клинов Д.В.[2,4]

[1]Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, химический факультет, Москва, Россия
[2]Федеральное государственное бюджетное учреждение «Федеральный научно-клинический центр физико-химической медицины Федерального медико-биологического агенства», лаборатория медицинских нанотехнологий, Москва, Россия
[3]Национальный исследовательский центр эпидемиологии и микробиологии им. Н.Ф. Гамалеи, Москва, Россия
[4]Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Российский университет дружбы народов", г. Москва, ул. Миклухо-Маклая, 6, Россия

E-mail: klinov.dmitry@mail.ru

Заболевания опорно-двигательной системы человека остаются актуальной проблемой здравоохранения в мире [1]. Из-за нередких случаев развития врожденных или онкологических заболеваний костной ткани, травм костей, а также хирургических вмешательств в челюстно-лицевой области остро стоит проблема регенерации костной ткани. Для заполнения костных дефектов в настоящее время используют костные порошки, которые выполняют роль матрицы для роста будущей костной ткани. Но их необходимо фиксировать, а также изолировать рану от проникновения туда инфекций. Задачей нашей работы является создание многофункционального синтетического биоматериала.

Современные требования к имплантируемым биоматериалам включают не только отсутствие токсичности, канцерогенности, тератогенности, аллергенности, но и биосовместимость по механическим и химическим свойствам, биоактивностью с контролируемой скоростью биодеградации. Для костных имплантатов дополнительно необходимы остеокондуктивность, остеоиндуктивность и остеогенность [2]. В сравнении с ауто-, алло- и ксенотрансплантатами синтетические имплантаты обладают принципиальными преимуществами. Среди различных синтетических костных материалов выделяют композиты на основе полилактида и микрочастиц фосфатов кальция [3]. Для индукции остеогенных свойств таких материалов необходимо увеличение доли фосфатов кальция, что сопровождается одновременным снижением их прочности.

Цель данной работы состояла в получении высокопористых костных материалов с высоким содержанием фосфатов кальция (более 50 масс. %) и изучении их цитотоксических свойств. В настоящей работе по методу [4] были получены кальций-фосфатные нанопроволоки длиной 5–20 мкм и толщиной 30–

400 нм (см. рис. 1), которые впервые использовались нами для создания матриксов методом электроспиннинга. Полученные матриксы обеспечивают пористую структуру, которая имитирует естественный внеклеточный матрикс, построенный из нановолокон нативного белка, такого как коллагеновые фибриллы; помимо этого, входящие в состав матрикса коллаген и фосфат кальция обладают остеогенными свойствами.

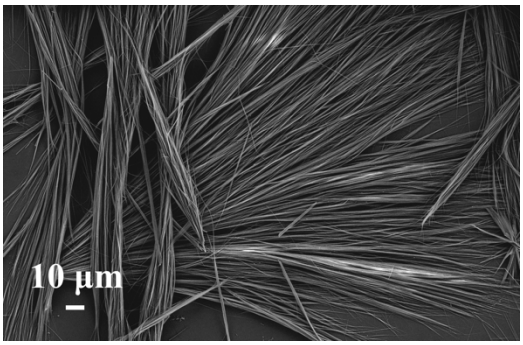


Рис.1. Нанопроволоки из фосфатов кальция, снятые на СЭМ.

Исследования на биосовместимость полученных матриксов проводили с использованием культуры клеток остеогенной саркомы большой берцовой кости, а также на линии клеток эпидермальных кератиноцитов человека с последующей фиксацией клеток формальдегидом и дополнительным окрашиванием ядер флуоресцентным красителем Hoechst для микроскопической визуализации и количественных оценок. Также сделали тест МТТ для оценки доли живых клеток, выращенных на образцах. Полученные результаты свидетельствуют о не токсичности полученных матриксов, так как число клеток увеличивается, а общая ферментативная активность в тесте МТТ растет.

Список литературы:

[1] A. Cieza et al. Global estimates of the need for rehabilitation based on the Global Burden of Disease study 2019: a systematic analysis for the Global Burden of Disease Study 2019 // The Lancet. 2020. Vol. 396(10267). P. 2006-2017.
[2] C. Gao et al. Bone biomaterials and interactions with stem cells // Bone Research. 2017. Vol. 5. P. 17059.
[3] C.B. Danoux et al. In vitro and in vivo bioactivity assessment of a polylactic acid/hydroxyapatite composite for bone regeneration // Biomatter. 2014. Vol. 4. e27664.
[4] J. Zhan et al. Biomimetic formation of hydroxyapatite nanorods by a single-crystal-to-single-crystal transformation // Adv. Funct. Mater. 2005. Vol. 15(12). P. 2005-2010.

Оценка влияния стерилизации на состояние наночастиц металлов на раневых покрытиях с помощью электронной микроскопии

Довнар Р.И.

УО «Гродненский государственный медицинский университет», г. Гродно, Республика Беларусь
e-mail: dr_ruslan@mail.ru

Стерилизацией называют полное уничтожение микроорганизмов и их спор на различных изделиях и поверхностях [1, 2]. Среди огромного разнообразия существующих методов стерилизации в практической медицине наибольшее распространение получили: паровой (автоклавирование), воздушный (сухожаровой шкаф) и химический (газовый или с помощью растворов ряда химических соединений) [2].

Наночастицы металлов представляют собой объекты, размеры которых во всех трех измерениях находятся в пределах от 1 до 100 нм. Особенность наночастиц заключается в наличии у них уникальных физико-химических свойств, нередко отсутствующих у цельного металла, из которого они получены [3]. В результате наночастицы широко применяются, например, в медицине, в форме средств диагностики, противораковых, противовирусных или противомикробных веществ [4]. Особенностью наночастиц являются их чрезвычайно малые размеры, что позволяет визуализировать их только в электронном микроскопе. Соответственно при стерилизации различных медицинских изделий с наночастицами оценить состояние последних можно только с помощью электронной микроскопии.

Цель работы: изучить влияние стерилизации на состояние наночастиц металлов на поверхности перевязочного материала.

Материал и методы. В качестве метода стерилизации был выбран паровой метод (автоклавирование) как наиболее распространенный и наиболее индифферентный по отношению к самому перевязочному материалу. Наночастицы металлов получали металло-паровым методом и наносили на перевязочный материал импрегнацией. В качестве последнего применялся бинт марлевый медицинский с наночастицами металлов, в опытной группе – без стерилизации, в контрольной – после автоклавирования вакуумным автоклавом «Клиниклав-25» в течение 16 минут, при 121°С. Во время стерилизации образцы бинта были запаяны в стандартный пластиковый пакет, который предварительно вакуумировался. Для оценки влияния автоклавирования на состояние наночастиц металлов на раневых покрытиях были проведены исследования методом РЭМ и рентгеновского энергодисперсионного микроанализа образцов данных материалов до и после стерилизации.

Изображение снималось на сканирующем электронном микроскопе VEGA II LSH (Tescan, Чехия) в режиме обратно отражённых электронов (BSE-детектор), при котором частицы с большей атомной массой обладают большей

яркостью. Рентгеновский энергодисперсионный микроанализ выполнялся с использованием детектора Inca x-ACT (Oxford Instruments, Великобритания). Для обеспечения стока электронов на поверхность бинта методом вакуумного распыления предварительно наносился тонкий слой графита.

Результаты и обсуждение. Выполненная электронная микроскопия позволила визуализировать на поверхности моноволокон нанокомпозитных бинтов отдельные частицы нанометрового диапазона и их агрегаты, состоящие из наночастиц изучаемых металлов. Используя метод Монте-Карло было вычислено количество наночастиц металлов на 1 мкм^2 на полученных изображениях. Сравнивая полученные данные до и после стерилизации было доказано, что количество, размер и форма наночастиц на поверхности бинта медицинского марлевого после автоклавирования статистически достоверно не изменяются. Энергодисперсионные рентгеновские спектры бинтов марлевых медицинских, содержащих наночастицы металлов, до и после стерилизации показали отсутствие достоверных изменений атомного процента металлов на изучаемом бинте, что также свидетельствует об отсутствии влияния вакуумного автоклавирования на содержание наночастиц металлов на данных раневых покрытиях.

Выводы: Отсутствие статистически значимых различий в содержании, размерах, форме наночастиц металлов на единице площади нанокомпозитных бинтов до и после стерилизации свидетельствует в пользу того, что вакуумное автоклавирование является эффективным методом стерилизации различных медицинских изделий с включенными в состав наночастицами металлов. следовательно может быть рекомендовано для последующего применения при широком внедрении нанокомпозитных изделий.

Список литературы:

[1] A. P. Fraise, J. Y. Maillard, S. Sattar, *Russell, Hugo and Ayliffe's principles and practice of disinfection, preservation and sterilization*, Wiley-Blackwell, Hoboken (2013).
[2] G. E. McDonnell *Antisepsis, disinfection, and sterilization: types, action, and resistance*, ASM press, Washington, DC (2007).
[3] I. Khan, K. Saeed and I. Khan*, Arabian Journal of Chemistry*, **12**, 908-931 (2019).
[4] S. Sim, N. K. Wong, *Biomed Rep.*, **14**, 42 (2021).

Особенности применения серийного сканирования поверхности блока и последовательной томографии для изучения ультраструктуры клеток растений

Иванова А.Н.[1,2], Тарасова М.С.[1]

[1]*Санкт-Петербургский Государственный университет*
[2]*Ботанический институт им. В.Л. Комарова РАН*
e-mail: alyx@bk.ru

Изучение пространственной организации клеток живых организмов, в том числе растений, важно для понимания их развития и функционирования. На смену реконструкциям клеток по серии срезов для трансмиссионной электронной микроскопии (ТЭМ) приходят методы с использованием возможностей современных сканирующих электронных микроскопов (СЭМ), также основанные на резке образца [1, 2, 3]. При выполнении серийного сканирования поверхности блока (Serial Block Face Scanning Electron Microscopy, SBF SEM, SBEM) поверхность объекта, так же, как для ультратонкой резки, заключенного в смолу, срезается установленным в камеру микроскопа ультратомом, а открывшаяся после срезания поверхность регистрируется. В результате циклического повторения этих действий накапливается массив изображений для пространственной реконструкции. Последовательная томография (Array Tomography, AT) представляет собой последовательную съемку срезов непрерывной серии, расположенных на плоском носителе. Эти методы были разработаны для изучения нервной ткани животных [4-6], поэтому для изучения ультраструктуры растительных тканей их было необходимо адаптировать к особенностям строения и химического состава клеток растений.

Использование SBEM позволяет автоматически получить массив выровненных изображений для последующей пространственной реконструкции. Сохраняются структуры, которые вымываются или выпадают при изготовлении срезов – кристаллы и прочие включения, отсутствуют другие артефакты резки и монтирования срезов: складки, компрессия, деформация гидрофильных компонентов клеток (клеточных стенок и крахмальных зерен). Невозможность дополнительного контрастирования предполагает необходимость насыщения материала для SBEM тяжелыми элементами (осмий, уран, свинец). Связывание клеточными стенками большого количества свинца делает образцы чрезвычайно хрупкими, затрудняет усложняет пропитку смолой и усложняет подготовку образца для резки. Разрешение SBEM по оси z составляет 40-100 нм при механической резке и может быть повышено до 10 нм при использовании многоэнергетической деконволюции. Клетки растений обычно довольно крупные, требуется несколько суток, чтобы получить изображения одной клетки.

AT можно сравнить со съемкой серии срезов в ТЭМ, но при монтировании срезов на плоский носитель (стекло или силиконовую пластину) в СЭМ

минимизируется деформация срезов вследствие нагревания и накопления заряда, а автоматизация процесса облегчает и ускоряет получение массива изображений. Возможность контрастирования срезов на стеклах определяет более мягкие требования к контрасту образца, с одной стороны, и обширную сферу применения метода, с другой: помимо исследования ультраструктуры клеток, на срезах можно проводить иммунолокализацию [7] и сочетать световую, в том числе конфокальную, и электронную микроскопию. На стекле заранее с помощью светового микроскопа можно выбрать группу срезов для анализа. Толщина среза может быть достаточно большой, если не требуется высокое разрешение по Z. Важным преимуществом AT перед SBEM является возможность повторного исследования того же материала, поскольку срезы на носителе можно хранить так же долго, как и на сетках для ТЭМ. Подготовка к AT включает много операций, поэтому появляются разнообразные артефакты, в первую очередь, связанные с резкой: компрессия, царапины, деформации структур, вымывание кристаллов, гидрофильные компоненты клеток разбухают в воде и высыхают на носителе со складками, кроме того, на качестве изображений сказывается любая неровность носителя.

Данная работа была выполнена на оборудовании Ресурсного центра «Развитие молекулярных и клеточных технологий» Научного Парка Санкт-Петербургского Государственного университета.

[1] R. Pipitone, S. Eicke, B. Pfister, G. Glauser, D. Falconet, C. Uwizeye, T. Pralon, S.C. Zeeman, F. Kessler and E. Demarsy, *eLife*, **10**, e62709 (2021)
[2] S. Mursalimov, N. Ohno, M. Matsumoto, S. Bayborodin and E. Deineko, *Frontiers in Plant Science*, **12**, 775 (2021).
[3] O. Darouich, W. Baaziz, D. Ihiawakrim, C. Hirlimann, D. Spehner, P. Schultz, H. Poncet, V. Rouchon, S. Labidi, C. Petit, P. Levitz and O. Ersen, *Nanoscale Advances*, **4**, 1587-1598 (2022).
[4] W. Denk and H. Horstmann, *PLoS Biol*, **2**, e329 (2004).
[5] H. Horstmann, C. Körber, K. Sätzler, D. Aydin and T. Kuner, *PLoS One*, **7**, e35172 (2012).
[6] K.M. Harris, E. Perry, J. Bourne, M. Feinberg, L. Ostroff and J. Hurlburt, *J. Neurosci*, **26**, 12101-12103 (2006).
[7] T. Franke and I. Kolotuev, *JoVE*, **173**, e61847 (2021).

Трехмерная структура канала Kv7.1 (KCNQ1) с бета-субъединицей KCNE1, полученная методом электронной микроскопии

Карлова М.Г.[1], Лоссарн Ж.[2], Соколова О.С.[1]

[1]Биологический факультет МГУ имени М.В.Ломоносова, Москва, Россия
[2] Исследовательское подразделение Института торакса, Нант, Франция
e-mail: sokolova@mail.bio.msu.ru

Мутации в генах ионных каналов часто приводят к развитию заболеваний сердечнососудистой, мышечной и нервной систем человека. Данные о структуре ионных каналов необходимы для понимания механизмов их работы, а также для диагностики заболеваний и разработки новых лекарственных препаратов. Объект представленного исследования – калиевый канал Kv7.1 человека. Этот белок играет важную роль в возбудимости клеток сердечной мышцы. Мутации в гене, кодирующем альфа-субъединицу Kv7.1 (KCNQ1), являются одной из основных причин наследственной аритмии, – синдроме удлиненного интервала QT (LQT).

В исследовании был использован рекомбинантный белок, состоящий из ковалентно сшитых подряд альфа- и бета-субъединицы человеческого канала Kv7.1. На С-конец альфа-субъединицы добавлены афинные таги V5 и гистидиновый для облегчения детекции и очистки белка (рис. 1А, вверху). Электрофизиологические измерения показали, что по своим электрическим характеристикам сшитый белок канала Kv7.1 не отличается от белка канала дикого типа. Рекомбинантный белок нарабатывали в культуре клеток HEK293. Для экстракции белка из клеточной мембраны применяли сополимер стирола и малеинового ангидрида (SMA). Этот сополимер при добавлении к липидным мембранам формирует наноразмерные липодиски (SMALP). Если в мембране присутствуют белки, они оказываются заключены в липодисках. В отличие от детергентов, которые могут вызывать делипидизацию белков при экстракции из мембран, SMA позволяет сохранить нативное липидное окружение белков. Для получения липодисков раствор SMA в буфере добавляли к суспензии мембран клеток, экспрессирующих рекомбинантный белок Kv7.1. Суспензию инкубировали в течение 16 ч часов при +4°C, после чего центрифугировали в течение 15 мин при 150 000 g при +4°C. Супернатант очищали на аффинной смоле. Сразу после очистки белок наносили на сетки для электронной микроскопии, покрытые углеродной пленкой и обработанные в тлеющем разряде, и окрашивали 1% раствором ацетата уранила. Электронные микрографии были получены с использованием электронного микроскопа JEOL 2100 (JEOL, Japan) при ускоряющем напряжении 200 кВ с помощью программного обеспечения SerialEM3.8.0 [1]. Частицы с изображений собирали с помощью нейронной сети crYOLO [2] и проанализировали в программе EMAN2.3 [3]. Трехмерная реконструкция была выполнена с помощью RELION 2.1 [4].

Трехмерная реконструкция сшитого белка Kv7.1 (рис. 1А, внизу) имеет размеры 8x10 нм. В отличие от изолированной альфа-субъединицы (рис. 1Б), сшитый белок имеет дополнительные плотности по бокам мембранной части (стрелка на рис. 1А).

Стехиометрия альфа- и бета-субъединиц канала Kv7.1 в физиологических условиях до сих пор является предметом дискуссий и, по всей вероятности, может быть переменной [5]. Однако в данном эксперименте, поскольку субъединицы сшиты в одну полипептидную цепь, возможно только соотношение 4:4. Таким образом, дополнительная электронная плотность, вероятнее всего, соответствует 4 бета-субъединицам.

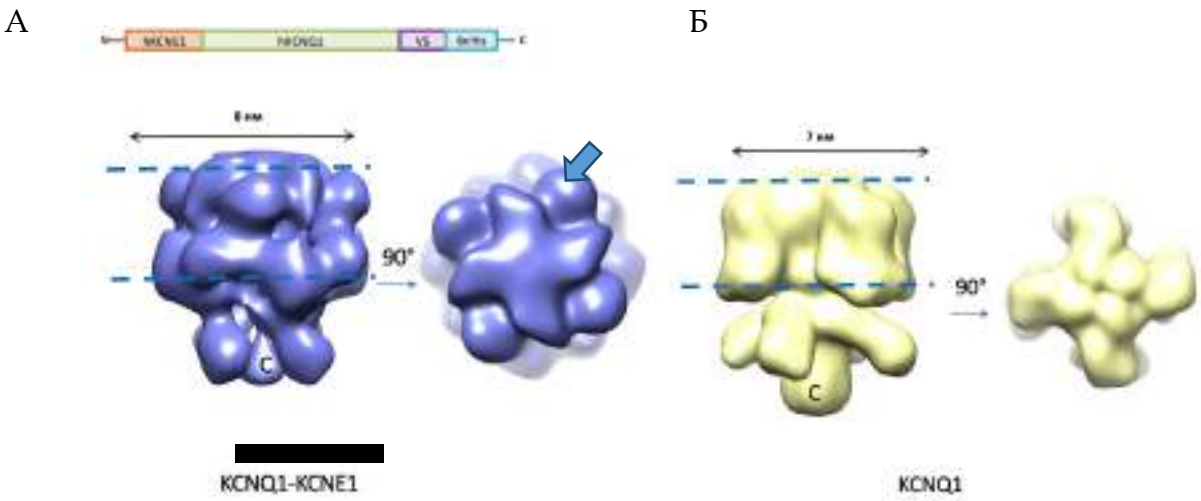


Рис.1. Трехмерная реконструкция сшитого белка KCNQ1-KCNE1, полученная по данным электронной микроскопии макромолекул (А). (Б) структура альфа-субъединицы канала Kv7.1, полученная при фильтрации структуры (pdb ID 5VMS)[6]. Слева – вид сбоку, справа – вид сверху (поворот на 90°); положение мембраны отмечено пунктиром; стрелка – расположение KCNE1 относительно мембранной части канала. Сверху – схема плазмиды, кодирующей рекомбинантный белок Kv7.1. Масштабный отрезок – 5 нм.

Электронная микроскопия проводилась с использованием УНУ «Трехмерная электронная микроскопия и спектроскопия» МГУ имени М.В.Ломоносова. Авторы благодарят А.В.Моисеенко за помощь в получении электронно-микроскопических изображений канала. Данная работа была поддержана грантом РФФИ 20-54-15004.

Список литературы:

[1] Mastronarde, D. *Microsc. Microanal*., 9, 1182–1183 (2003)
[2] Wagner, T.; Merino, F.; Stabrin, M.; et al. *Commun. Biol.*, 2, 218 (2019)
[3] Tang, G.; Peng, L.; Baldwin, P.R.; Mann, D.S.; Jiang,W.; Rees, I.; Ludtke, S.J. *J. Struct. Biol*, 157, 38–46 (. 2007)
[4] Scheres, S.H.; Valle, M.; Nunez, R.; Sorzano, C.O.; Marabini, R.; Herman, G.T.; Carazo, J.M. J. Mol. Biol., 348, 139–149 (2005)
[5] Thompson, E.; Eldstrom, J.; Westhoff, M.; McAfee, D.; Fedida, D. *Biophys J.* 115(9), 1731-1740 (2018)
[6] Sun, J.; MacKinnon, R. *Cell*. 169(6), 1042-1050 (2017)

Сканирующая электронная микроскопия на фитосанитарной службе

Орлова Ю.В.[1], Сухолозова Е.А.[2], Разумова Е.В.[3], Кулакова Ю.Ю.[1]

[1]ФГБУ «Всероссийский центр карантина растений»
[2]ФГБУ «Всероссийский центр карантина растений» Пензенский филиал
[3]ФГБУ «Всероссийский центр карантина растений» Воронежский филиал
e-mail: orl-jul@mail.ru

Поиск новых диагностических морфологических признаков семян сорных растений является важной задачей для выявления этих вредных организмов в импортной и экспортной продукции растительного происхождения. В настоящее время при проведении гербологической экспертизы в испытательных лабораториях ФГБУ «ВНИИКР» широко применяется метод световой микроскопии. Однако, возможности этого метода ограниченны и не позволяют в полной мере выявлять микроморфологические признаки семенной кожуры, которые могут быть видоспецифичны.

Существенно увеличить детализацию поверхностных структур возможно с помощью метода сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). В нашей работе данный метод был использован в разработке диагностических протоколов по идентификации семян и плодов сорных видов растений семейств Papaveraceae и Caryophyllaceae, родов *Cirsium*, *Centaurea*, *Galeopsis* и *Coronilla*, а также опасного инвазионного вида *Acanthospermum hispidum* DC. С его помощью были выявлены новые и уточнены некоторые спорные морфологические признаки в строении семян этих растений.

Микропризнаки поверхности семян исследовали с помощью СЭМ Hitachi TM4000Plus, в режиме низкого вакуума без предварительной пробоподготовки образца (без гидратации и напыления металлами). Зрелые сухие семена монтировали с помощью двухстороннего углеродного скотча на металлические столики. Поверхность семян просматривалась и фотографировалась выборочно при увеличениях микроскопа в диапазоне от 100 до 1000 раз. Для описания структуры поверхности использовалась принятая терминология [1].

В работе были выявлены и уточнены микроморфологические признаки, которые позволили повысить точность идентификации семян сорных растений в продукции. Установлено, что антиклинальные стенки наружного эпидермиса семян маковых образуют узор из четырехугольных или неправильных полей (ячеек), а периклинальные стенки имеют особый кутикулярный орнамент. Микроморфология этого орнамента выявляется только с помощью СЭМ и имеет диагностическое значение. Проведенное исследование морфологически схожих семян сорных маков и мачков показало, что они хорошо отличаются между собой по этому признаку (рис. 1). Например, выявлено, что эпидермальные клетки семян *Papaver rhoeas* обладают пористой микроструктурой кутикулярного орнамента, *P. hybridum* - зернисто-пятнистой, а *Glaucium corniculatum* - бородавчато-морщинистой. Также, с помощью СЭМ уточнена

морфология мучнистого налета, находящегося в семенной выемке *P. hybridum* (рис. 2). Этот налёт образован округлыми полыми структурами, которые видоспецифичны и позволяют легко идентифицировать данный вид мака.

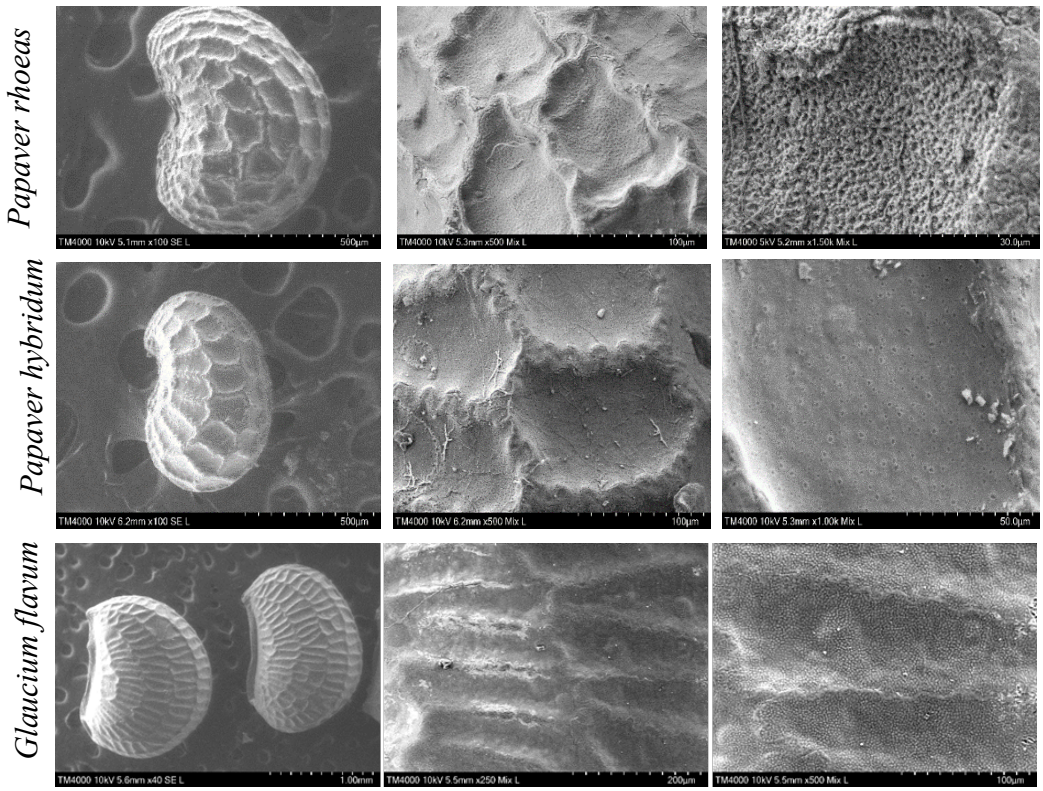


Рис.1. Микроморфология семян некоторых морфологически схожих сорных видов растений семейства Papaveraceae.

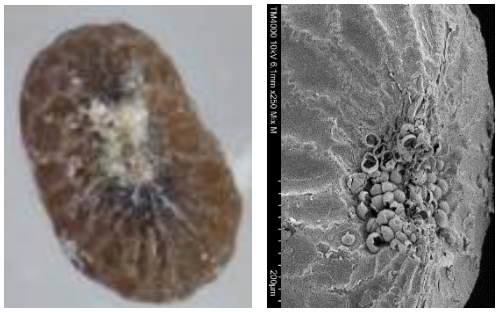


Рис.2. Микроструктура мучнистого налета в семенной выемке P. hybridum

Таким образом, использование метода СЭМ в диагностике подкарантинной продукции позволит повысить точность идентификации вредных организмов, сократит время гербологической экспертизы и позволит выявлять новые микроморфологические диагностические признаки растений, семян и плодов, определение которых затруднено классическим морфологическим методом с использованием световой микроскопии.

Данная работа была поддержана НИОКТР №122041400187-6, №122041400181-4, №122041400182-1.

Список литературы:

[1] Меликян А. П., Девятов А. Г. Основные карпологические термины. Справочник //М.: КМК. – 2001. – С. 30-31.

Особенности окраски спермиев эпифитных орхидей *Maxillaria crassifolia* (Lindl.) Rchb.f. и *Dendrobium nobile* (Lindl.) при исследовании методами конфокальной лазерной микроскопии.

Рябченко А.С., Коломейцева Г.Л., Бабоша А.В.

Главный ботанический сад имени Н.В. Цицина Российской академии наук
ул. Ботаническая, д. 4, Москва, 127276, Россия
e-mail: marchellos@yandex.ru

У ряда видов орхидных наблюдение оплодотворения методами микроскопии затруднено вследствие нарушения структуры зародышевого мешки при внедрении спермиев и материала пыльцевых трубок. Методами конфокальной лазерной микроскопии у двух видов эпифитных орхидей *Maxillaria crassifolia* (Lindl.) Rchb.f. (подсемейство Epidendroideae, триба Cymbidieae, подтриба Maxillariinae) и *Dendrobium nobile* (Lindl.) (подсемейство Epidendroideae, триба Epidendreae, подтриба Dendrobiinae) были изучены особенности окраски зародышевого мешка в процессе оплодотворения (Kolomeitseva et al. 2021; Kolomeitseva et al. 2022). Выявлены флуоресцентные красители, дифференциально окрашивающие спермии и ядра зародышевого мешка.

Фрагменты плодов фиксировали в 2% параформальдегиде в 0,05 М фосфатном буфере pH 7 при 4 ºС (не менее 1 нед.). Семязачатки окрашивали на предметном стекле 1–2 ч водными растворами одного из флуоресцентных красителей: 100 мг/мл берберин (BRB, Sigma-Aldrich, США), 1–5 мг/мл калькофлуор (CF, Fluorescent Brighter 28, Sigma-Aldrich), 1 мг/мл 4,6-диамино-2-фенилиндол (DAPI, Sigma-Aldrich), 1 мкг/мл этидиум бромид (EB, Serva, Germany). По окончании инкубации препараты несколько раз отмывали дистиллированной водой, помещали в 50%-ный глицерин, накрывали покровным стеклом и хранили при 4 ºС до момента использования (обычно не менее 1–2 нед.). Автофлуоресценцию (Auto) клеточных структур изучали на фиксированных неокрашенных препаратах в 50%-ном глицерине. Препараты просматривали на конфокальном микроскопе *Olympus* FV1000D (возбуждение лазерами 405 нм, 473 и 560 нм в комбинации или по отдельности в соответствии с поглощением использованного красителя). На рисунках халазальный конец расположен в правом нижнем углу.

Оплодотворение у обоих изученных видов орхидных порогамное. Пыльцевая трубка входит в микропилярный канал, проникает внутрь и огибает комплекс из 2-х синергид с одной стороны или проходит между ними. У *M. crassifolia* содержимое пыльцевой трубки и спермии имеют специфическую ярко-желтую либо оранжевую флуоресценцию при окраске DAPI и берберином или в режиме автофлуоресценции (Рис.1А-В). При окраске калькофлуором оболочка пыльцевой трубки флуоресцирует синим, а спермии – темно-бурым

(Рис.1Г). Во всех случаях ядра зародышевого мешка окрашены в синие, голубые или зеленоватые тона, что позволяет отличить их от ядер спермиев. У *D. nobile* содержимое пыльцевой трубки имеет зеленоватый оттенок с красноватыми структурами внутри, которые, вероятно, представляют ядерный материал спермиев. При этом ядра зародышевого мешка при автофлуоресценции и окраске калькофлуором желтые или красноватые (Рис. 1Д, Е). Таким образом, подобранные нами красители позволяют дифференцировать клеточные элементы зародышевого мешка у орхидных в процессе оплодотворения.

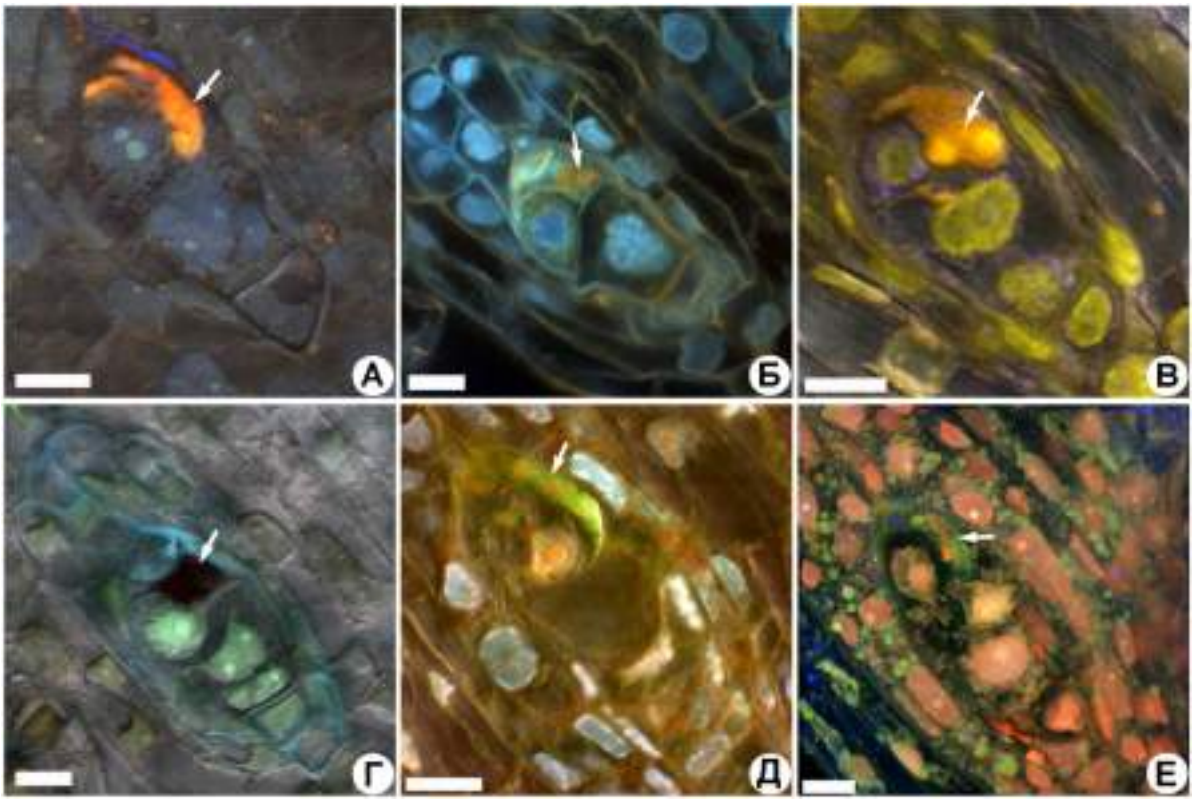


Рис. 1. Пыльцевые трубки и спермии, проникающие в зародышевый мешок орхидей M. crassifolia: А-Г; D. nobile: Д, Е (А – Auto; Б – DAPI; В – BRB; Г – CF; Д, Е – EB) Стрелками отмечено содержимое пыльцевых трубок с ядрами спермиев. Масштабная линейка – 10 мкм.

Список литературы:

[1] Kolomeitseva, G.L., Babosha, A.V. & Ryabchenko, A.S. Megasporogenesis, megagametogenesis, and embryogenesis in *Maxillaria crassifolia* (Lindl.) Rchb.f. (Cymbidieae, Orchidaceae). *Protoplasma* **259,** 885–903 (2022). https://doi.org/10.1007/s00709-021-01710-5

[2] Kolomeitseva, G.L., Babosha, A.V., Ryabchenko, A.S. *et al.* Megasporogenesis, megagametogenesis, and embryogenesis in Dendrobium *nobile* (Orchidaceae). *Protoplasma* **258,** 301–317(2021). https://doi.org/10.1007/s00709-020-01573-2

Сканирующая электронная микроскопия как метод изучения особенностей агробактериальной трансформации мицелия гриба вешенки обыкновенной

Лавлинский А.В., Попов В.Н., Смирнова Ю.В.

Воронежский государственный университет, г. Воронеж, Университетская пл., д.1.
e-mail: avlavlinsky@rambler.ru

Метод агробактериальной трансформации (АТМТ) является одним из простых и легковоспроизводимых среди других методов генетической инженерии. Высокая результативность трансформации, так же, как и простота встраивания Т-ДНК делают агробактериальную трансформацию подходящим инструментом для геномного мутагенеза грибов. В настоящее время АТМТ используется для трансформации спор, гиф и клеток плодовых тел разных видов грибов. Объектом нашего исследования был штамм вешенки обыкновенной *Pleurotus ostreatus* – Китайский черный. Для трансформации использовался штамм *Agrobacterium tumefaciens* - GV3101, содержащий плазмидную конструкцию pBin*19* с геном резистентности к канамицину Kan^R (предоставлен Центром «Биоинженерия» РАН, г. Москва). В ходе подготовительного этапа исследований было показано, что культура Agrobacterium не проявляла патогенеза по отношению к культуре мицелия вешенки. В ходе дальнейших исследований нами была подобрана минимальная концентрация антибиотика, при которой проявлялись его антагонистические свойства по отношению к мицелиальной культуре вешенки. При использовании 5-ти концентраций антибиотика канамицина в диапазоне от 25 до 150 мкг/мл, различий в росте мицелия вешеки обнаружено не было. В дальнейшем нами использовались аналоги канамицина (гигромицин, ивермектин). В результате была подобрана минимальная концентрация антибиотика ивермектина с ингибирующим действием, которая составила 50 мкг/мл.

Для наблюдения процесса кокультивирования мицелия вешенки и агробактерий на субмикроскопическом уровне, нами применялся метод сканирующей электронной микроскопии (сканирующий электронный микроскоп JSM-6380LB, Япония). Для подготовки препаратов применялась методика вакуумного напыления золотом на поверхность изучаемого объекта. При просмотре препаратов без напыления в условиях низкого вакуума хорошо наблюдались морфологические структуры только при малом увеличении до 500^x (*рис.1*). Повышение вакуума (с 40 до 80 Па) позволило резко улучшить качество просматриваемого изображения препаратов даже при большем увеличении до 12000^x. (*рис.2*). В контрольном варианте на гифах мицелия вешенки наблюдали большое количество органов вегетативного и бесполого размножения (анаморф и бластоконидий), что свидетельствует о хорошей физиологической активности мицелия, используемого нами в вариантах опыта (*рис.3*). В опытном варианте (с

нанесенной агробактериальной культурой) наблюдались очаговые скопления культуры клеток агробактерий между гифами мицелия вешенки. Такое специфическое расположение может быть связано с точечным нанесением агробактериальной культуры на опытный образец. При более высоком увеличении мы наблюдали следующую особенность: клетки агробактерий располагались преимущественно по периферии колоний мицелия вешенки, а именно на концах гиф мицелия вешенки (*рис.4*). Таким образом, можно предположить, что трансформации чаще всего подвергаются отдельно располагающиеся, активно растущие гифы мицелия вешенки.

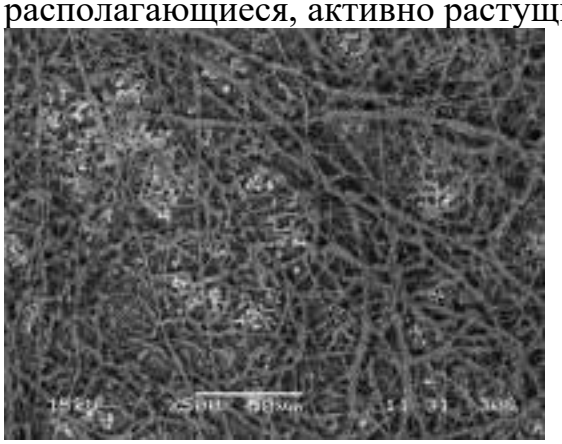


Рис.1. Гифы мицелия вешенки припри малом увеличении (500^x)

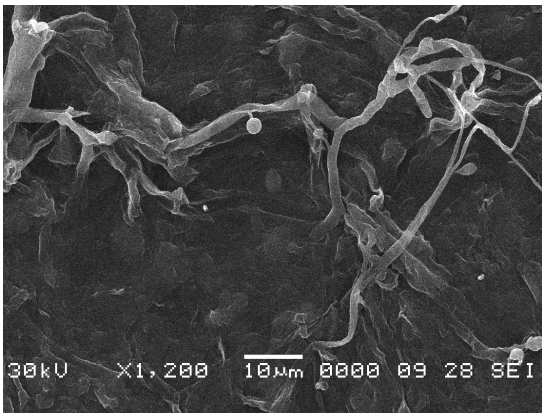


Рис.2. Гифы мицелия вешенки большом увеличении (12000^x)

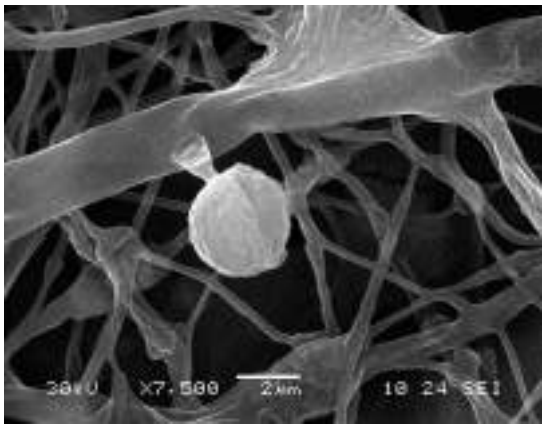


Рис.3.Бластоконидии и анаморфы мицелия вешенки

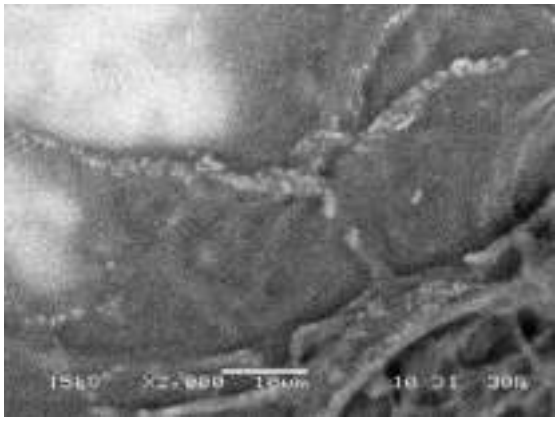


Рис.4. Колонии агробактерий на гифах мицелия вешенки

Наши исследования показали, что при приготовлении микропрепаратов из живых объектов для исследования их в сканирующем электронном микроскопе, необходимо подбирать наиболее оптимальные условия для сохранения нативной структуры образца. В опыте лучшим способом сохранения структуры мицелия гриба и клеток агробактериальной культуры было использование методики напыления золотом для улучшения качества изображения.

Исследования *ex vivo* структуры прионного белка Sup35 из дрожжей *Saccharomyces cerevisiae* методом крио-электронной микроскопии

Бурцева А.Д.[1], Баймухаметов Т.Н.[2], Дергалев А.А.[1], Бойко К.М.[1]

[1]Федеральный исследовательский центр "Фундаментальные основы биотехнологии" Российской академии наук
[2]Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт"
e-mail: a.burtseva@fbras.ru

Прионы являются инфекционным вариантом амилоидов - фибриллярных белковых агрегатов, состоящих из антипараллельных β-слоев и образующих характерную кросс-β-структуру. Отличительной особенностью прионных белков является их способность катализировать конформационное превращение нормального клеточного белка в амилоидные структуры. Образование амилоидов является причиной возникновения ряда нейродегенеративных заболеваний человека, включая болезни Альцгеймера и Паркинсона. Единственный прионный белок млекопитающих PrP имеет схожий механизм укладки и агрегации с белком дрожжей *Saccharomyces cerevisiae* Sup35 [1], что делает Sup35 модельным объектом для изучения как образования амилоидов, так и прионной передачи конформации белка, благодаря удобству культивирования дрожжей и высокой скорости роста. Конформационное разнообразие амилоидов лежит в основе существования штаммовых вариантов прионной формы белка Sup35, которые делят на две условные категории: сильные (S) и слабые (W) [2]. К сильным относят те варианты, которые более эффективно связывают нормальную форму Sup35 в амилоидную фибриллу, а к слабым — те, которые полимеризует Sup35 менее эффективно.

На данный момент пространственная структура белка Sup35 не установлена, а существующие модели - противоречивы [3]. Исследования также показывают, что данные, полученные *in vitro* и *ex vivo*, значительно отличаются. Это может быть объяснено тем, что *in vitro* Sup35 самодостаточен для амилоидного превращения, однако в клетках дрожжей поддержание приона требует действия специфического шаперона Hsp104, который участвует в его фрагментации. Более того, исследования пространственного строения фибриллярных объектов классическими методами структурной биологии, такими как рентгеноструктурный анализ (РСА) или спектроскопия ядерного магнитного резонанса (ЯМР), затруднены в связи со специфической структурой амилоидных фибрилл. В то же время метод просвечивающей криоэлектронной микроскопии (крио-ЭМ) позволяет исследовать амилоидные фибриллы с высоким уровнем детализации [4].

Данная работа посвящена исследованию методом крио-ЭМ пространственного строения прионного белка Sup35, выделенного *ex vivo* из дрожжей *Saccharomyces cerevisiae*. В рамках работы были проведены эксперименты по негативному контрастированию вариантов W и S белка Sup35

с использованием ПЭМ Jeol-1200 (JEOL Ltd., Япония) (ЦКП Биологического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова). Получена реконструкция фибриллы варианта W с низким разрешением, демонстрирующая характерные признаки спиральной структуры, а также оценены диаметр фибриллы (~100 Å) и шаг ее спирали (~250 Å), которые совпали в пределах погрешности с результатами, полученными альтернативными методами.

С помощью установки для витрификации Vitrobot Mark IV (Thermo Fisher Scientific, США) при стандартных условиях были подготовлены образцы варианта W Sup35 для последующей крио-ЭМ. Экспериментальные данные были получены с использованием просвечивающего криоэлектронного микроскопа Titan Krios 60-300 (Thermo Fisher Scientific, США) (Ресурсный центр зондовой и электронной микроскопии “Нанозонд” НИЦ “Курчатовский институт”). Анализ полученных изображений свидетельствуют о наличии вокруг фибрилл плотной “шубы”, образованной молекулами GFP (*Рис. 1*), ковалентно пришитыми к молекулам Sup35 для упрощения выделения и визуализации. Проведенная 2D классификация проекций амилоидных сегментов выявила несколько классов с характерными очертаниями фибриллярной структуры (*Рис. 2*), однако наличие GFP, очевидно, мешает реконструкции структуры с высоким разрешением. В настоящее время ведется работа по получению препаратов с отщепляемым GFP для дальнейших структурных исследований.

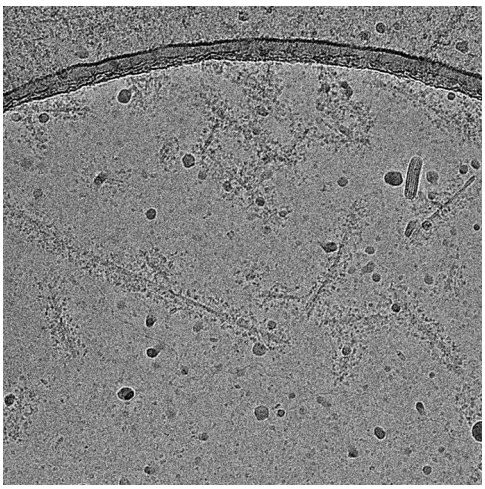


Рис.1. Изображение амилоидных фибрилл с “шубой” из GFP

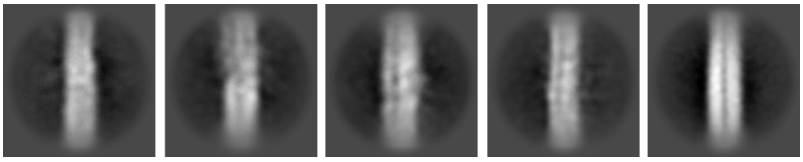


Рис.2. Изображение двумерных классов

Список литературы:

[1] Paushkin S. V., Kushnirov V. V., Smirnov V. N. et al., Science, **277**, 381–383 (1997)

[2] Kushnirov V. V., Dergalev A. A., Alexandrov A. I., Biomolecules, **11** (2021)

[3] Dergalev A. A., Alexandrov A. I., Ivannikov R. I. et al., International Journal of Molecular Sciences, **20** (2019)
[4] Eisenberg D. S., Saway M. R., Annual Review of Biochemistry, **86**, 69-95 (2017).

Предварительные исследования структуры светособирающего пигмент-белкового комплекса LH2 из пурпурной серной бактерии *Ectothiorhodospira haloalkaliphila* методом криоэлектронной микроскопии

Бурцева А.Д.[1], Баймухаметов Т.Н.[2], Бойко К.М.[1], Большаков М.А.[3], Ашихмин А.А.[3]

[1]ФИЦ Биотехнологии РАН
[2]НИЦ "Курчатовский институт"
[3]Институт фундаментальных проблем биологии РАН, ФИЦ ПНЦБИ РАН
e-mail: a.burtseva@fbras.ru

Фотосинтезирующие бактерии обладают одной из наиболее простых и стабильных систем для сбора и эффективной трансформации солнечной энергии по сравнению с другими фотосинтезирующими организмами. Основой их фотосинтетического аппарата являются светособирающие пигмент-белковые комплексы (LH2), которые поглощают энергию квантов солнечного света и переводят ее в энергию электронного возбуждения с последующей передачей этой энергии на реакционные центры, где происходит ее первичное запасание [1]. LH2 представляет собой пигмент-белковый комплекс с молекулярным весом около 150 кДа, построенный по модульному принципу из одинаковых субъединиц, и содержащий помимо белка бактериохлорофилл и, в большинстве случаев, каротиноиды, играющие светособирающую, защитную и структурную функции. Фундаментальные знания об организации LH2, а также о функционировании и свойствах каротиноидов в этих комплексах, могут найти применение в разработке искусственных систем сбора и преобразования солнечной энергии на основе светособирающих комплексов.

На сегодняшний день установлены три пространственные структуры LH2 комплексов из пурпурных несерных бактерий [1-3]. В то же время для пурпурных серных бактерий подобные структуры с хорошим разрешением до сих пор не получены [4].

Данная работа посвящена исследованию пространственной структуры LH2 из пурпурной серной бактерии *Ectothiorhodospira haloalkaliphila* (EhLH2) методом криоэлектронной микроскопии. Экспериментальные данные были получены с помощью просвечивающего криоэлектронного микроскопа Titan Krios 60-300 (Thermo Fisher Scientific, США), оснащенного устройством прямого детектирования электронов Falcon 2 (Ресурсный центр зондовой и электронной микроскопии "Нанозонд" НИЦ "Курчатовский институт"). Анализ полученных изображений свидетельствует о наличии преимущественной ориентации молекул белка при витрификации, а также о тенденции белковых частиц "скапливаться" на краях отверстий в сетке, что, предположительно, является следствием формирования в этой области толстого слоя аморфного льда (*Рис. 1*). В результате 2D классификации проекций белка были выявлены классы с характерной третичной и вторичной структурой светособирающего комплекса,

заключенного в оболочку из детергента (*Рис. 2*), однако наличие преимущественных ориентаций не позволяет получить реконструкцию белка с разрешением лучше 8 Å. В настоящее время ведется работа по подбору новых условий витрификации для дальнейших структурных исследований.

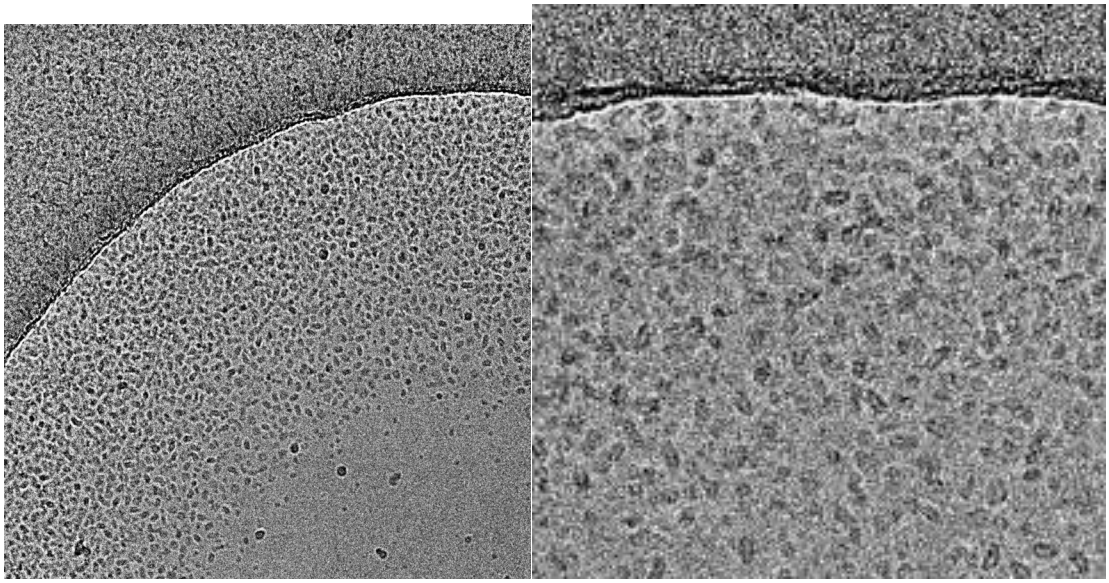


Рис. 1. Изображения витрифицированного белка EhLH2 с номинальным увеличением 37.000x (слева) и 120.000x (справа).

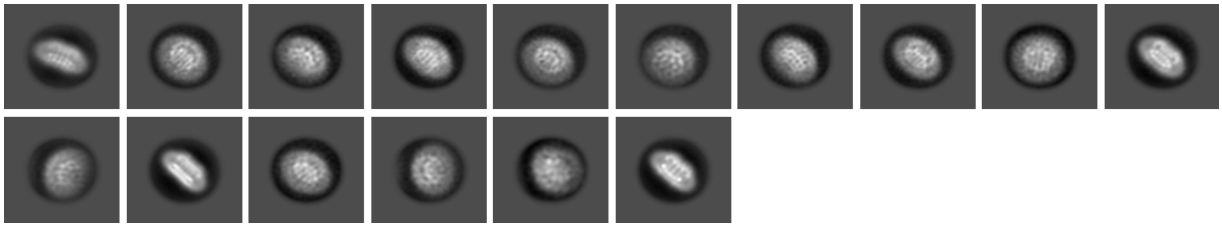


Рис. 2. Результаты двумерной классификации частиц EhLH2. Диаметр маски - 140 Å.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых – кандидатов наук (МК-1352.2021.1.4).

Список литературы:

[1] McDermott G., Prince S. M., Freer A. A., et al., *Nature*, **374**, 517-521 (1995)
[2] Koepke J., Hu X., Muenke C., et al., *Structure*, **4**, 581-597 (1996)
[3] Papiz M. Z., Prince S. M., Howard T., et al., *Journal of Molecular Biology*, **326**, 1523-1538 (2003)
[4] Leiger K., Linnanto J. M., Ratsep M., et al., *The Journal of Physical Chemistry*, **123**, 29-38 (2019)

Ультраструктурный и наноскопический анализ реснитчатого эпителия дыхательной системы при респираторной патологии

Шумский В.А., Асташонок А.Н., Полещук Н.Н.

Государственное учреждение «Республиканский научно-практический центр эпидемиологии и микробиологии», Минск, Республика Беларусь
e-mail: shumskiy.vladislav97@gmail.com

Хронические формы респираторной патологии могут быть обусловлены врожденными (генетически-детерминированными) заболеваниями или вторичными факторами (бактериально-вирусная инфекция, физико-химическое воздействие и др.) [1]. Для оценки природы нарушения функции ресничек у детей с хроническими заболеваниями использовали атомно-силовую (АСМ) и электронную микроскопию (ЭМ).

Топографию поверхности анализировали из мазков-соскобов носовой полости и трахеи у пациентов (n=17, возраст – 5-17 лет) с хроническими заболеваниями дыхательной системы (бронхоэктатической болезнью, синдромом Картагенера, хроническим ларинготрахеитом и др.). Анализ проводили на атомно-силовом микроскопе Nanoscope IIId MultiMode (Bruker, США) с использованием кантилеверов CSC38/AIBS (константа жесткости – 0,03-0,09 Н/м, резонансная частота – 6-32 кГц).

Из этой группы у 3 пациентов параллельно изучали биоптаты нижних отделов респираторного тракта. Ультратонкие срезы получали на микротоме Ultracut E (Reichert Jung, Австрия) и анализировали на электронном микроскопе JEM-1011 (Jeol, Япония) при увеличениях x5000–150 000.

Наноскопический анализ выявил полиморфные изменения в структуре ресничек. В 13 случаях наблюдалось их укорочение до 4-6 мкм, в 2 случаях – утолщение до 350-700 нм (референсные значения длины – 8-10 мкм, толщины – 200 нм). В 1 случае выявлена хаотическая (разнонаправленная) ориентация ресничек с нарушением центра ветвления (рис. 1). Данные изменения указывают на снижение их моторной функции.

Ультраструктурный анализ биоптатов трахеи и бронхов констатировал наличие ресничек с отсутствующим внутренним цитоскелетным комплексом (аксонемой). В одном случае обнаружены клетки, в которых часть периферических пар микротрубочек в аксонеме представлена не дуплетами, а синглетами (рис. 2). Количество сохраненных пар варьировало от 0 до 5. Подобные нарушения характерны для генетически-детерминированной патологии.

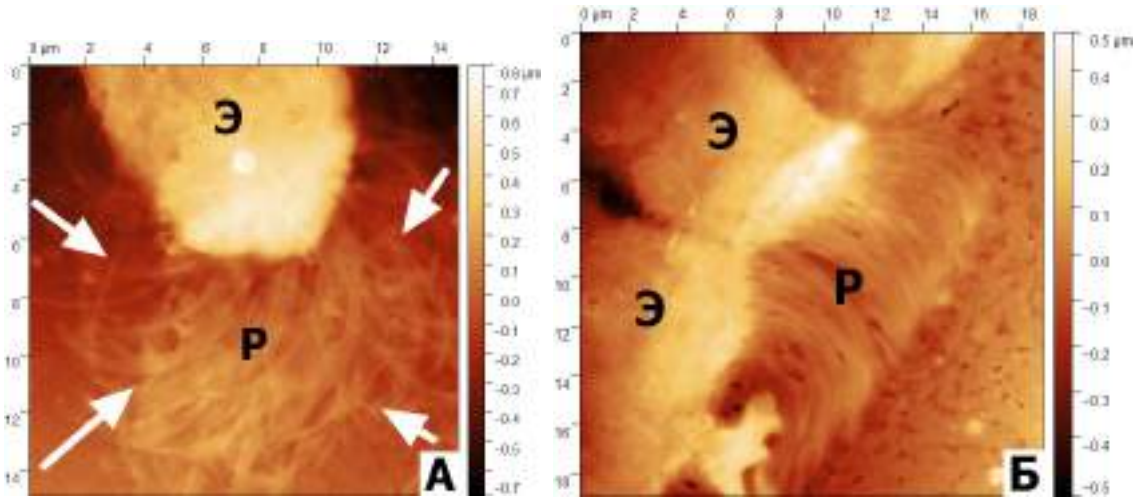


Рис. 1. АСМ. Эпителиоциты (Э) с различной ориентацией ресничек (Р):
А – разнонаправленная;
Б – однонаправленная (контроль)

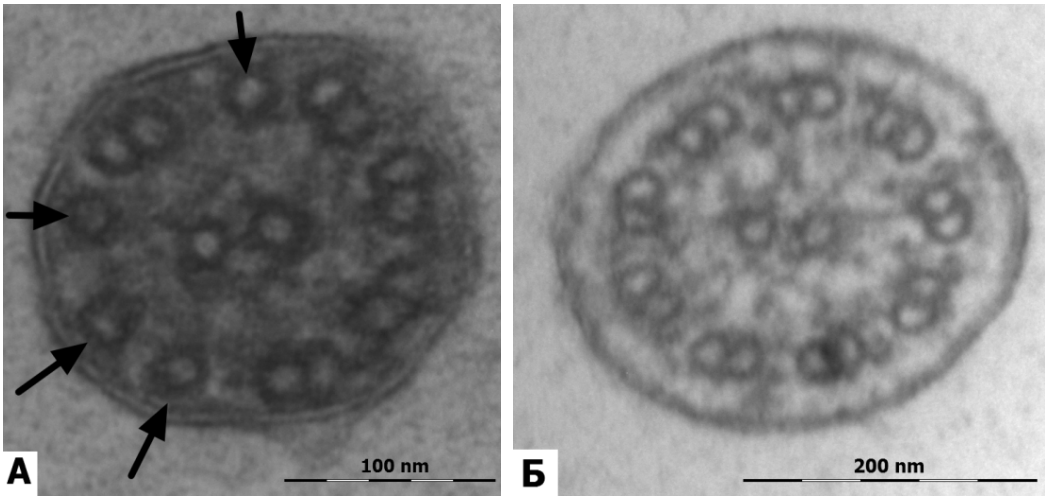


Рис. 2. Поперечный срез ресничек:
А – синглетные микротрубочки (стрелки);
Б – сохранена организация аксонемы (контроль)

Таким образом, сочетанное использование ЭМ и АСМ позволило охарактеризовать изменения в ультраструктуре и организации реснитчатого аппарата. Данный подход может использоваться для уточнения генеза заболевания и корректировки тактики этиопатогенетической терапии.

Список литературы:

[1] A.E. Tilley [et al.], Cilia Dysfunction in Lung Disease, *Annu. Rev. Physiol.*, **V.** 77, 1‑26. (2015)

Ультраструктурная организация реплицирующегося хроматина растений

Арифулин Е.А.[1], Кузнецова М.А.[1], Гурьянов Ф.А.[2], Сорокин Д.В.[2,3], Поташникова Д.М.[4], Широкова О.М.[5], Шеваль Е.В.[1,4]

[1]НИИ физико-химической биологии им. А.Н. Белозерского МГУ
[2]Лаборатория математических методов обработки изображений, факультет вычислительной математики и кибернетики МГУ
[3]Междисциплинарная научно-образовательная школа Московского Университета «Мозг, когнитивные системы, искусственный интеллект»
[4]Кафедра клеточной биологии и гистологии, биологический факультет МГУ
[5]ЦНИЛ ИФМ ФГБОУ ВО «ПИМУ»
e-mail: woodruff@belozersky.msu.ru

В ядрах и хромосомах эукариот ДНК с помощью специальных белков компактизуется в плотные хроматиновые комплексы, образующие систему иерархически сопряженных структур. До сих пор нет единого мнения об устройстве хроматина на высоких уровнях компактизации, также слабо изучены изменения структуры хроматина в функционально активных состояниях, т.е. в ходе репликации, транскрипции и репарации. В частности, противоречивы данные о судьбе высших уровней компактизации хроматина в ходе репликации. По одним данным этот процесс сопровождается перемещением за пределы компактных хроматиновых доменов участков ДНК, непосредственно затронутых репликацией. По другим данным репликация начинается на границах плотных блоков, которые затем постепенно декомпактизируются. Как видно, обе модели предполагают локальную декомпактизацию хроматина, которая может и не сопровождаться потерей структурной целостности крупных хроматиновых доменов.

В литературе принято выделять три категории ядер растений по количеству конденсированного хроматина. От меньшего к большему, это ядра с диффузным хроматином, хромоцентрические и хромонемные. На начальном этапе работы нами была установлена корреляция между размером генома растения и количеством конденсированного хроматина в интерфазных ядрах. Далее мы проанализировали структурную трансформацию хроматина в ходе репликации на примере хромонемных ядер корневой меристемы *Nigella damascena* L. Так как анализ с высоким разрешением целых корешков затруднен, все ультраструктурные исследования проводились на срезах толщиной от 100 до 200 нм, в зависимости от условий эксперимента. При помощи сортировки изолированных ядер по количеству ДНК были найдены и охарактеризованы три паттерна репликации, характерные для ранней средней и поздней стадии репликации. Необходимо отметить, что найденные паттерны репликации отличаются от аналогичных паттернов характерных для животных клеток, что может быть связано с разным содержанием и пространственным распределением конденсированного хроматина.

Для исследования тонкой структуры хроматина на различных этапах репликации был применен метод корреляционной световой и электронной микроскопии (CLEM). Данный метод позволяет наложить картину репликационного мечения, регистрируемую в световом микроскопе на электронно-микроскопическое изображение ядер растений. В ходе получения изображений неизбежны искажения, возникающие из-за дисторсии и термической деформации объекта. Для максимально точного наложения изображений со светового и электронного микроскопов был разработан метод совмещения изображений, основанный на теории упругих деформаций и использовании функции взаимной информации интенсивности изображений. Было показано, что репликация протекает преимущественно в диффузном хроматине и на границе плотных блоков. В средней S-фазе происходит репликация большей части конденсированного хроматина, сопровождающаяся глобальной деконденсацией хромонем.

Таким образом, наблюдение за хроматином растений с большим геномом позволяет сделать вывод о необходимости разборки высших уровней компактизации хроматина (интерфазных хромонем) для протекания в них процесса репликации.

Данная работа была поддержана Российским фондом фундаментальных исследований (грант 20-54-12016). Авторы благодарят Программу развития МГУ (ПНР 5.13) и Nikon Center of Excellence за предоставление доступа к оборудованию

Амилоидоподобные агрегаты пептидов, соответствующих поликатионным доменам нативно-неупорядоченных белков мозга BASP1 и GAP-43

Форсова О.С.[1,2], Захарова Ф.М.[3,4], Захаров В.В.[1,2,5]

[1] НИЦ "Курчатовский институт" – ПИЯФ, Гатчина, Ленинградская обл.
[2] Институт высокомолекулярных соединений РАН, Санкт-Петербург
[3] ФГБНУ "Институт экспериментальной медицины", Санкт-Петербург
[4] Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург
[5] Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург
e-mail: forsova_os@pnpi.nrcki.ru

Белки пресинаптической мембраны нейронов BASP1 и GAP-43 участвуют в направленном росте аксонов, синаптической пластичности (формировании памяти и обучении) и нейрорегенерации. Ранее мы показали, что BASP1 и GAP-43 способны формировать *in vitro* агрегаты – олигомеры и фибриллы, сходные с агрегатами амилоидных белков, связанных с развитием ряда нейродегенеративных заболеваний [1,2]. BASP1 и GAP-43 являются кислыми нативно-неупорядоченными белками и при этом лишены доменов, характерных для амилоидоподобных и прионоподобных белков. Отсутствуют данные о связи этих белков с амилоидозами – болезнями белковой агрегации, при которых происходит спонтанное необратимое накопление белков в агрегированной форме. Агрегация белков BASP1 и GAP-43 происходит в присутствии кислых фосфолипидов и анионных детергентов, в частности, додецилсульфата натрия (ДСН). С помощью просвечивающей электронной микроскопии и ряда других методов мы исследовали агрегационный потенциал синтетических пептидов, соответствующих поликатионным (обогащенным остатками Lys и Arg) доменам белков BASP1 и GAP-43, поскольку именно данные участки обладают потенциалом для фолдинга в присутствии анионных индукторов.

В работе были использованы миристоилированные пептиды myr-BASP1(1-13) и myr-BASP1(1-19), а также пептиды BASP1(1-13), GAP-43(1-10), GAP-43(1-40), GAP-43(30-52), GAP-43(38-52) и GAP-43(41-52). В работе исследовали тип агрегатов, образуемых пептидами – олигомеры, фибриллы, кристаллические или аморфные агрегаты, а также амилоидоподобный характер данных агрегатов, а именно: влияние на спектр поглощения и двулучепреломление конго красного, усиление флуоресценции тиофлавина Т, взаимодействие с конформационно-специфическими антителами к олигомерам и фибриллам амилоидных белков. Было показано, что пептиды myr-BASP1(1-13), myr-BASP1(1-19), GAP-43(1-40), GAP-43(30-52) и GAP-43(38-52) в зависимости от условий способны образовывать как олигомерные (рис.1), так и фибриллярные (рис.2) агрегаты, сходные по своим свойствам с агрегатами амилоидных белков. В то время как белки BASP1 и GAP-43 сами по себе не склонны к образованию фибрилл и предпочитают олигомерную форму, пептиды myr-BASP1(1-13) и myr-BASP1(1-

19) в присутствии ДСН индуцируют переход обоих белков в фибриллярную форму (рис.3). На рис.1-3 масштабная шкала составляет 100 нм.

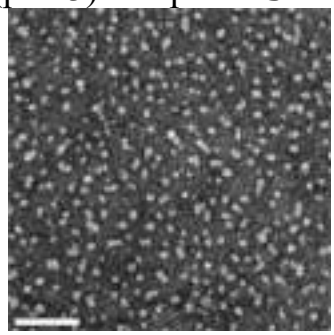


Рис.1. Олигомеры GAP-43(30-52)

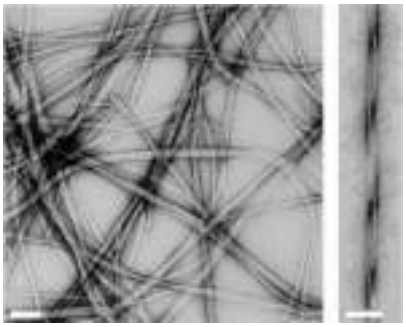


Рис.2. Фибриллы myr-BASP1(1-13)

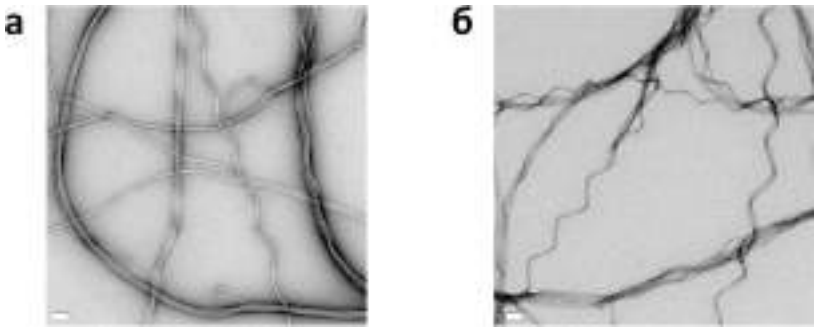


Рис.3. Фибриллы BASP1 (а) и GAP-43 (б) в присутствии myr-BASP1(1-19)

Проведенные эксперименты позволяют заключить, что поликатионные домены белков BASP1 и GAP-43 являются неканоническими амилоидогенными детерминантами. Компенсация положительного заряда, происходящая при связывании с анионными амфифильными соединениями, делает эти участки приближенными по свойствам к доменам APR (aggregation-prone regions) амилоидных белков. Зависимость агрегации белков от взаимодействия поликатионных доменов с кислыми фосфолипидами делает процесс агрегации белков BASP1 и GAP-43 обратимым. Полученные результаты являются достаточно интересными в свете обнаружения многочисленных функциональных амилоидных форм белков, действующих по механизму “управляемого амилоида”, который предполагает регулируемое образование амилоидо- или прионоподобных агрегатов, участвующих в разнообразных физиологических процессах, в том числе, в формировании памяти [3].

Список литературы:

[1] V.V. Zakharov and M.I. Mosevitsky, *J. Struct. Biol.*, **170**, 470-483 (2010).
[2] O.S. Forsova and V.V. Zakharov, *FEBS J.*, **283**, 1550-1569 (2016).
[3] R.G. Roberts, *PLoS Biol.*, **14**, e1002362 (2016).

Ультраструктура гепатоцитов при экспериментальном метаболическом синдроме и действии низкоинтенсивного электромагнитного излучения

Королев Ю.Н., Никулина Л.А., Михайлик Л.В.

ФГБУ Национальный медицинский исследовательский центр реабилитации и курортологии Минздрава России
Korolev.yur@yandex.ru

В настоящей работе исследовались ультраструктурные адаптационные перестройки в гепатоцитах в условиях развития метаболического синдрома и действия низкоинтенсивного электромагнитного излучения (ЭМИ) сверхвысокой частоты (СВЧ). Эксперимент проведен на нелинейных крысах-самцах, модель метаболического синдрома воспроизводилась в течение 60 дней с применением высококалорийной диеты с избыточным содержанием насыщенных жиров и углеводов. Животные опытной группы на фоне применения высококалорийной диеты получали курс низкоинтенсивного ЭМИ СВЧ (12 процедур), ежедневно, по 2 минуты на поясничную область в зоне проекции надпочечников с целью воздействия на нейрогормональные механизмы адаптации. Процедуры проводились от аппарата «Акватон» (плотность потока мощности менее 1мкВт/см^2, частота около 1000 МГц). Контролем служили животные получавшие только высококалорийную диету, использовались также интактные животные. Исследования проводили на электронном микроскопе Libra 120 (Германия) с программой Carl Zeiss SMT Nano Technology System Division, включающей в себя математическую обработку внутриклеточных структур. Достоверность различий оценивали с помощью t-критерия Стьюдента.

Результаты исследования показали, что в клетках печени животных контрольной группы характерным являлось увеличение содержания гликогена и липидных включений с развитием явлений жировой дистрофии. Нарушение процессов внутриклеточной регенерации проявлялось в снижении численности митохондрий, частичной деструкции крист и просветлении матрикса. В некоторых гепатоцитах наблюдалась дегрануляция и фрагментация мембран гранулярной эндоплазматической сети. Применение ЭМИ СВЧ на фоне высококалорийной диеты вызывало усиление ряда адаптационно-защитных реакций и ослабление деструктивных процессов. При этом происходило увеличение размеров отдельных ядер, числа ядрышек и двуядерных гепатоцитов (на 17,3%, $p<0,01$) , снижалось содержание гликогена и липидных включений. Наблюдалась активация процессов внутриклеточной регенерации, которая в наибольшей мере проявлялась со стороны белоксинтезирующих органелл. Отчетливого развития достигала гранулярная эндоплазматическая сеть, которая состояла из удлиненных параллельно расположенных цистерн с

ассоциированными рибосомами, реже обнаруживались мелкие скопления свободных рибосом и полисом. Характерные сдвиги претерпевали митохондрии: их количество снижалось (на 17,5%, $p<0,01$), однако при этом возрастал их биоэнергетический потенциал за счет конденсации матрикса и повышения числа крист с расширенными просветами. Митохондрии и гранулярная эндоплазматическая сеть имели тесные контакты между собой, иногда они образовывали морфофункциональные комплексы, что указывало на интенсивность развития адаптационно-защитных процессов. Возрастала численность лизосом, фагосом, а также аутофагосом. В ряде гепатоцитов обнаруживалась пролиферация гладкой эндоплазматической сети и расширение цистерн комплекса Гольджи.

Таким образом применение низкоинтенсивного ЭМИ СВЧ способствовало усилению процессов внутриклеточной регенерации в гепатоцитах и повышению их устойчивости в условиях развития метаболического синдрома. Выявленные адаптационно-защитные сдвиги в основном были обусловлены антиоксидантным и мембраностабилизирующим действием ЭМИ СВЧ на общие нейрогормональные и местные механизмы регуляции.

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

Identification of oxidation states in Ni-containing oxides by monochromated electron energy loss spectroscopy

Emelyanova O.V.[1*], Morozov A.V.[1], Savina A.A.[1], Abakumov A.M.[1]

Center of Energy Science and Technology, Skolkovo Institute of Science and Technology (Moscow, Russia)
e-mail: O.Emelianova@skoltech.ru

Transition metals (TM) in oxides can have varying oxidation states leading to the variability of material chemical and physical properties [1-4]. The local oxidation states associated with atoms in such materials differ from the formal ones determined from chemical formula. Electron energy loss spectroscopy (EELS) is a highly promising approach to probing TM oxidation state because it provides high spatial resolution – down to the atomic level, especially important when dealing with cathode materials of Li-ion batteries. EELS analysis is used two-parameter and energy-loss near-edge structure (ELNES) fitting methods, estimation of the white-line ratio, chemical shift, or edge onset difference. Correlations between these parameters and the formal TM oxidation states (calibration curves) have been found for such transition metals as V, Mn, Fe, Co [5, 6] However, no suitable way to extract quantitative information on Ni oxidation state from EELS data has been suggested.

Here we propose a method for determination of oxidation state in a series of Ni containing materials, including NiO, Li_xNiO_2 (with different Li content), and $BaNiO_3$. The method is based on tracking of Ni-L_3 ELNES with quantitative signal post-treatment.

A set of STEM-EELS 2D data arrays (spectrum imaging (SI)) was obtained on a probe aberration-corrected FEI Titan Themis Z electron microscope at 200 kV, equipped with a monochromator and a Quantum 965 EELS spectrometer at Skoltech's Advanced Imaging Core Facility. All EELS data presented in this study were acquired in the Dual EELS mode with the 2.5 mm slit width, 50 μm C3 diameter, and 0.025 eV/channel energy dispersion. The Dual EELS mode, which simultaneously acquires both low-loss (LL) and core-loss (CL) SIs in the vicinity of Ni-$L_{2,3}$ edges guarantees accurate energy calibration and better signal-to-noise ratio (SNR).

First of all, X-ray spikes caused by spurious external radiation were removed from the LL and CL SIs using the in-built function of Gatan Digital Micrograph software (GMS). Then, the energy drift in the CL SI was corrected on pixel-to-pixel basis using the zero-loss peak position. The principal component analysis (PCA) [7] of the CL SI on the corrected spectrum was performed using Hyperspy software [8]. The background was removed using a power law fitting in the GMS. Additional background signal that arises from less intense transitions to continuum states was removed using the double atan EELS background script [9] in GMS. Final spectra were normalized by integration of the L_3 and L_2 edges. Finally, the Ni-$L_{2,3}$ edges were summed up from the set of acquired CL SIs.

The accuracy of the oxidation state determination strongly depends on the ability to resolve fine ELNES details. Thanks to the achieved energy resolution of 0.175 eV

it was possible to clearly resolve the fine structure of the Ni-L_3 edge with low and high energy peak(s). According to Ref [10], the low energy peak of Ni-L_3 edge in oxides corresponds to the Ni $3d^8$ configuration, while the high energy peak is due to electron–hole pair excitations across the 2p oxygen band cut by E_F. It was found that the changes in the intensity of Ni-L_3 edge sub-peaks clearly correlate with the changes of Ni oxidation states. The increase of oxidation state leads to suppression of the lower energy sub-peak intensity and growth of the higher energy peak intensity. This effect is used for quantitative determination of Ni oxidation state.

In order to obtain oxidation state from Ni-L_3 edge data with multiplet structure, the peak deconvolution was performed keeping in mind that the structure of Ni-L_3 edge in the low-spin electron configuration should be described by 3, 5 and 4 peaks for Ni in +2, +3 and +4 oxidation states respectively [11]. Considering the EELS spectra resolution, the number of peaks to actually use in the fitting remains an arbitrary choice in the range given in Ref [11]. In this study four pseudo-Voigt peaks were used. The extracted peak located at the highest energy, presumably corresponding to unresolved two electron excitations, was not used in subsequent calculations of the ratio of integrated intensity of the first peak (for pristine $LiNiO_2$ at ~855 eV) to the summed intensity of the second (~856.2 eV) and the third (~856.2 eV) peaks. The extracted dependence of this ratio on the formal oxidation state confirms possibility to quantitatively determine Ni oxidation state in TM oxides.

This study was supported by Russian Science Foundation (RSF), grant agreement № 20-13-00233.

References:

[1] X. Wang, X. Fan, X. Yu et al., Advanced Functional Matererials, 31, 2001633 (2021).
[2] L. Biao, K. Khagesh, I. Roy et al., Nature Materials (2022).
[3] M.R. Morales, L. Lajaunie, J.J. Calvino, et al., Applied Surface Science, 563, 150318 (2021).
[4] R. Tao, R. Todorovic, J. Liu, et al., Journal of Applied Physics, 110, 124313 (2011).
[5] H. Tan , J. Verbeeck, A. Abakumov et al.,, Ultramicroscopy, 116, 24-33 (2012).
[6] Z.L. Wang, J.S. Yin, and Y.D. Jiang, Micron, 31, 571-580 (2000).
[7] H. Pearson , C.C. Ahn and B. Fultz , Physical Review B, 47 8471–8478 (1993).
[8] F. de la Peña, E. Prestat, V.T. Fauske, et al., DENSmerijn, (2021). hyperspy/hyperspy: Release v1.6.5 (v1.6.5). Zenodo.
[9] D.R.G. Mitchell. Double Atan EELS background, 20150402, v2.0.
[10] V.Bisogni, S. Catalano, R. Green et al.. Nature Communications, 7, 13017 (2016).
[11] H. Ikeno, I. Tanaka, Y. Koyama, et al., Physical Review B, 72, 075123 (2005).

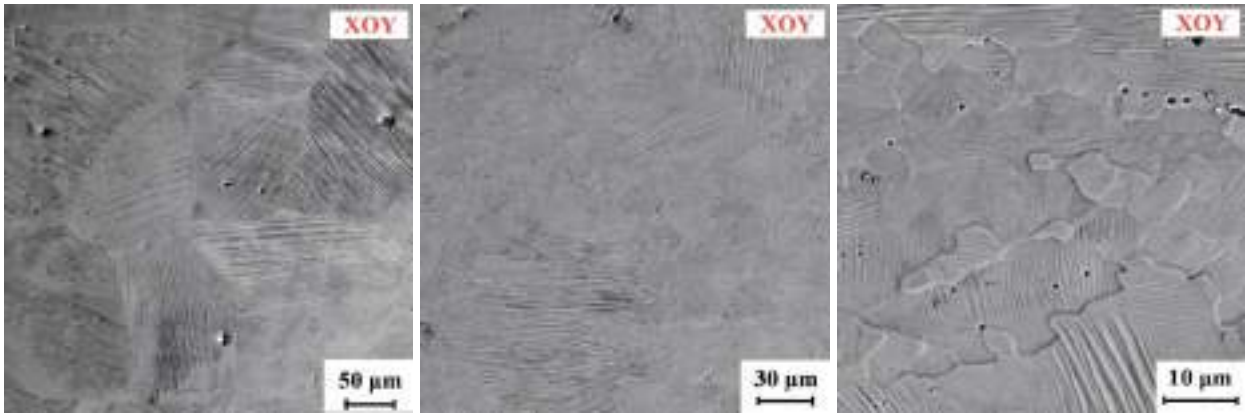
Формирование двухкомпонентной зёренной структуры в сплаве Гейслера системы Ni-Mn-Ga методом ковки

Гайфуллин Р.Ю.[1], Мусабиров И.И.[1], Сафаров И.М.[1]

[1]*Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, г. Уфа*
e-mail: gaifullin_1998@bk.ru

Сплавы Гейслера в области мартенситного превращения обладают сочетанием таких уникальных функциональных эффектов как ферромагнитный эффект памяти формы, магнитокалорический эффект, гигантское магнитосопротивление и др. Существенным недостатком сплавов в монокристаллическом и поликристаллическом состоянии являются пониженные эксплуатационные свойства. При многократных циклах мартенситного превращения, образцы сплавов разрушаются вследствие накопления дефектов, формирующихся упругими напряжениями при фазовом превращении. Одним из способов повышения эксплуатационных свойств материала является деформационно-термическая обработка (ДТО). При этом необходимо учитывать тот факт, что обработка может снизить величины функциональных эффектов из-за изменения зёренной микроструктуры и уменьшения среднего размера зерна.

В данной работе представлены результаты исследования микроструктуры и температур мартенситного превращения (МП) в сплаве Гейслера $Ni_{2.25}Mn_{0.75}Ga_{0.93}Si_{0.07}$ в исходном литом состоянии и после ДТО методом всесторонней изотермической ковки (ВИК) при 700°C и истинной степени деформации e=3.19.



(a) *(b)* *(c)*

Рис. 1. Микроструктура сплава в исходном литом состоянии (a) и кованном состоянии при различных увеличениях (b, c)

Показано, что в результате обработки исходная микроструктура в виде крупных зерен размером 100-200 мкм трансформируется в двухкомпонентную микроструктуру, в которой крупные зерна окружены прослойкой мелкозернистой микроструктуры. Такой тип структуры идентифицируется как микроструктура типа «ожерелье». Ранее было показано, что такой тип микроструктуры существенно повышает эксплуатационные свойства сплава Гейслера. Однако данный эффект был продемонстрирован на сплаве, в котором мартенситное превращение протекает в парамагнитном состоянии. В

исследуемом сплаве интервалы мартенситного и магнитного фазовых превращений совпадают.

Microstructure and X-ray diffraction analysis of high-density polyethylene modified fishbone

Gojaev E.M.[1], Alieva Sh.V.[1], Nazarov A.M.[2], Mammadova S.I.[1]

[1] Azerbaijan Technical University
[2]Institute of Physics of the NAS of Azerbaijan
e-mail: geldar-04@mail.ru

As is known, biocomposites are composite materials formed by the addition of natural fibers. They can be used both separately and in addition to standard materials. These types of materials have a number of features: they have a positive effect on health; is safe; is light; These are materials that have little impact on the environment from an environmental point of view, which makes the use of such materials more convenient. Currently, biocomposites are widely used in the automotive and construction industries. For example, door panels, seats, ceilings, cargo areas, etc. Biocomposites are widely used in the manufacture of parts. More than 20% of biocomposites used in the automotive industry. It is characterized by the following factors: their strength, physical and chemical characteristics, low cost, high sound insulation, renewable material base, low density of natural fibers, biodegradability of fibers, the possibility of recycling and environmental friendliness. is profitable [6]. The last two indicators are of particular importance. Based on the above, the study of the properties of fish bones used as fillers in the production of biocomposites, as well as biocomposites obtained with their participation is of particular importance. The choice of such a filler is not accidental. An analysis of the periodical literature shows that these materials are natural polymers that are quite resistant to external influences. Taking into account the above, in the present work by the AFM method and the X-ray phase analysis were analyzed the microreliefs of the surfaces of the biocomposite materials obtained by adding fish bone to LDPE and 1 vol% Al nanoparticles. For the obtaining of biocomposites were used as a matrix high-pressure polyethylene (LDPE) grade M-158, and as a filler were used fish bones (FB) and Al nanoparticles size 50 nm. The preparation of filler powders was carried out according to the method. The content of the biofiller in the composites is 10 vol.% and the content of the Al nanoparticles is 1 vol.%. In this work, the AFM method was used to study the surface microrelief of bionanocomposites such as LDPE+ 10 vol.% FB and LDPE+ 10 vol.% FB + 1 vol.% Al obtained by adding fish bone and Al nanoparticles to LDPE. The surface examination is carried out using the AQM MD mode. X-ray phase analysis of biocomposites was carried out using a two-dimensional diffractometer Bruker 2D [130, 74 p.62]. The light source was CuKα radiation (λ=1.541780 Å), which passed through a nickel filter in the same mode. The measurement error did not exceed θ = ± 0.020. The results of X-ray phase analysis are shown in Figs.1. As can be seen from the figure, the addition of 1 volume of Al nanoparticles to the biocomposite containing 10 vol % fish bone created additional reflections associated with aluminum on the X-ray

diffraction pattern. In general, no sharp structural changes were observed in the biocomposite.

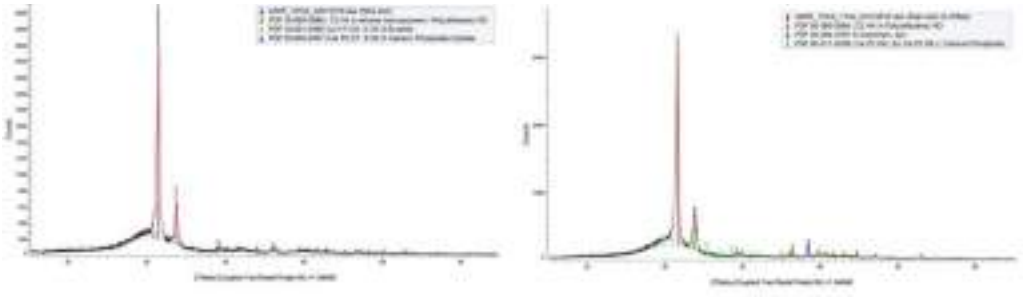
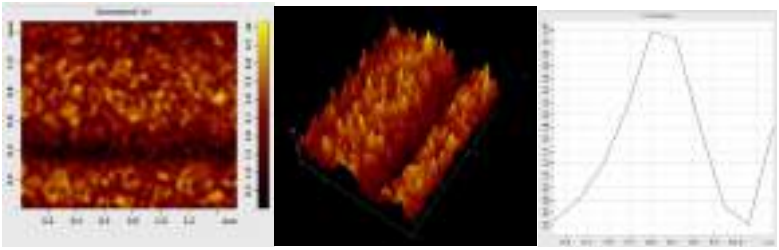
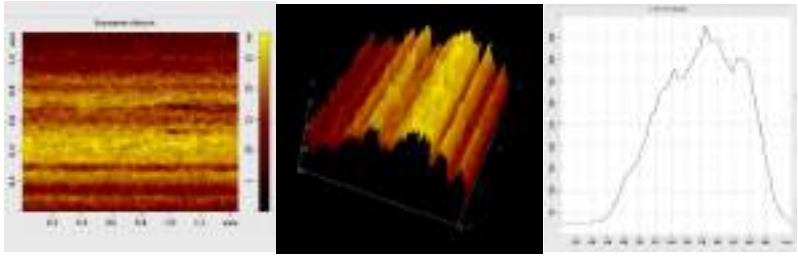


Figure 1.



LDPE+10 vol%FB



LDPE+10 vol%FB+1 vol%Al

Figure 2. The surface microrelief of biocomposites LDPE+ 10 vol.% FB and bionanocomposites LDPE+10 vol.%FB+1vol.%Al in 2D and 3D mode.

The study of the microrelief on the surface of biocomposites and bionanocomposites analysis are shown in Figs. 2. As can be seen from the figure 2 shows that a change in the composition of nanocomposites is clearly observed when Al nanoparticles are added. Most likely, this change is associated with the interaction of the edges of the matrix-bone surface, Matrix-Al nanoparticles, and Bone-Al nanoparticles.

References

[1] E.M. Godzhaev, Sh.V. Alieva, V.V. Salimova *Vestn. Mosk. Gos. Tekh. Univ. im. N.E. Baumana, Mashinostr.* [Herald of the Bauman Moscow State Tech.Univ, Mech. Eng.], **3,** 90 (2017).

[2] J.K. Pandey, V. Nagarajan, A.K. Mohanty, M. Misra *Biocomposites: Design and Mechanical Performance*. Elsevier. 1-15 (2015).

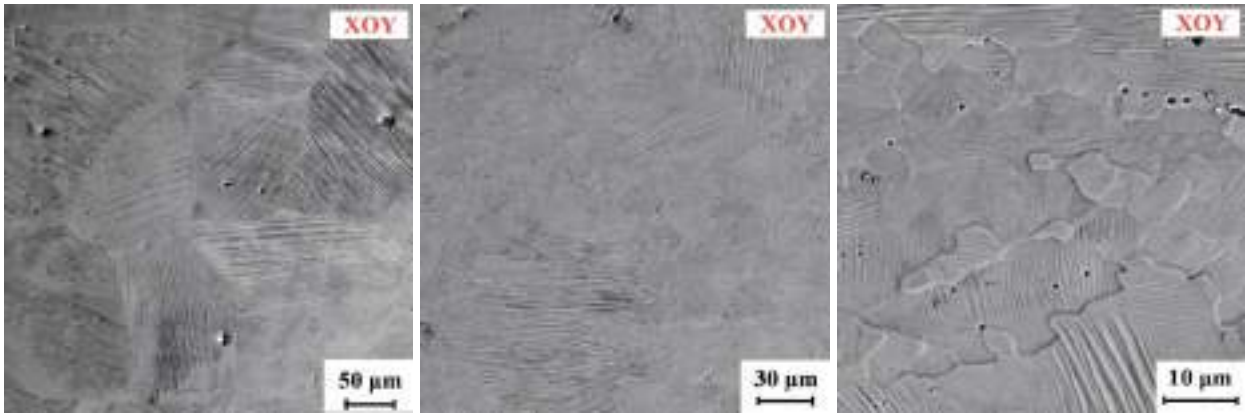
Формирование двухкомпонентной зёренной структуры в сплаве Гейслера системы Ni-Mn-Ga методом ковки

Гайфуллин Р.Ю.[1], Мусабиров И.И.[1], Сафаров И.М.[1]

[1]Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, г. Уфа
e-mail: gaifullin_1998@bk.ru

Сплавы Гейслера в области мартенситного превращения обладают сочетанием таких уникальных функциональных эффектов как ферромагнитный эффект памяти формы, магнитокалорический эффект, гигантское магнитосопротивление и др. Существенным недостатком сплавов в монокристаллическом и поликристаллическом состоянии являются пониженные эксплуатационные свойства. При многократных циклах мартенситного превращения, образцы сплавов разрушаются вследствие накопления дефектов, формирующихся упругими напряжениями при фазовом превращении. Одним из способов повышения эксплуатационных свойств материала является деформационно-термическая обработка (ДТО). При этом необходимо учитывать тот факт, что обработка может снизить величины функциональных эффектов из-за изменения зёренной микроструктуры и уменьшения среднего размера зерна.

В данной работе представлены результаты исследования микроструктуры и температур мартенситного превращения (МП) в сплаве Гейслера $Ni_{2.25}Mn_{0.75}Ga_{0.93}Si_{0.07}$ в исходном литом состоянии и после ДТО методом всесторонней изотермической ковки (ВИК) при 700°C и истинной степени деформации e=3.19.



(a) *(b)* *(c)*

Рис. 1. Микроструктура сплава в исходном литом состоянии (a) и кованном состоянии при различных увеличениях (b, c)

Показано, что в результате обработки исходная микроструктура в виде крупных зерен размером 100-200 мкм трансформируется в двухкомпонентную микроструктуру, в которой крупные зерна окружены прослойкой

мелкозернистой микроструктуры. Такой тип структуры идентифицируется как микроструктура типа «ожерелье». Ранее было показано, что такой тип микроструктуры существенно повышает эксплуатационные свойства сплава Гейслера. Однако данный эффект был продемонстрирован на сплаве, в котором мартенситное превращение протекает в парамагнитном состоянии. В исследуемом сплаве интервалы мартенситного и магнитного фазовых превращений совпадают.

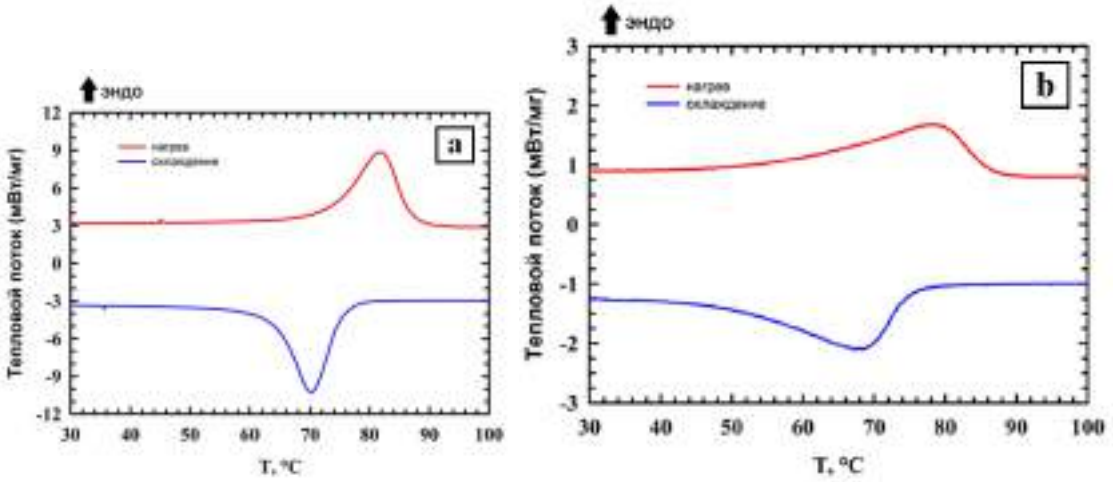


Рис. 2. Данные ДСК сплава в исходном литом (a) и кованном состоянии (b)

Анализ данных дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) показывает, что в результате ДТО выплавленного сплава наблюдается смещение характеристических температур мартенситного превращения в область низких температур. Так на рис. 2а показано, что при измерении сплава в исходном литом состоянии пик фазового превращения (обратного мартенситного) приходится на температуру 80°C. Для кованного состояния эта точка имеет значение 72°C.

Таким образом ковка сплава $Ni_{2.25}Mn_{0.75}Ga_{0.93}Si_{0.07}$ при 700°C и истинной степени деформации e=3.19 позволяет сформировать в материале микроструктуру типа «ожерелье». При этом ДТО приводит к смещению температуры мартенситного превращения в область низких температур на величину порядка 10°C.

Growth properties of $Cd_{1-x}Mn_xSe$ thin films

Mehrabova M.A.[1,2], Kazimova A.I.[3], Nazarov A.M.[4], Hasanov N.H.[5], Sadigov R.M.[2,4]

[1]Institute of Radiation Problems NAS of Azerbaijan
[2]Azerbaijan Technical University, Baku Azerbaijan
[3]Ganja State University, Ganja, Azerbaijan
[4]Institute of Physics NAS of Azerbaijan
[5]Baku State University, Baku Azerbaijan
e-mail: m.mehrabova@science.az

Semimagnetic semiconductors (SMSC) are solid solutions with a fraction of the cations replaced by the magnetic transition metal (TM) ions like Mn, Cr, Fe, Co and other rare earth metals. The great interest in studying the SMSC is stimulated by their unique electronic, magnetic and magnetooptical properties [1]. For example, the band gap and the lattice parameters can be varied by changing the composition. CdSe is a good candidate as host material for SMSC [2, 3]. This paper reports the growth mechanism of $Cd_{1-x}Mn_xSe$ (x=0.05) thin films, structural investigations and study of surface morphology.

$Cd_{1-x}Mn_xSe$ (x=0.05) thin films of thickness 2 μm were grown on a cleaned glass substrates at the rate of υ=18-20 Å/s by Molecular Beam Condensation (MBC) method in a vacuum of $(1\div2)10^{-4}$ Pa. The substrate temperature was T_{sub}=673 K and source temperature was T_{sub}=1223 K.

The crystal structure and phase purity of the $Cd_{1-x}Mn_xSe$ (x=0.05) thin films were studied at room temperature by XRD method using a BRUKER XRD D8 ADVANCE (fig.1) within the 2θ range from 5° to 80°. It was defined that thin films have a polycrystalline structure. The d-values and intensities of reflections for the various hkl planes were noted. It appeared from the results that $Cd_{1-x}Mn_xSe$ exhibited hexagonal wurtzite structure with space group P63mc. The corresponding lattice parameters are a=4.26800 Å and c=6.98300 Å.

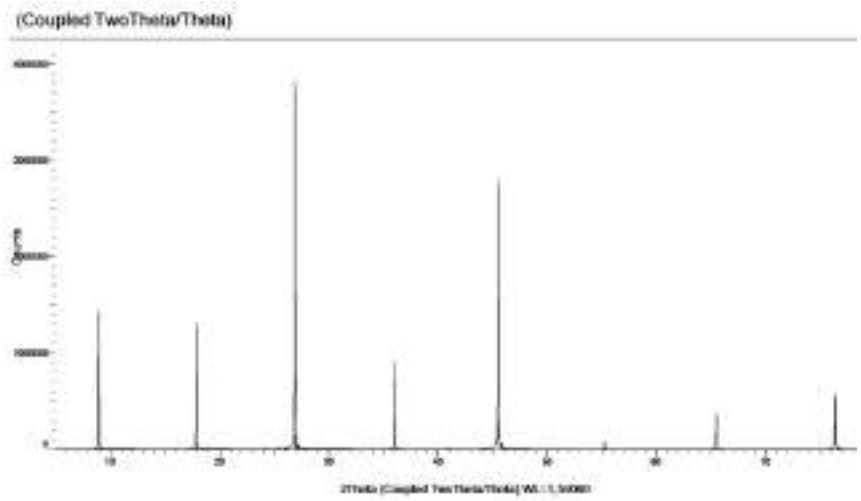


Figure 1. XRD spectrum of the $Cd_{1-x}Mn_xSe$ (x=0.05) thin films

References:

[1] V.S. Karande, S.H. Mane, V.B. Pujari, L.P. Deshmukh *Materials Letters*, **59**, 148 (2005).

[2] M. A. Mehrabova,, H.S. Orujov, N.H. Hasanov, A.I. Kazimova, A.A. Abdullayeva *Mechanics of Solids*, **55**, 108 (2020).

[3] H.R. Nuriyev, M.A. Mehrabova, N.H. Hasanov, A.I. Kazimova, N.A. Safarov, R.M. Sadigov *İnternational conference Mechanisms and non-linear problems of nucleation and growth of crystals and thin films*, 1-5 July 2019, Saint Petersburg, Russia, 157 (2019).

Морфология приземных биоаэрозолей в Москве по результатам анализа методами РЭМ и РСМА

Садовская Н.В.[1], Губанова Д.П.[2], Иорданский М.А.[2], Скороход А.И.[2], Авилов А.С.[1]

[1]ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Ленинский проспект, д. 59
[2]Институт физики атмосферы им. А.М. Обухова РАН, Москва, Пыжевский переулок, д. 3

e-mail: nataly_sadovska@mail.ru; gubanova@ifaran.ru

Аэрозоли биологического происхождения (биоаэрозоли) играют жизненно важную роль во взаимодействии между атмосферой, биосферой, климатом и здоровьем населения. Они относятся к группе органических аэрозолей размером от 10 нм до 100 мм и представляют собой переносимые по воздуху частицы или крупные молекулы, которые либо являются живыми, переносят живые организмы, либо выделяются живыми организмами (например, бактерии, споры грибов, вирусы, пыльца, биопленки, остатки клеток и др.) [1, 2].

Большинство исследований биоаэрозолей в последние годы тесно связано с вопросами их воздействия на здоровье человека и животных и на состояние растений. Однако биочастицы способны активно участвовать в атмосферных процессах, обуславливающих изменение климата Земли. В частности, они могут служить ядрами для облачных капель, кристаллов льда и осадков, тем самым влияя на гидрологический цикл и климат [1, 2]. Однако современные знания о физике и химии биоаэрозолей всё ещё недостаточно развиты. В этом аспекте очень важны сведения о морфологической структуре и составе атмосферных биочастиц, не только характеризующие природу и механизмы образования и эволюции, но и определяющие свойства и химическую активность биоаэрозолей в процессах изменения состояния атмосферы, биосферы и климата.

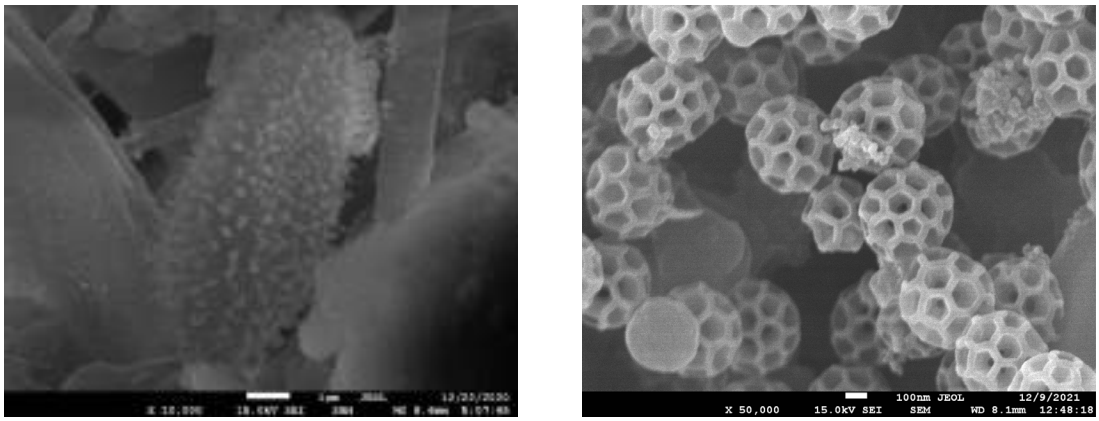
В настоящем докладе обсуждаются результаты исследования морфологии и элементного состава аэрозольных частиц биологического происхождения в приземном слое атмосферы г. Москвы по данным комплексного аэрозольного эксперимента по изучению физико-химических свойств приземного аэрозоля, проводимого в ИФА им. А.М. Обухова РАН [3].

Аэрозольные пробы отбирали на гидрофобные фильтры из политетрафторэтилена (PTFE-фильтры) и фильтры из ткани Петрянова в разные сезоны 2019−2021 гг. при различных синоптических и метеорологических условиях и антропогенной нагрузке. Пункт наблюдений располагался в ЦАО г. Москвы, на территории ИФА им. А.М. Обухова РАН (Пыжевский пер., д. 3).

Морфологическую структуру частиц исследовали методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) с помощью сканирующего электронного микроскопа высокого разрешения с автоэмиссионным катодом JSM 7500F фирмы JEOL. Элементный состав определяли методом рентгеноспектрального микроанализа. С этой целью применяли аналитическую приставку к растровому электронному микроскопу - энергодисперсионный микроанализатор INCA Penta

FET-x3 фирмы OXFORD INSTRUMENTS (Великобритания). Анализатор был оборудован кремний-литиевым детектором с азотным охлаждением, разрешение по углероду составляло 129 эВ. Калибровку детектора осуществляли по излучению CoK_α от эталонного металлического кобальта.

Наряду с частицами антропогенного происхождения и смешанной природы в составе приземного воздуха столичного мегаполиса были идентифицированы аэрозольные частицы биологического происхождения (рис. 1).



(а) (б)

Рис.1. РЭМ-изображение частиц биоаэрозолей: а – конидии грибов (масштаб. метка – 1 мкм), б – брохосомы (масштаб. метка – 100 нм).

Рассматриваются характерные размеры, форма, структура и элементный состав биочастиц, обсуждаются их природа и метеорологические условия их переноса в атмосфере города.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Государственного задания ИФА им. А.М. Обухова РАН 129-2022-0012 «Моделирование изменений газового и аэрозольного состава атмосферы на основе наземных и спутниковых методов его мониторинга», а также при поддержке РФФИ, проект 19-05-50088.

Список литературы:

[1] J.F. Nowoisky, C.J. Kampf, B. Weber et al., Atmospheric Research. **Vol. 182**, P. 346 (2016).

[2] P.A. Ariya, M. Amyot, Atmospheric Environment. **Vol. 38.** 1231 (2004).

[3] D.P. Gubanova, A.A. Vinogradova, M.A. Iordanskii, A.I. Skorokhod, Atmosphere, **13**, 574 (2022).

Применение СПЭМ и СИП-СЭМ методов для изучения процессов деградации Ni-обогащенных NMC слоистых оксидов для литий-ионных аккумуляторов

Моисеев И.А.[1], Павлова А.Д.[1], Савина А.А.[1], Абакумов А.М.[1]

[1]Сколковский институт науки и технологий, Москва
e-mail: ivan.moiseev@skoltech.ru

Передовые методы электронной микроскопии такие как сканирующая просвечивающая электронная микроскопия (СПЭМ), а также сканирующая электронная микроскопия (СЭМ) с применением сфокусированного ионного пучка (СИП) стали неотъемлемыми инструментами в изучении и разработке новых материалов. Особую роль эти методы играют в сфере изучения современных катодных материалов, среди которых слоистые оксиды переходных металлов (ПМ) $LiNi_xMn_yCo_zO_2$ с повышенным содержанием никеля ($x \geq 0.6$, Ni-обогащенные NMC), обладая существенно большей электрохимической ёмкостью (до 240 мАч/г) по сравнению с их предшественником $LiCoO_2$ (140 мАч/г), считаются перспективными катодными материалами для литий-ионных аккумуляторов нового поколения. Однако их практическое применение ограничено ввиду быстрого снижения удельной емкости при длительном электрохимическом циклировании. Считается, что эта проблема является следствием изменений в кристаллической структуре Ni-обогащённых NMC в процессе заряда/разряда. Данные изменения связывают с наличием нескольких фазовых переходов в процессе интеркаляции/деинтеркаляции лития, которые сопровождаются резким изменением межслоевого расстояния и приводят к существенной деформации кристаллической решетки, что в свою очередь приводит к ухудшению механической целостности катода за счёт растрескивания вторичных частиц, при этом проникновение электролита внутрь частиц через микротрещины ускоряет процесс деградации материала. Перспективным подходом для решения проблемы необратимых структурных изменений, возникающих в процессе электрохимического циклирования, является химическая модификация катионной подрешетки. Для допирования в катионную подрешетку выбираются элементы, которые могут занимать как позиции лития, так и позиции ПМ, однако подавляющее большинство работ по катионному замещению Ni-обогащённых NMC носит сугубо эмпирический характер, никак не проясняя роль допирующих добавок.

В рамках данной работы с целью подавления процесса образования микротрещин на уровне первичных частиц при длительном гальваностатическом циклировании, а также выяснения структурного механизма химической модификации Ni-обогащённых NMC были получены Mg-допированные $LiNi_{0.6}Mn_{0.2}Co_{0.2}O_2$ в виде крупнокристаллических частиц. Синтез образцов

проводили твердофазным методом с использованием предварительно полученного с помощью метода соосаждения смешанного гидроксидного прекурсора состава $(Ni_{0.6}Mn_{0.2}Co_{0.2})_{1-x}Mg_x(OH)_2$ (x=0, 0.05, 0.1) и источника лития. Кристаллическая структура по типу α-$NaFeO_2$ синтезированных соединений была подтверждена с помощью электронного микроскопа ThermoFisherScientific Titan Themis. Катионный состав полученных образцов был подтверждён методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС), а изучение пространственного распределения элементного состава с помощью ЭДС-СПЭМ показало, что атомы Mg и ПМ распределены гомогенно по объёму кристаллитов. Применение метода ЭДС-СПЭМ высокого разрешения позволило установить, что Ni, Mn и Co присутствуют исключительно в своих регулярных позициях, в то время как Mg в структуре занимает как октаэдрические позиции в слоях ПМ, так и октаэдрические позиции лития, что объясняется схожестью ионных радиусов Mg^{2+} (0.72 Å) и Li^+ (0.76 Å). Гальваностатические испытания полученных образцов показали, что присутствие Mg улучшает стабильность материалов, в случае x = 0.05 образец после 300 циклов заряда/разряда демонстрирует сохранение разрядной ёмкости 95% от исходной против 88% у незамещенного $LiNi_{0.6}Mn_{0.2}Co_{0.2}O_2$. Тем не менее, Mg-замещенные образцы демонстрируют меньшие значения удельной обратимой разрядной емкости по сравнению с $LiNi_{0.6}Mn_{0.2}Co_{0.2}O_2$, что может быть следствием блокирования путей диффузии Li^+ ионами Mg^{2+}, присутствующими в слое Li. Для установления механизма стабилизации Mg-замещенных производных при длительном циклировании, электроды после 300 циклов заряда/разряда были исследованы методом темнопольной СПЭМ.

С целью количественной характеризации влияния допирования магнием на процесс образования микротрещин была проведена 3D-реконструкция объемных моделей частиц материала с использованием технологии Slice&View после 300 циклов заряда/разряда. Первичный набор изображений был получен с помощью двулучевого сканирующего электронного микроскопа FEI Helios G4 Plasma FIB. В ходе Slice&View эксперимента объём катодного материала послойно вытравливался сфокусированным пучком ионов Xe^{n+} с шагом в 20 нм, при этом в промежутках между травлениями проходила съемка СЭМ изображений каждого среза частицы. Полученный набор 2D-изображений обрабатывался в программном пакете Avizo, где проводили их объединение, сегментацию областей, отвечающих объёму материала и микротрещинам, и, наконец, реконструкцию 3D-объёма частицы. Полученные 3D реконструкции позволили количественно охарактеризовать процесс образования микротрещин в зависимости от степени допирования магнием.

Работа выполнена при поддержке Российского Научного Фонда (РНФ) (Грант № 20-13-00233).

Электронно-микроскопическое исследование фазовых превращений в образцах из аустенитной стали 316L, полученных лазерной 3D печатью

Казанцева Н.В., Виноградова Н.И., Коэмец Ю.Н., Ежов И.В., Давыдов Д.И.

Институт физики металлов УрО РАН им. М.Н. Михеева
e-mail: kazantseva-11@mail.ru

Активное развитие аддитивных технологий, направленных на получение металлических изделий представляет большой научный и практический интерес. Многочисленные исследования показали существование большого отличия в структуре сплавов, полученных с помощью 3D принтера. Особенно это касается изделий, полученных с помощью лазерной 3D печати, структура и свойства которых значительно отличаются от их литых аналогов. Условия протекания и морфологические особенности мартенситного превращения в обычных низкоуглеродистых аустенитных сталях в настоящее время достаточно хорошо исследованы. Однако, в отличие от обычных аустенитных сталей, в образцах из стабильной аустенитной стали, полученных с помощью лазерного 3D принтера, мартенситное превращение после деформации при комнатной температуре ранее не было обнаружено.

В представленной работе проведено исследование условий и особенности протекания мартенситного превращения в образцах из аустенитной стали 316L, полученных с помощью лазерной 3D печати. На рисунке 1 представлено электронно — микроскопическое изображение мартенситной пластины в исследованном образце после скоростной деформации сжатием до 20% при комнатной температуре.

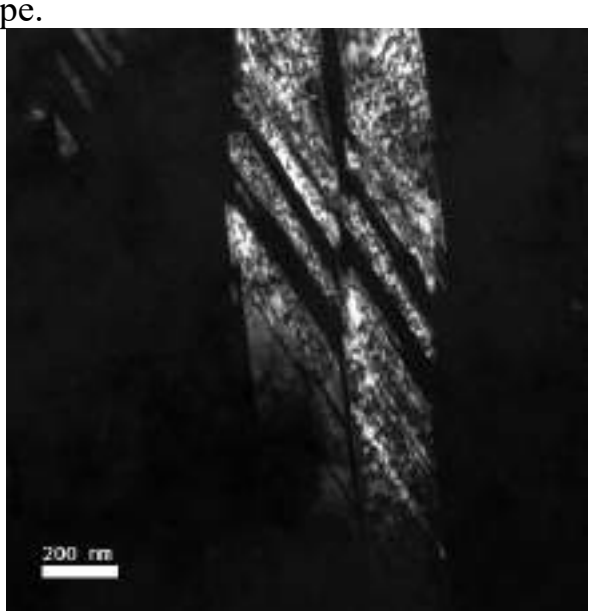


Рис.1. Темнопольное изображение мартенсита деформации, ПЭМ

Данная работа была поддержана РНФ (проект № 22-29-01514*). Структурные исследования были выполнены в Центре электронной микроскопии Испытательного центра нанотехнологий и перспективных материалов Института физики металлов Уральского отделения РАН.*

Структурообразование ВЧ магнетронных антибактериальных покрытий на основе фосфатов кальция

Просолов К.А.[1], Ластовка В.В.[1], Шаркеев Ю.П. [1,2]

[1] Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск
[2] Национальный исследовательский Томский политехнический университет, г. Томск
e-mail: konstprosolov@gmail.com

Известно, что антибиотикорезистентность представляет собой серьезную проблему для медицины, вследствие чрезмерного использования антибиотиков в здравоохранении и в сельском хозяйстве. Для ее решения предлагается формировать антибактериальные покрытия на основе фосфатов кальция (КФ), которые обеспечат необходимое количество биодоступного Ca и P для ускоренного лечения костных дефектов, а антибактериальные добавки в виде ионов Zn^{2+} или Cu^{2+} обеспечат местный антибактериальный эффект [1]. На сегодня, ВЧ магнетронное распыления мишеней из КФ соединений для формирования биоактивных покрытий на поверхности металлических и диэлектрических материалов активно используется. Несмотря на внимание к структурообразованию фазы гидроксиапатита (ГА) во время магнетронного осаждения КФ покрытий, систематически не рассматриваются механизмы структурообразования и трансформации аморфного фосфата кальция (АКФ) в кристаллический гидроксиапатит в условиях отжига в безвоздушной атмосфере.

Для того чтобы более детально изучить структуру покрытий после отжига, была проведена серия электронно-микроскопических исследований. КФ покрытия были получены на вакуумной установке с ВЧ магнетронной распылительной системой, работающей на частоте 13,56 МГц. В качестве распыляемой мишени использовался медь- или цинк-замещенный ГА. Отжиг покрытий производился как на воздухе, так и в защитной среде Ar. Длительность изотермической выдержки при температурах 400 °C и 700 °C составляла 3 часа в защитной атмосфере аргона. Длительность изотермической выдержки на воздухе при температуре 700 °C составляла 1 час.

Температура подложек в ходе процесса осаждения регистрировалась с помощью термопары хромель-алюмель и не превышала 100 °C. На рисунке 1 а представлено изображение поперечного сечения КФ покрытия на Ti подложке. Микродифракция, полученная с области покрытия, характеризуется парой диффузных гало с убывающей интенсивностью, что представлено на рисунке 1б. На рисунке 1 в, представлена развертка азимутально усредненной интенсивности дифрагированной волны, по которой были определены «центры тяжести» диффузных гало. Центр первого диффузного гало приходится на межплоскостное расстояние d=2,71 Å, тогда как второе d= 1,45 Å. Рассчитанные значения совпадают с координатами дифракционных максимумов от плоскостей $\{300\}_{ГА}$ и $\{304\}_{ГА}$.

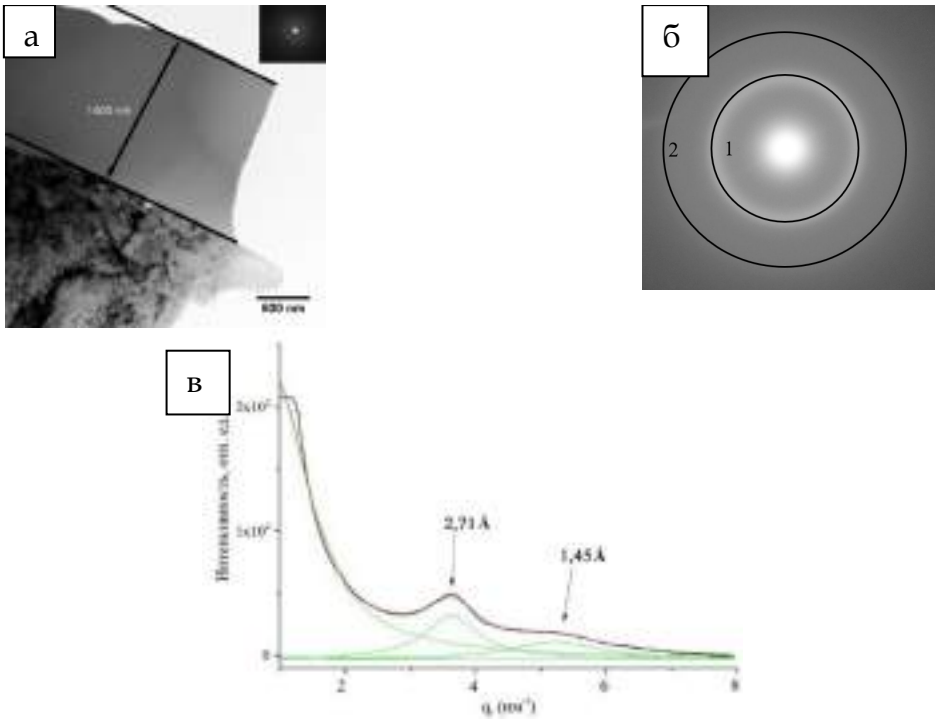


Рис. 1 – ПЭМ изображение поперечного сечения покрытия, полученного распылением Zn-ГА мишени (а) с микродифракцией (б), полученной с области покрытия и радиусы основных диффузных гало, рассчитанные по микродифракции от аморфного слоя (в)

При температурной пост-обработке АКФ покрытия в среде аргона при температуре 400 °C, формируются нанокомпозитные покрытия, состоящие из V-образных зерен с поперечными размерами от 45 до 100 с сохранением аморфного слоя АКФ на интерфейсе между подложкой и покрытием. При увеличении температуры до 700 °C размер кристаллитов уменьшается и попадает в диапазон от 20 до 120 нм, а интерфейс между подложкой и покрытием представляет собой фосфат-обедненную кристаллическую структуру, являющуюся фазой CaO. Также установлено, что помимо температурной пост-обработки возможно формировать кристаллическую структуру покрытий путем осаждения на контроллируемо нагретую подложку. Экспериментально установлено, что для получения кристаллических покрытий с колонковым типом роста зерен, температура подложки в процессе осаждения должна составлять более 400 °C.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, тема номер FWRW-2021-0007.

Список литературы:

[1] K. A. Prosolov, M. A. Khimich, J. V. Rau, D. V. Lychagin, Yu. P. Sharkeev, *Surface and Coatings Technology,* **394**, 125883(2020).

Морфология пленок фуллерит-никельс разной атомной долей металла

Баран Л.В.

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

Изучение физико-химических свойств кластеров никеля в матрицах различных углеродных систем представляет научный и практический интерес. Композиционные электрохимические покрытия никеля, модифицированные фуллереном C_{60} обладают повышенной коррозионной стойкостью и уменьшенным коэффициентом трения [1]. Композиты на основе фуллеренов и никеля являются жизнеспособными альтернативами обратимому хранению водорода [2, 3], а также могут быть использованы в качестве магнитных носителей информации с высокой плотностью записи.

Целью настоящей работы является исследование методами сканирующей зондовой и электронной микроскопии морфологии поверхности пленок фуллерит-никель с разной атомной долей металла.

Пленки фуллерит-никель получены методом резистивного испарения на установке вакуумного напыления ВУП-5М. Из совмещенного атомно-молекулярного потока атомов никеля и молекул C_{60} пленки осаждались на окисленные монокристаллические кремниевые пластины с ориентацией поверхности (100). Для напыления использовался фуллеритовый порошок чистоты 99,9% и химически чистый никель. Получены пленки фуллерит-никель с атомной долей металла 2, 4, 6%. Толщина пленок составила 500 нм. Морфология поверхности пленок исследовалась с помощью сканирующего зондового микроскопа Solver P47 Pro в амплитудно-модуляционном режиме и растрового электронного микроскопа LEO 1455VP. Элементный состав пленок определялся методом рентгеноспектрального микроанализа с помощью энергодисперсионного спектрометра Aztec Energy Advanced X-Max 80, погрешность определения концентрации не превышала 0,1%.

Методом атомно-силовой микроскопии установлено, что средний размер структурных элементов пленок зависит от атомной доли металла и составляет 50, 70 и 150 нм для пленок с содержанием Ni 2, 4 и 6 ат.% соответственно. Методом рентгеноспектрального микроанализа при сканировании электронным лучом вдоль выделенной линии получено равномерное распределение никеля в пленках (рис. 1б).

В пленках с малой концентрацией никеля (2 ат.%) на поверхности образуются крупные пластинчатые кристаллиты размером 1-2 мкм (рис. 1в). Сканирование электронным лучом вдоль выделенной линии выявило, что кристаллиты состоят из углерода (рис. 1г). Методом дифракции отраженных электронов установлена пр.гр. Fm3m, что свидетельствует об образовании монокристаллов фуллерита C_{60} в результате релаксации внутренних

механических напряжений, возникающих в пленках за счет внедрения атомов никеля в решетку фуллерита. При увеличении атомной доли никеля в пленках до 6%, металл, предположительно, сегрегирует на границах зерен фуллерита и препятствует росту пластинчатых кристаллитов.

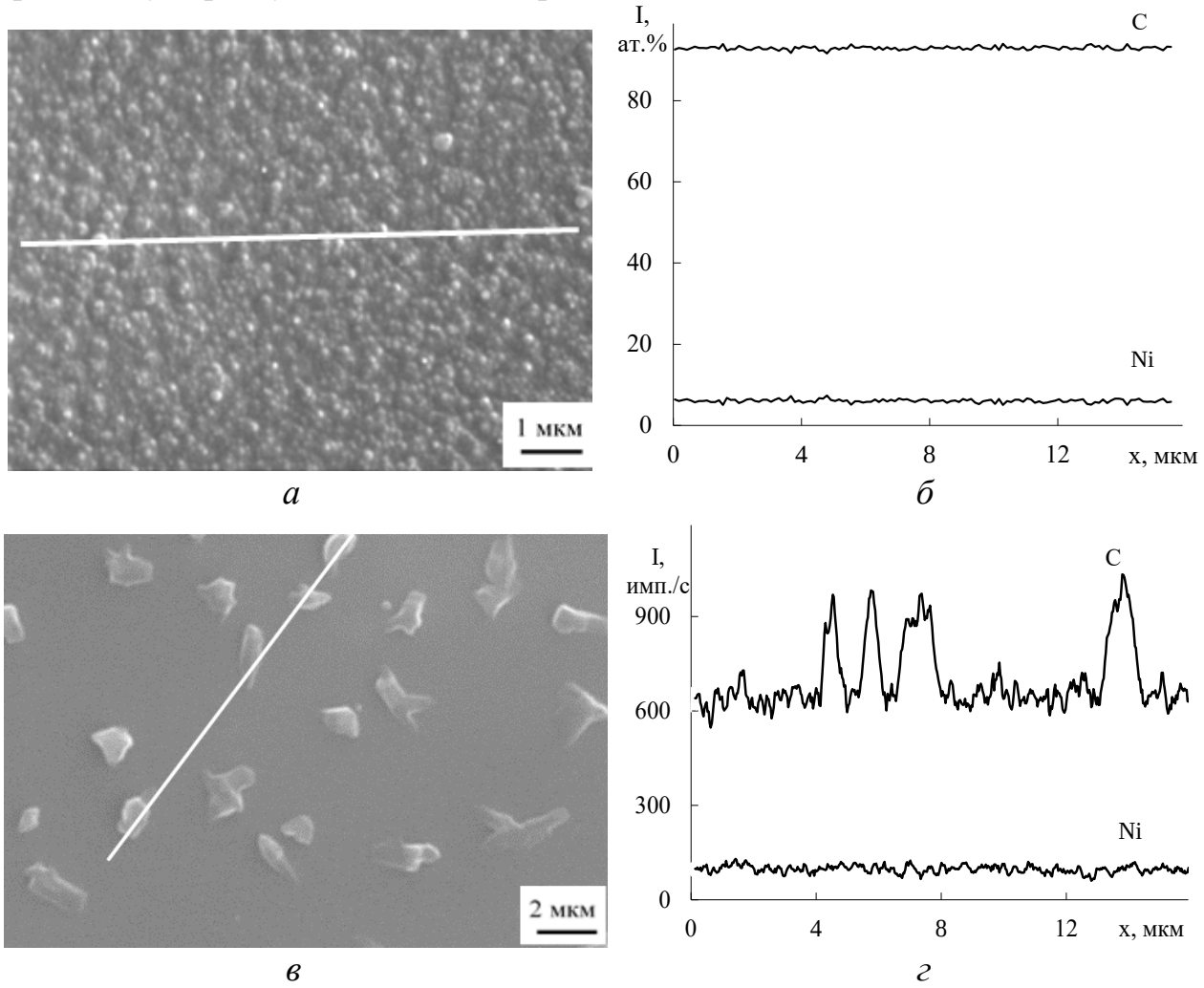


Рис.1. Морфология (а, в) и распределение элементов вдоль выделенной линии (б, г) пленок фуллерит-никель с разной атомной долей металла: а, б – 6% Ni; в, г – 2% Ni.

Список литературы:

[1] В.Н. Целуйкин, *Физикохимия поверхности и защита материалов,* 53, 278–281 (2017).

[2] W.H. Shin, S.H. Yang, Goddard III W.A., J.K. Kang, *Applied Physics Letters*, 88, 1–3 (2006).

[3] Aramini Matteo, Magnani Giacomo, Pontiroli Daniele, Milanese Chiara, Girella Alessandro, Bertoni Giovanni, Gaboardi Mattia, Zacchini Stefano, Marini Amedeo, Riccò Mauro, *Materials Research Bulletin*, 126, 110848 (2020).

Growth properties of $Cd_{1-x}Mn_xSe$ thin films

Mehrabova M.A.[1,2], Kazimova A.I.[3], Nazarov A.M.[4], Hasanov N.H.[5], Sadigov R.M.[2,4]

[1]Institute of Radiation Problems NAS of Azerbaijan
[2]Azerbaijan Technical University, Baku Azerbaijan
[3]Ganja State University, Ganja, Azerbaijan
[4]Institute of Physics NAS of Azerbaijan
[5]Baku State University, Baku Azerbaijan
e-mail: m.mehrabova@science.az

Semimagnetic semiconductors (SMSC) are solid solutions with a fraction of the cations replaced by the magnetic transition metal (TM) ions like Mn, Cr, Fe, Co and other rare earth metals. The great interest in studying the SMSC is stimulated by their unique electronic, magnetic and magnetooptical properties [1]. For example, the band gap and the lattice parameters can be varied by changing the composition. CdSe is a good candidate as host material for SMSC [2, 3]. This paper reports the growth mechanism of $Cd_{1-x}Mn_xSe$ (x=0.05) thin films, structural investigations and study of surface morphology.

$Cd_{1-x}Mn_xSe$ (x=0.05) thin films of thickness 2 μm were grown on a cleaned glass substrates at the rate of υ=18-20 Å/s by Molecular Beam Condensation (MBC) method in a vacuum of $(1\div2)10^{-4}$ Pa. The substrate temperature was T_{sub}=673 K and source temperature was T_{sub}=1223 K.

The crystal structure and phase purity of the $Cd_{1-x}Mn_xSe$ (x=0.05) thin films were studied at room temperature by XRD method using a BRUKER XRD D8 ADVANCE (fig.1) within the 2θ range from 5° to 80°. It was defined that thin films have a polycrystalline structure. The d-values and intensities of reflections for the various hkl planes were noted. It appeared from the results that $Cd_{1-x}Mn_xSe$ exhibited hexagonal wurtzite structure with space group P63mc. The corresponding lattice parameters are a=4.26800 Å and c=6.98300 Å.

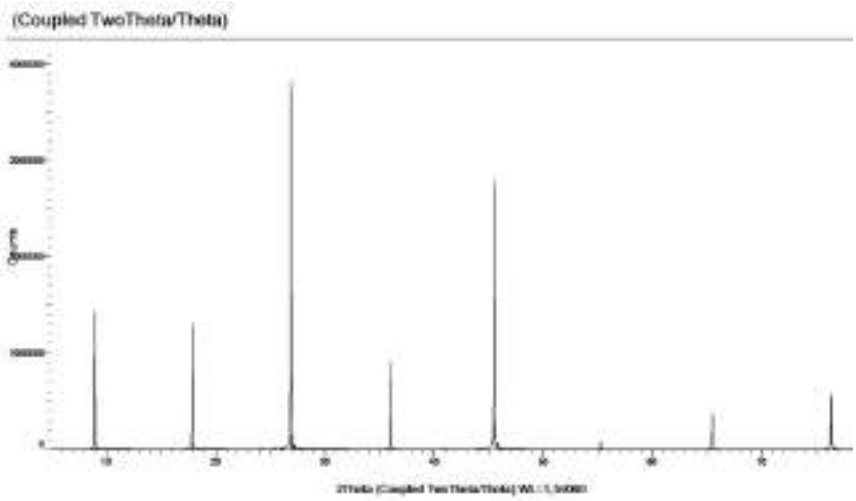


Figure 1. XRD spectrum of the $Cd_{1-x}Mn_xSe$ (x=0.05) thin films.

References

[1] V.S. Karande, S.H. Mane, V.B. Pujari, L.P. Deshmukh *Materials Letters*, **59**, 148 (2005).

[2] M. A. Mehrabova,, H.S. Orujov, N.H. Hasanov, A.I. Kazimova, A.A. Abdullayeva *Mechanics of Solids*, **55**, 108 (2020).

[3] H.R. Nuriyev, M.A. Mehrabova, N.H. Hasanov, A.I. Kazimova, N.A. Safarov, R.M. Sadigov *İnternational conference Mechanisms and non-linear problems of nucleation and growth of crystals and thin films*, 1-5 July 2019, Saint Petersburg, Russia, 157 (2019).

Электронная микроскопия моно-, би- и триметаллических частиц, полученных методом лазерного осаждения

Петров Ю.В.[1], Мамонова Д.В.[1], Васильева А.А.[1], Данилов Д.В.[1], Колесников И.Е.[1], Бикбаева Г.И.[1], Бахман Ж.[1,2], Маньшина А.А.[1]

[1]Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия
[2]Friedrich–Alexander University of Erlangen–Nürnberg, Erlangen, Germany
e-mail: y.petrov@spbu.ru

Металлические наночастицы в последнее время вызывают повышенный интерес в связи с возможностью использования в электрохимии, катализе, а также поверхностно-усиленном комбинационном рассеянии благодаря возможности возбуждения в таких частицах поверхностных плазмонов [1]. Особенный интерес вызывают мультиметаллические частицы, которые в силу особенностей электронной структуры обладают усиленными свойствами по сравнению с монометаллическими. Однако свойства таких мультиметаллических систем существенно зависят от формы частиц и распределения металлов в них [2]. В данной работе представлены результаты исследования моно-, би и триметаллических частиц из золота, серебра и платины, синтезированных методом лазерного осаждения из жидкой фазы [3].

Прекурсорами для осаждения частиц служили бензоат серебра $C_7H_5AgO_2$, ацетат серебра CH_3COOAg, золотохлористоводородная кислота $H[AuCl_4]\cdot nH_2O$, ацетат золота (III) $C_6H_9AuO_6$, а также гидроксид тетраамминплатины $Pt(NH_3)_4(OH)_2\cdot xH_2O$. Осаждение на стеклянную подложку осуществлялось из растворов данных прекурсоров в воде или метаноле под действием облучения лазером с длиной волны 266 нм и плотностью мощности 1,5 Вт/см^2.

Полученные на стекле структуры исследовались методом сканирующей электронной микроскопии и рентгеновского микроанализа с помощью СЭМ Zeiss Merlin, оборудованного энергодисперсионным спектрометром Oxford Instruments Inca X-act. Часть осажденного материала переносилась на стандартную медную сетку с углеродной пленкой и исследовалась методом просвечивающей электронной микроскопии и рентгеновского микроанализа с помощью ПЭМ Zeiss Libra 200FE, оборудованного энергодисперсионным спектрометром Oxford Instruments Inca. Спектры поглощения регистрировались в диапазоне 200-700 нм с помощью спектрометра Lambda 1050.

Согласно результатам СЭМ, в результате лазерного осаждения на подложке наблюдаются частицы или конгломераты частиц, которые согласно рентгеновскому микроанализу состоят преимущественно из металлов, входящих в состав использованных прекурсоров. Согласно результатам ПЭМ-исследования размеры частиц различных металлов варьируются и составляют 2-3 нм для платины 40-60 нм для серебра и 140-200 нм для золота в монометаллических частицах и порядка нескольких нанометров в мультиметаллических частицах. В случае золота и серебра возможно

образование биметаллической структуры в силу близости постоянных решетки. Спектр поглощения триметаллической системы содержит плазмонные пики, соответствующие входящим в состав компонентам.

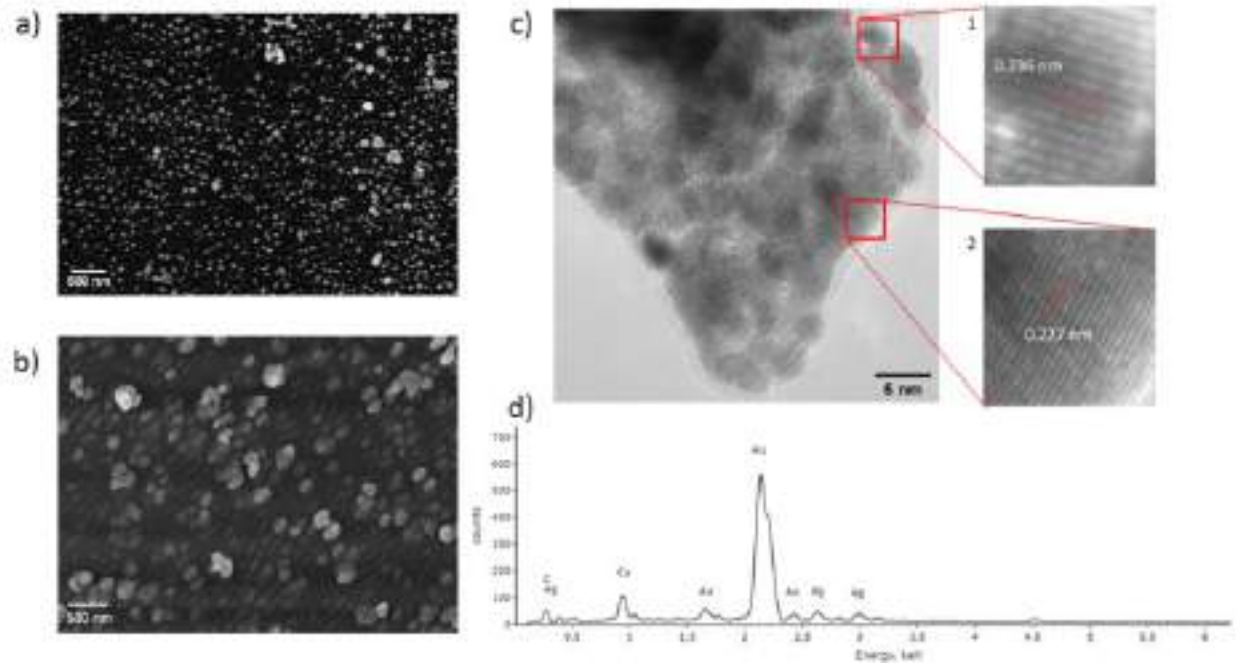


Рис.1. a) СЭМ-изображение конгломератов монометаллических частиц (Ag), b) СЭМ-изображение конгломератов триметаллических частиц, c) ПЭМ-изображение конгломерата биметаллических частиц, вставки 1 и 2 демонстрируют наличие периодов решетки, как золота, так и платины, d) рентгеновский спектр золотосеребряных частиц.

Данная работа выполнена при поддержке проекта РФФИ 20-58-12015. Результаты получены с использованием оборудования Междисциплинарного ресурсного центра по направлению «Нанотехнологии» и ресурсного центра «Оптические и лазерные методы исследования вещества» Научного парка СПбГУ.

Список литературы:

[1] C. Zong, R. Premasiri, H. Lin, Y. Huang, C. Zhang, C. Yang, B. Ren, L. D. Ziegler and J.-X. Cheng. *Nature Communications*, **10**, 5318 (2019).

[2] Z.-Q. Cheng, Z.-W. Li, R. Yao, K.-W. Xiong, G.-L. Cheng, Y.-H. Zhou, X. Luo and Z.-M. Liu. *Nanoscale Research Letters*, **15**, 117 (2020).

[3] A. Povolotskiy, A. Povolotckaia, Yu. Petrov, A. Manshina and S. Tunik. *Applied Physics Letters,* **103**, 113102 (2013).

Структурные свойства тонких плёнок Sb_2Se_3, синтезированных методом ХМПО

Тиванов М.С.[1], Поляк Н.И.[1], Байко Д.С.[1], Разыков Т.М.[2], Кучкаров К.М.[2], Ергашев Б.А.[2], Олимов А.Н.[2]

[1]Физический факультет, Белорусский государственный университет, Минск, 220030, Беларусь
[2]Физико-технический институт НПО «Физика-Солнце» АН РУз, Ташкент, 100084, Узбекистан
e-mail: michael.tivanov@gmail.com

Эффективность солнечных элементов в значительной степени зависит от метода получения и физических свойств базового слоя. Тонкие пленки Sb_2Se_3, используемые в качестве базового слоя, обладают рядом достоинств: оптимальная ширина запрещенной зоны (1,1–1,3 эВ), высокий коэффициент поглощения (> 10^5 $см^{-1}$), p-тип проводимости, устойчивость к внешним воздействиям, синтез из доступных и нетоксичных химических элементов [1]. Используемый нами метод химического молекулярного пучкового осаждения (ХМПО) [2] позволяет получать полупроводниковые пленки варьируя время синтеза, температуру подложки и прекурсоров, скорость потока газа-носителя. При этом не требуются сложное оборудование и дополнительные операции. Тонкие пленки, полученные методом ХМПО, лишены общего для безвакуумных методов недостатка – чрезвычайно низкой электропроводности, что значительно влияет на эффективность солнечных элементов [3].

Исследовался элементный и фазовый состав, морфология поверхности пленок Sb_2Se_3, полученных методом ХМПО при температуре подложки из стекла T_n=500 ºС и температурах источника от 830 до 1000 ºС. В качестве источника использовался Sb_2Se_3, изготовленный из гранул Sb и Se высокой чистоты путем спекания в вакууме в закрытом кварцевом тигле.

С помощью энергодисперсионного безазотного спектрометра Aztec Energy Advanced X-Max 80 и растрового электронного микроскопа LEO1455VP установлено, что синтезированные тонкие пленки Sb_2Se_3 состоят из Sb и Se в концентрациях, близких или равных стехиометрической, а их структура представляет собой массив из хаотично расположенных стержней (рис. 1а, б), которые в зависимости от условий синтеза отличаются диаметром (0,5÷2 мкм) и длиной (2÷10 мкм), компактностью, имеют различный наклон по отношению к подложке. Исследования топографии поверхности сканирующим зондовым микроскопом SOLVER NANO показали (рис. 1 в, г), что пленки имеют развитый рельеф поверхности – средняя шероховатость S_a составляет около 0,3-0,7 мкм.

Рентгеноструктурный анализ с использованием дифрактометра Rigaku Ultima IV показал, что тонкие пленки состоят из Sb_2Se_3 (JCPDS 00-015-0861) и в зависимости от режимов синтеза пленок существенно меняется их текстура. Для пленок, синтезированных при температурах источника до 900 ºС включительно, преобладают кристаллиты с преимущественной ориентацией (hk1) к плоскости подложки; синтезированных при температурах источника более 900 ºС – с

преимущественной ориентацией (hk0). Ориентация кристаллитов тонких пленок Sb_2Se_3 критически важна для обеспечения эффективного переноса заряда в фотоактивном слое, так как из-за особенностей строения наблюдается сильная анизотропия электрооптических свойств по направлениям [3].

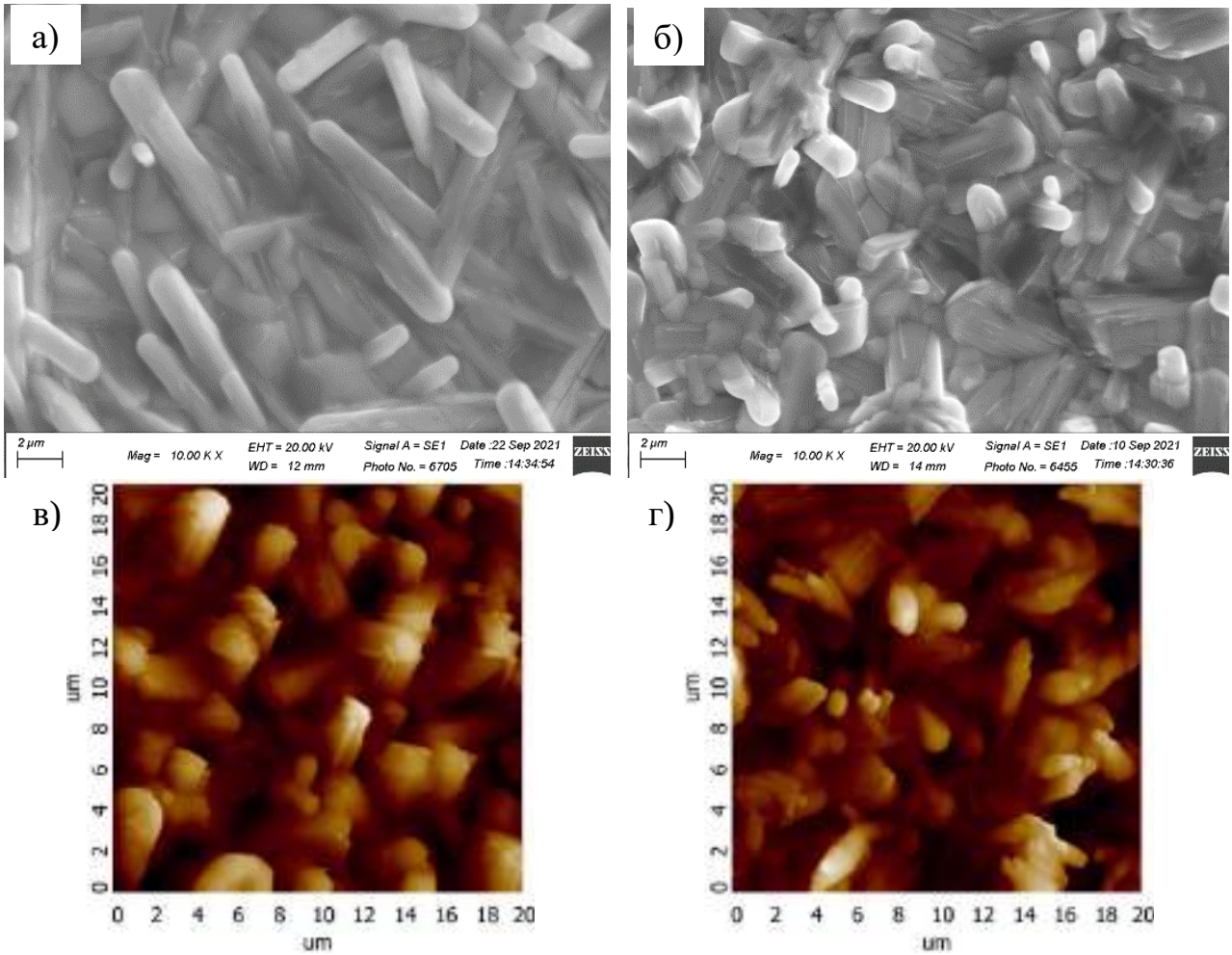


Рис.1. "СЭМ- (а, б) и АСМ-изображения (в, г) поверхности тонких пленок Sb_2Se_3, синтезированных при $T_{ист}$: 840 ºС (а, в) и 980 ºС (б, г)"

Полученные данные в дальнейшем позволят получать тонкие пленки Sb_2Se_3 заданного состава и структуры для обеспечения максимальной эффективности солнечных элементов на их основе.

Список литературы:

[1] Choi Y.C., Mandal T.N., Yang W.S. et al., *Angew. Chem. Int. Ed.,* **V. 126,** P. 1353–1357 (2014).
[2] T.M. Razykov, *Applied Surface Science 48/49*, **No.1,** P. 89-92 (1991).
[3] Т.М. Разыков, К.М. Кучкаров, А.А. Мавлонов и др., *«Узбекский физический журнал»*, **23(3),** 49–56 (2021).

Кинетика фазообразования при твердофазной реакции в многослойных тонкопленочных наносистемах Al/Cu

Жарков С.М.[1,2], Алтунин Р.Р.[2], Моисеенко Е.Т.[2], Юмашев В.В.[2,3]

[1]Институт физики им. Л.В. Киренского ФИЦ КНЦ СО РАН, Красноярск, Россия
[2]Сибирский федеральный университет, Красноярск, Россия
[3]Институт химии и химической технологии ФИЦ КНЦ СО РАН, Красноярск, Россия

e-mail: zharkov@iph.krasn.ru

Методами *in situ* дифракции электронов, просвечивающей электронной микроскопии и синхронного термического анализа проведены исследования кинетики процесса фазообразования при твердофазной реакции, протекающей между нанослоями меди и алюминия в многослойных тонкопленочных наносистемах Al/Cu.

Для оценки кинетических параметров (кажущейся энергии активации, предэкспоненциального фактора) использованы модель-независимые методы Киссинджера и Фридмана, позволяющие оценить значение кажущейся энергии активации на основании данных о зависимости температуры формирования фазы от скорости нагрева [1].

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 22-13-00313).

Список литературы:

[1] M.J. Starink "The determination of activation energy from linear heating rate experiments: a comparison of the accuracy of isoconversion methods", *Thermochimica Acta*, **404**, 163 (2003).

Влияние размеров зерен на обменное смещение в гетероструктурах NiFe/IrMn и NiFe/Cu/IrMn

Бахметьев М.В.[1], Моргунов Р.Б.[1,2]

[1]*Институт проблем химической физики РАН*
[2]*Тамбовский государственный технический университет*
e-mail: bakhmetiev.maxim@gmail.com

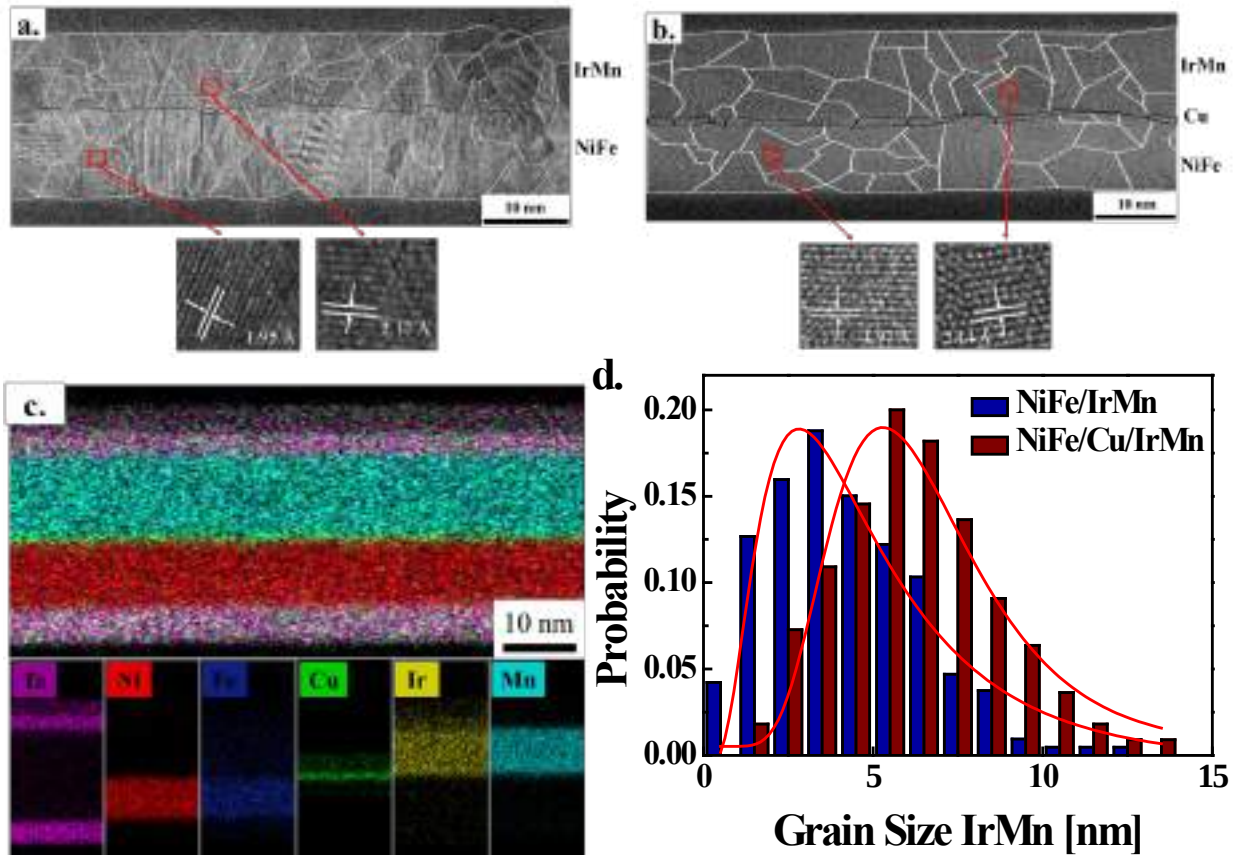
Методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения JEOL (HR TEM) при ускоряющем напряжении 200 kV были получены изображения поперечного сечения образцов NiFe/IrMn и NiFe/Cu/IrMn для установления влияния зерен NiFe и IrMn на эффект обменного смещения. Данные многослойные гетероструктуры являются основой для устройств магнитной памяти [1]. Изображения HR TEM представлены на рис. 1a, b.

Рис.1. HRTEM-изображения тонких пленок NiFe/IrMn (a) и NiFe/Cu(0.9nm)/IrMn (b). На вставках показаны HRTEM-изображения с разрешенными атомными плоскостями. (c) EDX-изображение того же участка поперечного сечения образца в трехслойной структуре NiFe/Cu/IrMn. (d) Сравнение распределения размеров зерен в слоях NiFe и IrMn. Сплошные линии — аппроксимации логнормальными функциями.

Слои IrMn и NiFe являются поликристаллическими и состоят из зерен, которые имеют распределения по размеру. Эти распределения задают распределение площади контакта каждого зерна с другим слоем. Напыление атомов Cu не влияет на зерна NiFe, поскольку к моменту напыления слоя меди, слой NiFe уже был сформирован напылением на слой Ta. Однако, из-за того, что адгезия меди не равна адгезии NiFe, напыление меди способно изменить распределение зерен IrMn, поскольку этот слой напыляется на медную прослойку. Изображение того же участка поперечного сечения образца с помощью EDX очень четко показывает присутствие Cu в трехслойной структуре NiFe/Cu/IrMn (рис. 2c).

Распределение зерен IrMn по линейным размерам, определяемым вдоль одного и того же направления, было оценено с помощью статистического анализа образцов без меди и с толщиной t_{Cu} = 0.9 nm. Гистограммы, построенные на основе 100-200 измерений, представлены на рис. 2d. Эти распределения хорошо описываются логнормальной функцией со средним размером зерна для образца без меди d = 4.3 nm, и средним размером зерна d = 6.2 nm в образце с медью. Следовательно, медь способствует увеличению среднего размера зерна у слоя IrMn в 1.5 раза, возможно, за счет релаксации деформаций в слое NiFe вблизи IrMn из-за наличия большего количества неоднородностей решетки, обусловленных наличием островков Cu.

Изменение размера зерен в магнитных слоях при добавлении спейсера позволяет предположить значительные изменения в механизме перемагничивания, обусловленные перераспределением однонаправленного и вращаемого вкладов в эффект обменного смещения, связанное с изменением длины контакта на границах зерен NiFe/IrMn.



Работа выполнена в рамках государственного задания ИПХФ АААА-А19-119092390079-8 и Гранта Президента РФ для научной школы 2644.2020.2.

Список литературы:

[1] V. Baltz, A. Manchon, M. Tsoi, T. Moriyama, T. Ono, and Y. Tserkovnyak. *Rev. Mod. Rhys.* **90**, 015005 (2018).

Количественный локальный анализ Li^+/Ni^{2+} катионного разупорядочения Ni-обогащенных слоистых оксидах

Орлова Е.Д.[1], Савина А.А.[1], Абакумов А.М. [1]

[1]Сколковский институт науки и технологий
e-mail: elena.orlova2@skoltech.ru

Слоистые оксиды переходных металлов $LiNi_xMn_yCo_zO_2$ с повышенным содержанием никеля (x>0,6), так называемые Ni-обогащенные NMC, являются одними из наиболее перспективных высокоэнергоемких катодных материалов для литий-ионных аккумуляторов, поскольку они обладают высокой удельной емкостью ~200 мАч/г. Однако циклическая стабильность таких катодных материалов сильно ограничена, что связано с образованием Li^+/Ni^{2+} катионного разупорядочения. Количественный анализ катионного разупорядочения в настоящее время преимущественно осуществляется с помощью обработки экспериментальных порошковых рентгенограмм методом Ритвельда, позволяя оценить суммарное количество дефектов в образце. Зачастую также приводят изображения с атомным разрешением, полученных с помощью темнопольной сканирующей просвечивающей электронной микроскопии (СПЭМ), которые позволяют произвести лишь качественный анализ наличия Li^+/Ni^{2+} структурных дефектов. В то же время, осуществление количественной оценки в приповерхностной области кристаллитов является важной задачей, поскольку распределение Li^+/Ni^{2+} катионных дефектов в значительной степени сказывается на диффузии ионов лития, которая является одним из определяющих факторов электрохимических свойств катодных материалов.

В связи с этим, настоящая работа направлена на установление количественного распределения Li^+/Ni^{2+} катионного разупорядочения в $LiNi_{0.8}Mn_{0.1}Co_{0.1}O_2$ (NMC811).

В ходе данной работы в различных условиях синтеза была получена серия однофазных образцов NMC811 с близкой концентрацией Li^+/Ni^{2+} катионных дефектов (~2,6-3,5%), уточненных из рентгенограмм с помощью метода Ритвельда. Для осуществления оценки распределения катионных дефектов на атомном уровне в приповерхностной области кристаллитов был применен метод статистической оценки параметров, реализованный в программном пакете StatSTEM [1]. Так, благодаря статистической обработке изображений проекции [010], где слои ПМ чередуются с пустыми рядами, соответствующими Li колонкам(Рис.1 a, d, g), максимумы интенсивности, соответствующие проекциям атомных колонок ПМ, были аппроксимированы набором гауссовских пиков, чья интегральная интенсивность была уточнена в ходе обработки; уточненные интенсивности были преобразованы в относительные величины атомов в колонке (Рис.1 b, e, h); затем была вычислена доля атомов ПМ, мигрировавших в позиции Li, в каждой ячейке, исходя из которой были построены карты распределения дефектов в приповерхностной области кристаллитов (Рис.1 c, f,

i). Согласно полученным картам для образцов HS-11(a), HS-11(o), и HS-11.5(o), представляющих собой NMC811, полученные из смешанных гидроксидов, соосажденных из сульфатов ПМ при различных pH (11 и 11.5) и отожженных на воздухе или в кислороде, Ni в позициях Li распределен неравномерно, образуя «домены», а не сплошной слой определенной толщины, как указывалось в более ранних работах [2]. Данное наблюдение противоречит гипотезе об образовании «блокирующего» поверхностного слоя, который препятствует диффузии Li из-за высокой доли Ni в позициях Li. Также, стоит отметить, что, несмотря на близость количества структурных дефектов их локализация сильно изменяется от образца к образцу, свидетельствуя о том, что даже малейшее изменение условий синтеза приводит к значительному перераспределению катионного разупорядочения.

Таким образом, впервые продемонстрированный в данной работе подход к количественному локальному анализу катионного разупорядочения в Ni-обогащенных NMC позволяет не только визуализировать распределение дефектов в приповерхностной области кристаллитов, но и произвести их количественную оценку, что в дальнейшем позволит получить более подробную информацию о формировании дефектов, их локализации и накапливанию во время электрохимического циклирования.

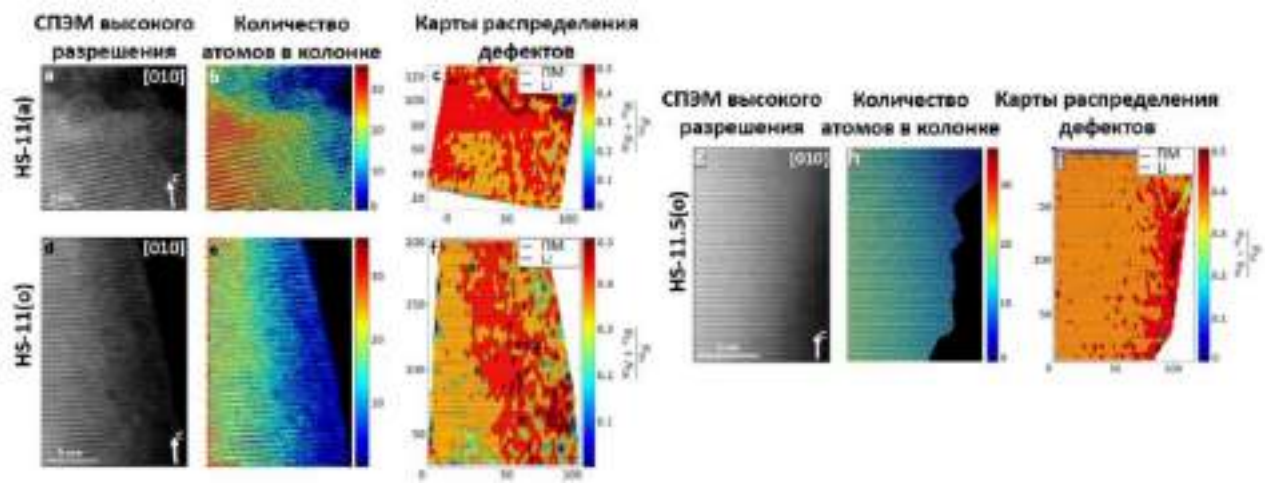


Рис.1. Статистическая обработка СПЭМ-изображений с атомным разрешением и карты распределения дефектов в приповерхностной области кристаллитов образцов NMC811 (a-c) HS-11(a); (d-f) HS-11(o); (g-i) HS-11.5(o).

Данная работа была поддержана Российским Научным Фондом (РНФ), грант - 20-13-00233.

Список литературы:

[1] De Backer, A.; Bos, K.H.W.; Van den Broek, W.; Sijbers, J.; Van Aert, *Ultramicroscopy*, **171**, 104–116 (2016).

[2] Lin, F., I. M. Markus, D. Nordlund, T. C. Weng, M. D. Asta, H. L. Xin, et al., *Nature communications*, **5**, 3529 (2014).

Структура тонкой плёнки Bi, полученной методом ВЧ-диодного распыления, и её влияние на синтез нанопроволок Bi.

Касумов Ю.А., Волков В.Т., Касумов А.Ю., Ходос И.И.

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

Нанопроволоки висмута представляют интерес для исследования различных квантовых размерных эффектов [1]. Эти нанопроволоки предполагается использовать в наноэлектронике и спинтронике. Авторами данной работы ранее была предложена методика получения монокристаллических нанопроволок Bi [2].

Для синтеза нанопроволок применяли метод высокочастотного (ВЧ) диодного распыления Bi на нагретую до ~ 200 ºC подложку SiO_2. Для характеризации образцов использовали растровый электронный микроскоп (РЭМ) Zeiss EVO 10 и просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) JEOL JEM-2100.

Исследование образцов в РЭМ и ПЭМ показало, что помимо осаждённой тонкой плёнки Bi на подложках присутствовали нанопроволоки Bi с отчетливо выраженной ромбоэдрической структурой длиной до нескольких десятков мкм и диаметром от 100 до 300 нм. Кроме того, было обнаружено [2], что предварительно осаждённая на подложку тонкая плёнка Fe увеличивает эффективность формирования нанопроволок при последующем распылении Bi на ту же подложку. Однако причина этого явления не была установлена.

В данной работе было выполнено напыление Bi на мембраны SiO_2 толщиной 20 нм, на часть из которых предварительно методом ВЧ-диодного распыления была нанесена островковая плёнка Fe (толщиной 0.5 нм). Использование тонких мембран позволило провести исследование полученных образцов в ПЭМ.

На рис.1 представлены ПЭМ-изображения тонкой (20 нм) плёнки Bi на мембране SiO_2 без (рис.1а) и с (рис.1б) предварительно осаждённой плёнкой Fe. На обеих мембранах видны отдельные частицы Bi размером около 100 нм. Использованная толщина Bi слишком мала, чтобы получить нанопроволоки, однако её достаточно для того, чтобы оценить влияние железа на последующее осаждение висмута на подложку. Видно, что на мембране SiO_2 без подслоя железа (рис.1а), частицы Bi имеют менее выраженную огранку по сравнению частицами Bi на рис.1б, где показана мембрана с нанесённой островковой плёнкой Fe, либо вовсе не имеют огранки. Таким образом, можно сделать вывод, что предварительное нанесение тонкой плёнки Fe способствует ранней кристаллизации Bi, что приводит к увеличению количества получаемых в результате осаждения Bi нанопроволок.

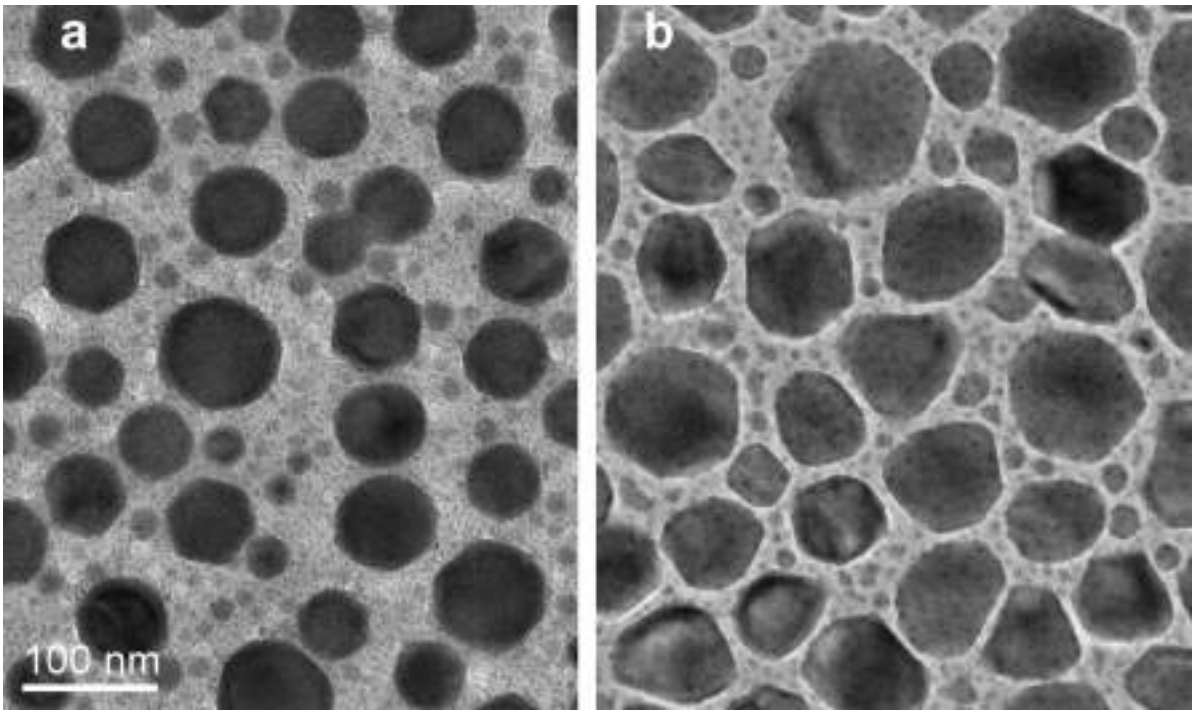


Рис.1. "ПЭМ-изображение наночастиц Bi на мембране SiO_2 без (а) и с (б) предварительно осаждённой плёнкой Fe"

Список литературы:

[1] Z.S. Lee, J.Ham, K. Jeon, J-S. Noh and W. Lee, *Nanotechnology*, **21**, 405701 (2010).

[2] V.T. Volkov, A.Yu. Kasumov, Yu.A. Kasumov, I.I. Khodos, *Appl.Phys.A*, 123:503 (2017).

Электронная микроскопия для изучения термодинамики роста зёрен $LiCoO_2$ в тонких плёнках LCO/Ta-LLZO

Морозов А.В.[1,2], Боев А.О.[1], Липовских С.А.[1], Абакумов А.М.[1]

[1]Центр энергетических наук и технологий, Сколковский институт науки и технологии, Москва, Россия
[2]Факультет наук о материалах, МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия
e-mail: Anatolii.Morozov@skoltech.ru

Увеличение удельной энергоёмкости и повышение безопасности литий-ионных аккумуляторов (ЛИА) возможно путём замены жидкого органического электролита на твёрдый Li-проводящий электролит и перехода к твердотельным ЛИА [1,2]. При этом одним из наиболее перспективных является твёрдый электролит на основе $Li_7La_3Zr_2O_{12-\delta}$ (LLZO) с кубической структурой граната. Кубическая модификация $Li_7La_3Zr_2O_{12-\delta}$ отличается высокими значениями Li-ионной проводимости (~10^{-3} См/см при 25°C), трёхмерной изотропной диффузией ионов Li^+ и уникально широким электрохимическим окном стабильности (0.05-5 В отн. Li/Li^+), а также химической устойчивостью к металлическому литию [3].

Однако твёрдые электролиты демонстрируют намного меньшую по сравнению с жидкими электролитами Li-ионную проводимость, что диктует необходимость перехода от использования твёрдых электролитов в виде мембран к тонким пленкам для увеличения энергоемкости твердотельных ЛИА. Импульсное лазерное напыление (PLD) является удобным и эффективным способом получения LLZO в виде тонких плёнок толщиной до ~100 нм, демонстрирующих относительно высокую Li-ионную проводимость ~10^{-5} - 10^{-4} См·см$^{-1}$.

В свою очередь, лучшими катодными материалами для применения в ЛИА являются Li-содержащие слоистые оксиды 3*d*-металлов $LiMO_2$ благодаря их высокой емкости, электронной и Li-ионной проводимости. В свою очередь слоистые оксиды $LiMO_2$ характеризуются двумерной (анизотропной) диффузией ионов Li^+, а именно Li-ионная проводимость LMO_2 в направлении, параллельном слоям MO_6, на 2 порядка превышает проводимость в направлении поперёк слоёв. Поэтому для обеспечения быстрого транспорта ионов Li^+ через границу катод/электролит, т.е. обеспечения высокой мощности твердотельных ЛИА, необходимо обеспечить нанесение плёнки катода с оптимизированной текстурой и границами зёрен.

В своей работе мы использовали передовые методы просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) совместно с ТФП-расчётами для изучения термодинамики роста плёнок модельного слоистого катодного материала $LiCoO_2$ (LCO) на поверхности поликристаллического $Li_{6.5}La_3Zr_{1.5}Ta_{0.5}O_{12}$. Оказалось, что термодинамика определяющим образом влияет на характер роста плёнки LCO несмотря на крайне неравновесные условия при осаждении плёнок методом PLD.

Так, микроструктура плёнок LCO определяется поверхностной свободной энергией, которая зависит от химических потенциалов кислорода и лития в процессе PLD-напыления. Результаты исследований тонких плёнок методами сканирующей-просвечивающей электронной микроскопии, электронной дифракции и электронной томографии были использованы в качестве входных данных для теоретических расчётов в рамках ТФП, которые позволили установить механизм роста плёнок LCO при их напылении методом PLD, а также определить область химических потенциалов μ(Li) — μ(O) в процессе PLD-напыления, которая является оптимальной для достижения наиболее благоприятного для быстрого транспорта ионов Li^+ текстурирования плёнки LCO. В докладе будут подробно представлены методика пробоподготовки тонких срезов твердотельных ЛИА с помощью сфокусированного ионного пучка, результаты ПЭМ исследований, а также детали теоретических расчётов в рамках ТФП.

Данная работа была поддержана Российским Фондом Фундаментальных Исследований (грант № 20-33-90241).

Список литературы:

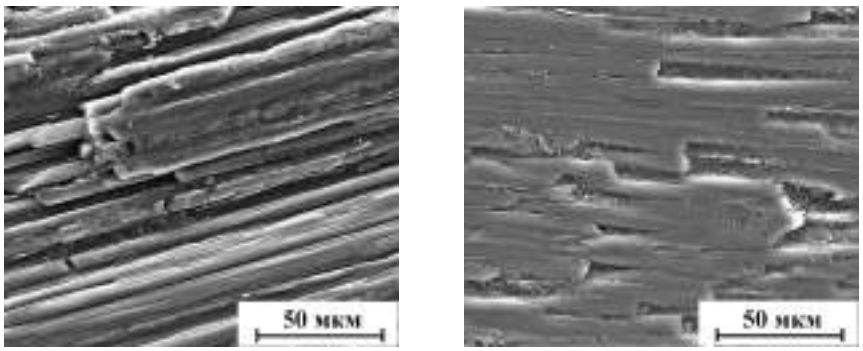
[1] J. Janek, W.G. Zeier, *Nat. Energy*, **1**, 16141 (2016).
[2] K.J. Kim, M. Balaish, M. Wadaguchi, L. Kong, and J.L.M. Rupp, *Adv. Energy Mater.*, **11**, 2002689 (2021).
[3] T. Thompson, S. Yu, L.Williams, R.D. Schmidt, R. Garcia-Mendez, J. Wolfenstine, J.L. Allen, E. Kioupakis, D.J. Siegel, and J. Sakamoto, *ACS Energy Lett.*, **2**, 462 (2017).

Изучение морфологии поверхностных слоев композитных материалов после трибологических испытаний методами СЭМ и СЗМ

Муравьева Т.И.[1], Щербакова О.О.[1], Шкалей И.В.[1]

[1]Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН, Москва, Россия
e-mail: muravyeva@list.ru

В работе были изучены образцы углеродных композитов, модифицированных графитированными (образец №1) и карбонизованными (образец №2) волокнами, использующихся в узлах фрикционного назначения. Образцы отличались различным видом термообработки (образец №1 был термообработан при температуре 2800°С, образец №2 - при температуре 1400°С). В обоих материалах использовалась углеродная матрица, полученная путём термического разложения углеводородного сырья. При этом волокна в образцах композитов были объединены в жгуты, хаотичным образом ориентированные в объёме материала [1]. Оба образца подвергали финишной термообработке при температуре 2000 °С. СЭМ исследования после трибологических испытаний, имитирующих работу авиационных тормозных механизмов [2], проводили на сканирующем электронном микроскопе FEI Quanta 650 с микроанализатором EDAX при ускоряющем напряжении 25 кВ. СЗМ исследования проводили в режиме тейпинга (резонансная частота 250 Гц) на приборе Smart SPM™. Использовали кантилеверы марки fp 10 с радиусом закругления острия зонда около 20 нм. На рис. 1 приведено СЭМ - изображение поверхности исследуемых образцов после испытаний.

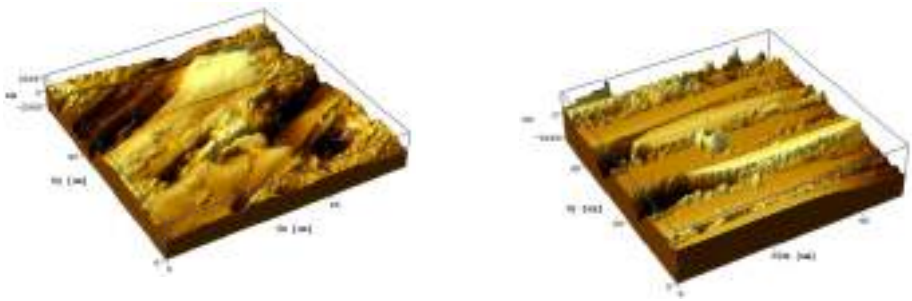


а) *б)*

Рис.1. СЭМ-изображения поверхности образцов волокна в жгутах: а – образец №1, б – образец №2

Полученные СЭМ изображения показывают, что в образце №1 жгуты волокон лежат практически параллельно поверхности, в то время как образце №2 они расположены как частично под некоторым углом, так и параллельно к ней. Особенности залегания волокон связаны с различием свойств волокон: графитированные волокна являются хрупкими и ломкими, что в процессе

аэродинамического формирования приводит к заполнению пространства между жгутов обломками волокон. В то же время карбонизированные волокна – более гибкие и эластичные. Для получения информации о пространственной геометрии поверхности и для оценки ее рельефа с большим разрешением использовалась сканирующая зондовая микроскопия. Полученные СЗМ-изображения и профили поверхностей образцов приведены на рис. 2.



а) *б)*

Рис.2. СЗМ-изображения поверхностей образцов: а – образец №1, б – образец №2

На рисунке видны как волокна, возвышающиеся над матрицей, так и «утопленные» под поверхностью трения, предположительно в результате отламывания, выкрашивания фрагментов волокон. Графитированные волокна более склонны к расслоению при трении, чем карбонизованные и имеют более плавный переход профиля на периферии контакта волокон и матрицы (рис. 2а). В то же время карбонизованные волокна в матрице проявляет большую регулярность профиля, приобретая в процессе износа сглаженную форму «плато» без разрушения (рис. 2б), за исключением скалывания кончиков. Таким образом, образец №2 характеризуется сглаживанием волокон без их расслаивания при трении.

Изучение торцевых срезов образцов показало, что после трибологических испытаний толщина деформированного приповерхностного слоя образца №1 примерно в два раза меньше, чем у образца №2. Это связано с большей пористостью последнего, и как следствия, более высокой глубиной проникновения кислорода в глубь образца.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ, грант № 19-19-00548-П.

Список литературы:

[1] Патент RU2510387C1. (2014).
[2] Hyunkyu Shin, Hong-Bum Lee, Kwang-Soo Kim, *Carbon,* **Volume 39,** Page 959-970 (2001).

Электронно-микроскопические исследования структуры рельсовых сталей в зоне сварных стыков

Щербакова О.О.[1], Муравьева Т.И.[1], Шкалей И.В.[1]

[1]Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН, Москва, Россия
e-mail: shcherbakovaoo@mail.ru

В работе исследовали рельсовую сталь в зоне сварных стыков. В этой зоне имеет место локальное понижение твердости, которое обусловлено как процессом сварки, так и термической обработкой после сварки. Микроструктура и механические свойства сварного стыка существенно зависят от типа сварочного устройства, химического состава рельсовой стали, удаленности от сварного шва [1].

Объектами исследования служили образцы, изготовленные из рельсов ДТ350 общего назначения: исходный (без наработанного тоннажа) и после эксплуатации при различных условиях. Образцы были вырезаны в зоне сварного стыка, представляющих собой продольное вертикальное сечение головки рельса от поверхности катания. Зона сварного стыка включает несколько зон: непосредственно линия сплавления, зона термического влияния (ЗТВ) при сварке, зона термической обработки (ТО) и зона основного металла, т.е. не подвергнутая каким-либо термическим процессам. На рис. 1 представлены фотография шлифа среза с обозначенными зонами.

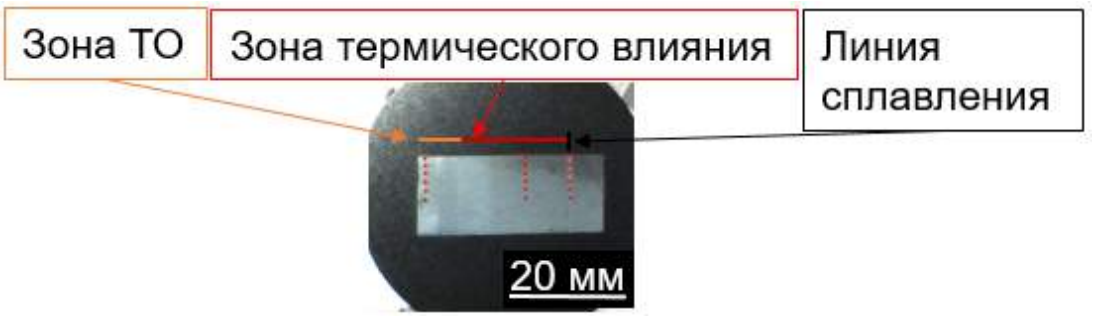
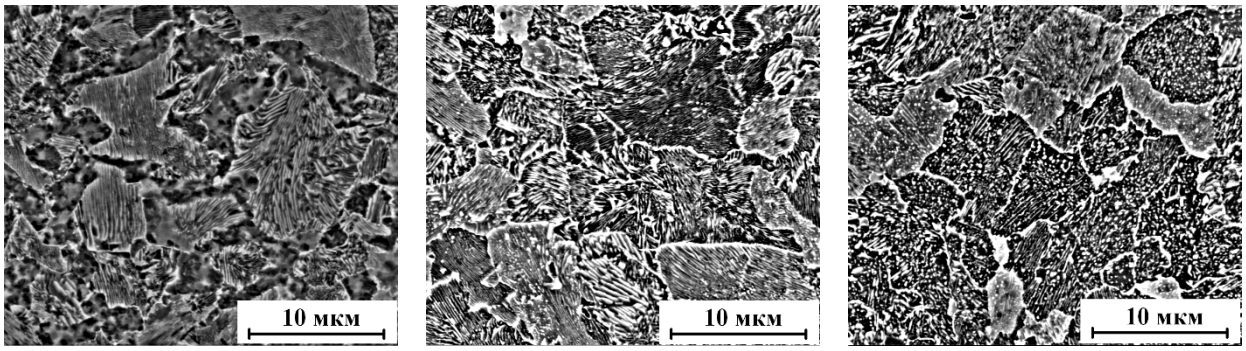


Рис.1. Образец с различными зонами исследования

Для исследований в работе применялся сканирующий электронный микроскоп Quanta 650 с использованием двух детекторов (вторичных и обратноотраженных электронов) и аналитического оборудования EDAX, включающего рентгеноспектральный анализатор.

На рис. 2 дано СЭМ - изображение микроструктуры одного из исследуемых образцов рельсовых сталей на расстоянии 10 мм вглубь от поверхности катания в различных зонах. Изучение срезов на данной глубине обусловлено тем, что на таком расстоянии формируется поликристаллическая структура, представленная зернами перлита пластинчатой морфологии, зернами феррита, в объеме которых наблюдаются частицы цементита разнообразной формы (зерна

ферритокарбидной смеси) и зернами структурно свободного феррита (зерна феррита, не содержащие в объеме частиц карбидной фазы).



а) *б)* *в)*

Рис.2. СЭМ-изображение (в обратноотраженных электронах) структуры образца рельсовой стали в различных зонах: а) – зона линии сплавления, б) – зона термического влияния, в) – зона термообработки

Микроструктура стали представляет собой пластинчатый перлит. При сварке сталь подвергается термическому воздействию, и пластинчатая структура может вырождаться в так называемую глобулярную структуру [2]. При этом различным зонам сварного стыка свойственны некоторые структурные особенности. В зоне линии сплавления микроструктура состоит из перлита и доэвтектоидного феррита. Зерна феррита локализованы на границах перлитных колоний, что указывает на локальное обезуглероживание, происходящее в процессе сварки. Зона ТО и ЗТВ характеризуются наличием вырожденного и сфероидизированного перлита. Глобулярная структура перлита обладает пониженными характеристиками твердости по сравнению с пластинчатой структурой и располагается в зоне, которая не прошла аустенитизацию, а прошла высокий отпуск. Такие структурные превращения при термическом воздействии в процессе сварки приводят к понижению твердости в зоне сварного стыка.

Исследование выполнено по теме государственного задания (№ госрегистрации АААА-А20-120011690132-4) и частично при финансовой поддержке РФФИ, НТУ «Сириус», ОАО «РЖД» и Образовательного Фонда «Талант и успех» в рамках научного проекта № 20-38-51005.

Список литературы:

[1] P. Mutton, *Wear*, **Volume 366–367,** Page 368-377 (2016).
[2] В.М. Счастливцев, Д.А. Мирзаев, И.Л Яковлева, *Перлит в углеродистых сталях*, УрО РАН, Екатеринбург (2006).

СЭМ исследования изменений структуры рельсов в процессе деформации при контакте с колесом

Шкалей И.В. [1], **Муравьева Т.И.** [1], **Щербакова О.О.** [1]

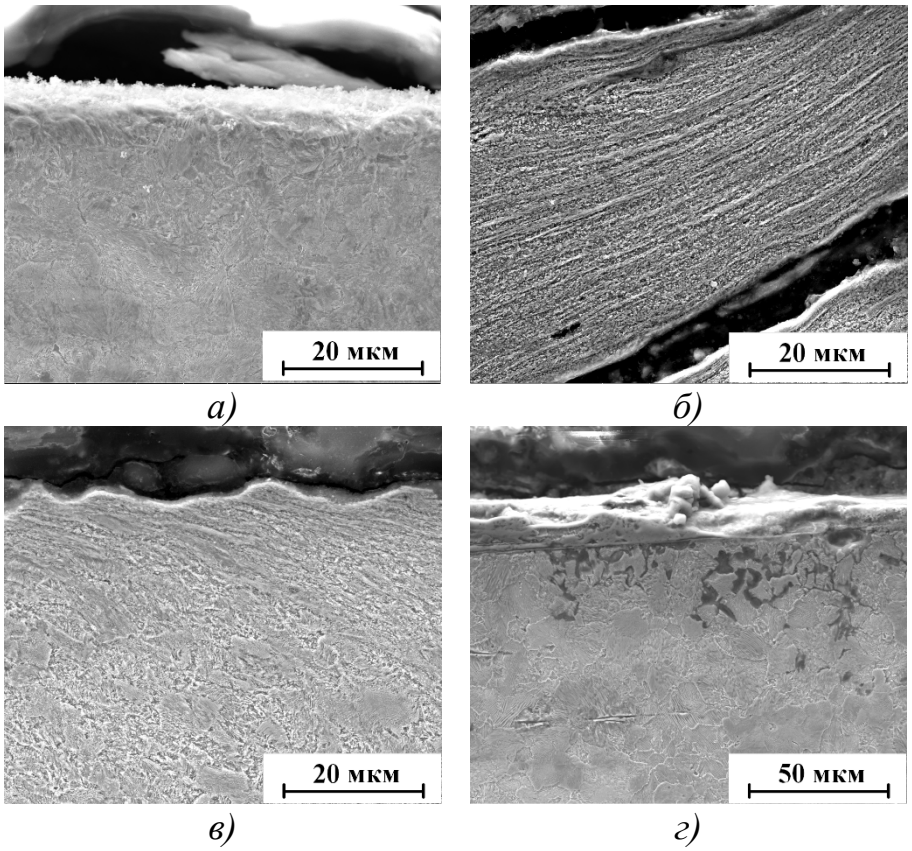
[1] *Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН, Москва, Россия*
e-mail: ioann_shiva@list.ru

В связи с большими нагрузками, оказываемыми на рельсы подвижным составом, возникают различные виды износа и дефектов, такие как проявление контактной усталости качения и тонкие внутренние трещины. Поэтому изучение этих проблем для их дальнейшего устранения является актуальной задачей. В данной работе исследовали рельсовую сталь категории ДТ350, которая отличается долговечностью и хорошо подходит для эксплуатации в российских регионах с особо тяжелыми условиями. Однако, в зоне сварных стыков эта сталь имеет локальное понижение твердости, обусловленное процессом сварки и термической обработкой после нее. Поэтому для минимизации данных процессов большое значение имеют подробные исследования структуры и свойств материала рельсов именно в этой зоне.

В работе были изучены образцы из вышеупомянутой стали. Исследовали структуру и химический состав как исходных материалов, так и после эксплуатации с различным наработанным тоннажем. Образцы были изготовлены из рельсов в зоне сварных стыков и представляли собой продольное вертикальное сечение головки рельса от поверхности катания.

Исследование структуры образцов проводили на сканирующем электронном микроскопе Quanta 650 при ускоряющем напряжении 25 кВ. Для изучения поверхности образцов в работе применяли детекторы вторичных и отраженных электронов. Для исследования химического состава поверхности использовали энергодисперсионный рентгеновский анализатор EDAX.

Были проведены исследования образцов у поверхности катания в различных зонах. На рис. 1 дано СЭМ-изображение микроструктуры одного из исследуемых образцов рельсовых сталей. Данные изображения иллюстрируют срезы на трех различных стадиях деформации и разрушения поверхностных слоев рельсов после эксплуатации. У образцов исследуемых рельсов в процессе взаимодействия вследствие пластического смятия образуется деформируемый слой.



а) *б)* *в)* *г)*

Рис.1. СЭМ-изображение среза образцов рельсов до и после эксплуатации у поверхности катания: а) – исходный образец, б) – 1 стадия, в) – 2 стадия, г) – 3 стадия

На рис. 1, б показана первая стадия деформации приповерхностного слоя рельса. Видно, что у этого образца поверхностные слои подвергались сильной пластической деформации, которая при исчерпании пластических свойств материала может приводить к образованию трещин. Вторая стадия разрушения, характеризующая остаточный деформируемый слой, показана на рис. 1, в. На третьей стадии разрушения происходит образование оксидного слоя (рис. 1, г), под которым выявлено наличие зарождающихся усталостных трещин.

Таким образом, в зоне стыка, вследствие пониженной твердости, происходит пластическое смятие с образованием деформированного слоя, который достаточно быстро разрушается под воздействием колес. Обнаружено, что поврежденность накапливается в основном материале под оксидной пленкой.

Исследование выполнено по теме государственного задания (№ госрегистрации АААА-А20-120011690132-4) и частично при финансовой поддержке РФФИ, НТУ «Сириус», ОАО «РЖД» и Образовательного Фонда «Талант и успех» в рамках научного проекта № 20-38-51005.

Микроскопия нано- и микроструктур ZnO на C-, M-, A-подложках сапфира, их «быстрая» рентгенолюминесценция и оптические свойства

Муслимов А.Э.[1], Веневцев И.Д.[2], Задорожная Л.А.[1], Буташин А.В.[1], Волчков И.С.[1], Эмирасланова Л.Л.[3], Каневский В.М.[1]

[1] Санкт-Петербургский Политехнический университет Петра Великого, 195251 Санкт-Петербург, Россия
[2] Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия
[3]Дагестанский государственный университет, 367000 Махачкала, Республика Дагестан, Россия
E-mail: amuslimov@mail.ru

Представлены результаты сравнительных исследований процессов высокотемпературного синтеза, микроскопии (рис. 1, 2), люминесцентных и сцинтилляционных характеристик пленок ZnO на подложках сапфира C (0001), M $(10\bar{1}0)$ и A $(11\bar{2}0)$-ориентаций. Показано, что использование методов осаждения из газовой фазы (ПЖК и магнетронного распыления) позволяет формировать ансамбли ориентированных нормально подложке нано- и микрокристаллов <0001> ZnO с выраженными рентгенолюминесцентными свойства. Кинетика рентгенолюминесценции характеризуются двумя компонентами: быстрой компонентой со временем спада порядка наносекунды и длинным плечом медленной люминесценции. Наилучшими оптическими свойствами обладали ансамбли микрокристаллов ZnO на M $(10\bar{1}0)$ подложках сапфира (рис. 3 а,б), что делает такие пленки перспективным сцинтиллятором для детектирования ионизирующих излучений.

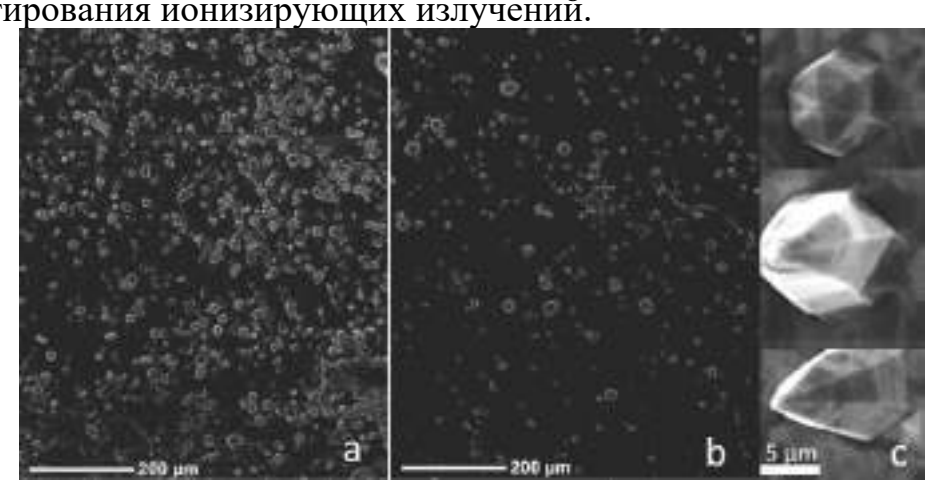


Рис. 1. РЭМ-изображения (Jeol Neoscope 2 (JCM-6000)) поверхности пленок ZnO: тип M (a); тип A (b). Типичные изображения [001]-микрокристаллов ZnO (c).

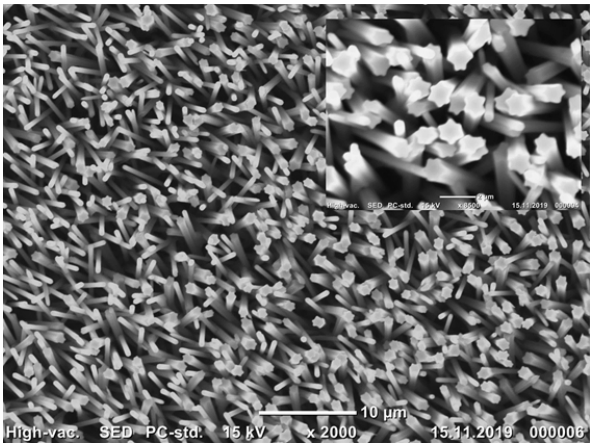


Рис.2. РЭМ-изображение (Jeol Neoscope 2 (JCM-6000)) массива нанокристаллов ZnO на (0001) сапфировой подложке, $T_{синт.}$=550°C

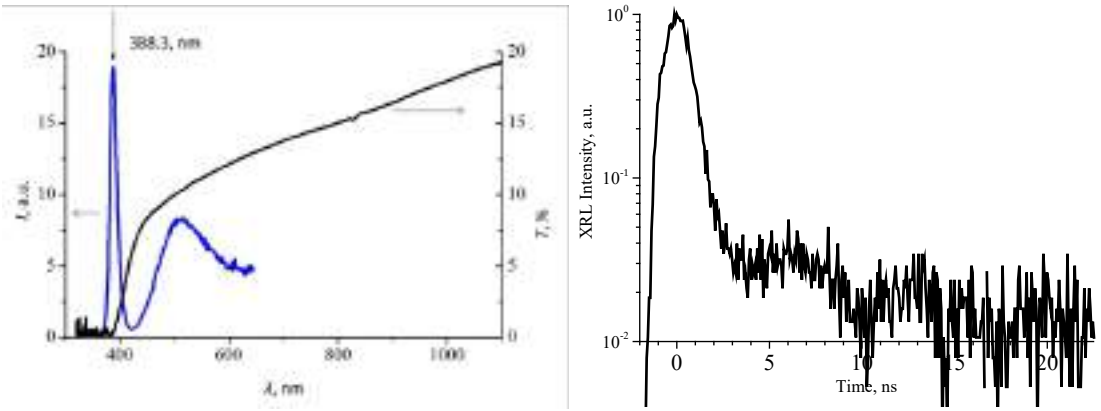


Рис. 3. Спектры рентгенолюминесценции (синий) и полного пропускания (черный) нанокристаллов ZnO на C-сапфире(а) и кинетика спада рентгенолюминесценции ансамбля микрокристаллов ZnO на M-сапфире (б)

Работа выполнена при поддержке Минобрнауки РФ (Соглашение №075-15-2021-1362)

Микроскопия и магнитные свойства пленок гексаферрита бария на сапфире, подвергнутых плазменной обработке

Муслимов А.Э.[1], Гаджиев М.Х.[2], Буташин А.В.[1], Каневский В.М.[1]

[1]Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия
[2]Объединенный институт высоких температур РАН, Москва, Россия

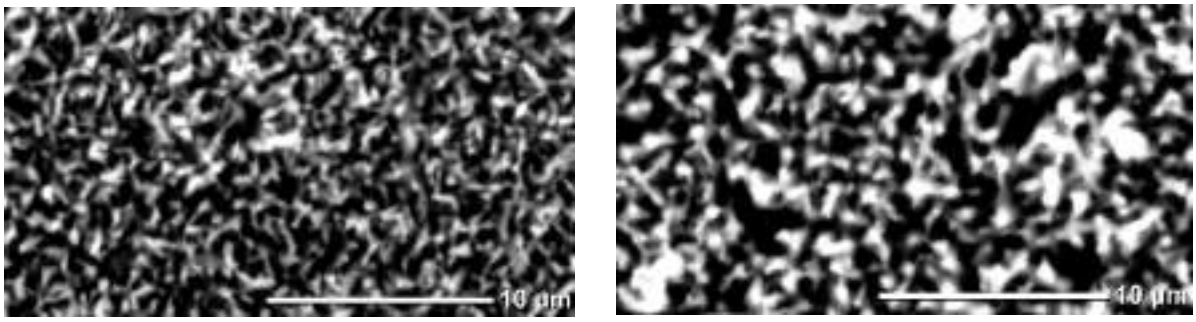
E-mail: amuslimov@mail.ru

Гексаферриты бария $BaFe_{12}O_{19}$ в виде объемных макрообразцов успешно используются в невзаимных микроволновых устройствах, таких как фазовращатели, изоляторы и циркуляторы, из-за высокой проницаемости, невзаимных электромагнитных свойств и умеренного до низкого поглощения энергии в СВЧ-диапазоне, в качестве постоянных магнитов. По сравнению со своими объемными аналогами ферритовые пленки указанного состава обладают рядом преимуществ, наиболее важным из которых являются возможность магнитной записи информации на них и интеграция с монолитными интегральными схемами СВЧ-диапазона, дешевизна и технологичность, стойкость к коррозии.

В работе изучено влияние плазменной обработки (плазмотрон постоянного тока с вихревой стабилизацией и расширяющимся каналом выходного электрода, генерирующий на выходе слабо расходящуюся плазменную струю азота диаметром D=8÷10 мм, диапазон температур 3727÷9727°C:) на строение (электронная микроскопия и рентгеновская дифрактометрия) и магнитные свойства пленок гексаферрита бария, предварительно нанесенных на С-подложки сапфира магнетронным распылением. Более детально исследовали образцы пленок, полученные их плазменной обработкой на краях температурного диапазона: L-образцы получены при воздействии плазмы со среднемассовой температурой 3727÷4727°C, а H-образцы - 7727÷9727°C. Топография поверхности образцов, по данным электронной микроскопии значительно отличалась (рис. 1): обработка при высокой температуре приводила к укрупнению кристаллитов H-образцов пленок гексаферрита бария.

Также установили, что формировалась ориентированная пленка гексаферрита бария с ярко-выраженной текстурой вдоль оси C <0001>. По данным энергодисперсинного микроанализа соотношение Ba/Fe в пленках гексаферрита бария было одинаковым ~0.1, содержание азота было менее 1 ат.%. Несмотря на полуколичественный характер анализа можно сказать, что обработка в азотной плазме анион-дефицитных пленок гексаферрита бария не приводит к значительному азотному легированию. Такая плазменная обработка приводит к достижению намагниченности насыщения пленки 40÷62 emu/g и

понижение величины коэрцитивного поля в ней до значений 180÷490 Э вдоль оси C<0001>, перпендикулярной поверхности сапфировой подложки.



а б

Рис. 1. Рис. 1. РЭМ-изображения поверхности пленок гексаферрита бария на (0001) сапфировых подложках, подвергнутых плазменной обработке в режимах L(а) и H(б)

Работа выполнена в рамках Госзадания ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН и при поддержке РФФИ № 20-0800598.

Исследование элементной неоднородности двухслойных пленок цирконата-титаната свинца

Валеева А.Р.[1], Каптелов Е.Ю.[1], Старицын М.В.[2], Немов С.А.[3], Пронин В.П.[4]

[1]Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе, 194021, Санкт-Петербург, Россия
e-mail: kaptelov@mail.ioffe.ru
[2]НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей» 191015 Санкт-Петербург, Россия
[3]Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, 195251, Санкт-Петербург, Россия
[4]Российский государственный педагогический университет им. А. И. Герцена, 191186, Санкт-Петербург, Россия

Тонкие сегнетоэлектрические пленки цирконата-титаната свинца ($Pb(Zr,Ti)O_3$ или ЦТС) в настоящее время находят широкое применение в микроэлектромеханике в качестве акустических излучателей и приемников, разнообразных датчиков, харвастеров, ИК-устройств, магнетоэлектрических преобразователей. Состав этих пленок обычно соответствует области морфотропной фазовой границе (МФГ), где большинство физических характеристик материала достигают экстремально высоких значений. Пространственная элементная неоднородность, связанная как с особенностями кристаллизации перовскитовой фазы, так и технологическими факторами изготовления тонких поликристаллических пленок ЦТС, приводит к ухудшению физических параметров. Целью настоящей работы являлось исследование механизмов кристаллизации фазы перовскита, состава и свойств тонких двухслойных пленок ЦТС в области МФГ с различной последовательностью слоев для моделирования элементной неоднородности по толщине.

Двухслойные поликристаллические структуры, сформированные двухступенчатым методом, изготавливались в двух вариантах путём чередования слоёв, осажденных при разном давлении 4 Па и 8 Па [1-2]. На первом этапе пленки общей толщиной 800 нм осаждались на холодную подложку платинированного кремния методом ВЧ магнетронного осаждения. На втором этапе подвергались высокотемпературному отжигу для кристаллизации фазы перовскита. Верхними электродами служили платиновые контактные площадки, размер которых составлял 120*120 мкм.

Для исследования микроструктуры и состава пленок использовался растровый электронный микроскоп Tescan Lyra-3, оснащенный энергодисперсионной приставкой X-Max. Фазовый контроль осуществлялся с помощью рентгенодифракционного метода θ-2θ (ДРОН-7) и оптической микроскопии (Nikon Eclipse LV150). Для определения величины внутреннего поля изучались реверсивные зависимости диэлектрической проницаемости и диэлектрических потерь на измерителе иммитанса Е7-20, а также петли диэлектрического гистерезиса на модифицированной установке Сойера-Тауэра в переменных электрических полях.

Исследование элементного состава по толщине аморфных структур, осажденных на кремниевые подложки, проводилось на вытравленных окнах с наклонной стенкой под углом в 1° (рис.1).

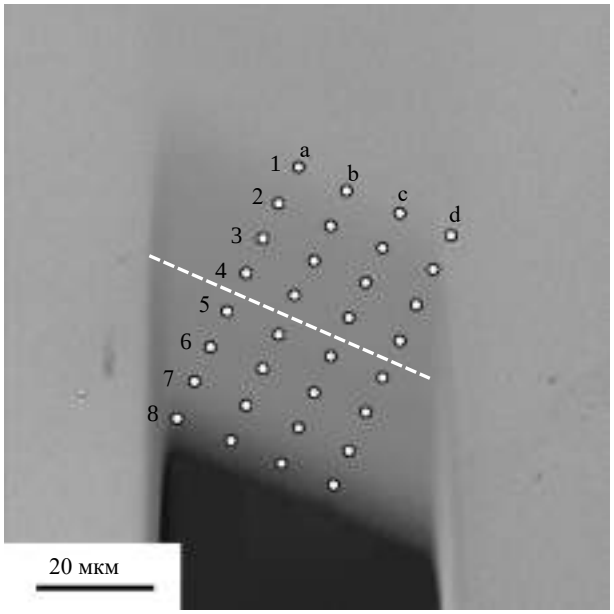


Рис.1. Изображение окна травления аморфной пленки ЦТС, полученное в растровом электронном микроскопе, и координатное расположение точек, в которых измерялся состав пленки. Увеличение номера ряда соответствовало увеличению глубины травления пленки. Пунктирная линия соответствует границе между слоями, осажденными при 4 Па (нижний слой) и 8 Па (верхний слой)

Выявлено, что в зависимости от очередности расположения слоев существенно изменяются условия кристаллизации фазы перовскита, элементный состав и сегнетоэлектрические свойства пленок. В обеих структурах кристаллизация фазы перовскита начиналась в слое, осажденном при давлении 8 Па, обогащенном избыточным свинцом, и распространялась на слой с меньшим содержанием свинца, осажденном при давлении 4 Па. При этом часть атомов титана мигрировала к области кристаллизации. Предполагается, что это может быть связано с величиной скорости движения фазовой границы и количеством мигрирующих атомов.

Список литературы:

*[1] В.А. Вольпяс, А.Б. Козырев, ЖЭТФ **140**, 196 (2011).*

*[2] В.А. Вольпяс, А.Б. Козырев, А.В. Тумаркин, Д.М. Долгинцев, В.П. Пронин, Е.Ю. Каптелов, С.В. Сенкевич, И.П. Пронин, ФТТ**, 61**, 1282 (2019).*

Исследование влияния параметров синтеза на структурно-морфологические особенности наночастиц β-$NaYF_4$:Yb^{3+}/Tm^{3+}

Кошелев А.В.[1], Хайдуков К.В.[1], Архарова Н.А.[1], Каримов Д.Н.[1], Seyed Dorraji M.S.[2]

[1]ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Ленинский проспект, 59, Москва, Россия
[2]Department of Chemistry, Faculty of Science, University of Zanjan, Zanjan 45371-38791, Iran
e-mail: avkoshelev03@gmail.com

Основное направление развития нанотехнологий основано на поиске, синтезе и исследовании новых перспективных многофункциональных наноматериалов для различных наукоемких и высокотехнологичных областей. Одним из ярких представителей данного класса материалов являются фотолюминесцентные фторидные кристаллы. Возможность получения интенсивной ап- и даун-конверсионной люминесценции при введении соответствующих ионов РЗЭ в структуру матрицы и относительно низкоэнергетическом возбуждении, уникальные показатели хемо- и фотостабильности вызывают огромный интерес к этим фторидным нанолюминофорам в области медицины, катализа, наносенсорики и антиконтрафактной сфере [1-3]. Структурные и размерные характеристики нанокристаллов оказывают определяющее влияние на их фотолюминесценцию. В зависимости от каждой конкретной задачи необходимы наночастицы с определенными спектральными свойствами, что требует наличия методов манипуляции и контроля кристаллической структуры и морфологии получаемых объектов в процессе синтеза и дальнейшего использования.

В данной работе была изучена зависимость морфологических и структурных особенностей наночастиц $NaYF_4$:Yb^{3+}/Tm^{3+} гексагональной β-модификации, полученных методом высокотемпературного соосаждения из хлоридных прекурсоров в среде высококипящих растворителей, от технологических параметров синтеза: методики смешивания исходных компонентов, содержания дополнительных легирующих примесей (ионы Gd^{3+}) и объемного соотношения растворителей. Полученные образцы были комплексно охарактеризованы методами рентгенофазового анализа, просвечивающей электронной микроскопии (**ПЭМ**) и флуоресцентной спектроскопии. Синтезированные наночастицы были однофазными и имели гексагональную (пр. гр. $P6_3/m$, a = 5.963(1), c = 3.506(1) Å) кристаллическую структуру. Наночастицы β-$NaYF_4$:Yb^{3+}/Tm^{3+} демонстрируют интенсивную антистоксовую люминесценцию в УФ- (340-360 нм), видимом (475-700 нм) и ближнем ИК- (800 нм) диапазонах спектра и стоксовую люминесценцию в области 2 мкм при ИК-возбуждении (λ = 975 нм).

Методом ПЭМ подтверждено изменение размерных и морфологических характеристик наночастиц, полученных в различных экспериментальных условиях. При переходе от одновременного к последовательному добавлению прекурсоров и осадителя и уменьшении содержания олеиновой кислоты в

реакционной смеси наблюдается эволюция монодисперсных наностержней размером 80x20 нм в частицы сферической формы со средним диаметром ~20 нм (рис.1а и 1б). Увеличение содержания ионов Gd^{3+} до 30 мол.%. приводит к существенному уменьшению размеров получаемых частиц вплоть до 12 нм (рис.1в).

Таким образом, показана возможность направленного манипулирования структурно-морфологическими особенностями нанокристаллов β-$NaYF_4$:Yb^{3+}/Tm^{3+} путем варьирования различных параметров синтеза и уровня дополнительного солегирования для получения нанообъектов заданной формы под конкретные прикладные задачи.

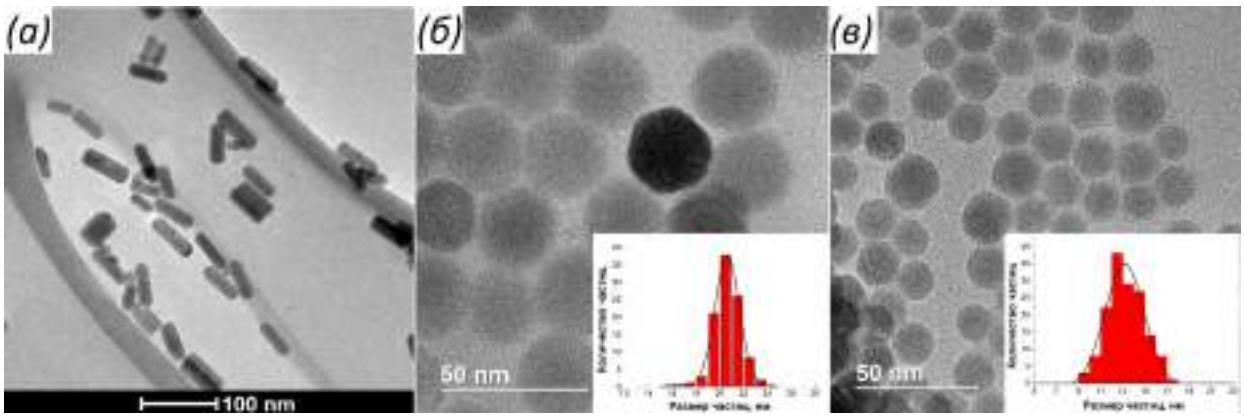


Рис.1. ПЭМ-изображения наночастиц β-$NaYF_4$:Yb^{3+}/Tm^{3+}, полученных при одновременном (а), последовательном добавлении растворов прекурсоров и осадителя (б) и дополнительном введении в состав ионов Gd^{3+} (в).

Данная работа была выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 20-52-56017) и Национального научного фонда Ирана (проект № 99004620).

Список литературы:

[1] A. Nadort, J. Zhao, and E.M. Goldys, *Nanoscale*, **8**, 27, 13099–13130 (2016).
[2] D.N. Karimov, P.A. Demina, A.V. Koshelev et al., *Nanotechnol. Russia*, **15**, 655–678 (2020).
[3] S.P. Tiwari, S.K. Maurya, R.S. Yadav et al., *J. Vac. Sci. Technol. B Nanotechnol. Microelectron.*, **36**, 6, 060801 (2018).

Получение и исследование композитных материалов FeO_x/МУНТ/Al и MnO_2/МУНТ/Al для электродов суперконденсаторов

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

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

Развитие альтернативной энергетики привело к спросу на разработку устройств хранения и накопления энергии, обладающих такими свойствами как экологичность, дешевизна, устойчивость к множественным циклам перезарядки, длительный срок эксплуатации и пр. Электрохимические конденсаторы, также известные как суперконденсаторы (СК), отличаются большей ёмкостью, по сравнению с обычными конденсаторами и более высокой выходной мощностью, по сравнению с литий-ионными батареями. В соответствии с механизмом накопления заряда СК классифицируются как электрохимические двухслойные конденсаторы (EDLC) и псевдоконденсаторы (PC). При изготовлении суперконденсаторов критическим фактором является материал электрода. Перспективными материалами для электродов являются композитные материалы, состоящие из углеродных нанотрубок и оксидов переходных металлов [1]. Использование в качестве материала анода композита, состоящего из углеродных нанотрубок и оксида железа, позволяет сочетать такие свойства нанотрубок как большая удельная площадь поверхности, химическая стабильность, высокая проводимость, с положительными свойствами оксида железа, такими как высокая теоретическая ёмкость (3265 Ф/г), большое окно отрицательного потенциала (-1.2 – 0 В), стабильные химические свойства и переменная степень валентности железа [2]. В качестве материала катода перспективным является использование композитного материала, состоящего из углеродных нанотрубок и диоксида марганца. Диоксид марганца (MnO_2) может быть многообещающим материалом для суперконденсаторов из-за его высокой теоретической удельной ёмкости (1370 Ф/г), быстрого процесса заряда/разряда, широкого окна положительного потенциала (0.9-1 В), низкой стоимости и безвредности для окружающей среды [3]. Формирование композитного материала УНТ/MnO_2 позволяет сочетать положительные свойства углеродных нанотрубок и диоксида марганца.

В данной работе синтез углеродных нанотрубок проводился методом CVD при атмосферном давлении, в качестве прекурсора использовался этанол. Нанотрубки осаждались непосредственно на поверхности алюминиевой фольги [4]. Получение композитного материала FeO_x/МУНТ/Al осуществлялось в несколько этапов. Предварительно углеродные нанотрубки, выращенные на алюминиевой фольге, окислялись в 0.005 М растворе Na_2SO_4. Далее проводилось электрохимическое осаждение в диапазоне напряжений от 0 до 0.7 В, в качестве электролита использовался водный раствор $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$ (0.1 М) + CH_3COONa

(0.08 М). Полученные образцы отжигали при температуре 200°С. Для формирования композитного материала MnO_2/МУНТ/Al полоски алюминиевой фольги, покрытые слоем нанотрубок, выдерживались в 1% водном растворе перманганата калия. Морфологию полученных образцов контролировали методом сканирующей электронной микроскопии (микроскоп JSM 6490). Для рассмотрения возможности использования полученных образцов в качестве электродов суперконденсаторов были проведены электрохимические исследования с использованием потенциостата-гальваностата AN18-Multichannel Potentiostat P40X. Измерения проводились в трёхэлектродной ячейке, в качестве электролита использовался раствор 0.5 М Na_2SO_4.

Исследование образцов с помощью электронно-зондового микроанализа показало наличие в составе композитного материала FeO_x/МУНТ/Al алюминия, углерода, железа и кислорода, а в составе композитного материала MnO_2/МУНТ/Al алюминия, углерода, марганца и кислорода. Для изучения ёмкостных характеристик полученного материала проводились серии электрохимических измерений. По результатам циклической вольтамперометрии было проведено сравнение удельной ёмкости композитных материалов с удельной ёмкостью углеродных нанотрубок. Расчёты показывают, что значения удельной ёмкости композитного материала FeO_x/МУНТ/Al в катодной области в 3-4 раза выше значений удельной ёмкости углеродных нанотрубок. Аналогично, значения удельной ёмкости композитного материала MnO_2/МУНТ/Al в анодной области в 3 раза выше, чем значения удельной ёмкости чистых МУНТ. Можно сделать вывод, что использование композита MnO_2/МУНТ/Al в качестве материала катода, а композита FeO_x/МУНТ/Al в качестве материала анода может существенно улучшить ёмкостные характеристики суперконденсаторов. Следовательно, комбинирование углеродных нанотрубок с оксидами переходных металлов является перспективным способом получения высокоэффективных электродных материалов.

Список литературы:

[1] Ying Wang, Changhai Liu and Zhidong Chen, *Inorganic Chemistry Communications*, **138**, (2022).
[2] Jinkun Sun, Ping Zan and Lijun Zhao, *Electrochimica Acta*, **215**, 483-491, (2016).
[3] Jun Yan, Zhuangjun Fan and Milin Zhang, *Journal of Power Sources*, **194**, 1202-1207, (2009).
[4] Arkady N. Redkin, Alena A. Mitina and Evgene E. Yakimov, *Materials Science & Engineering B*, **272**, (2021).

Электродуговой синтез азотсодержащих порошков Ti/TiO_2

Муслимов А.Э.[1], Гаджиев М.Х.[2], Каневский В.М.[1]

[1]Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия
[2]Объединенный институт высоких температур РАН, Москва, Россия

E-mail: amuslimov@mail.ru

В представленной работе, с использованием методов структурно-фазового, элементного анализа и электронной микроскопии, исследуются процессы электродугового синтеза в открытой атмосфере азотсодержащих порошков Ti/TiO_2. Показано, кратковременная плазменная обработка металлических порошков титана позволяет формировать азотсодержащие структуры Ti/TiO_2. Предложенная методика может найти широкое применение в технологии промышленного синтеза простых и композитных фотокатализаторов порошкового типа со спектральной фоточувствительностью в ультрафиолетовой и видимой областях спектра излучения.

Отсутствие экономичных методов промышленного синтеза экологических фотокатализаторов является одной из причин их низкой конкурентоспособности в сравнении с традиционными методами очистки от органических загрязнителей. Как нам представляется, плазменные технологии могут эффективно применяться в процессах масштабного синтеза фотокатализаторов порошкового типа. Электродуговое плазменное напыление, является одним из методов нанесения покрытий. Высокая температура плазменной струи позволяет расплавлять и наносить на поверхность материалов покрытия из любых тугоплавких материалов и их соединений. Был разработан надежный генератор низкотемпературной плазмы (ГНП), в разрядном промежутке которого создается высокоэнтальпийный плазменный поток рабочих газов с температурами от тысяч до десятков тысяч градусов. Использование азотной плазмы, в качестве рабочего газа и обработка в ней металлических порошков Ti в открытой окислительной атмосфере – может являться эффективной методикой синтеза азотсодержащих порошков Ti/TiO_2.

Исходный порошок титана подавался вместе с транспортирующим газом в анод генератора низкотемпературной плазмы постоянного тока для напыления (расход азота 1.5 г/с, транспортирующего газа 0.2 г/с, сила тока дуги 150 А), разработанного на основе плазмотрона с расширяющимся газоразрядным трактом/

Исходный порошок, по данным РД, представлял собой низкотемпературную α-фазу Ti с гексагональной плотноупакованной решёткой. По данным ЭМ порошок титана представлял собой массив микрочастиц специфической пористой формы с большим разбросом латерального размера от 30 до 150 мкм (рис.1а). После обработки, по данным РД помимо основной α-фазы

Ti формируется высокотемпературная фаза рутила TiO_2. Кроме того, обнаружено присутствие низкотемпературной фазы брукита и нитрида титана. На кривой РД наблюдается смешение всех рефлексов рутила в сторону ближних углов. По данным ЭМ (рис. 1 б, в), наблюдается увеличение шероховатости поверхности образцов. Данные ЭРМ подтверждают формирование азотсодержащей фазы.

На основе полученных данных можно предложить модель электродугового синтеза в открытой атмосфере азотсодержащих микрочастиц Ti/TiO_2. Интенсивное окисление титана начинается уже при температурах выше 600 °C. Следует также отметить, что титан горит в атмосфере азота и при температуре выше 400 °C образуются нитриды TiN_x. Здесь важную роль играет скорость пролета частицами высокотемпературной области плазмы. Для данного режима работы (расход азота – 1,5 г/с) температура в зоне плазменной обработки достигает 12 кК, усредненное значение скорости частиц на срезе сопла плазматрона в открытой атмосфере составляет ~ 40 м/с. Частицы не изменяют форму в процессе обработки (рис.1 б), что говорит о недостаточном их разогреве из-за высокой скорости движения. С другой стороны, визуализация процесса горения микрочастиц титана (рис.1), с учетом их пирофорности, позволяет судить об интенсивных процессах окисления и нитридизации на поверхности микрочастиц. В глубоких слоях микрочастиц сохраняется фаза титана, по мере приближения к поверхности формируются фазы брукита, рутила и нитрида титана.

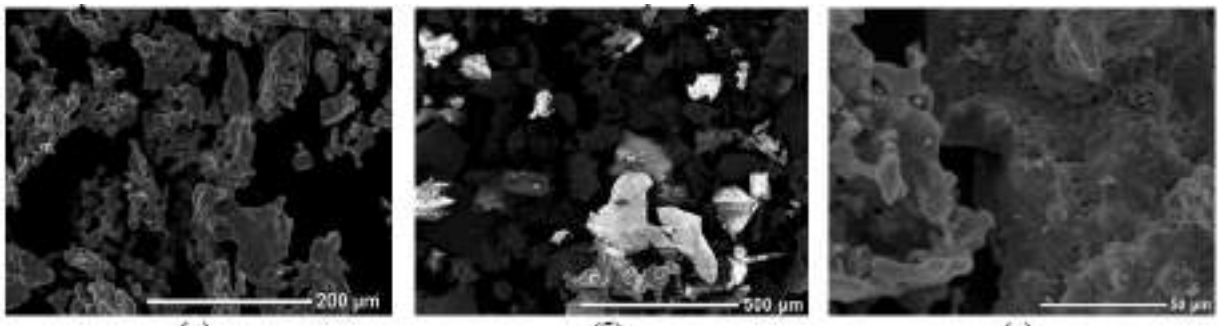


Рис. 1. РЭМ изображения поверхности порошков титана до (а) и после (б, в) плазменной обработки.

Работа выполнена при поддержке РФФИ № 20-0800598.

Применение методов электронной микроскопии при исследовании характера распределения активаторов в керамике $(Gd,Y)_3(Ga,Al)_5O_{12}$

Кузнецова Д.Е.[1,2], Сайфутяров Р.Р.[1], Таврунов Д.А.[3], Карпюк П.В.[1,2], Смыслова В.Г.[1,2], Гордиенко Е.В.[2], Досовицкий Г.А.[1], Пустоваров В.А.[3], Коржик°М.В.[2,4]

[1] НИЦ «Курчатовский институт» – ИРЕА, г. Москва, Богородский Вал 3
[2] НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва, Площадь акад. Курчатова 1
[3] Уральский Федеральный Университет, г. Екатеринбург, ул. Мира 19
[4] Институт ядерных проблем БГУ, г. Минск, Беларусь

e-mail: daria_kyznecova@inbox.ru

В работах [1-3] была показана высокая радиационная стойкость кристаллов оксидов со структурой граната ($Gd_3Al_2Ga_3O_{12}$:Ce, $(Gd,Y)_3(Al,Ga)_5O_{12}$:Ce) как к электромагнитному, так и корпускулярному ионизирующему излучению при достаточно высоком световыходе сцинтилляций, что обуславливает интерес к их использованию в качестве катодолюминофора или конверсионного материала для изотоповольтаических источников энергии.

В данной работе была проверена перспективность со-легирования керамики $(Gd,Y)_3(Ga,Al)_5O_{12}$ (GYAGG) одновременно Tb^{3+} и Eu^{3+} для возможного управления спектром высвечивания. Было обнаружено, что керамика, полученная из смеси порошков, индивидуально легированных Tb и Eu, продемонстрировала более высокие характеристики катодолюминесценции, по сравнению с образцами, полученными из со-легированного порошка. Характер распределения активаторов в такой керамике представляется существенным, так как может обуславливать возникновение процесса тушения. Задача работы состояла в определении применимости метода SEM-EDX для исследования пространственного распределения активаторов. Исследование микроструктуры керамики и распределения в ней активаторов проводили при помощи методов сканирующей электронной микроскопии (Jeol JSM 7100 F) и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX, детектор Oxford Instruments X Max 50) на полированных образцах, полученных. Для оценки погрешности определения содержания активаторов в исследуемой матрице методом энергодисперсионного ренгеновского элементного анализа EDX была исследована керамика из порошков, легированных индивидуально тербием либо европием. Были опробованы различные режимы проведения EDX-анализа, включая сравнение точечных спектров в зернах, линейные профили распределения элементов и картирование. Среднеквадратичное отклонение определения содержания активаторов методом EDX при записи спектров в центральных областях зерен составило в пределах 10% (в большинстве случаев

– от 1,5 до 6%), а разброс значений составил в пределах 20% (в большинстве случаев – от 7 до 15%).

Было установлено изменение сигнала в концентрационных профилях в ~1,5 раза при изменении концентрации активатора от 0 до ~2,5 масс.% в образцах с целенаправленно сформированным пространственным разделением активаторов, а также колебания сигналов активаторов в аналогичных пределах в образцах со-активированных Tb и Eu. При съемке профилей в образцах керамики, активированной единственным активатором, а также при записи спектров в точках и областях, соответствующих середине зерен (в том числе, в совместно легированных образцах керамики), таких колебаний сигнала не наблюдалось. Из этого можно сделать предположение о влиянии границ зерен на регистрируемый сигнал и, возможно, на распределение активаторов.

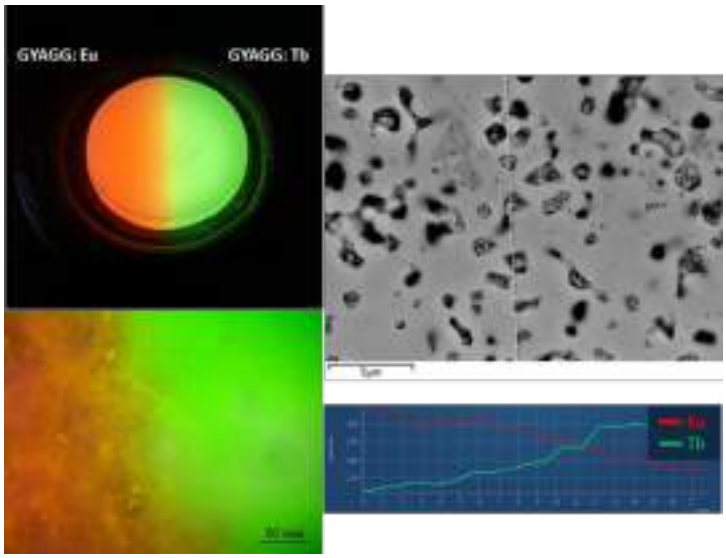


Рис.1. Фотография образца в УФ и снимок оптической микроскопии с УФ-подстветкой границе двух составов GYAGG:Eu / GYAGG:Tb. Снимки SEM и результаты EDX-анализа по линии профиля

Аналитические исследования выполнены с использованием научного оборудования ЦКП НИЦ «Курчатовский институт» – ИРЕА при финансовой поддержке проекта Российской Федерацией в лице Минобрнауки России, Соглашение № 075-11-2021-070 от 19.08.2021.

Список литературы:

[1] E. Auffray et al. Radiation Physics and Chemistry, 164, 108365 (2019).
[2] V. Alenkov et al. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A, 916, 226-229 (2019).
[3] J.T. Jarrell et al. IEEE Trans. Nucl. Sci., 69(4), 938-941 (2022)

Идентификация продуктов биодеградации промышленных углеродных наночастиц в макрофагах человека *in vitro* методами стандартной и аналитической электронной микроскопии

Тарасова Е.К.[1], Масютин А.Г.[1,2], Онищенко Г.Е.[2], Ерохина М.В.[1,2]

[1]Центральный научно-исследовательский институт туберкулёза, Москва, Россия
[2]Московский Государственный Университет имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия
e-mail:shalioto6@gmail.com

Возможности современной трансмиссионная электронной микроскопии (ТЭМ) обладают большим потенциалом для изучения разнообразных биологических и антропогенных объектов. Стандартная ТЭМ позволяет достичь разрешения в 1-2 нм, что помогает визуализировать мельчайшие изменения структуры, выявить дефекты или патологические изменения. Аналитическая ТЭМ предоставляет возможность анализировать физико-химические свойства объектов. Эти возможности были задействованы для выявления и анализа вариантов деградации промышленных многостенных углеродных нанотрубок (п-МУНТ) под действием активных веществ макрофагов. Проблема нанозагрязнения остро встаёт перед человечеством, поскольку продукты нанотехнологии всё шире используются в производстве. Одним из главных нанозагрязнителей считаются углеродные нанотрубки. Их включают в состав строительных материалов и композитов, из-за чего п-МУНТ являются наноматериалом, с которым контакт живых организмов наиболее вероятен. Биодеградация п-МУНТ не изучена, в отличие от МУНТ, используемых для лабораторных исследований (л-МУНТ). Главные клетки, способные элиминировать углеродные наночастицы – макрофаги. Мы предполагаем, что вследствие структурных особенностей п-МУНТ, механизмы их разрушения фагоцитами будут отличаться от известных для л-МУНТ. В связи с этим целью работы являлась идентификация продуктов биодеградации п-МУНТ после их инкубации с макрофагами при помощи методов ТЭМ.

В работе использовали п-МУНТ «Таунит» (диаметр 20-50 нм) и макрофаги человека THP-1. Клетки инкубировали с п-МУНТ в течение 10 дней. Провели морфологический и структурный анализ наночастиц локализованных в макрофагах (ультратонкие срезы); контрольных п-МУНТ (1); выделенных из культуральной среды (2) и из клеточного лизата (3). Исследование морфологии и кристаллической структуры (дифракция электронов, ДЭ) проводили с использованием аналитического электронного микроскопа «JEM 2100» (Jeol, Япония) (200 kV, non-corrected, LaB_6 cathode) с

камерой Gatan FT1000 2k. Для определения элементного состава методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС) использовали детектор (Oxford Instruments Inca X-Max 8 мм^2), соединенный с вакуумной камерой JEM 2100. Выбраны следующие критерии оценки деградации МУНТ: уменьшение толщины стенок (увеличение $Д_{внутр.}$ или уменьшения $Д_{нар.}$); нарушение целостности стенок или распад на фрагменты; изменение содержания кислорода в образцах.

При анализе ультраструктуры макрофагов было показано, что п-МУНТ захватывались клетками с помощью фагоцитоза. В фагосомах были обнаружены как нанотрубки без выраженных изменений, так и скопления электронно-плотных частиц с морфологией, отличающейся от интактных МУНТ. Среди таких частиц были идентифицированы: МУНТ с истончёнными стенками; крупные (1-5 мкм) скопления МУНТ, в которых отдельные нанотрубки невозможно было идентифицировать; рыхлые кластеры наночастиц без морфологических признаков МУНТ. Нам удалось доказать, что подобные включения являются продуктами биодеградации МУНТ и представляют собой отдельные фрагменты графеновых цилиндров («графеновые хлопья»). Отдельные «хлопья» неправильной формы имеют размеры 1-3 нм, их электронная плотность неравномерная. Для всех вышеперечисленных вариантов характерна типичная для МУНТ электронограмма. В (2) встречались нанотрубки с расширенным внутренним каналом. Их морфометрический анализ показал значительное (до 50%) истончение стенок МУНТ, как с внешней стороны (уменьшение $Д_{нар.}$), так и с внутренней (увеличение $Д_{внутр.}$). В (3) выявлялись сильно измененные МУНТ, стенки которых несли бреши, а внутренний канал не выявлялся. Исследование этих наночастиц методом ДЭ показало характерные для МУНТ электронограммы, что говорит о сохранении их кристаллической структуры при морфологических изменениях. С помощью ЭДС определили содержание кислорода в образцах: в (1) оно составило 1,4%, а в образцах (2) и (3) 0,7% и 0,64% соответственно. Это означает, что уменьшается количество кислородсодержащих функциональных групп в п-МУНТ в результате их истончения.

Таким образом, нами показано, что в ходе внутриклеточной деградации в фаголизосомах в стенках п-МУНТ образуются бреши и нанотрубки распадаются на «графеновые хлопья». Внеклеточная деградация п-МУНТ выражается в истончении стенок нанотрубок. Выявленные морфологические и химические изменения п-МУНТ демонстрируют, что макрофаги могут осуществлять их разрушение. Выявлены две стратегии этого процесса - внутриклеточная и внеклеточная. Глубокое понимание процессов биодеградации промышленных углеродных наночастиц, их утилизации клетками организма необходимо в связи с ростом производства наночастиц и повышением риска контакта человека с ними. Полученные результаты

показывают, что сочетание методов ТЭМ является надёжным и высокоточным инструментом для идентификации процессов биодеградации п-МУНТ.

Данная работа была поддержана темой НИР «Механизмы выживания и гибели клеток».

Структурные особенности и электрофизические свойства тонких пленок цирконата-титаната свинца, изготовленных методом высокочастотного магнетронного напыления

Старицын М.В.[1], Федосеев М.Л.[1], Дроздова Н.Ф.[1], Каптелов Е.Ю.[2], Сенкевич С.В.[2,3], Пронин В.П.[3]

[1]НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей»
[2]ФТИ им. А.Ф. Иоффе
[3]РГПУ им. А. И. Герцена
ms_145@mail.ru

Одними из основных сегнетоэлектрических материалов со свойствами, подходящими для использования в ИК-детекторах, СВЧ-электронике, микроэлектромеханических устройствах, элементах статической и динамической памяти являются твердые растворы цирконата-титаната свинца (ЦТС).

Промышленное использование сегнетоэлектриков в виде субмикронных сегнетоэлектрических пленок встречает трудности, заключающиеся в сложном и дорогостоящем процессе их поляризации. Однако исследования тонких пленок ЦТС показывают, что данный сегнетоэлектрик склонен проявлять эффект самополяризации, заключающийся в образовании в процессе приготовления пленки внутреннего поля, что находит свое отражение при рассмотрении динамического поведения поляризации. В литературных источниках влияние технологических параметров изготовления тонких пленок ЦТС на их вольт-фарадные характеристики не раскрыты в достаточной мере для промышленного использования эффекта самополяризации. Кроме того, не установлены структурные факторы и механизмы, обеспечивающие появление эффекта. Установление однозначной зависимости между технологическими параметрами, структурными особенностями и электрофизическими свойствами тонких пленок ЦТС открывает путь к созданию универсальных, дешевых и эффективных пленочных сегнетоэлектрических материалов.

Данная работа посвящена исследованию структурных особенностей тонких пленок ЦТС, полученных на различных подложках при вариации параметров процесса изготовления. В ходе работы показаны закономерности роста островков сегнетоэлектрической фазы перовскита, продемонстрирована и охарактеризована зависимость их структуры от условий изготовления пленок. На рисунке 1 приведены карты кристаллографических ориентаций для тонких пленок ЦТС, сформированных магнетронным напылением при различном расстоянии мишень-подложка. После напыления пленки проходили рекристаллизационный отжиг при 560 °С. Ниже (рисунок 2) приведены соответствующие вольт-фарадные характеристики данных пленок. Оценка и сопоставление структурных особенностей пленок и их свойств

позволяют сделать выводы о природе наблюдаемых электрофизических эффектов.

Предложена модель, объясняющая влияние подложки и некоторых параметров изготовления на специфику роста островков сегнетоэлектрической фазы и электрофизические свойства тонких пленок ЦТС.

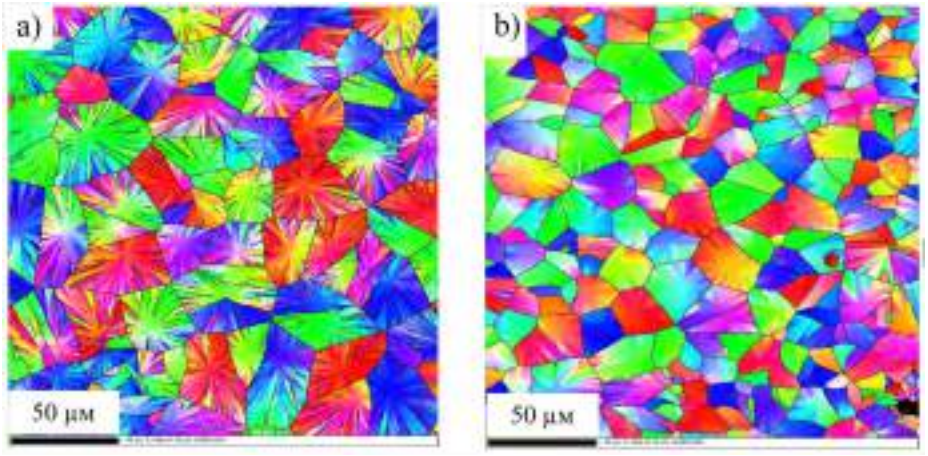


Рис.1. Карты кристаллографических ориентаций, полученные с поверхностей тонких пленок ЦТС, приготовленных методом магнетронного напыления при разных расстояниях мишень-подложка (a - 30 мм, b - 70мм).

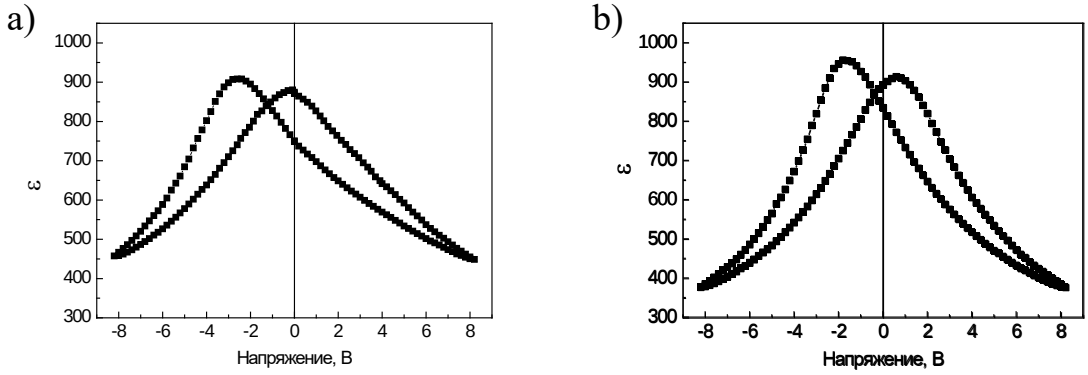


Рис.2. Соответствующие вольт-фарадные характеристики для тонких пленок ЦТС, приготовленных методом магнетронного напыления при разных расстояниях мишень-подложка (a - 30 мм, b - 70мм).

Экспериментальные исследования выполнены на оборудовании Центра коллективного пользования научным оборудованием «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей» при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования – соглашение № 13.ЦКП.21.0014 (075-11-2021-068). Уникальный идентификационный номер - RF----2296.61321X0014.

In-situ кристаллизация тонких аморфных пленок под действием электронного пучка ПЭМ

Юшков А. А.[1], Мурзакаев А. М.[1,2]
[1]Уральский федеральный университет, 620000, Екатеринбург, пр. Ленина, 51
[2]Институт электрофизики УрО РАН - 620016, Екатеринбург, ул. Амундсена 106
e-mail: yushkov.anton@urfu.ru

Изменения микроструктуры, морфологии тонких фазопеременных пленок при переходе в кристаллическое состояние необходимо учитывать для прогнозирования механической и электрической целостности устройств на их основе. Для вынужденной кристаллизации исходно аморфных пленок и обратного перевода в аморфное состояние применяют различные энергетические воздействия. Кристаллизация и свойства тонких пленок фазопеременных материалов активно исследуется в последние годы [1-3].

Проведены in situ исследования кристаллизации в следующих материалах: сурьма, системы сурьма-селен, селен-углерод, селен-теллур, теллур-медь, оксид железа. Пленки были получены методом термического напыления в вакууме. Кристаллизация вызывалась электронным пучком микроскопа, интенсивность которого подбиралась таким образом, чтобы поддерживать рост имеющихся в аморфной матрице кристаллов, не вызывая пересвечивания камеры или сплошной кристаллизации пленки. По косвенному измерению тока пучка, плотность тока через образец составляла до 10 МА/м^2. Процессы роста были зафиксированы на видео, для измерения скорости роста кристаллической фазы из видеоряда были выбраны пары кадров одних и тех же участков образцов через известные промежутки времени, Рис. 1.

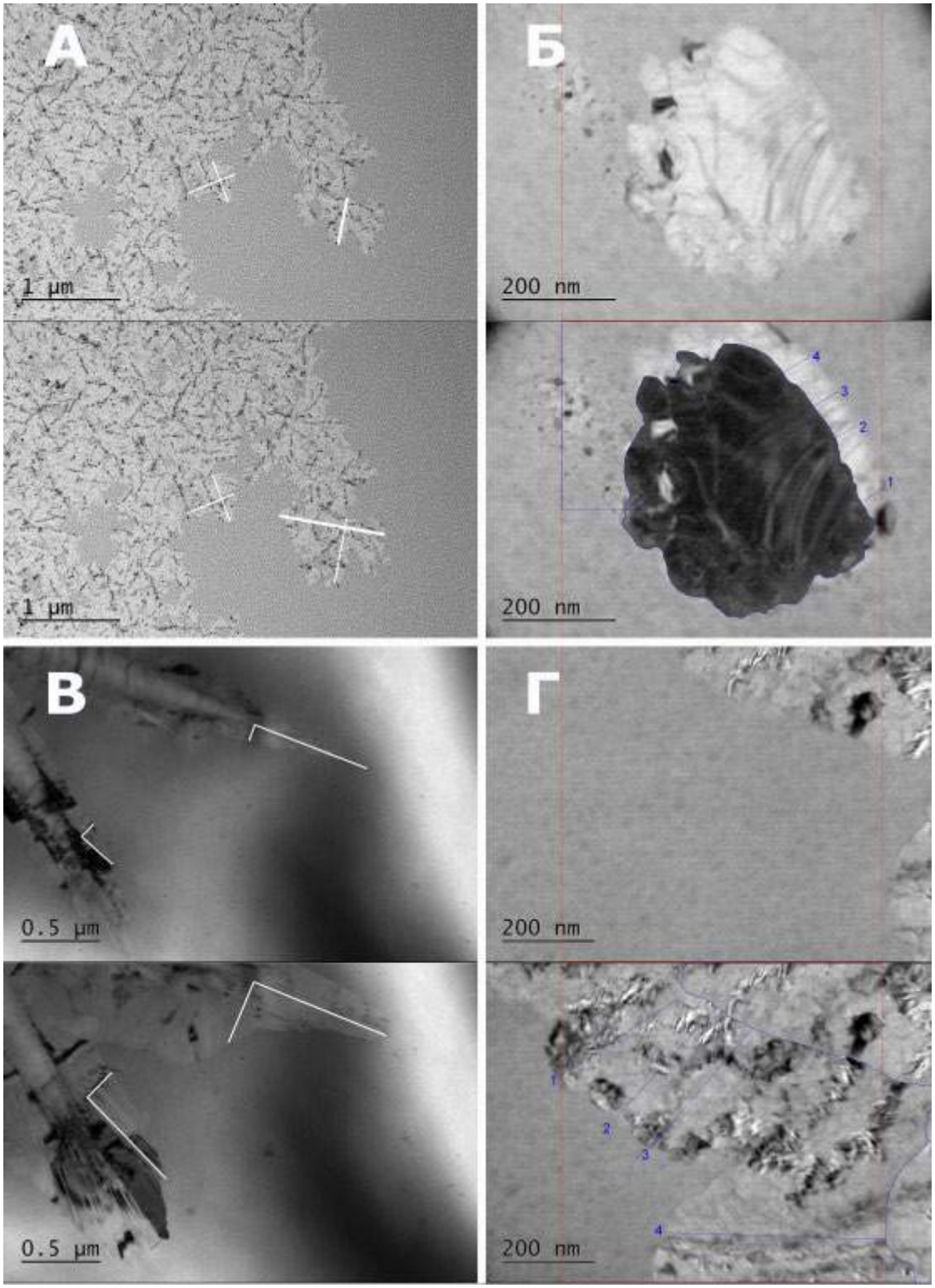


Рис.1. Пары кадров, сделанных при экспонировании образцов: а – Sb; б - Se-Te (на нижнем снимке наложение исходного и конечного состояния кристалла), в - Se-C; г - Fe_2O_3. Линиями указаны направления измерений.

Измеренные линейные скорости роста кристаллов под пучком ПЭМ в образцах: Se- Te - 1,4 нм/с, Cu-Te -7,5 нм/с, Fe_2O_3 - до 23 нм/сек, Sb - до 0,6 нм/с, Se-C - до 2,6 нм/с, Sb-Se -до 0,5 нм/с. Показана возможность контролируемого создания кристаллических областей в аморфной матрице.

Данная работа была поддержана грантом РФФИ 20-02-00906 А.

Список литературы:

[1] H. Zhang, J. Momand, J. Levinsky et al, *Nano Research,* **V. 15**, pp. 2382–2390 (2022).
[2] G. Eising, B.-J. Niebuur, A. Pauza and B. J. Kooi, *Advanced Functional Materials,* **V. 24**, pp. 1687-1694 (2014).
[3] G. Liu, L. Wu et al., Solid-State Electronics, **V. 135**, pp. 31-36 (2017).

Образование металлических 2D - слоев на поверхности тонких пленок органического полупроводника $CuPcF_4$

Аристова И.М. [1], **Ходос И.И.** [2]

[1] *Институт физики твердого тела РАН, г.Черноголовка, Московская обл.,142432, Россия*
[2] *Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл.,142432, Россия*
e-mail: aristova@issp.ac.ru

Представлены результаты получения и исследования композитных систем $Ag/CuPcF_4$, $In/CuPcF_4$, $Au/CuPcF_4$, содержащих металлические нанокристаллы, образующиеся путем сборки из отдельных атомов в органическом молекулярном тонкопленочном полупроводнике $CuPcF_4$.

Современная физика двумерных объектов стала интенсивно развиваться с момента получения первой моноатомной пленки графена. Двумерные металлы нельзя получить механическим отслаиванием, подобно графену, но можно получить методом термического испарения объемного металла в высоком вакууме и осаждения испаряемого металла на подложку. Для этого необходимо правильно подобрать соответствующую пару материалов. Представляют интерес различные системы металл-органика.

Для исследований нами был выбран высокостабильный органический полупроводник с упорядоченной структурой - четырехфтористый фталоцианин меди $CuPcF_4$, обладающий низким давлением паров. В условиях сверхвысокого вакуума ($P = (4\text{-}8)\times10^{-10}$ Торр) при комнатной температуре получены ультратонкие пленки полупроводниковой матрицы, на которые напылением нанесены металлы: Ag, In, Au. Структура нанокомпозитов в зависимости от номинального количества напыленного металла изучалась методами просвечивающей электронной микроскопии (JEM 100 CX, JEM 2100). Установлено, что на начальных этапах осаждения Ag и In на поверхность молекулярного кристалла благодаря диффузии атомов вдоль поверхности полупроводника $CuPcF_4$ образуются квазидвумерные металлические Ag и In островки. Образование металлических нанообъектов стимулируется также упругими напряжениями в осажденном слое из-за значительного рассогласования постоянной решетки Ag (a = 4.086 Å), In (a = 4.585 Å, c = 4.941 Å) и ячейки материала подложки (14.2 Å). Одновременно, благодаря диффузии атомов Ag и In вглубь органической пленки, 3D-наночастицы с металлическими свойствами образуются в её объеме. Параметры наночастиц коррелируют с количеством осажденного металла. При этом 2D/3D сверхмалые нанообъекты In (с распределением по размерам от 5 до 28 нм при среднем размере 16 нм) имеют как ОЦТ кристаллическую структуру, характерную для массивного индия, так и стимулированную размерным эффектом ГЦК структуру с постоянной решеткой a = 0.53 нм.

В системе Au/$CuPcF_4$, при напылении золота на образец, 2D-слоев Au на поверхности полупроводника не наблюдалось. Осажденные атомы золота диффундируют в органическую матрицу, собираются и образуют наночастицы с металлическими свойствами [1]. Распределение по размерам наночастиц золота зависит от количества осажденного металла. Полученные данные еще раз подтверждают тот факт, что золото обладает многими уникальными химическими и физическими свойствами. В частности, из-за особенностей его электронной структуры, как отмечено в [2], возможно увеличение диффузии атомов золота в подложку.

Рис.1. Электронно-микроскопическое изображение 2D слоя Ag на поверхности пленки $CuPcF_4$ (а) и 3D наночастицы золота в объеме пленки $CuPcF_4$ (б)

Работа выполнена в рамках Государственного задания ИФТТ РАН, Государственного задания № 075-00355-21-00 ИПТМ РАН и поддержана РФФИ (Грант № 20-02-00489).

Список литературы:

[1] S.V. Babenkov, O.V. Molodtsova, I.M. Aristova, M. Tchaplyguine, S.L. Molodtsov, V.Y. Aristov, Organic Electronics, ***32,*** *228 (2016).*

[2] Prashant K. Jain, *Gold Nanoparticles for Physics, Chemistry, and Biology. Edited by Catherine Louis and Olivier Pluchery*, Imperial College Press, London (2012).

Комбинирование исследование дислокаций в GaN методами ПЭМ и катодолюминесценции

Шапенков С.В.[1], Вывенко О.Ф.[1]

[1] Санкт-Петербургский государственный университет, Россия, 199034, Санкт-Петербург, Университетская наб. 7/9
e-mail: st012464@student.spbu.ru

Нитрид галлия, GaN, является широкозонным (~ 3,4 эВ при 300 К) полупроводником, широко используемом в производстве светоизлучающих устройств и силовой электроники. Последние исследования [1,2] показали, что введенные механически дислокации в GaN являются источниками нескольких спектральных полос собственного ультрафиолетового излучения в интервале энергий 3,1-3,35 эВ.

Albrecht et al [1] обнаружили люминесценцию совершенных *a*-винтовых дислокаций в полуизолирующем GaN, легированном железом (SI GaN:Fe) с характерной узкой одиночной линией при ~3,35 эВ, смещенной в красную сторону на примерно 0,15 эВ относительно зон-зонного излучения, NBE (near-band edge). Эта линия была приписана экситону, связанному деформационным потенциалом дислокации и обозначена как DBE (dislocation bound exciton).

В исследованиях нашей группы [2] было установлено, что в низкоомном n-GaN ядра таких же дислокаций расщеплены на частичные, ограничивающие дефект упаковки (ДУ), а в точках их пересечения образуются расширенные дислокационные узлы. Люминесценция дислокаций характеризовалась спектральным дублетом при ~3,1-3,2 эВ, который был обозначен как DRL (dislocation related luminescence), а точки пересечения - линией ~3,3 эВ (IRL, intersection related luminescence), которая близка по положению к линии DBE.

В связи с этим возникла неопределенность в идентификации типа дефекта, ответственного за люминесцентную линию около 3,3-3,35 эВ, что послужило мотивацией проведения дополнительных исследований.

Исследования проведенные в образце SI GaN:Fe методом катодолюминесценции в сканирующем электронном микроскопе при температуре жидкого гелия (СЭМ КЛ), показали, что DBE, DRL и IRL полосы наблюдаются вместе (рис. 1a). При этом хорошо устанавливается разница по энергиям эмиссии между NBE и IRL в ~165 мэВ, в то время как разница между NBE и DBE - ~115 мэВ, что дает различие в положении линий IRL и DBE в ~50 мэВ и доказывает их различное происхождение. При изучении ламели, вырезанной из того же образца, методом сканирующей просвечивающей электронной микроскопии (СПЭМ) были обнаружены как совершенные дислокации, так и расщепленные с расширенными узлами в непосредственной близости друг от друга (рис 1b).

В n-GaN с помощью метода СПЭМ КЛ (при температуре жидкого гелия), позволяющего одновременно изучать структуру и люминесценцию протяженных дефектов, был обнаружен сигнал на длине волны DBE, соответствовавший по положению совершенной дислокации, а также удалось провести прямые наблюдения сигнала IRL, коррелирующего с положением расширенных узлов (рис 1 c, d).

Таким образом, полученные результаты этих исследований показывают, что перечисленные выше протяженные дефекты в гексагональном нитриде галлия могут быть идентифицированы по спектральным характеристикам их люминесценции.

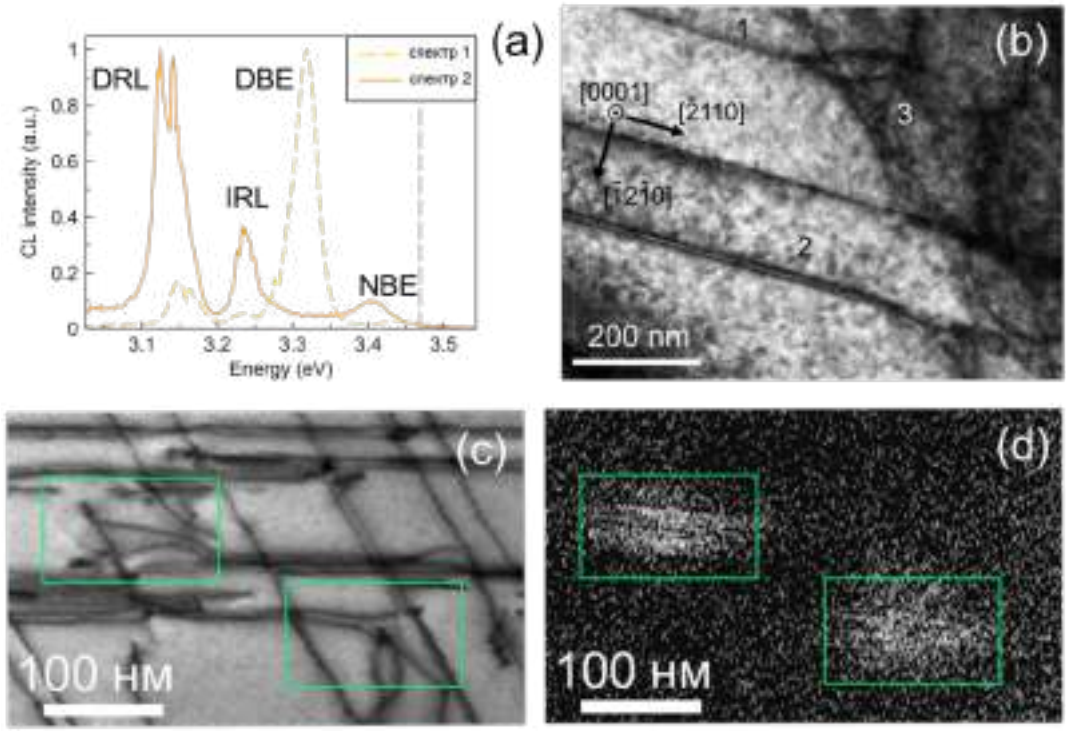


Рис.1. (a) – спектры КЛ, записанные в полуизолирующем образце GaN:Fe; (b) – светлопольное изображение в СПЭМ участка введенной дислокационной сетки; цифры: 1- совершенная дислокация, 2- расщепленная дислокация, 3 – расширенный узел; (c,d)- светлопольное изображение в СПЭМ (c) и микрограмма КЛ на длине волны IRL 375 нм (d), записанные одновременно для двух расширенных узлов (отмечены зелеными прямоугольниками).

Данная работа была поддержана грантом РФФИ 20-32-90114 и грантом G-RISC T-2019a-9. Эксперименты были проведены на базе МРЦ «Нанотехнологии» СПбГУ и в лаборатории «Mikrostrukturzentrum» в Университете Отто фон Герике в Магдебурге.

Список литературы:

[1] M. Albrecht, L. Lymperakis, J. Neugebauer, *Physical Review B*, **90**, 241201 (2014).
[2] O. Medvedev et al. *Journal of Applied Physics*, **123**, 161427 (2018).
[3] S. Shapenkov et al. *Journal of Applied Physics*, **131**, 125707 (2022)

Эволюция структуры оболочек полых частиц SiO_2 в процессе термообработки

Сухинина Н.С.[1,*], Масалов В.М.[1], Ходос И.И.[2], Фурсова Т.Н.[1], Жохов А.А.[1], Емельченко Г.А.[1]

[1]Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики твёрдого тела имени Ю.А. Осипьяна Российской академии наук
[2]Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской академии наук (ИПТМ РАН)
[*]e-mail: suhinina@issp.ac.ru

Диоксид кремния благодаря его термостойкости, химической инертности и биосовместимости широко используется при синтезе гибридных частиц типа «ядро-оболочка» и полых частиц, применяемых в различных областях науки и техники. Для создания полых частиц диоксида кремния наибольшее распространение получил темплатный метод. Удаление шаблонов-темплатов из гибридных частиц обычно проводят их термообработкой. Свойства оболочек полых частиц (плотность, проницаемость) зависят от особенностей их синтеза и последующей термообработки. В данной работе представлены результаты исследований изменения структуры оболочек полых частиц диоксида кремния в процессе их отжигов методами электронной микроскопии и ИК-спектроскопии.

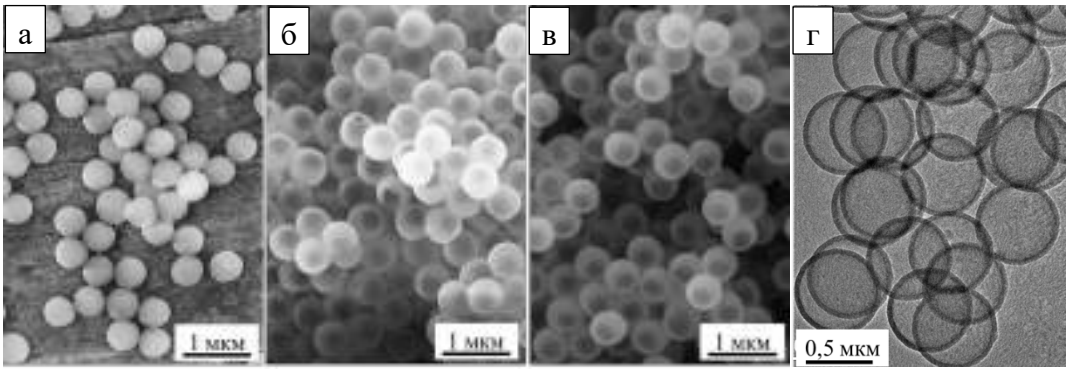


Рис.1. СЭМ-изображения частиц ПММА (а), полученных на их основе частиц «ядро-оболочка», в присутствии NH_4OH (б) и в присутствии L-аргинина (в), и ПЭМ-изображение полых частиц SiO_2 типа I (г)

Объектами исследования служили частицы типа «ядро-оболочка» ПММА-SiO_2, полученные темплатным методом в различных условиях синтеза, и полые частицы из диоксида кремния в ходе их термообработки [1]. В качестве шаблона использовали предварительно полученные монодисперсные частицы полиметилметакрилата (ПММА) диаметром ~ 440 нм (рис. 1а). Кремнезёмные оболочки синтезировали гидролизом

винилтриметоксисилана (ВТМС) с использованием двух катализаторов: гидроксида аммония (частицы типа I) и аминокислоты L-аргинина (частицы типа II). Полученные частицы «ядро-оболочка» обоих типов имели диаметр ~ 505 нм (рис. 1б-в).

На рис. 2а показаны зависимости толщины кремнезёмной оболочки от температуры отжига, измеренные по ПЭМ-изображениям. Графики зависимостей имеют одинаковый вид для оболочек частиц обоих типов. При отжиге 300 °C в течение 24 ч толщины оболочек изменяются на ~20%. По данным ИК-спектроскопии до 200 °C происходит потеря винильных групп, а при 300 °C состав оболочек частиц приближается к чистому кремнезему. Отжиг при более высоких температурах практически не влияет на усадку кремнезёмных оболочек.

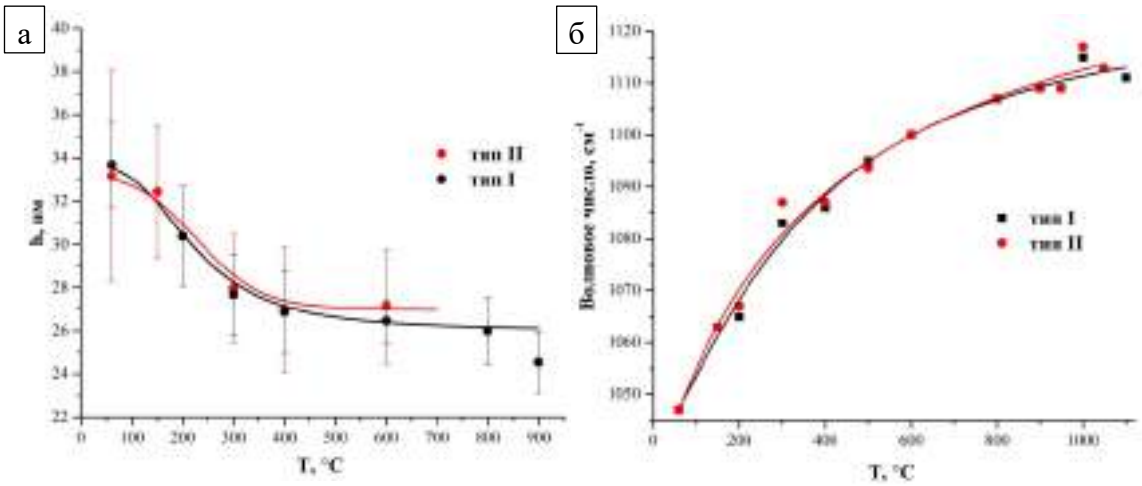


Рис.2. Зависимости толщины кремнезёмной оболочки (а) и частоты колебаний моды TO_3 (б) от температуры отжига в гибридных микрочастицах ПММА-SiO_2. Длительность отжига при каждой температуре составляла 24 ч.

На рис. 2б представлены зависимости частоты колебаний моды TO_3 (валентные асимметричные колебания связей Si–O–Si) в гибридных частицах ПММА-SiO_2 двух типов от температуры их отжига. Оба образца демонстрируют плавное повышение частоты колебаний TO_3 с ростом температуры отжига, обусловленное уплотнением структуры кремнезёмной оболочки. Такой характер температурной зависимости колебательной моды Si–O–Si связей указывает на микроструктурную однородность синтезированных оболочек кремнезема.

Данная работа выполнена в рамках госзаданий ИФТТ РАН и ИПТМ РАН с использованием оборудования ЦКП ИФТТ РАН и ЦКП в г. Черноголовке.

Список литературы:

[1] В.М. Масалов, Н.С. Сухинина, И.И. Ходос, И.И. Зверькова, А.А. Жохов и Г.А. Емельченко, *Поверхность*, **11**, С. 68-74 (2021).

Электронная микроскопия и спектроскопия энергетических потерь электронов тонких пленок нитрида титана в TiN_x/La: HfO_2/ TiN_x/ SiO_2

Суворова Е.И.[1], Уваров О.В.[2], Чиж К.В.[2], Клименко А.А.[2]

[1] *Федеральный научно-исследовательский центр "Кристаллография и фотоника" РАН Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова РАН*
[2] *Институт общей физики имени А. М. Прохорова РАН*

e-mail: suvorova@crys.ras.ru

Нитрид титана, обладающий высокими термодинамической стабильностью, механической твердостью, коррозионной стойкостью, а также низким электрическим сопротивлением используется в качестве электрода в МИМ (металл-изолятор-металл) конденсаторах. Конденсаторы на основе многослойных структур нитрид титана / оксид гафния / нитрид титана позволяют уменьшить длину затвора при сохранении низких значений тока утечки.

Пленки TiN_x, полученные методом атомно-слоевого осаждения (АСО), обеспечивают высокую степень конформного покрытия ступеней на устройствах с неплоской геометрией. Ограничением в использовании материала TiN_x для электродов является его чувствительность к окислению на воздухе и при контакте с оксидами металлов.

В настоящей работе исследована структура и свойства электродов TiN_x в многослойной системе 20нм TiN_x/10нм La: HfO_2/20нм TiN_x/1мкм SiO_2 (Рис.1) методами (С)ПЭМ, энергодисперсионной рентгеновской спектрометрии (ЭДС) и спектроскопии электронных потерь энергии (СЭПЭ).

Установлено, что концентрация кислорода в нижнем и верхнем электроде в середине слоя TiN_x составляет порядка 14 ат.% (стехиометрическая формула $TiN_{0.52\pm0.04}O_{0.20\pm0.05}$) и 11 ат.% ($TiN_{0.54\pm0.04}O_{0.26\pm0.05}$), увеличиваясь к границам раздела с La:HfO_2 и SiO_2 и поверхности всей системы. Форма концентрационного профиля кислорода свидетельствует, что основным источником кислорода являются оксидные слои, при этом диффузия кислорода усиливается благодаря многочисленным границам раздела между нанокристаллитами TiN_xO_y. На границах раздела с оксидами выявлено присутствие фазы оксида титана.

Определена ширина запрещенной зоны для нижнего слоя TiN_xO_y 2.2 – 2.5 эВ и для верхнего TiN_xO_y 1.7 – 2.2 эВ, что соответствует значению 1.6 эВ, полученному на верхнем электроде с использованием ИК-спектров поглощения. Измерения значений удельного сопротивления 208 μOm·cm и температурного коэффициента сопротивления ($-31.4\cdot10^{-6}$) 1/K в

температурном интервале 20 – 100°C указывают на полупроводниковый характер TiN_xO_y.

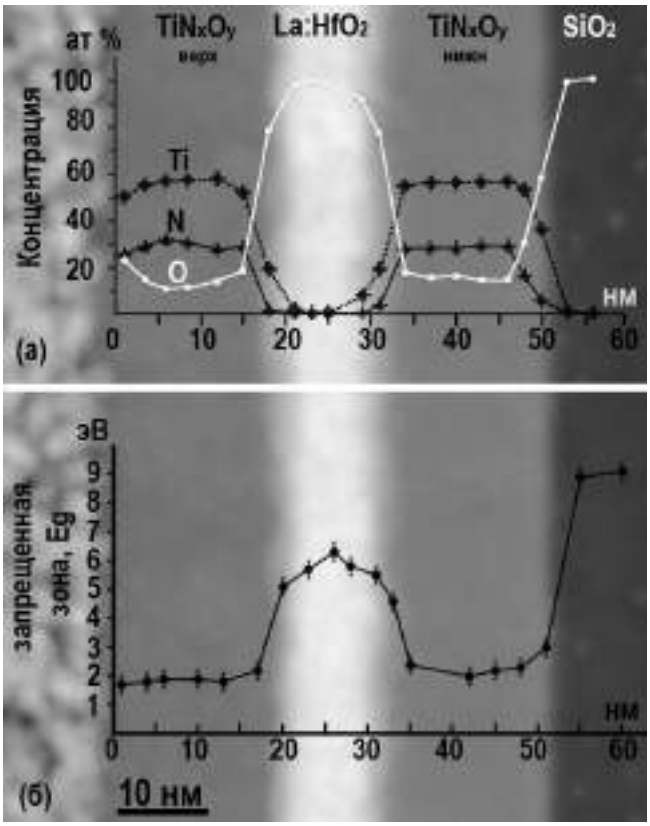


Рис.1. Профили концентраций Ti, N и O (а) и изменение ширины запрещенной зоны (б) в структуре TiNx/ La:HfO_2/ TiNx/ SiO_2.

Данная работа была поддержана Министерством науки и высшего образования Российской Федерации

Несферические наночастицы как маркеры в иммуноанализе

Придворова С.М., Таранова Н.А., Панферов В.Г., Бызова Н.А., Жердев А.В., Дзантиев Б.Б.

Институт биохимии им. А.Н. Баха, Федеральный исследовательский центр «Фундаментальные основы биотехнологии» Российской академии наук

e-mail: taranovana@gmail.com

Использование нанодисперсных частиц в иммунохроматографическом анализе (ИХА) в качестве маркеров и носителей обусловлено их уникальными физическими свойствами, однако выбор наночастиц для биоаналитического применения продолжает оставаться эмпирическим. Традиционно для этой цели используются сферические золотые наночастицы, получаемые цитратным восстановлением соли золота, хотя в ряде работ было показано снижение пределов обнаружения аналитов при переходе к другим маркерам. В работе в качестве альтернативных маркеров были получены золотые наночастицы несферической формы – наноцветы (НЦЗ) и би- и триметаллические наночастицы (БМНЧ и ТМНЧ) на основе золота и платины, а также их конъюгаты с антителами. Методом просвечивающей электронной микроскопии изучено влияние условий синтеза на размерные характеристики наночастиц и конъюгатов.

Истинный размер наночастиц и их форму определяли методом просвечивающей электронной микроскопии. Синтезированные при варьировании соотношения реагентов сферические наночастицы золота имели средние диаметры 6,9±1,4 нм, 9,9±3,8 нм, 20,4 ± 1,1 нм, 29,3±0,9 нм; агрегаты в данных препаратах отсутствовали. Эти препараты использовались как зародыши для последующего формирования наноцветов (Рис. 1А). Установлено, что с увеличением размеров зародышей (при прочих равных условиях синтеза) с 5 до 20 нм истинный диаметр наноцветов снижается на 20%, а гидродинамический диаметр – увеличивается на 32%. Первый эффект обусловлен уменьшением числа зародышей на единицу объема, тогда как рост гидродинамического диаметра может интерпретироваться как увеличение размеров гидратных оболочек при формировании более разветвленной структуры. Действительно, с увеличением концентрации $HAuCl_4$ при постоянной концентрации зародышей происходит рост лучей НЦЗ. Недостаток новых центров нуклеации способствует восстановлению ионов Au^{3+} на поверхности уже сложившихся НЦЗ, образуя острые лучи, которые имеют более нескомпенсированный заряд, чем скругленные частицы. Стабилизирующие частицы в растворе молекулы воды формируют большую гидратную оболочку, что приводит к росту гидродинамического размера НЦЗ. Увеличение концентрации зародышей (центров агрегации) при постоянной концентрации $HAuCl_4$ вызывает образование большего количества частиц. При этом у НЦЗ формируются плавные лучи с более скомпенсированным

зарядом поверхности. Для сформированной панели препаратов при увеличении концентрации зародышей с 0.2 до 1.0%v/v средний истинный диаметр НЦЗ снижался почти вдвое – с 81 нм до 45 нм, что можно объяснить сокращением количества центров кристаллизации [1].

Для получения БМНЧ в качестве ядра и затравки использовали НЧЗ, а восстановление соли Ag проводили в присутствии 2 мМ аскорбиновой кислоты. Концентрацию соли Ag варьировали от 100 до 500 мкМ (Рис. 1Б). Для получения ТМНЧ использовали гальваническое замещение ионами $PtCl_6^{2-}$ на затравочных частицах Au_Ag. Синтезировано 11 препаратов с мольным соотношением концентраций Ag:Pt^{4+}, изменявшимся от от 0,25 до 256 (Рис. 1В). Формирование серебряной оболочки вокруг сферических наночастиц золота регистрировали по увеличению размера частиц и изменениям в спектрах поглощения. Разница в электрохимических потенциалах приводит к восстановлению на поверхности частиц $PtCl_6^{2-}$ и окислению серебряной оболочки. Депонирование одного атома Pt сопровождается вытеснением четырех атомов Ag [2].

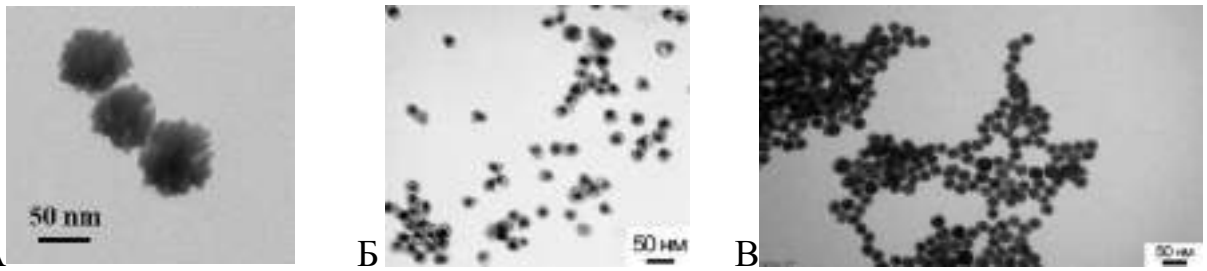


Рис.1. Примеры электронных микрофотографий НЦЗ (А), БМНЧ (Б) и ТМНЧ (В)

Полученные наночастицы показали высокую эффективность в качестве маркеров в ИХА. Переход от сферических наночастиц к НЦЗ снижает предел обнаружения тропонина Т при визуальной детекции от 3 до 10 раз, а при инструментальной детекции – до 100 раз. Использование БМНЧ в качестве каталитической метки дает в 65 раз более низкий предел обнаружения С-реактивного белка (15 пг/мл) по сравнению со сферическими наночастицами.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (Соглашение № 19-14-00370).

Список литературы:

[1] Taranova, N. A., Byzova, N. A., Pridvorova, S. M., Zherdev, A. V., & Dzantiev, B. B., *Sensors*, **21** (12), article 7098 (2021).

[2] Panferov, V. G., Byzova, N. A., Zherdev, A. V., & Dzantiev, B. B., *Microchimica Acta*, **188** (9), article 309 (2021).

Исследование новообразований модифицированных сульфатных матриц посредством растровой электронной микроскопии

Гордина А.Ф.[1], Полянских И.С.[1], Гуменюк А.Н.[1], Плеханова Т.А.[1]

[1]ФГБОУ ВО «Ижевский государственный технический университет имени М.Т. Калашникова»

Структура гипсовой матрицы, характеризующаяся размером, формой и морфологией кристаллов, состоянием межфазной поверхности, количеством и прочностью контактов между новообразованиями, определяет основные физико-технические свойства материалов.

Улучшения эксплуатационных и физико-механических характеристик, вяжущих на основе сульфата кальция возможно достичь путем направленной модификации структуры камня. При этом матрица гипса формируется кристаллогидратами дигидрата сульфата кальция, характеризующихся индивидами пластинчатой, столбчатой, волокнистой или игольчатой формы. Однако кристаллы имеют точечные соединения, разрушающиеся при небольших напряжениях [1]. Одним из способов повышения прочностных параметров и водостойкости вяжущих на основе сульфата кальция является создание условий для образования продуктов гидратации малорастворимых в воде, которые будут покрывать кристаллогидраты гипса по поверхности и/или заполнять поровое пространство матрицы [2-3].

Исследование структуры (формы, размера, площади контактов срастания кристаллогидратов) и локального состава новообразований минеральных вяжущих возможно посредством растровой электронной микроскопии. Современные растровые электронные микроскопы оснащаются спектрометрами, которые наряду с изображением поверхности объекта позволяют получить большой объем дополнительной информации, включая количественные характеристики фазового и химического состава, структуру энергетических уровней, геометрические параметры [4-5].

В работе рассмотрено влияние различных модификаторов, преимущественно техногенного происхождения, на структуру гипсового камня посредством использования сканирующей электронной микроскопии и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии.

В исследовании использовался гипс марки Г4, производства ООО «Гипсополимер» или ООО «Прикамская гипсовая компания», г. Пермь. В качестве минеральных модификаторов структуры и свойств были использованы следующие компоненты: металлургическая (колошниковая) пыль (МП), образующимся при производстве стали на предприятии ОАО «ИжСталь», г. Ижевск; доменный гранулированный шлак (ДГШ) компании

ООО «Мечел-Материалы», г. Челябинск; алевролит (А) - мелкообломочная осадочная горная порода.

На первом этапе работы были проведены исследования влияния минеральных модификаторов на физико-технические свойства гипсового камня и разработаны составы с повышенными механическими свойствами. Рост прочностных характеристик обусловлен химическим сродством и дисперсностью добавок, вероятно, добавки выступают в качестве центров кристаллизации в процессе структурообразования матрицы и способствуют заполнению порового пространства камня. При этом стоит отметить, что введение металлургической пыли также приводит к улучшению водостойкости гипсовой матрицы, что вероятно обусловлено формированием комплексных новообразований на основе соединений железа и кальция, образование которых возможно во влажных условиях.

В работе проведен анализ размера, формы, описан характер расположения кристаллогидратов гипса. Реализовано сравнение структуры и состава новообразований матрицы композиционных материалов при оптимальном содержании минеральных модификаторов. Применение растрово-электронной позволило установить формирование плотной структуры композита, состоящей из кристаллогидратов дигидрата сульфата кальция различной дисперсности объединенных в блоки, что обеспечивает увеличение площади контактов. Частицы добавки выступают в качестве центров кристаллизации в процессах структурообразования (нанодисперсная часть добавки) и заполняют поровое пространство матрицы. При этом стоит отметить, что при проведении съемки, поскольку гипсовая матрица является диэлектрическим материалом, не обеспечивающим эффект «стекания» заряда по поверхности, для получения более контрастных и качественных снимков поверхности необходимо использовать большие ускоряющие напряжения.

Данная работа была поддержана грантом Президента Российской Федерации № МК-3391.2022.4

Список литературы:

[1] А.В. Ферронская, *Гипсовые материалы и изделия. Справочник*, Издательство АСВ, Москва, 2004.

[2] Т.Б. Новиченкова, В.Б. Петропавловская, М.Ю. Завадько, А.Ф. Бурьянов, А.П. Пустовгар, К.С. Петропавловский. *Строительные материалы*, **№ 8**, С. 9-13 (2018).

[3] В.Б. Петропавловская. *Строительные материалы*, **№. 8**, С. 18-23 (2018).

[4] С.Г. Конников *Научное приборостроение*, **Том. 10**, №. 1, С. 3-13 (2000).

[5] Е.В. Агеев, С.В. Хардиков *Современные материалы, техника и технологии*. **№4 (25),** С. 4-8 (2019).

Изменение морфологии и химического состава Ti_2AlC в результате ионно-лучевого воздействия

Аверкиев И. К., Бакиева О. Р.

Удмуртский федеральный исследовательский центр УрО РАН
e-mail: averkiev1997@mail.ru

В последнее время благодаря уникальному сочетанию свойств хорошо себя зарекомендовали новые материалы, состоящие из MAX-фаз. MAX-фазы представляют собой соединения с формулой $M_{(n+1)}AX_n$ (n=1,2,3), где M – 3d переходный металл (Ti, V, Cr, и др.), A – элемент подгруппы IIIA или IVA (Al, Si и др.), X – C и/или N [1]. Наиболее изучаемым/распространённым соединением является Ti_2AlC, который обладает рядом высоких механических, электрических и термических свойств [2], что делает его одним из кандидатов для использования на атомных электростанциях. Ранее были проведены исследования радиационной стойкости фазы Ti_2AlC после облучения тяжелыми ионами, легкими ионами [3], нейтронами [4] и электронами [5]. Однако из-за относительно недавнего открытия высокой радиационной стойкости MAX-фаз, вопрос их химической стойкости в результате облучения остается в значительной степени неизученной.

В связи с этим, целью данной работы являлось исследование морфологии поверхности, химического состава порошка Ti_2AlC, полученного методом механоактивации с последующей обработкой потоком высокоэнергетических ионов аргона.

Объектом исследования являлись порошки состава Ti_2AlC, с размерами частиц от 1 до 10 мкм до и после термической обработки в атмосфере аргона при 1000 °C в течении 1 часа. Порошки были изготовлены методом механоактивации в шаровой мельнице с использованием прекурсоров в виде порошков титана, алюминия и углерода.

Облучение проводили в ионно–лучевой установке на базе сверхвысоковакуумного поста УСУ–4 с источником ионов «Пион–1М» в импульсно–периодическом режиме с длительностью импульсов 1 мс и частотой следования 100 Гц, плотностью тока в импульсе 100 мкА/см^2, флюенс $5\cdot10^{17}$ ион/см^2, энергия ионов аргона составляла 30 кэВ.

Исследование морфологии и химического состава порошков проводили методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на электронном микроскопе Termo Fisher Scientific Quattro S оснащенный системой энергодисперсионного микроанализа на основе спектрометра EDAX «Octane Elect Plus EDS System».

Исходная поверхность образцов представляла собой слоистую структуру. На рис. 1 (слева) отчетливо видны слои различной толщины. В результате облучения происходит оплавление слоёв и внедрение ионов аргона в междоузельное пространство и по границам дефектов. При этом в результате облучения соотношение элементов в образце изменяется незначительно. Также показано, что существенное влияние на структуру и химическое состояние порошков Ti_2AlC оказывает как радиационное, так и термическое воздействие.

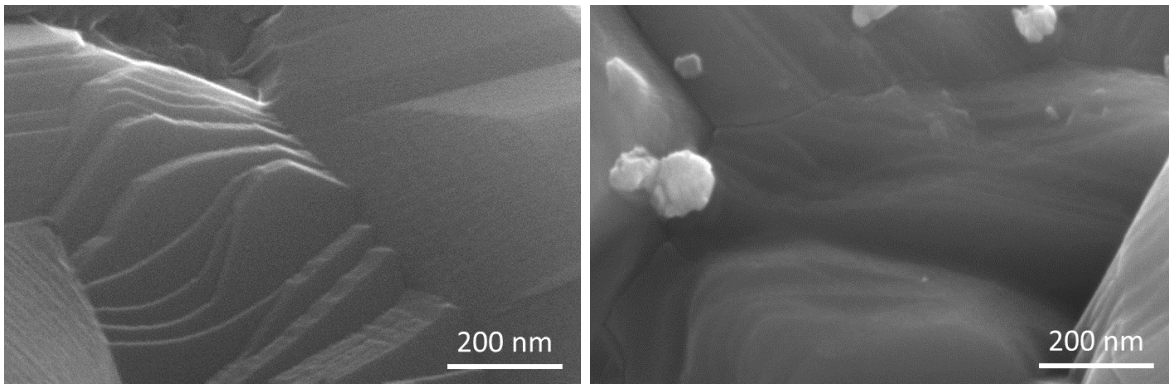


Рис. 1 Поверхность соединения Ti_2AlC: справа – исходная поверхность; слева – после облучения ионами аргона.

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ №121030100002-0. Исследования выполняли с использованием оборудования ЦКП «Центр физических и физико-химических методов анализа, исследования свойств и характеристик поверхности, наноструктур, материалов и изделий» УдмФИЦ УрО РАН.

Список литературы:

[1] J. Steven Zinkle, G.S. Was, *Acta Mater.*, **61**, 735 (2013).

[2] E.N. Hoffman, D. Vinson, et. al *Nucl. Eng. Des.*, **244** 17 (2012).

[3] S. Bakardjieva, P. Horak, et. al. *Sur. & Coat. Technology*, **394**, 125834 (2020).

[4] D. J. Tallman, L. He, J. Gan, et. al. *Jour. of Nuclear Materials*, **484** 120 (2017).

[5] X. Huang, Y. Feng, J. Ge, *Materials Letters*, **262**, 127061 (2020).

Микроанализ пленок SmS, полученных электронно-лучевым нагревом

Баскаков Е.Б., Стрелов В. И.

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

Исследовалась возможность получения тонкопленочных покрытий моносульфида самария методом электронно-лучевого нагрева. Анализ полученных пленок проводился с помощью электронной микроскопии, хорошо зарекомендовавшей себя на предыдущих этапах исследований [1, 2] тонкопленочных покрытий из моносульфида самария полученных магнетронным напылением. В настоящей работе методы РЭМ использовались для исследования пленок SmS, полученных методом электронно-лучевого нагрева распылением из графитового тигля объемных образцов SmS с разным соотношением Sm и S: 1:1; 1,05:1; 1,15:1. Повышенное содержание в составе исходных образцов Sm необходимо для создания повышенной концентрации примесных межузельных ионов самария для улучшения электрофизических свойств получаемых пленок.

Для определения однородности состава полученных пленок по толщине, был проведен микроанализ пленок методом энергодисперсионной спектроскопии. Исследования состава проводили при разном ускоряющем напряжении, от приповерхностного слоя до толщины в 360 нм и от толщины в 0,51 мкм до 1,5 мкм. На рис. 1 показаны результаты анализа в виде изменения стехиометрии SmS по отношению к сере для трех тонких пленок.

Рис. 1. Данные элементного микроанализа пленок SmS полученных распылением образцов SmS разного состава

Результаты микроанализа показывают, что соотношение Sm к S в объеме пленки не соответствует соотношению для исходного распыляемого материала, при этом для $Sm_{1,05}:S_1 \rightarrow Sm_{1,13}:S_1$, для $Sm_{1,15}:S_1 \rightarrow Sm_{1,23}:S_1$. В

отличие от приповерхностного слоя пленки соотношение в объеме смещено в сторону увеличения содержания Sm и уменьшению S, что указывает на возникающий градиент концентрации Sm и S по толщине пленки. Ввиду того, что при распылении Sm_1:S_1 толщина пленки оказалась меньше чем 1,5 мкм для неё не удалось качественно оценить соотношение Sm и S в объеме пленки. Микроанализ так же показал наличие кислорода и углерода в полученных пленках. Наличие кислорода обусловлено особенностями технологического цикла синтеза исходного SmS [3]. Наличие углерода связано с частичным испарением материала тигля, в который помещался распыляемый материал, что является одним из возможных недостатков метода электронно-лучевого нагрева, который требует большой мощности электронного пучка при распылении [4]. Это связано с достижением температуры сублимации графита в вакууме (2700 К) при достижении необходимой температуры плавления исходного материала SmS (>2370 К) и его дальнейшего испарения (рис. 2.).

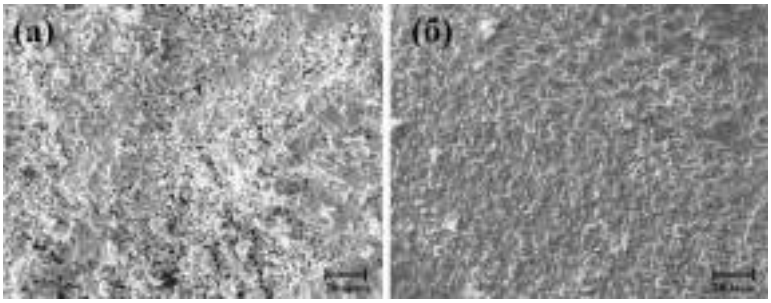


Рис. 2. Микрофотографии СЭМ поверхности образца SmS: а - до распыления; б - после распыления

Проведенные исследования показывают, что метод электронно-лучевого нагрева с использованием графитового тигля (без водяного охлаждения) имеет ряд недостатков: возможное загрязнение пленок SmS материалом тигля, наличие градиента концентрации Sm и S по толщине пленки, изменение состава исходного распыляемого материала SmS.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках Государственного задания ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН и с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ "Кристаллография и фотоника".

Авторы благодарны Артемову В.В. за проведение микроанализа пленок методом энергодисперсионной спектроскопии

Список литературы:

[1] Стрелов В.И., Баскаков Е. Б., Артемов В.В., XXVIII Российская конференция по электронной микроскопии. г. Черноголовка. Т. 3. С. 97-98 (2020)

[2] Baskakov E.B., Strelov V.I., Crystallography Reports. Vol. 66, No. 6. P. 1078-1081. (2021)

[3] Высоких А.С., Миодушевский П.В., Андреев П.О., Вестн. ТГУ. № 5. С. 179-185. (2011)

[4] А. Иванов, Б. Смирнов, Наноиндустрия. Т. 2. С. 28-34. (2020).

Исследование морфологических параметров слоев одномерных фотонных кристаллов Al_2O_3

Гасенкова И.В., Андрухович И.М.

ГНПО «Оптика, оптоэлектроника и лазерная техника», Минск, Беларусь
e-mail: irini.andrukhovich@gmail.com

Анодный оксид алюминия (АОА) является перспективным материалом для создания фотонных кристаллов и различных устройств на их основе (резонаторы, оптические фильтры, датчики, разветвители, отражатели и др.) [1, 2]. Анодирование алюминия с изменением параметров процесса (плотность тока и напряжение, состав электролита, его концентрация и температура) позволяет получать анодный оксид с чередующимися слоями различной заданной пористости и необходимой толщины. Такой АОА является одномерным фотонным кристаллом в направлении нормали к поверхности.

В работе методом электронной микроскопии исследованы морфологические параметры одиночных слоев АОА и фотонных структур на их основе, сформированных в вязком сернокислом электролите. Образцы одиночных слоев получены в гальваностатическом режиме при плотностях тока 0,4 мА/см^2 и 1,8 мА/см^2, структуры - чередованием этих слоев. Рост многослойной пленки оксида алюминия осуществляли циклами, состоящими из двух стадий: на первой стадии анодирование проводили при плотности тока 0,40 мА/см^2, на второй – при 1,80 мА/см^2. Количество циклов для различных образцов составляло 20, 55, 100 и 165.

На рисунке 1 приведена морфология поверхности одиночных образцов. Видно, что происходит увеличение степени упорядочения оксида при повышении плотности тока анодирования. Из РЭМ изображений определены размеры пор и ячеек образцов Al_2O_3 на основании которых рассчитана пористость оксида. Для образца, сформированного при плотности тока 0,40 мА/см^2, средний диаметр пор составляет 7,14 нм, средний диаметр ячеек – 30,93 нм, пористость – 4,83% . Для образца, сформированного при большей плотности тока, средний диаметр пор составляет 11,62 нм, средний диаметр ячеек – 55,42 нм, пористость – 3,99%.

На рисунке 2 представлены РЭМ снимки поперечного сечения образцов структур Al_2O_3. Показано, что структуры многослойны и состоят из слоев с различной пористостью. На границах между слоями видно разветвление пор с большим диаметром на две поры с меньшим диаметром. Наблюдается увеличение диаметра пор с увеличением количества циклов анодирования вследствие травления образцов. Максимальное растравливание пор достигается при 165 циклах и составляет 5 нм вблизи поверхности образца. Определено, что для компенсации травления верхних слоев структуры в вязком электролите достаточно уменьшить заряд для каждого последующего

цикла анодирования на 0,1%, тем самым сохранится постоянство оптического периода создаваемой фотонной структуры АОА.

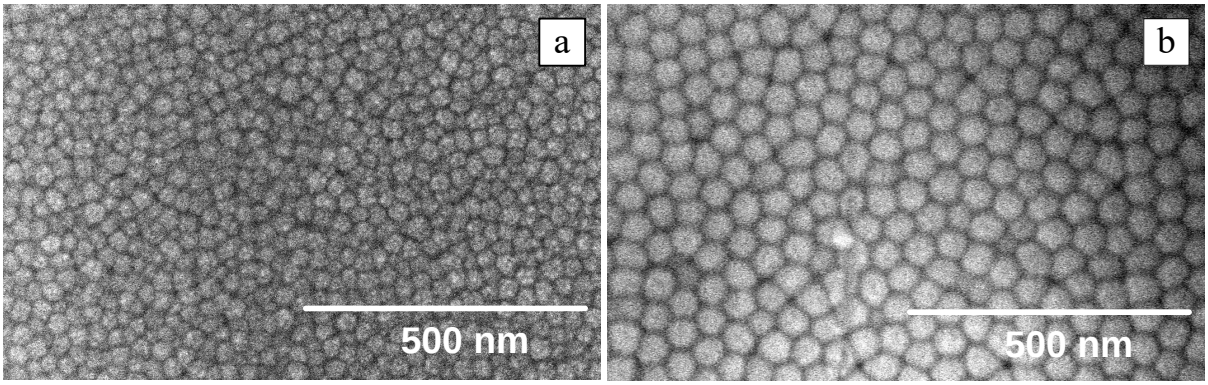


Рис.1. Рэм изображение морфологии поверхности слоев оксида алюминия сформированного при плотности тока: a) 0,40 мА/см²; b) 1,80 мА/см²

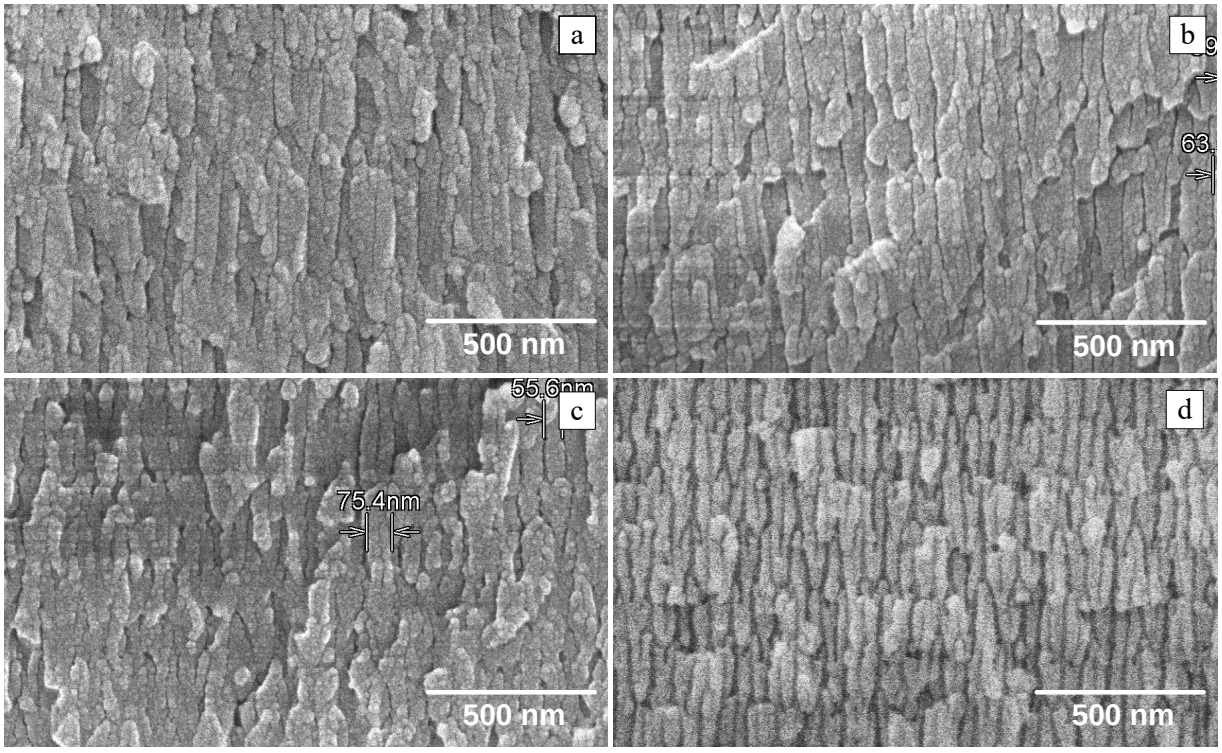


Рис.2. Фрагменты сколов образцов анодного оксида алюминия с различным количеством циклов: a) 20; b) 55; c) 100; d) 165

Список литературы:

[1] A.H.M. Almawgani, S.A. Taya, and M.A. Abutailkh, *Cryogenics,* **125**, 103498 (2022).

[2] Shou-Yi Li, Jian Wang and Gang Wang, *Materials Research Bulletin,* **68**, 42-48 (2015).

СЭМ-микроскопическое исследование топологии кристаллов бис(D-арабинато) бис[(μ2-цитрато) оксованадий(V)] тетракалия

Горкуша Г.В[1,2]., Литосов Г.Э.[1], Рузанов Д.О.[2]

[1] Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)
[2] Институт высокомолекулярных соединений РАН
E-mail: ggorkusha@technolog.edu.ru

Координационные соединения играют важную роль в живых организмах, участвуя в важнейших процессах жизнедеятельности. Комплексные соединения ванадия(IV) и (V) – подтвержденные инсулиномиметики – используются при лечении сахарного диабета, а также в целях кардиозащиты и иммуномодуляции в ультрамалых концентрациях. [1]

Материалы, обладающие наноразмерными структурами, имеют особые физические и химические свойства. К таким материалам относятся получаемые нами кристаллические комплексные структуры биядерного цитратного комплекса ванадия $Na_4[(VO)_2Citr_2]\cdot 6H_2O$ с углеводами, в данном случае – арабинозой $C_5H_{10}O_5$.

Нами получен ванадий-углеводный комплекс, установлен его состав. Результаты ЯМР ^1H, ^{13}C, ИК, УФ-спектроскопии комплексов указывают на их устойчивый состав. Валентность ванадия в углеводном комплексе – 5. [2]

Определение структурных параметров и проверку кристалличности образца проводили с помощью сканирующей электронной микроскопии. Микроструктура поверхности кристаллов представлена на рисунках 1 и 2.

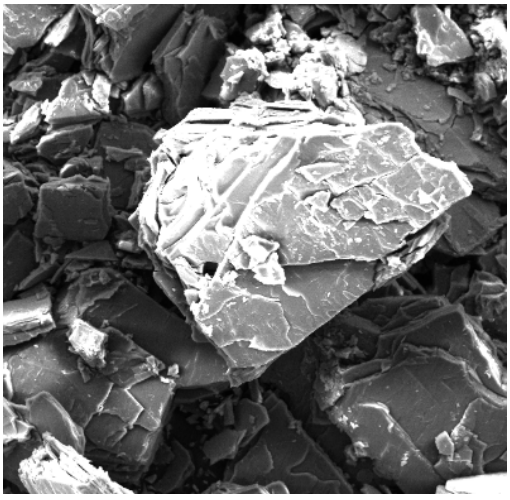


Рис. 1 – СЭМ $Na_4[(VO)_2Citr_2]\cdot 6H_2O$

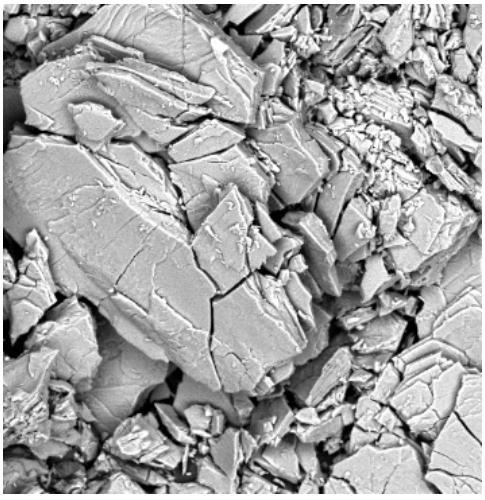


Рис. 2 – СЭМ V-углеводного комплекса

Кристаллы исходного комплекса нестабильны в воздушной среде и разрушаются, окисляясь кислородом воздуха, кристаллы бис(D-арабинато)

бис[(μ2-цитрато)оксованадий(V)]тетракалия на воздухе стабильны, разрушаются в течении длительного времени. Исследование доказывает образование кристаллического продукта взаимодействия комплекса ванадия и углевода.

Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (госзадание 0785.00.Х6019)

Список литературы:

[1] Kaliva M., Gabriel C., Raptopoulou A.T., Salifoglou A. // Inorg. Chim. Acta. Vol. 361. P. 2631. (**2008**)

[2] Г.В. Горкуша, Г.Э. Литосов, Д.О. Рузанов. Комплексы ванадия с углеводами и спиртами. // ЖОХ, том 91, № 9, с. 1453–1458. (**2021**)

Функционализации моно-ионных комплексов Er и ферромагнитной матрицы PrDyFeCoB

Дворецкая Е.В., Коплак О.В., Куницына Е.И., Моргунов Р.Б.

Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка
e-mail: dvoretskaya95@yandex.ru

Моно-ионные магниты (SIM) являются перспективными объектами в качестве элементов магнитной памяти и представляют собой координационные или металлоорганические комплексы, содержащие парамагнитный ион, проявляющие медленную релаксацию электронных спинов. Моно-ионные комплексы, которые ведут себя как SIM только в присутствии постоянного внешнего магнитного поля называют индуцируемыми полем SIM. При этом, требование использовать внешнее поле высокой напряженности (~ 1-10 кЭ) несовместимо с их использованием в качестве мельчайших элементов памяти с низким энергопотреблением [1]. В работе предложен способ замены внешнего магнитного поля внутренним полем подходящей напряженности, создаваемым ферромагнитными микрочастицами PrDyFeCoB, которые замедляют спиновую релаксацию в моно-ионных магнитах. Подобран комплекс [Er(HL)(L)](solv), в котором медленная магнитная релаксация в нулевом постоянном магнитном поле при температурах 2–5 K в диапазоне частот 0.1–1400 Гц не проявляется [2]. Комплексы Er и микрочастицы PrDyFeCoB были спрессованы в единый композитный материал в форме таблетки (Рис. 1а).

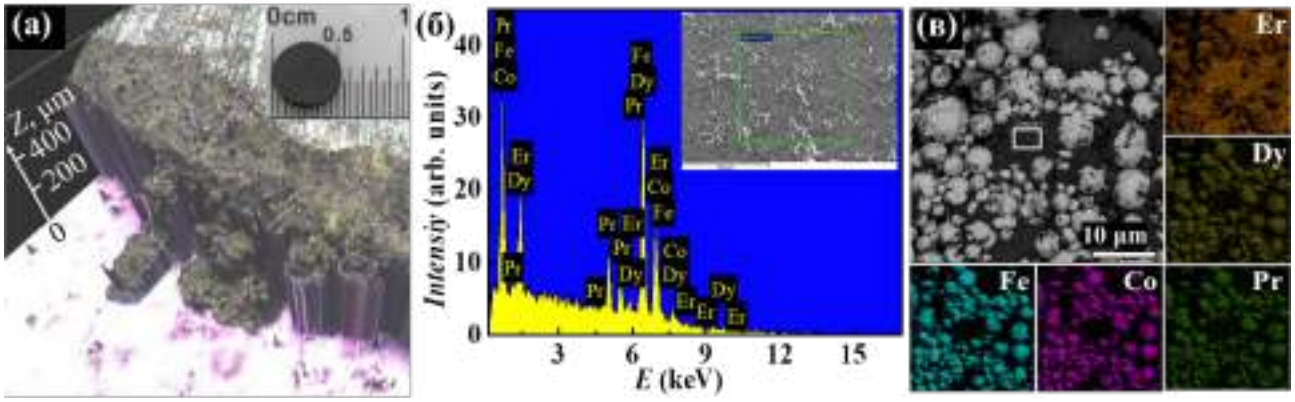


Рис.1. (а) Оптическое 3D-изображение композитного материала (на вставке - прессованная таблетка композитного материала). (б) Спектр EDX композита (область сканирования представлена на вставке). (в) СЭМ-изображения композита и карты распределения основных элементов Er, Dy, Pr, Co и Fe по поверхности.

Энергодисперсионный микроанализ (EDX) подтвердил наличие основных элементов в композитном материале и отсутствие посторонних примесей (Рис. 1б). При этом Er распределен равномерно по всей поверхности и покрывает тонким слоем все микрочастицы (Рис. 1в). Распределение остаточной намагниченности микрочастиц PrDyFeCoB в композите было зафиксировано методом магнито-силовой микроскопии (рис. 2).

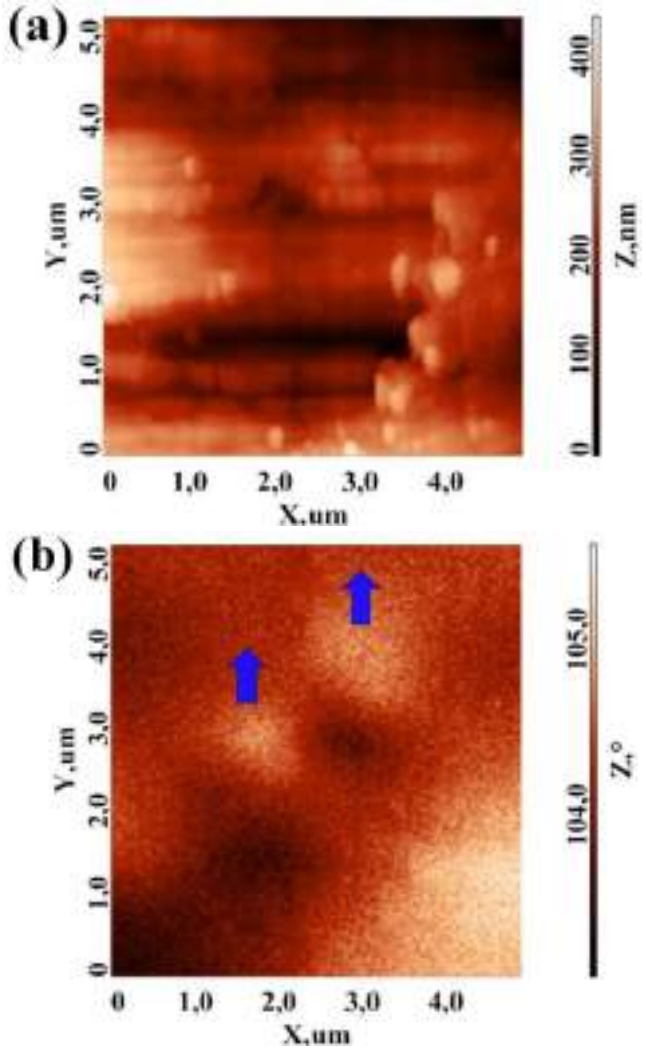


Рис. 2. АСМ (а) и МСМ (б) изображения одной и той же области композита. Магнитные моменты МЧ показаны синими стрелками.

Включение моно-ионных комплексов в композит приводит к подходящему времени релаксации, доступному для обнаружения СКВИД-магнетометром даже в нулевом внешнем поле. Внутреннее остаточное магнитное поле массива микрочастиц PrDyFeCoB, которое можно изменять в диапазоне 0 – 1.2 кЭ, ограничено магнитным насыщением ферромагнитных зерен в микрочастицах. Этого диапазона достаточно, чтобы поддерживать

медленную магнитную релаксацию в комплексах, помещенных между микрочастицами. В работе показано, что магнитной релаксацией в моно-ионных комплексах эрбия можно управлять с помощью предварительно приложенного внешнего магнитного поля, обеспечивающего остаточное поле желаемой величины.

Работа была поддержана грантом РФФИ 20-33-90256 «Аспиранты».

Список литературы:

[1] E. Dvoretskaya, A. Palii, O. Koplak, R. Morgunov, *J. Phys. Chem. Solids*, **157**, 110210 (2021).

[2] T.A. Bazhenova, I.A. Yakushev, K.A. Lyssenko, O.V. Maximova, V.S. Mironov, Y.V. Manakin, A.B. Kornev, A.N. Vasiliev, E.B. Yagubskii, *Magnetochemistry*, **6**, 60 (2020).

Электронно-микроскопические исследования зернистой структуры термоэлектрического материала PbTe

Зайцева Ю.С., Сазонов В.А., Штерн М.Ю., Боргардт Н.И.

Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, г. Москва, г. Зеленоград, площадь Шокина, дом 1, Россия
e-mail: julia3ybina@gmail.com

Теллурид свинца PbTe является в настоящее время одним из лучших практически используемых среднетемпературных термоэлектрических материалов в диапазоне 500-800 К [1]. Дальнейшая оптимизация его функциональных характеристик может быть достигнута путем наноструктурирования материала, что возможно реализовать механическим измельчением и последующим спеканием исходного сплава PbTe. Формируемые при этом наноразмерные включения и границы зерен приводят к более сильному рассеянию фононов и, как следствие, увеличению добротности. Для диагностики структурных свойств материала PbTe широко применяются методы просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).

В настоящей работе исследовался наноструктурированный материал PbTe (0,2 вес.% PbI_2 + 0,3 вес.% Ni), полученный искровым плазменным спеканием порошка, формируемого из исходного сплава PbTe измельчением в шаровой мельнице в течение 40 минут. Электронно-микроскопические исследования проводились в просвечивающем электронном микроскопе Titan Themis 200 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Подготовка образцов для ПЭМ осуществлялась методом In-Situ Lift-Out в электронно-ионном микроскопе Helios NanoLab 650.

Для характеризации структуры материала применялись методы дифракционного анализа, светлопольной и высокоразрешающей (ВРЭМ) электронной микроскопии. На светлопольном изображении (рис. 1а) визуализируются отдельные зерна PbTe, ориентированные произвольным образом, как следует из дифракционной картины (ДК) на вставке. На основе ВРЭМ-изображений (рис. 1б) показано, что отдельные зерна PbTe обладают совершенной монокристаллической структурой. Межплоскостные расстояния d_{200}, d_{220}, рассчитанные на основе ДК от локальной области зерна PbTe, приведенной на вставке, равны 0,32 и 0,23 нм, что дает близкое к теоретическому значение параметра решетки a = 0,64 нм.

Для определения размеров зерен в плоскости их сечения использовалась следующая процедура [2]: была получена серия ПЭМ-изображений при различных углах наклона α и β во взаимно перпендикулярных направлениях в диапазоне от -2 до 2º с шагом 1º. Микрофотографии выравнивались друг относительно друга с использованием кросс-корреляционной функции, после чего путем усреднения формировалось финальное изображение. К нему

применялась процедура сегментации методом водораздела в графическом редакторе ImageJ, результат реализации которой показан на рис. 1в.

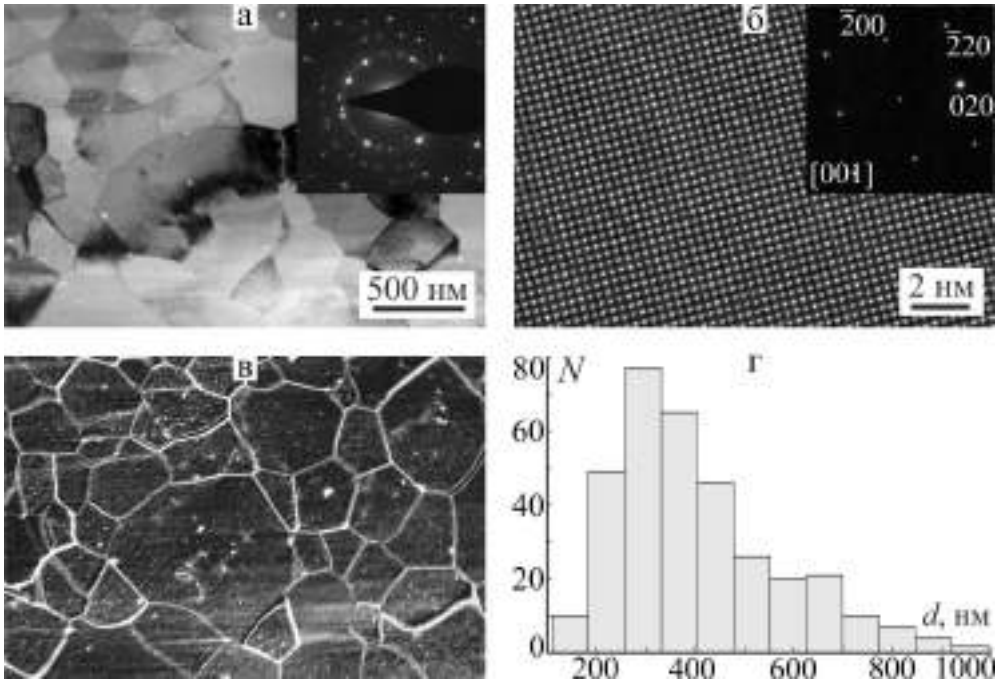


Рис. 1. Светлопольное изображение зернистой структуры PbTe с ДК на вставке (а), ВРЭМ-изображение зерна с соответствующей ДК (б), результат обработки (а) с выделенными границами зерен (в) и гистограмма распределения зерен PbTe по размерам (г)

На следующем этапе оценивались площади сечений зерен S_i, на основе которых рассчитывались их латеральные размеры с помощью аппроксимации кругами с эквивалентными диаметрами $d_i = 2\sqrt{S/\pi}$. Для выборки из более чем 300 зерен была построена гистограмма их распределения по размерам (рис. 1г). Установлено, что размеры зерен варьируются в пределах 100-1000 нм, а среднее значение d составляет (405±168) нм.

Проведенными электронно-микроскопическими исследованиями продемонстрировано, что материал PbTe имеет зернистую структуру со средним размером монокристаллических зерен около 400 нм.

Список литературы:

[1] Zhai J., Wang T., Wang H. et. al., *Chinese Physics B*, **27**, 047306 (2018).
[2] В.А. Сазонов, Н.И. Боргардт, В.Н. Кукин, И.П. Казаков, *Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед.*, **7**, 54 (2022).

Ионная модификация люминесцентных свойств гексагонального нитрида бора

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

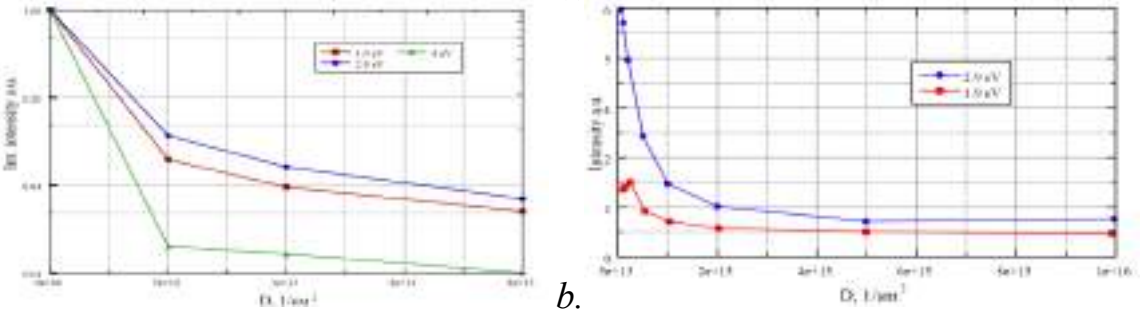
[1]Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия.
[2]Department of Physics, Freie Universität Berlin, 14195 Berlin, Germanye.
e-mail: o_gogina@mail.ru

Люминесцентные свойства полупроводников активно исследуются научным сообществом. Уже известно, что в широкозонном гексагональном нитриде бора (h-BN) центрами люминесценции являются собственные дефекты, которые служат источниками излучения в областях с энергиями ~ 2.0 эВ и 4.1 эВ [1-3]. Большой интерес представляет возможность контролируемо управлять свойствами центров люминесценции и поиск технологий. В отдельных работах достаточно удачно реализованы методики управления люминесценцией h-BN с помощью ионной имплантации, лазерной обработки [4], облучения электронами [4-6]. Сейчас по модификации h-BN сфокусированным ионным пучком (ФИП) и её применению относительно мало результатов [4, 7-8]. При облучении ФИП поверхности кристалла h-BN возможно формирование новых типов дефектов, которые могут обладать свойствами источников однофотонного излучения.

В нашем исследовании мы предпринимаем попытки контролируемо повлиять на люминесценцию h-BN с помощью облучения ФИП Ga^+ и He^+. Образцы представляют собой тонкие пластины h-BN, которые были перенесены методом эксфолиации большого монокристалла. Отслоенные чешуйки были перенесены на подложку Si_3N_4/Si. Толщина каждой пластины была измерена с помощью атомно-силового микроскопа и составила от 14 до 170 нм. Для проведения экспериментальных исследований использовалось оборудование междисциплинарного ресурсного центра по направлению “Нанотехнологии“ Научного парка СПбГУ. Локальное облучение ионами Ga^+ реализовано с помощью ионно-лучевой системы Zeiss Auriga с E_{Ga}=30кэВ с дозами облучения в диапазоне $5{,}6\cdot10^{12}$ – $1{,}1\cdot10^{15}$ 1/см^2. Облучение He^+ было проведено с использованием сканирующего ионного гелиевого микроскопа Zeiss Orion с током пучка I=0.3 Па и энергией E_{He}=30 кэВ с дозами в диапазоне $5\cdot10^{13}$ – $1\cdot10^{16}$ 1/см^2. Спектры излучения измерены системой регистрации катодолюминесценции (КЛ) Gatan Mono CL3+, установленной на СЭМ Zeiss Supra 40VP.

В результате облучения ФИП Ga^+ интегральная интенсивность всех спектральных полос КЛ уменьшается (см. рис.2(а)). При определенных начальных дозах облучения ионами He^+ наблюдается некоторое возрастание

интенсивности люминесценции полосы 1.9 эВ, которое при больших дозах сменяется ее уменьшением. (см. рис.2(b)).



a. *b.*

Рис.2. Зависимости интегральной интенсивности полос КЛ от дозы облучения ионами галлия (a) и гелия (b).

Мы можем предложить два возможных объяснения погасания люминесценции: облучение ФИП либо приводит к ликвидации ответственных за излучение дефектов кристаллической решётки h-BN, либо к формированию центров безызлучательной рекомбинации. Немонотонный ход изменения интенсивности полосы 1.9 эВ с увеличением дозы облучения He^+ свидетельствует о наличии двух конкурирующих процессов, одним из которых может быть генерация светоизлучающих дефектов.

Авторы выражают благодарность Санкт-Петербургскому государственному университету за выделение средств на исходящую академическую мобильность Гогиной О.А. (ID системе Pure СПбГУ: 97183886).

Список литературы

[1] T. Korona, M. Chojecki, International Journal of Quantum Chemistry 119(14), (2019), e25925
[2] L. Weston, D. Wickramaratne, M. Mackoit, A. Alkauskas, and C.G.Van de Walle, Physical Review B 97, (2018), 214104
[3] T. Pelini, C. Elias, R. Page, et al. Physical Review Materials 3, (2019), 094001
[4] S. Choi, T. T. Tran, C. Elbadawi, C. Lobo, X. Wang, S. Juodkazis, G. Seniutinas, M. Toth, and I. Aharonovich, Engineering and Localization of Quantum Emitters in Large Hexagonal Boron Nitride Layers, ACS Appl. Mater. Interfaces 8, 29642 (2016).
[5] A. Gale, C. Li, Y. Chen, K. Watanabe, T. Taniguchi, I. Aharonovich, and M. Toth, Site-Specific Fabrication of Blue Quantum Emitters in Hexagonal Boron Nitride, ACS Photonics acsphotonics.2c00631 (2022).
[6] A. Gale, C. Li, Y. Chen, K. Watanabe, T. Taniguchi, and M. Toth, Deterministic Fabrication of Blue Quantum Emitters in Hexagonal Boron Nitride, 13 (n.d.).
[7] N. Chejanovsky, M. Rezai, F. Paolucci, Nano Letters 16, (2016), 7037–7045

[8] Grosso G. et al. Tunable and high-purity room temperature single-photon emission from atomic defects in hexagonal boron nitride //Nature communications. – 2017. – Т. 8. – №. 1. – С. 1-8.

Структурное состояние InSb в композитном материале InSb/опал по данным просвечивающей электронной микроскопии

Калмыков А.Е., Сорокин Л.М., Курдюков Д.А.

ФТИ им. А.Ф. Иоффе (Ioffe Institute)
e-mail: aekalm@mail.ioffe.ru

На протяжении десятков лет сохраняется интерес к композиционным материалам на основе синтетических опалов, которые имеют решетку ГЦК, образованную шарами аморфного кремнезема. Диаметры шаров лежат в диапазоне 0,15 – 1 мкм. С целью контролируемого существенного варьирования оптических свойств, опаловую матрицу заполняют различными материалами, в частности, полупроводниковыми.

Цель данной работы – исследование структурного состояния антимонида индия (InSb) в качестве наполнителя опаловой матрицы. InSb выбран в связи с уникальными электрическими свойствами композита InSb/опал [1].

Синтетический опал был изготовлен методом Штобера [2] в виде плотноупакованных шаров аморфного кремнезема диаметром около 230 нм. InSb наполнял матрицу в жидком состоянии под действием капиллярных сил в вакуумной камере для предотвращения реакции с кислородом [3].

Образцы для ПЭМ-исследования подготовлены по стандартной процедуре, которая включает шлифовку, полировку и окончательное утонение травлением ионами аргона. Как показали предварительные исследования, наполнитель (InSb) после такой процедуры утонения остается в матрице.

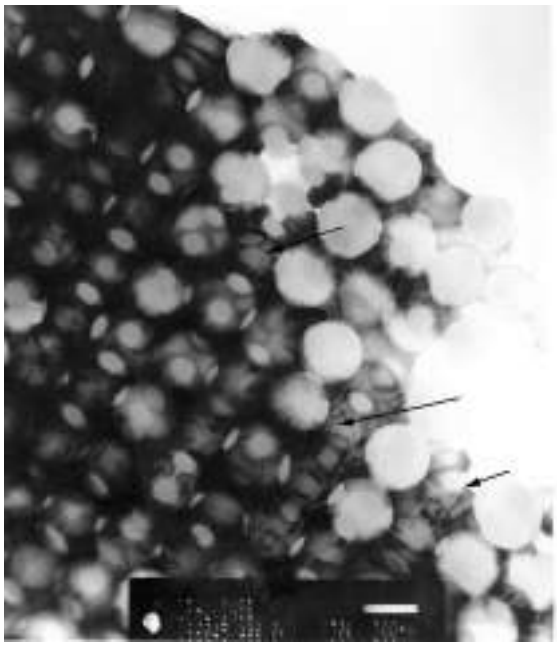


Рис.1. ПЭМ-изображение композита. Стрелки указывают на двойниковые вставки.

ПЭМ-изображения, полученные при небольших увеличениях (от 5000х), продемонстрировали, что наполнитель образовал трехмерную сетку, заполнив сообщающиеся пустоты. EDX-спектры позволили установить, что материал в порах опала имеет стехиометрический состав InSb. Картины микродифракции показали, что наполнитель находится в монокристаллическом состоянии на участках образца, превышающих 1 мкм, то есть, эти участки значительно превосходят размеры отдельных пустот.

В образце были обнаружены двойниковые вставки. Поскольку электронная дифракция соответствовала материалу с решеткой ГЦК, была выбрана область InSb с ориентацией <111> параллельно электронному пучку. Картины микродифракции, зарегистрированные вдоль оси зоны соответствовали решетке с двойниками, которые видны с помощью ПЭМ на протяжении нескольких пустот (рис. 1). Образование двойников, по-видимому, обусловлено тем, что при кристаллизации объем InSb увеличивается на ~13% [3] и наполнитель оказывается в сжатом состоянии. Простая оценка показывает, напряжение вблизи шаров кремнезема в момент кристаллизации составляет $2 \cdot 10^9$ Па, что близко к теоретическому пределу прочности 0,1 E, где модуль Юнга InSb $E = 4 \cdot 10^9$ Па [4].

Электронные микрофотографии, зарегистрированные в режиме высокого разрешения, показали, что двойниковая граница содержит когерентные и некогерентные участки. Также присутствуют участки необычной ступенчатой формы.

Таким образом, показано, что материал находится в монокристаллическом состоянии в значительных объемах опаловой матрицы, каналы между полостями также заполнены кристаллическим InSb с той же ориентацией. Единственным существенным нарушением порядка оказалось двойникование по плоскостям {111}.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 19-29-12041 мк.

Список литературы:

[1] **S**.G. Romanov, A.V. Fokin, D.K. Maude, J.C. Portal, *Appl. Phys. Lett.* **69**, 2897 (1996)
[2] W. Stöber, A. Fink, E. Bohn, *J. Colloid Interface Sci*. **26,** 62 (1968)
[3] D.A. Kurdyukov, N.F. Kartenko, V.G. Golubev, *J. Alloys Compd.* **492**, 611 (2010)
[4] http://www.matprop.ru/InSb_mechanic

Исследование структуры YAG, модифицированной лазерными импульсами, методами ПЭМ

Каратеев И.А.[1], Липатьева Т.О.[2], Липатьев А.С.[2], Охримчук А.Г.[2], Федотов С.С.[2], Лотарев С.В.[2], Сигаев В.Н.[2]

[1] НИЦ «Курчатовский институт», 123182, Россия, Москва, пл. Академика Курчатова, д.1
[2]Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева, 125047, Россия, Москва, Миусская пл., д. 9
e-mail: iakarateev@gmail.com

Иттрий-алюминиевый гранат (ИАГ, $Y_3Al_5O_{12}$) - нелинейнооптический кристалл кубической сингонии, широко применяемый в качестве активной среды в твердотельных лазерах. Облучая кристалл сфокусированым пучком фемтосекундного лазера возможно локально формировать двулучепреломляющие области или треки, что открывает простор для практических применений в качестве оптических элементов, работающих в ИК-диапазоне [1].

В работе представлены результаты исследований локального модифицирования фемтосекундными лазерными импульсами различной мощности образцов кристалла ИАГ, разрезанных параллельно кристаллографической плоскости (111). Облучение производилось с помощью фемтосекундного лазера Pharos SP (Light Conversion Ltd.), синхронизированного с прецизионным трехкоординатным столиком Aerotech ABL1000, в тепловом (частота следования импульсов - 500 кГц) и нетепловом режимах (частота следования импульсов - 1 кГц) с энергией импульса от 100 нДж до 850 нДж и с поляризацией вдоль направления перемещения пучка и перпендикулярно ему. В результате сформированы треки, демонстрирующие различный уровень двулучепреломления – от 5 нм до 60 нм, что выше значений, достижимых для кварцевого стекла при аналогичных условиях записи.

Структура треков была детально исследована методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Для этого из поперечного сечения каждого трека были приготовлены тонкие ламели методом сфокусированного ионного пучка. Исследование проводилось на П(Р)ЭМ Titan 80-300 (Thermo Fisher Scientific), снабженном корректором сферических аберраций пробы, с использованием комплекса методов: ПЭМ, ПРЭМ, дифракционного картирования и спектроскопии характеристических потерь энергии электронов. Изображения треков, сформированных в ИАГ при различных параметрах лазера, приведены на рисунке 1. Установлено, что при увеличении энергии лазерного импульса происходит не только увеличение размеров трека, но и существенно изменяется его морфология и структура. При минимальной энергии лазерного импульса основным эффектом является аморфизация

области взаимодействия без существенного влияния на остальную часть кристалла (рисунок 1 а, г), при этом вид трека меняется при изменении ориентации поляризации, демонстрируя выраженную волнистость, когда плоскость поляризации параллельна треку (рисунок 1а). С ростом энергии импульса и переходом в тепловой режим начинает происходить не только аморфизация, но и перекристаллизация ИАГ – перекристаллизованные области разделены аморфными наноплоскостями (рисунок 1 б, д). При наибольшей энергии лазерного импульса в области взаимодействия наблюдается распад части ИАГ на две фазы – кристаллический иттрий-алюминиевый перовскит ($YAlO_3$) и аморфный оксид алюминия (Al_2O_3) (рисунок 1 в, е). Ориентация периодических наноплоскостей перпендикулярна плоскости поляризации записывающего лазерного пучка, что характерно для нанорешеток, формируемых в стеклах [2]. На основе подобных структур возможно создавать оптические элементы, работающие в широком диапазоне длин волн и обладающих значительным по сравнению со стеклами двулучепреломлением.

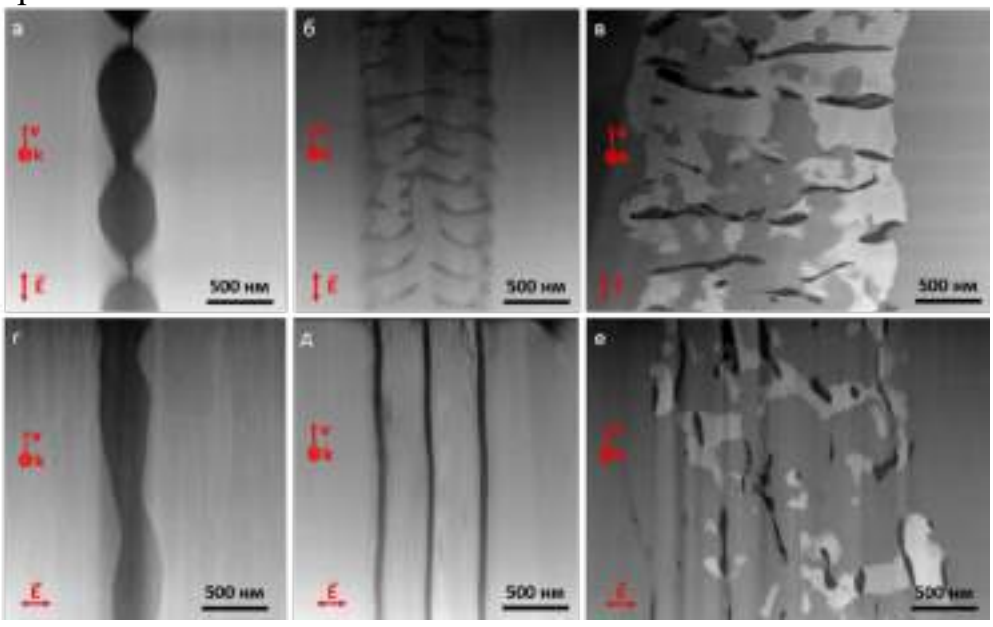


Рис.1. Темнопольные ПРЭМ изображения структуры треков, далее указаны увеличение объективной апертуры, энергия импульса, скорость сканирования и частота следования импульсов а) г) 50X, 100 нДж, 50 мкм/с, 1 кГц, б)д) 50X, 20 нДж, 100 мкм/с, 500 кГц, в)е) 20X, 850 нДж, 100 мкм/с, 500 кГц

Данная работа была поддержана НИЦ «Курчатовский институт» (приказ № 2753 от 28.10.2021) и Минобрнауки РФ (грант FSSM-2020-0003).

Список литературы:

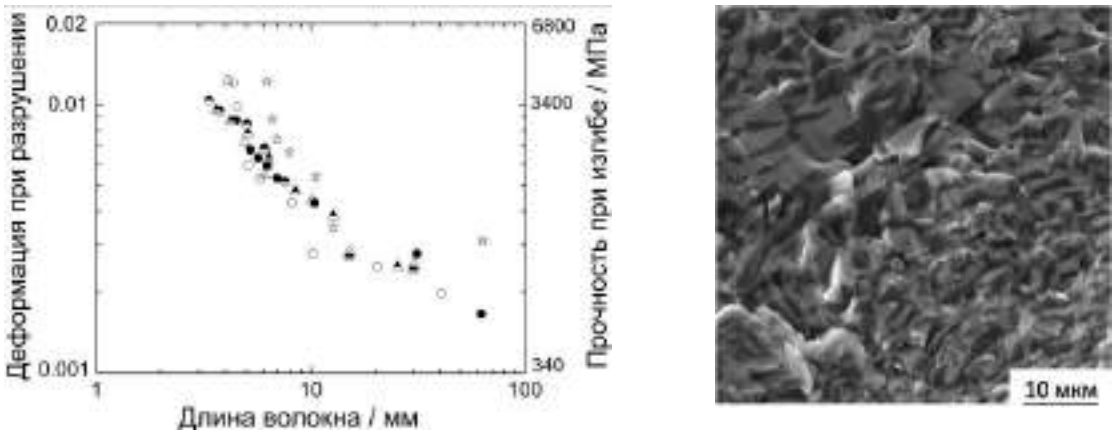
[1] T. O. Lipateva, A. S. Lipatiev, S. S. Fedotov *et al.*, Laser Science 2021, Washington DC, United States, paper JTh1A.2 (2021)
[2] B. Zhang, X. Liu, J. Qiu, Journal of Materiomics, 5, 1-14 (2019)

Прочность и поверхности разрушения оксидных эвтектических волокон, полученных методом Степанова

Кийко В.М.[1], Курлов В.Н.[1], Стрюков Д.О.[1], Некрасов А.Н.[2], Шикунов С.Л.[1]

[1]Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка Московской обл., Россия
[2]Институт экспериментальной минералогии РАН, г. Черноголовка Московской обл., Россия
e-mail: kiiko@issp.ac.ru

Оксидные эвтектические волокна – многообещающий объект для использования их в качестве армирующих компонентов жаропрочных композитных материалов [1]. Применение этих волокон определяется прежде всего их более высокой трещиностойкостью в сравнении с оксидными монокристаллическими волокнами, а также широким набором физико-химических характеристик в зависимости от состава. В работе представлены результаты испытаний на прочность волокон при изгибе по методике, предложенной в работе [2], см. *рис. 1а, 2а, 3а*, а также исследований особенностей поверхностей разрушения волокон после испытаний, полученных с применением цифровых электронных сканирующих микроскопов Tescan VEGA-II XMU и CamScan MV230 (VEGA TS 5130MM); поверхности испытанных волокон свидетельствуют о заметной степени нехрупкого характера разрушении волокон, см. *рис. 1б, 2б, 3б*.

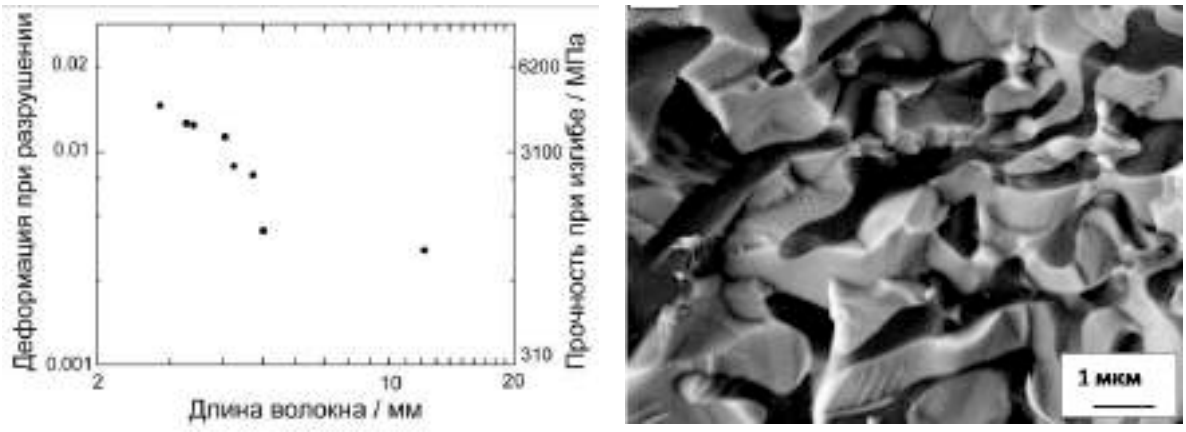


а *б*

Рис. 1. Результаты испытаний эвтектических $Al_2O_3 – Y_3Al_5O_{12}$ волокон на прочность (а), различные волокна обозначены различными значками, б – снимок участка поверхности разрушения одного из волокон (черного цвета – Al_2O_3, светлого – $Y_3Al_5O_{12}$)

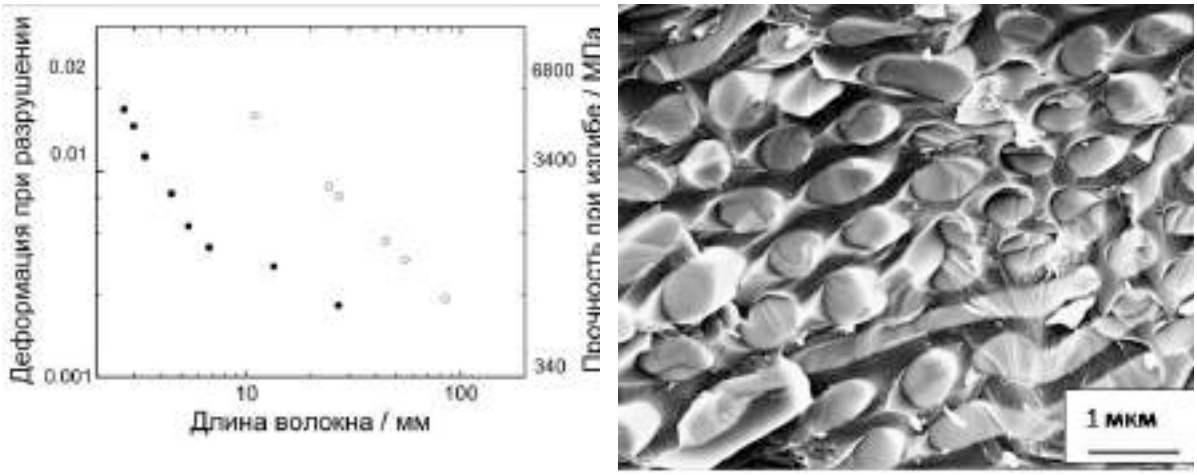
Оксидные волокна – сапфир – иттрий алюминиевого граната $Al_2O_3 – Y_3Al_5O_{12}$ (*рис. 1*), сапфир – иттрий эрбиевого граната $Al_2O_3 – Er_3Al_5O_{12}$ (*рис. 2*) и сапфир – алюмогадолиниевого перовскита $Al_2O_3 – AlGdO_3$ (*рис. 3*) – были

получены из смесей расплавов оксидов Al_2O_3 и Y_2O_3, или Er_2O_3, или G_2O_3 эвтектического состава [3].



а *б*

Рис. 2. Результаты испытаний эвтектического $Al_2O_3 – Er_3Al_5O_{12}$ волокна на прочность (а), б –снимок участка поверхности разрушения волокна (черного цвета – Al_2O_3, светлого – $Er_3Al_5O_{12}$)



а *б*

Рис. 3. Результаты испытаний эвтектических $Al_2O_3 – AlGdO_3$ волокон на прочность (а), б – снимок участка поверхности разрушения одного из волокон (черного цвета – Al_2O_3, светлого – $AlGdO_3$)

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

Список литературы:

[1] Кийко В.М., Толстун А.Н., Курлов В.Н., Колчин А.А., Новохатская Н.И., Саркисян Н.С., Старостин М.Ю., Милейко С.Т., Наука – производству, **6**, С. 5 (2007).

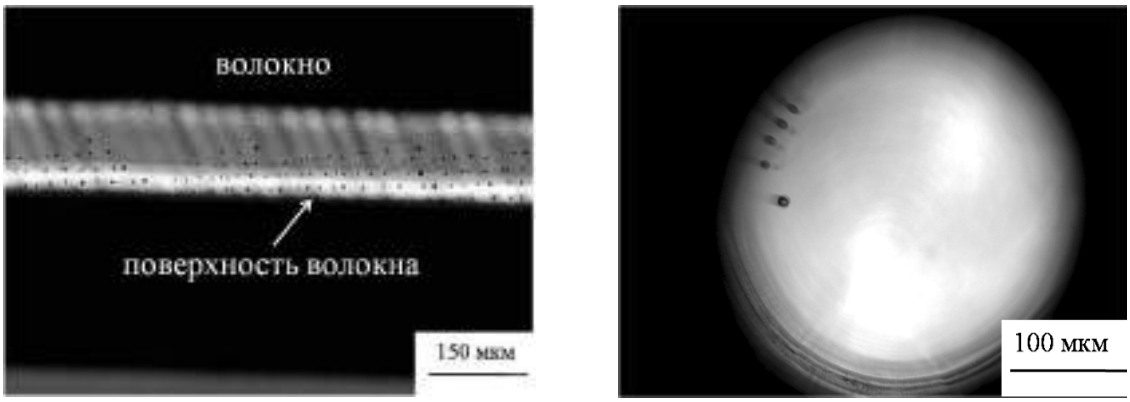
[2] Kiiko V.M., Mileiko S.T., *Composites Science and Technology*, **59**, P. 1977 (1999).
[3] Phase Equilibria Diagrams ACerS–NIST, Version 3, CD-ROM, Database (2003).

Влияние дефектности на прочность монокристаллических волокон сапфира, полученных методом Степанова

Кийко В.М., Курлов В.Н., Стрюков Д.О.

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

Сапфировые волокна были выращены модифицированным методом Степанова/EFG (Edge-defined Film-fed Growth) из расплава шихты оксида алюминия путем вытягивания волокна из расплава в холодную зону специальной затравкой [1]. В качестве шихты использовался бой кристаллов, выращенных методом Вернейля. Выращивание волокон осуществлялось в кристаллографическом направлении «с» с использованием соответствующих монокристаллических затравок, которые фиксировались на верхнем штоке ростовой установки с помощью специально разработанного затравкодержателя. В процессе роста кристалла волокна в нем могут возникать дефекты различного рода, в частности, поры в приповерхностном слое (*рис. 1*) и шероховатость поверхности (*рис. 2а*), влияющих на прочность волокна.

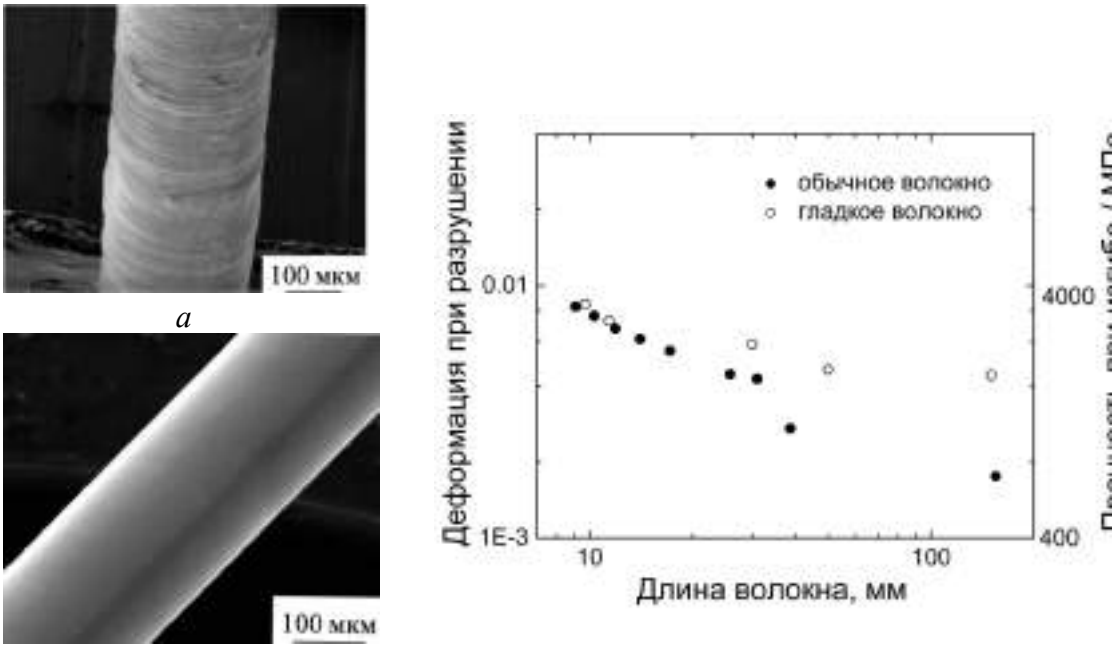


а *б*

Рис. 1. Дефекты (черные «точки» – поры) в приповерхностном слое вдоль продольной оси волокна сапфира Al_2O_3 (а) и в поперечном сечении (б)

Уменьшить дефектность волокон удалось с помощью механического устройства, принцип работы которого основан на уменьшении поперечных колебаний волокна, возникающих в газовых потоках при его выращивании в камере, заполненной аргоном. На *рис. 2а и 2б* показаны поверхности волокон, выращенных обычным способом и с устройством для стабилизации его диаметра [2]. Снимки получены с использованием цифрового электронного сканирующего микроскопа CamScan MV230 (VEGA TS 5130MM). Шероховатость волокон, выращенных с использованием системы стабилизации диаметра волокна, уменьшилась

почти на три порядка в сравнении с обычными волокнами [3]. Полученные таким образом волокна испытывались по оригинальной методике, позволяющей оперативно оценивать их предельную деформацию и прочность при изгибе при комнатной температуре [4]. Результаты испытаний показали, что прочность гладкого волокна выше, чем обычного, разница в прочности особенно существенна при больших длинах волокон. Она определяется тем, что устройство стабилизации диаметра волокна наиболее эффективно устраняет грубые дефекты – неровности поверхности, отстоящие друг от друга вдоль оси волокна на величины порядка миллиметров и более.



а *б* *в*

Рис. 2. Поверхность волокна сапфира Al_2O_3, выращенного обычным способом (а); поверхность волокна, выращенного с устройством для стабилизации диаметра (б); соответствующие зависимости предельной деформации и прочности волокон от длины (в)

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

Список литературы:

[1] Kurlov V.N., Stryukov D.O., Shikunova I.A., *Journal of Physics: Conference Series,* **673**, P. 012017 (2016).

[2] Курлов В.Н., Шикунова И.А., Стрюков Д.О., *Патент РФ № 2552436, Бюллетень,* **16**, С. 1 (2015).

[3] Курлов В.Н., Стрюков Д.О., Кийко В. М., *Вторая Международная Конференция «Физика конденсированных состояний»*, 31 мая – 4 июня, Черноголовка, Россия, С. 292 (2021).
[4] Kiiko V.M., Mileiko S.T., *Composites Science and Technology*, **59**, P. 1977 (1999).

Кластерный анализ атомной структуры аморфных сплавов

Федорец А.Н.[1], Дилла Д.С.[1], Пустовалов Е.В.[1]

[1]Дальневосточный федеральный университет, 690922, Приморский край, г. Владивосток, о. Русский, п. Аякс, 10
e-mail: fedorec.an@dvfu.ru

Аморфные и аморфно-кристаллические сплавы обладают уникальным комплексом физико-химических свойств. Атомная структура с низкой степенью упорядоченности, а также состав во многом определяют функциональные свойства сплавов. Отсутствие дальнего порядка в атомной структуре предполагает наличие множества реализаций топологического и композиционного локального атомного окружения [1]. Часто небольшие изменения в структуре приводят к значительным изменениям физико-химических характеристик материала. Одним из самых информативных методов исследования атомной структуры является просвечивающая электронная микроскопия, позволяющая визуализировать отдельные атомы и их кластеры.

Разработка математических методов и алгоритмов обработки экспериментальных электронно-микроскопических изображений атомной структуры с возможностью численного описания близлежащих атомных конфигураций с различной степенью порядка является актуальной задачей. Решение такой задачи позволит сделать более достоверным и воспроизводимым количественное описание взаимосвязи «структура-свойства» аморфных материалов.

Методом электрохимического осаждения были получены образцы аморфных сплавов CoP, CoNiP, NiW. Атомная структура образцов исследовалась с помощью просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ВРПЭМ) на FEI Titan 80-300 при 300 и 80 кВ с коррекцией аберраций.

Обработка изображений, выполнялась на разработанном программном изображении с применением модифицированного свёрточного метода с заданным ядром для выделения атомов и атомных кластеров на электронно-микроскопических изображениях атомной структуры аморфных материалов с ядром:

$$H_{\varphi,r_0}(x,y) = h(x,y) \cdot \sum_{\varphi} h(x - r_0 \cdot sin\varphi, y - r_0 \cdot cos\varphi),$$

где $h(x,y) = sinc(\rho/\rho_0) - h_0$. Были выбраны следующие параметры r_0 =0.25 нм, ρ_0 = 0.15 нм. Параметр h_0 выбирается из следующего условия: $\sum_{x,y} h(x,y) \approx 0$. [2]

При помощи разработанного программного обеспечения были выделены атомы на электронно-микроскопических изображениях (рис.1), вычислено расстояние между атомами в евклидовой двумерной плоскости и атомы сгруппированы в кластеры для дальнейшего анализа методами теории графов [3].

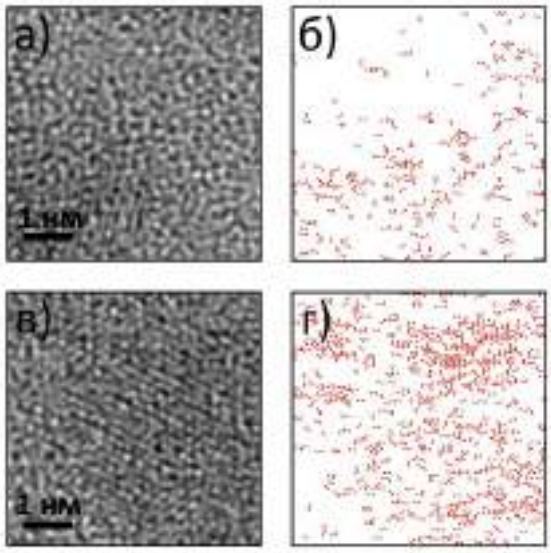


Рис.1. Фрагмент ВРПЭМ изображения NiW:
а) при температуре 25ºС; б) кластеры, выделенные по изображению а;
в) при температуре 300ºС; г) кластеры, выделенные по изображению в

В данной работе на основе анализа электронно-микроскопических изображений аморфной структуры, на примере структуры аморфных сплавов CoP, NiW показано, что при термическом воздействии происходит 30-процентное изменение плотности атомных кластеров с упорядоченной структурой размером 1–2 нм. Показано, что при нагреве происходит как увеличение степени упорядоченности, так и ее уменьшение.

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

Список литературы:

[1] Miller M. et al. Audio fingerprinting: nearest neighbor search in high dimensional binary spaces. 2002 IEEE Workshop on Multimedia Signal Processing.
[2] Pustovalov E.V. et al., 2019, Effect of the Process Conditions for the Preparation of CoNiFeSiB Amorphous Alloys on Their Structure and Properties. Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques, Vol. 13, No. 4, pp. 600‑608.

[3] Andoni A. et al/ 2019. Approximate Nearest Neighbor Search in High Dimensions. Proceedings of the International Congress of Mathematicians (ICM 2018).

Структура пленок высшего силицида марганца, полученных методом магнетронного распыления

Лукасов М.С.[1], Орехов А. С.[1], Архарова Н. А.[1], Новиков С.В.[2], Бурков А.Т.[2], Клечковская В.В.[1], Камилов Т.С [3], Игамов Б.Д.[3], Бекпулатов И.Р.[3]

[1]ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия
[2] Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия
[3] Ташкентский государственный технический университет, Ташкент, Узбекистан
e-mail: klechvv@crys.ras.ru

Тонкие пленки силицидов марганца обладают большим потенциалом как материал для оптоэлектроники, микро-, нано-, фотоэлектроники и других областей современной науки [1]. Пленочные структуры в отличие от объемных расширяют область применения данного материала, так как вся современная техника имеет тенденцию к миниатюризации. Одними из главных преимуществ силицидов переходных металлов, а в особенности высшего силицида марганца, является сочетание высоких термоэлектрических свойств с экологической чистотой и невысокой стоимостью исходных компонентов. В данной работе для получения тонких пленок ВСМ использовался метод магнетронного распыления на диэлектрические подложки (ситалл СТ-35-2 и слюду). Мишень изготавливалась из тонких пластин, вырезанных из монокристалла ВСМ выращенного по методу Бриджмена. Преимуществом данного метода является возможность создавать пленочные структуры с заданными характеристиками. В работе исследовались термоэлектрические свойства, морфология и структура пленок ВСМ. Структурная характеризация образцов проводилась комплексом методов, включающих рентгеновскую дифрактометрию, растровую электронную микроскопию (РЭМ) и рентгеновскую энергодисперсионную спектрометрию (ЭДС).

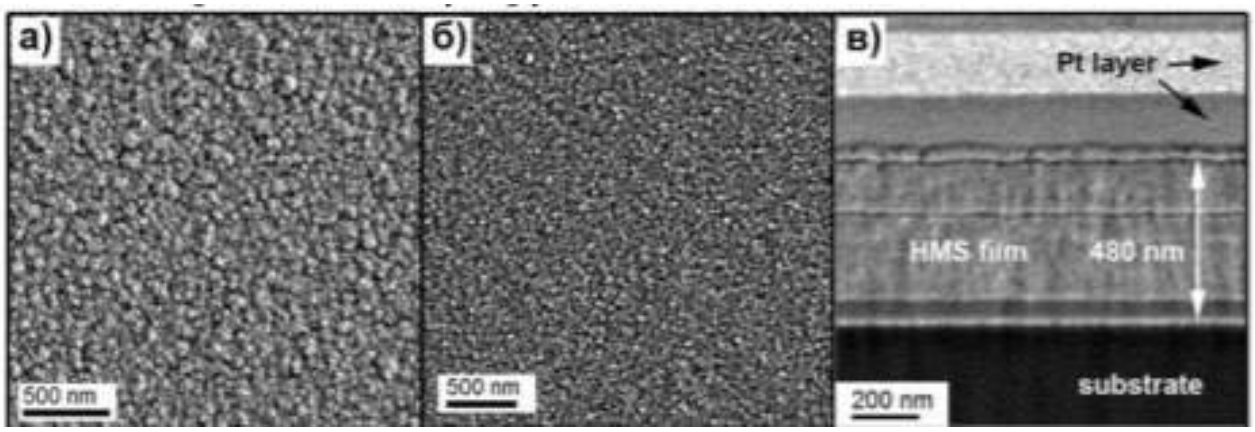


Рис. РЭМ – изображения поверхности пленок ВСМ на слюде: непосредственно после напыления – а), и после последующего отжига при 700 К – б). Микроструктура поперечного среза – в).

Показано, что методом магнетронного распыления мишени, состоящей из монокристаллических образов высшего силицида марганца, можно получать аморфные пленки ВСМ.

На рис. представлены РЭМ -изображения пленки ВСМ на подложке слюды. Видно, что формируется сплошная, пористая пленка силицида марганца толщиной ~500 нм. После отжига при температуре 700 К наблюдается изменение морфологии пленки – структура становится более плотной. Размер пор составляет ~0,05 – 0,1 мкм. Полученные электрофизические свойства пленок хорошо согласуются с литературными данными для ВСМ.

Список литературы:

[1]. Fedorov M.I., Zaitsev V.K. Thermoelectric Handbook: Macro to Nano. Ed. by D.M. Rowe. 31.1-31.19, 2006. 37.

Микроструктура электрохимического нано-алмазного Cr-покрытия на поверхности композитного стержня (Nb-30%Ti)/Al

Коржов В.П.[1], Кийко В.М.[1], Петков В.[2], Лаков Л.[2]

[1]Институт физики твёрдого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., 142432, Россия
[2]Institute of MetalScience, Equipment and Technologies with Hydro- and Aerodynamics Centre Bulgarian of Science, Sofia, 1574, Bulgaria
**E-mail: korzhov@issp.ac.ru*

Композитный стержнь из фольг Nb-сплава с 30% титана и алюминия (рис. 1) получали диффузионной сваркой при 1300°C под давлением. После сварки пакет преобретал слоистую структуру из слоёв ниобий-титанового сплава, чередовавшихся со слоями интерметаллида $(Nb_xTi_{1-x})_3Al$, придававших композиту прочность при высоких температурах.

Рис. 1. Композитный стержень Nb30Ti/Al из фольг сплава Nb-30%Ti и Al с электрохимическим покрытием из Cr с нано-алмазными частицами

Поверхность стержня со стороны ниобий-титановых фольг (рис. 2) имела по всему полю одинаковый «рисунок». Наблюдающиеся редкие темные вкрапления идентифицированы как окись алюминия. При значительно большем увеличении (рис. 3) становится понятно, как могла формироваться «послойная структура» покрытия. Вначале на микродефектах свободной поверхности стержня зарождались 10–15-микронного размера сферические частицы и, так как покрытие ещё искусственно инициируется, то таких частиц становится очень много. Не успевая вырастать, они быстро заполняли все открытые участки поверхности.

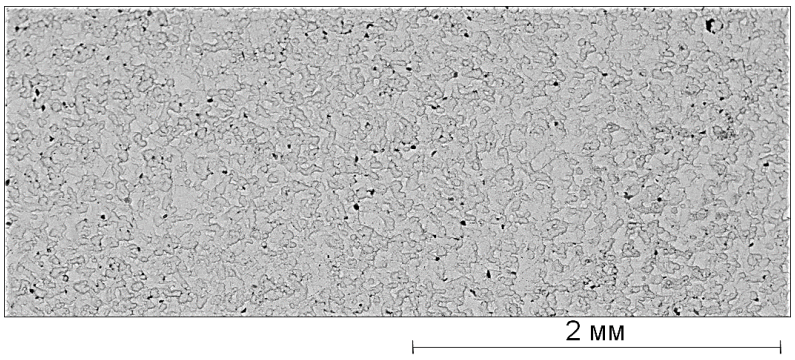


Рис. 2. Структура поверхности композитного стержня с покрытием со стороны (Nb-Ti)-фольги

Когда уже свободной поверхности не осталось, единичные сферические частицы выстраиваются во второй слой и одновременно собираются в объёмные конгломераты различной конфигурации (рис. 3). Подобные структуры покрытий приходилось наблюдать здесь и на поверхностях многослойных композитов плоской конфигурации, но они оставались незаконченными. В связи с новыми обстоятельствами это можно объяснить тем, что покрываемые поверхности всех композитов плоской конфигурации были не однофазными.

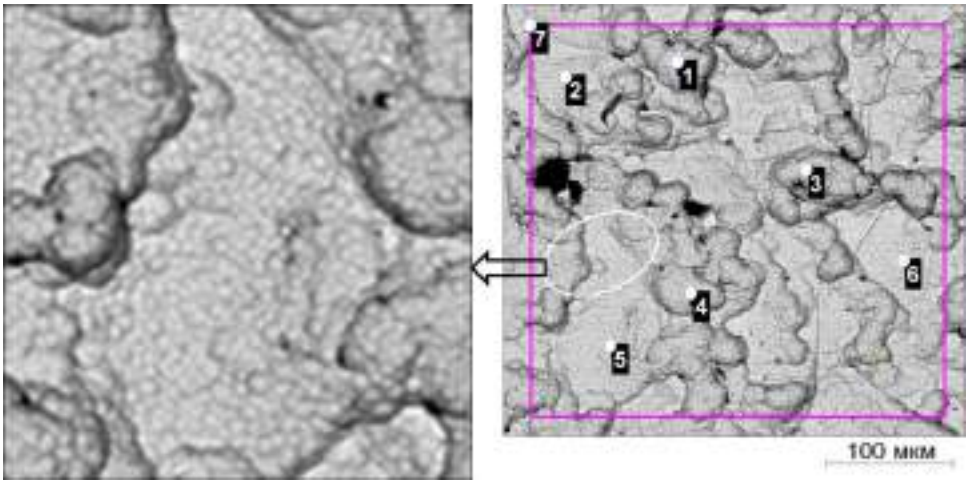


Рис. 3. Микроструктура покрытия на поверхности композитного стержня из ниобий-титанового сплава и интерметаллического соединения (Nb, Ti)$_3$Al

Данные локального рентгеноструктурного анализа покрытия на поверхности исследуемого композитного стержня (рис. 3) показывают, что оно – однофазное. Приведём диапазон концентраций всех присутствующих в покрытии элементов по 6-ти точкам (1–6): 92,4–97,8 ат. % Cr и 2,2–7,6 ат. % O_2 и средний состав по площадке □7: 91.2 ат. % Cr и 2,2–8,8 ат. % O_2. Других элементов, кроме хрома и кислорода, в покрытии не обнаружено.

Общий вывод. На примере плоских композитов и композитных стержней показано, что сплошное защитное покрытие относительно просто получается на однофазных поверхностях. Плоские композиты после диффузионной сварки были тоже однофазными. Предварительная подготовка их поверхностей, проведённая нами, оказалась непригодной потому, что вскрыла наружный Nb-слой, местами обнажив находящийся под ним слой интерметаллического соединения с алюминием, необходимый для упрочнения композита при высоких температурах.

Работа выполнена при поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований, проект 20-53-18002 и Bulgarian National Science Fund at the of Education and Science, Contract No KP-06-Russian/18 15.12.2020.

Структурная диагностика политипов в смеси с помощью электронно-дифракционных методов вращения

Кязумов М. Г.[1,*], Рзаева С. М.[1], Авилов А. С.[2,]**

[1]Институт Физики НАН Азербайджана, Баку
[2]ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва
[*]e-mail: eaisaeva@mail.ru, [**]e-mail: avilovanatoly@mail.ru

Кристаллы, отобранные из разных ампул из разных мест одной ампулы, могут различаться по структуре, но и также в одном кристалле сочетаются структуры различных политипов: 2H и 3R, 1T и 3R или 1T и 2H. Разные политипные модификации кристаллов $CdInGaS_4$ растут по направлению перпендикулярно слоям [1].

В некоторых работах приводятся новые политипы с большими параметрами *c* кристаллической решетки. Среди них имеются как вполне обоснованные, так и не доказанные политипы. С другой стороны, позиции рефлексов на электронограммах от смеси политипов с малыми параметрами *c* кристаллической решетки совпадают с позициями рефлексов на электронограммах от политипов с большими параметрами *c*. Результаты настоящей работы позволяют поставить закономерный вопрос: являются ли представленные в литературе некоторые новые политипы смесями различных политипов с маленькими параметрами *c*.

Исследован политипизм в слоистых кристаллах соединения $CdInGaS_4$, полученного методом химической транспортной реакции, с помощью электронограмм косых текстур и электронограмм вращения монокристалла разработанными ранее методами.

По позиции рефлексов в одном из серии $h0l$(h=3n) и $hh\bar{2}hl$ (серия $11\bar{2}l$) устанавливаются толщины пакетов, а по второму сильному рефлексу (рефлексу-индикатору) – структурный тип (в данном случае тип ТОТП) [2]. По расположению рефлексов на других сериях (в данном случае, серии $10l$) электронограмм установливаются параметры *c* элементарных ячеек. Использование только электронограмм текстур для определения параметров *c* элементарных ячеек по расположению рефлексов на первых эллипсах (серия $11\bar{2}l$) (рис.1а) приводит к ошибкам. Так были ошибочно установлены политипы $3T$ и $6T$. В связи с этим были дополнительно изучены электронограммы вращения монокристалла $CdInGaS_4$ вокруг оси, перпендикулярной плоскости пленки, которая заранее наклонена на угол φ относительно положения, перпендикулярного падающему электронному лучу[3,4], а также электронограммы вращения вокруг оси a^* обратной решетки, перпендикулярной электронному пучку (рис. 1б) [5]. Из-за малой

толщины монокристаллической пленки (менее 100 нм) в ней остается только один политип и, соответственно, на полученных электронограммах вращения наблюдаются только чистые политипы (один из них показан на рис. 1б).

На рис.1а показана электронограмма текстур $CdInGaS_4$, который по расположению рефлексов соответствует политипу 6*T*, а на рис.1б показана электронограмма от монокристаллической пленки, полученная отслаиванием от того же образца $CdInGaS_4$, который соответствует политипу 3*R*, со структурным типом ТОТП. Значит вторым политипом в смеси являются двухпакетный гексагональный политип 2*H*.

Таким образом, при совместном применении электронно-дифракционных методов косых текстур и вращения вокруг определенных осей установлено, что исследованные образцы являются смесями политипов 1*T* и 3*R* вместо 3*T*, а также политипов 2*H* и 3*R* вместо 6*T*.

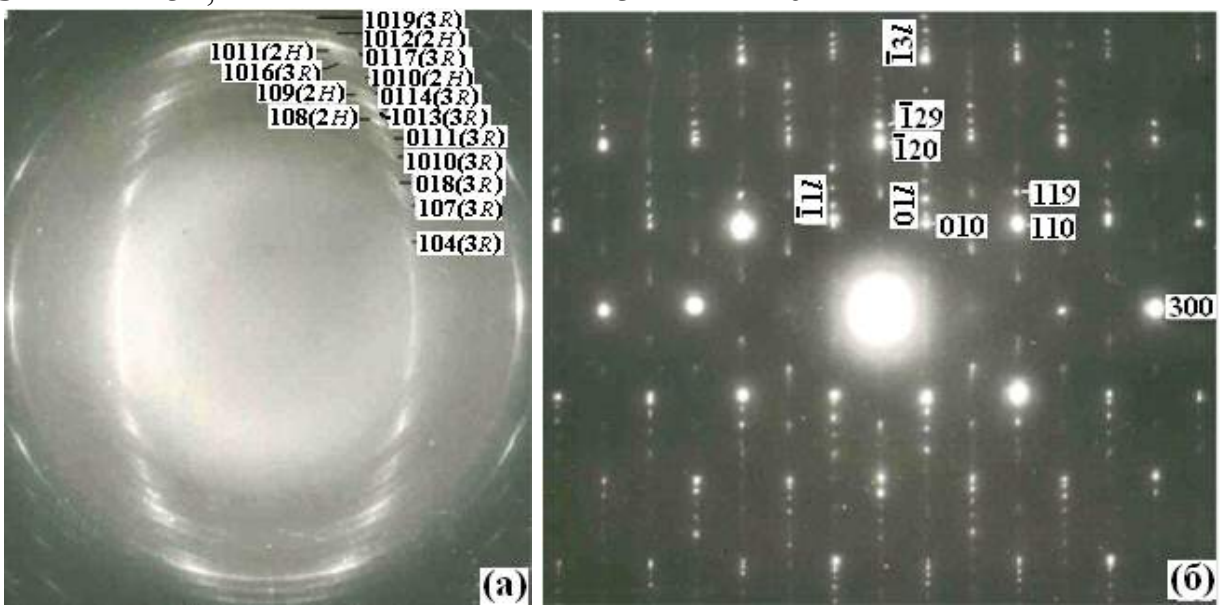


Рис.1. Электронограммы $CdInGaS_4$: а- смеси текстур политипов 3R и 2H, где, количество 3R больше, чем 2H, б- тонкая монокристаллическая пленка политипа 3R.

Показано преимущество совместного применения методов косых текстур и вращения монокристаллической пленки при определении параметров решетки и структурного типа кристаллов, состоящих из смеси политипов.

Литература:

[1]. М.Г. Кязумов, С.М. Рзаева, А.С.Авилов. *Кристаллография*. Т.**66**. № 6. С. 861-868. 2021.

[2]. М.Г.Кязумов. *Кристаллография*. Т. **59**, №5, С. 572-579, 2014.

[3] Б.Б. Звягин, А.П.Жухлистов, М.Г.Кязумов, А.М. Фоминенков. *Кристаллография*. Т. **35**. № 3, С.602-609, 1990.

[4] М.Г. Кязумов, С.М. Рзаева, А.С.Авилов. *Кристаллография*. Т.**67**. № 4.С. 561-566, 2022.
[5]. М.Г. Кязумов. *Кристаллография*. Т. **59**, №4, с.549-555, 2014.

Электронографическое исследование тонких пленок кристаллов $MnGaInS_4$, $CdInAlS_4$, $Fe_{0.75}Ga_{0.25}InS_3$, $Mg_{0.7}Ga_{1.4}In_{0.8}S_4$ и $Fe_{0,25}Ga_{0,5}In_{1,25}S_3$ по новым схемам вращения

Кязумов М.Г.[1*], Рзаева С.М.[1], Авилов А.С.[2]**

[1]Институт Физики НАН Азербайджана, Баку
[2]ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва

[*]e-mail: eaisaeva@mail.ru, [**]e-mail: avilovanatoly@mail.ru

Получены электронограммы, имитирующие пластинчатые текстуры, т.е. проводились вращения на угол $\omega \leq 60°$ вокруг нормали к плоскости кристаллодержателя, которая до экспозиции наклонена на угол $\varphi < 70°$ от перпендикулярного положения к электронному лучу. Рассмотрены два случая.

В первом случае монокристаллические пленки $CdInAlS_4$, $Fe_{0.75}Ga_{0.25}InS_3$ ровно расположены в плоскости кристаллодержателя. На электронограммах рефлексы расположены вдоль эллипсов и на слоевых линиях. Поэтому они были легко проиндицированы и были установлены новые 2*H*-политипы с пр.гр. $P6_3mc$.

Во втором случае монокристаллические пленки $Mg_{0.7}Ga_{1.4}In_{0.8}S_4$, $MnGaInS_4$ и $Fe_{0,25}Ga_{0,5}In_{1,25}S_3$ расположены под некоторым углом θ к плоскости кристаллодержателя. После предварительного (до экспозиции) наклона на угол φ, во время съемки дифракционной картины КД вместе с МП вращаются вокруг оси, перпендикулярной к плоскости КД (а не МП). Узлы ОР, находящиеся на одинаковых расстояниях от оси *c* и от плоскости МП (например: $10l$, $01l, \bar{1}1l, \bar{1}0l, 0\bar{1}l$ и $1\bar{1}l$, l = const.), в отличии от первого случая, будут находиться на разных расстояниях от оси вращения и от плоскости КД. Поэтому, несмотря на то, что R_{hkl} одинаковы для таких узлов, при вращении вокруг оси, перпендикулярной к плоскости КД, эти узлы будут двигаться вдоль окружностей, с разными радиусами и разными высотами от плоскости КД [1].

В первых двух образцах установлены новые 2H политипы (пр.гр. $P6_3mc$), а на третьем 3R политип (пр.гр.$R3m$) политип со структурным типом ТО$\bar{\text{Т}}$П, где Т, $\bar{\text{Т}}$ и О– двумерные слои, соответственно, из ориентированных в одну и противоположные стороны тетраэдров и октаэдров, П– пустой межслоевой промежуток. В этих случаях большинство рефлексов расположены вдоль эллипсов, а часть рефлексов – вне линии эллипсов (рис.1а). Приведены схемы (рис.1б), объясняющие происхождение дополнительных рефлексов, расположенных не на линии эллипсов. Узлы 015 и $\bar{1}15$(также 016 и $\bar{1}16$), находящиеся на одинаковых расстояниях от оси *c* и от плоскости МП, в отличии от первого случая, где они должны налагаться друг на друга, в данном случае (случае 2) выходят на разных местах ПЭ (рис.1*а*,*б*). Как видно из рис.1*а*

при вращении от узловых рядов $\bar{1}1l$ на ПЭ будет зарегистрирован только два узла $\bar{1}15$ и $\bar{1}16$.

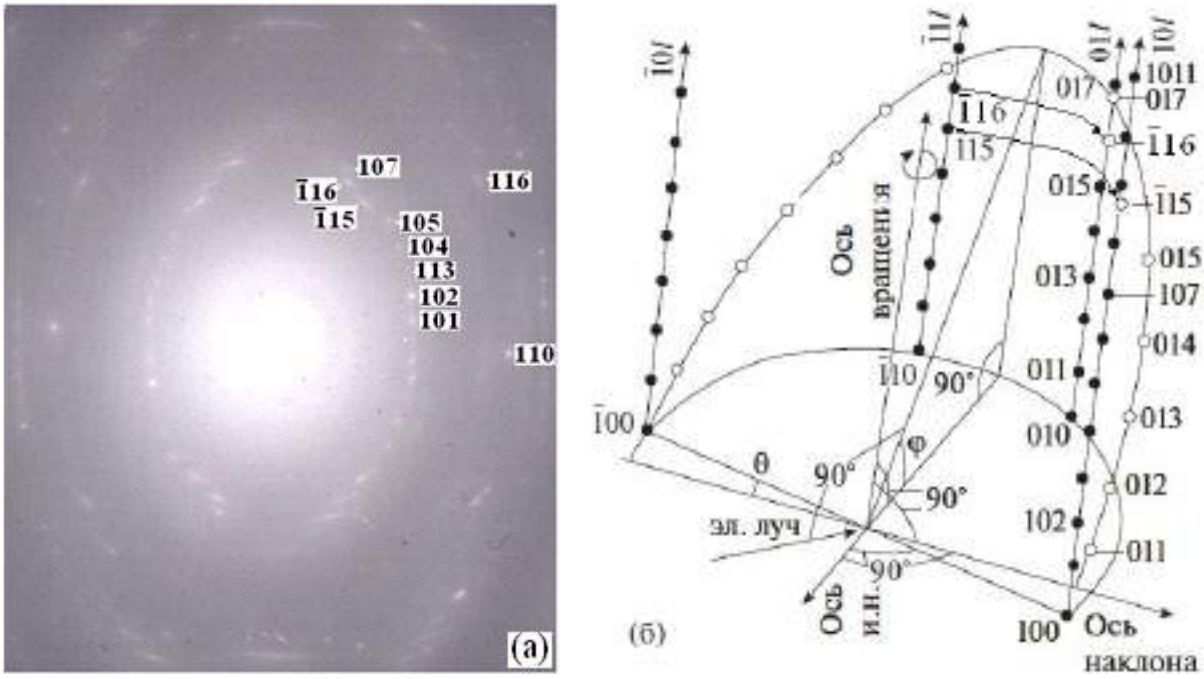


Рис. 1. Монокристалл 2H-политипа $MnGaInS_4Mg_{0.7}$ (φ = 35°, ω = 60°): а – электронограмма вращения, б – схема вращения и регистрации узлов (и, соответственно, рефлексов) обратной решетки на сечении сферы Эвальда. Черные кружки – узлы обратной решетки, расположенные параллельно оси 00l, а светлые кружки – узлы типа 01l и $\bar{1}1l$, регистрированные на сечении сферы Эвальда, ось И.Н. – ось исходного наклона пленки по отношению к плоскости кристаллодержателя, θ – угол между плоскостями пленки и кристаллодержателя.

Подобные схемы должны помочь при изучении кристаллической структуры пленок нанометровой толщины и пленочных систем, нанообразцов, нанотрубок и других нанообъектовв случае их произвольной ориентации.

[1] М.Г. Кязумов, С.М. Рзаева, А.С.Авилов. *Кристаллография*. Т.**67**. № 4. С. 561-566.2022

Структурные и поверхностные свойства пленок PbTe

Нуриев И.Р., Назаров А.М., Садыгов М.С., Фарзалиев С.С., Садыгов Р.М., Абдулсаламова В.Р.
Институт физики НАН Азербайджана
e-mail: afinnazarov@yahoo.com

Узкозонные полупроводники группы A^4B^6 (PbS, PbSe, PbTe и т.д.) и барьерные структуры на их основе привлекают вниманию исследователей из за широкого использования их в области детекторов излучения в инфракрасной области спектра. Ширину запрещенной зоны этих материалов можно регулировать путем изготовления их твердых растворов и изменением условий их нанесения.

PbTe является одним из ярких соединений этой группы из за большое значение коэффициента преломления, химической стабильности их молекул и простоты технологии нанесения их тонких пленок. К настоящему времени использованы различные методы, такие как: термическое напыление из лодочек, метод горячих стенок, взрывное испарение, а также молекулярно лучевая эпитаксия. В данной работе сообщается о получение совершенных тонких пленок PbTe толщиной 1÷3 мкм, методом конденсации молекулярных пучков в вакууме 10^{-4} Па. В качестве испарителя был использован ячейка Кнудсена, изготовленная нами из особо чистого графита. В качестве подложки использовались пластины BaF_2 (100) свежесколотые перед процессом эпитаксии.

Исследованы температурные интервалы 50÷300°C и 500÷900°C соответственно для подложки и испарителя. Установлено, что пленки PbTe близкие по структуре к монокристаллам получаются при температурах подложки 300°C и источника 900°C. В этих условиях рост пленки происходил со скоростью 0.5 мкм/мин. В дальнейшем, нами приводится результаты исследований пленок PbTe полученные на этом режиме.

Проведен рентгенодифракционные исследование порошка PbTe, который был использован исходным материалом для получения пленки PbTe, и самой пленки PbTe. Показано что, все дифракционные максимумы для порошка относятся к PbTe с гранецентрированной кубической кристаллической фазой со структурой каменной соли с постоянной решеткой, a=6.46 nm. Отсутствие пиков, относящихся к Pb, Te или других фаз в порошке свидетельствует о том, что после синтеза получился однофазное соединение PbTe. В случае пленки, можно сказать что, на обеих подложках получается пленки сильно текструированное в направлении (200).

Из результатов сканирующей электронной микроскопии (JEOL JSM-6610LV Scanning Electron Microscope (SEM)) выявлено, что в спектре полученных пленок были обнаружены только линии Pb (49.99 ат.%) и Te (50.01 ат.%) очень близким к стехиометрическому составу.

Таким образом, в результате проведенного исследования определен оптимальный режим получения пленок PbTe с термическим напылением из одного источника.

Электронно-дифракционное исследование нанокристаллов в системе BaF2-LaF3

Николайчик Н.И.[1*], Авилов А.С.[2], Соболев Б.П.[2]

[1]Институт технологии микроэлектроники и особочистых материалов, РАН, 6, ул. академика Осипьяна 6, Черноголовка, МО, 142432
[2] Институт кристаллографии им. А.В.Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Ленинский пр. 59, Москва, 119333
** e-mail: nikola@iptm.ru*

Методами электронной дифракции и элементного анализа в просвечивающем электронном микроскопе изучен фазовый состав нанокристаллов: $Ba_{1-x}La_xF_{2+x}$ (x=0, 0.051, 0.105, 0.25, 0.35, 0.40) с флюоритовой структурой CaF_2 и нанокристаллов: $La_{1-y}Ba_yF_{3-y}$ (y=0, 0.05, 0.09) тисонитовой фазы со структурой LaF_3 [1,2]. Нанокристаллы получены из кристаллов, выращенных из расплавов. Рост концентрационных серий кристаллов проводился методом направленной кристаллизации Бриджмена во фторирующей атмосфере, подавляющей пирогидролиз. Структурные исследования проводили при ускоряющем напряжении 150 кВ в электронном микроскопе JEM-2000FX (JEOL), оборудованном системой элементного энергодисперсионного анализа INCA (Oxford Instruments). Образцы для электронно-микроскопических исследований готовились размалыванием в агатовой ступке и приготовлением суспензии в гексане с помощью ультразвукового диспергирования. Суспензия, содержащая частицы фторидов размером 1−5 мкм, осаждалась на тонкие углеродные пленки на поддерживающих бериллиевых сетках. Химический анализ проводился с области размером ~ 0.5 мкм при фокусировке электронного пучка. С этой же области наблюдалась картина электронной дифракции, что обеспечивало соответствие данных о локальной структуре и химическом составе.

Электронно-дифракционные исследования выявили, что образцы составов $Ba_{1-x}La_xF_{2+x}$ (x=0, 0.051, 0.105, 0.25, 0.35, 0.40) и $La_{1-y}Ba_yF_{3-y}$ (y=0, 0.05, 0.09) являются однофазными, содержащими, соответственно, флюоритовую и тисонитовую фазы.

Картины электронной дифракции кристалла $Ba_{1-x}La_xF_{2+x}$ с малым содержанием лантана (x=0.051) идентичны таковым для кристалла BaF_2. При большом содержании лантана (x=0.105, 0.25) появляется заметное диффузное рассеяние, более интенсивное для образца с x=0.25. Это говорит о присутствии в этих кристаллах кластеров структурных дефектов размерами порядка одной элементарной ячейки, внедренных в матричную фазу.

Упорядоченные кристаллиты имеют разные размеры в различных направлениях: наличие одноосной вытянутости сверхструктурных отражений говорит о пластинчатой форме кристаллитов. Можно предположить, что

структурная эволюция флюоритовых кристаллов $Ba_{1-x}La_xF_{2+x}$ с увеличением содержания бария протекает сначала в виде появления во флюоритовой матрице BaF_2 кластеров, из которых затем формируются нанокристаллиты с упорядоченной кристаллической структурой. Природа упорядочения связана, по-видимому, с катионным упорядочением бария и лантана в сверхячейке (сверхячейках) на основе BaF_2. Анализ расположения сверхструктурных отражений на дифракционных картинах позволил определить ориентации упорядоченных кристаллитов в массиве флюоритовой матрицы.

Обнаружено, что LaF_3 и тисонитовая фаза $La_{1-y}Ba_yF_{3-y}$ с малым содержанием бария (y=0.05) имеют низкотемпературную упорядоченную *l*-кристаллическую форму (пр. гр. $P\bar{3}c1$, Z=6). Дифракционные картины малой части тисонитовых кристаллитов из $La_{1-y}Ba_yF_{3-y}$ с y=0.09 имеют высокотемпературную разупорядоченную *h*-кристаллическую форму (пр. гр. $P6_3/mmc$, Z=2). Таким образом, показано, что в ряду тисонитовых кристаллов $La_{1-y}Ba_yF_{3-y}$ при увеличении содержания бария наблюдается трансформация кристаллической структуры от *l*-формы к *h*-форме через промежуточное состояние, реализующееся, по-видимому, в узком интервале составов. Характеризация кристаллической решетки промежуточного состояния тисонитовых кристаллов между *l*- и *h*-формами требует дальнейших структурных исследований.

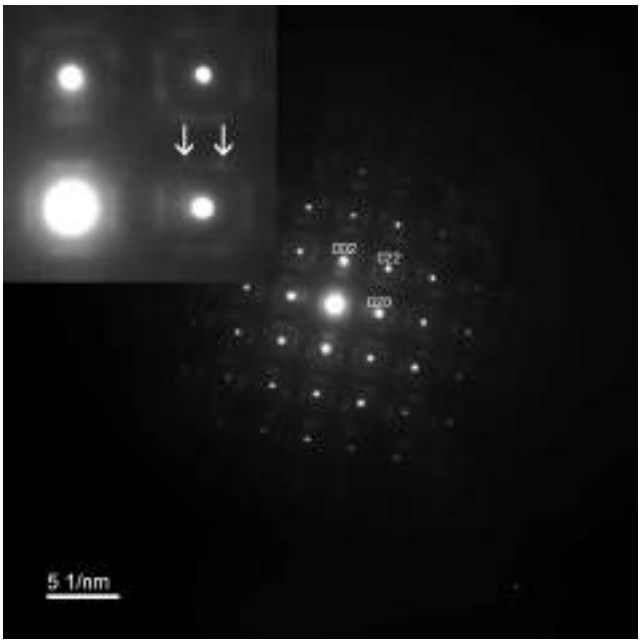


Рис. Картины электронной дифракции кристаллов $Ba_{1-x}La_xF_{2+x}$ с x=0.35 в дифракционной зоне [110]. На рис. показана вставка с увеличенной центральной области дифракционных картин со стрелками, указывающими позиции сверхструктурных отражений.

Список литературы:

[1] B.P. Sobolev The Rare Earth Trifluorides. The High Temperature Chemistry of Rare Earth Trifluorides, Institute of Crystallography, Moscow, and Institut d'Estudis Catalans, Barcelona: Institut d'Estudis Catalans, Spain, 520 p, 2000.

[2] Nikolaychik V.I., Sobolev B.P., Zaporozhets M.A., Avilov A.S. Crystallography Reports. Vol. 57. Issue 2.P. 299. 2012.

Исследование распределения химических элементов в комбинированных конструкциях, полученных аддитивными технологиями

Никулина А.А.[1], Долгова С.В.[1]

[1]Новосибирский государственный технический университет
e-mail: a.nikulina@corp.nstu.ru

Комбинированные соединения «никелевый сплав - сталь» используются во многих отраслях промышленности, таких как авиастроение, энергетика, нефтехимическая и морская. К традиционным способам соединения данных сплавов относятся сварка и наплавка. Актуальным методом формирования данных соединений является метод прямого лазерного осаждения, относящийся к аддитивным технологиям. Помимо того, что аддитивные технологии обеспечивают формирование изделий сложной геометрической формы, которые невозможно получить традиционными способами, метод прямого лазерного осаждения позволяет быстро изменять состав материала получаемого изделия, благодаря смешиванию разных типов порошков в ванне плавления. Таким образом, можно получать гибридные или градированные металлические композиты [1, 2]. При этом особенности взаимодействия разнородных материалов в зоне сплавления при послойном выращивании в настоящее время исследованы недостаточно.

Целью данной работы являлось изучение особенностей распределения химических элементов при формировании комбинированных конструкций системы «инконель - сталь», полученных методом прямого лазерного осаждения.

В работе использовались порошки Inconel 625 и AISI 316L с размером частиц 15-45 мкм. Выращивание осуществляли на наплавочно-сварочном комплексе в Институте теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН. Данные о химическом составе переходных областей сформированных материалов получали методом микрорентгеноспектрального анализа с использованием энергодисперсионной приставкой INCA X-Act, установленной на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss EVO 50 XVP.

Анализ распределения химических элементов при переходе от одного слоя к другому в случае смены материалов позволяет выделить четыре зоны (рис. 1). Первая зона – инконель (характерно высокое содержание никеля и пониженное по сравнению со сталью содержание железа. Вторая зона, в которой основная область инконель, а также присутствуют участки с содержанием железа на уровне исходной стали и пониженным его содержанием за счет повышения концентрации никеля. Третья область

преимущественно характеризуется участками стали и областями с повышенным содержанием никеля. При этом концентрация никеля в них ниже, чем в исходном инконеле. Четвертая зона - сталь (характерно высокое содержание железа и некоторое присутствие легирующих элементов Ni, Cr и Ti).

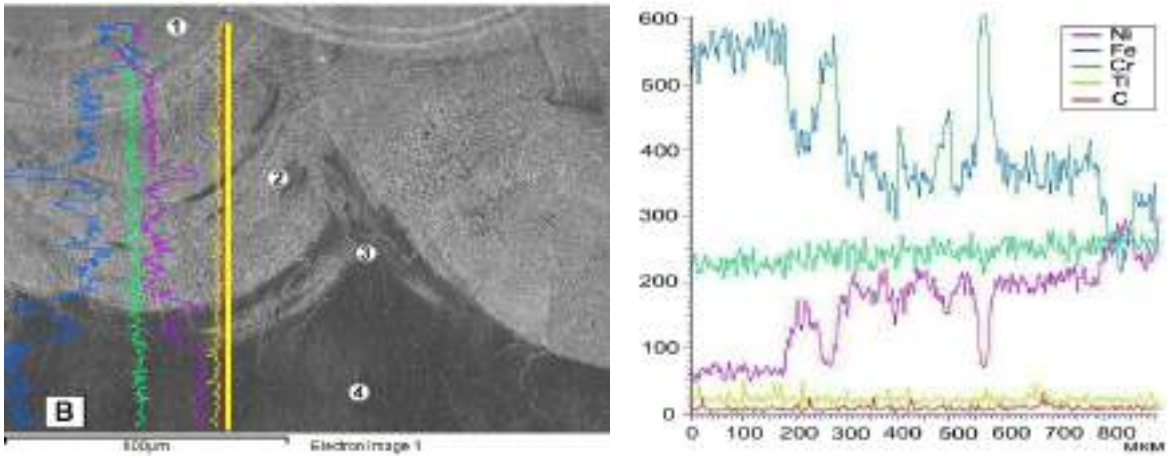


Рис.1. Распределение химических элементов в переходной зоне конструкции «инконель - сталь»

Таким образом, в зоне соединения разнородных материалов в композиции «сталь - инконель», полученных методом прямого лазерного осаждения, зафиксировано формирование переходных областей с различным содержанием никеля и железа, в пределах которых возможно формирование интерметаллидов.

Исследования выполнены на оборудовании ЦКП "Структура, механические и физические свойства материалов" (соглашение с Минобрнаукой № 13.ЦКП.21.0034, 075-15-2021-698).

Список литературы:

[1] B.E. Carroll, R.A. Otis, J.P. Borgonia, *Acta Materialia*, **Volume** 108, Page 46-54 (2016).
[2] B. Chen, Y. Su, Z. Xie, *Optics & Laser Technology*, **Volume** 123, № 105916 (2020).

Поведение цилиндрических наночастиц из никеля в магнитных полях различного типа

Хайретдинова Д. Р.[1, 2*], Долуденко И. М.[1, 3], Ризванова А.[1, 2], Загорский Д.Л.[1]

[1]ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия
[2]НИТУ "МИСИС", Москва, Россия
[3]НИУ ВШЭ, Москва, Россия
**e-mail: hairetdr@gmail.com*

Наноразмерные магнитные частицы представляют большой интерес для практических применений - создании элементов микроэлектроники, сенсоров, транспортных микрокапсул и т. п. Одним из перспективных типов таких частиц являются цилиндрические магнитные наночастицы (ЦМНЧ). При их получении серьёзной проблемой является агломерация, вызванная их магнитным взаимодействием. В работе было опробовано несколько методов выкладки (нанесения на поверхность) ЦМНЧ с приложением внешнего магнитного поля.

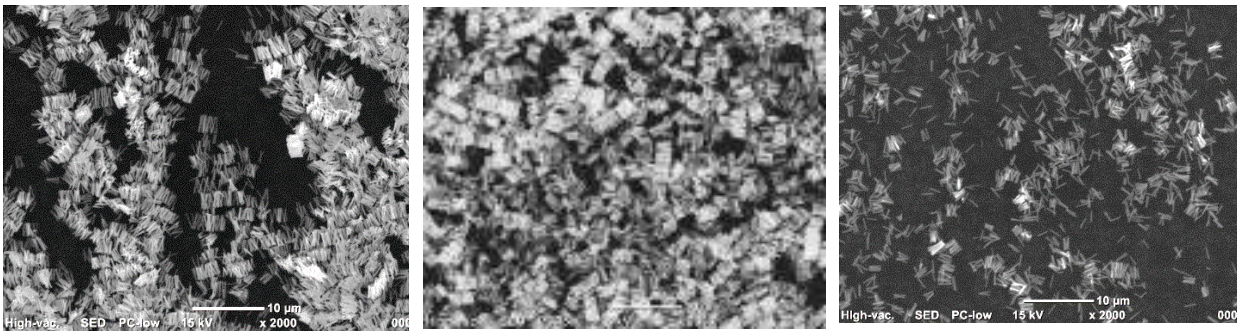
В работе на первом этапе были получены массивы слоевых нанопроволок Ni/Cu (с чередованием слоёв магнитного и немагнитного металла). Для этого использовался метод матричного синтеза- гальваническое заполнение металлами пор в матрице-трековой мембране, с диаметром пор 100 нм. На последующем этапе производилось последовательно удаление полимерной матрицы в растворе NaOH и удаление медных слоёв в каждой нанопроволоке в растворе аммиака. В результате образовывались отдельные ЦМНЧ из никеля (диаметром 100 нм и длиной 400 нм), находящиеся в виде взвеси в растворе [1]. Отметим, что метод матричного синтеза даёт возможность получения частиц почти правильной геометрической формы.

Дальнейшая выкладка ЦМНЧ проводилась на поверхность стекла при выпаривании растворителя. Этот процесс осуществлялся во внешнем магнитном поле тремя способами: в постоянном поле (B = 0,2 Тл), в переменном по направлению (вращающемся) магнитном поле (B = 0,1 Тл, υ = 10 Гц) и в переменном магнитном поле с нагревом образца до 100 °C. Нанесённые на поверхность стекла ЦМНЧ были затем перенесены на проводящий скотч с сохранением их расположения.

Полученные образцы были исследованы методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) JEOL JSM 6000+ в режиме вторичных электронов при ускоряющем напряжении 15 кВ. Примеры полученных микрофотографий представлен на рисунке 1.

Результаты микроскопии показали, что применение постоянного магнитного поля не приводит к устранению их агломерации. Однако в этом случае наблюдается ориентация агломератов наночастиц вдоль силовых

линий магнитного поля. Отметим, что получаемые структуры могут найти применение при создании металл-полимерных композитов с управляемой магнитной анизотропией или для применения ЦМНЧ в качестве компонентов устройств для гипертермии.



а) б) в)

Рис. 1. СЭМ-изображения полученных ЦМНЧ: а) после выкладки в постоянном магнитном поле, б) после выкладки в переменном магнитном поле, в) после выкладки в переменном магнитном поле с нагревом

Выкладка ЦМНЧ в переменном магнитном поле также не устраняет их агломерацию, но приводит к разориентировке агломератов. Их расположение становится более равномерным по всей исследуемой поверхности. Подобный метод может быть применен для равномерного распределения частиц в оболочке полиэлектролитных микрокапсул для локальной доставки лекарств.

Применение нагрева совместно с вращающимся магнитным полем способствует значительному уменьшению агломерации. Этим методом возможно выделение отдельных наноструктур как для практического применения, так и для их последующих исследований (например, методами зондовой микроскопии).

Благодарность: Авторы выражают благодарность Апелю П.Ю. (ОИЯИ г. Дубна) за предоставление трековых мембран. Работа выполнена в рамках гранта РНФ № 22-22-00983 "Синтез, структура и магнитные свойства нанопроволок из 3d-металлов" с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН.

Список литературы:

[1] И. М. Долуденко, А. В. Михеев, И. А. Бурмистров, Д. Б. Трушина, Т. Н. Бородина, Т. В. Букреева, Д. Л. Загорский, *Журнал технической физики*, **90**, 1435 (2020).

Исследование пленок оксида цинка, полученных электронно-лучевым испарением

Сергеев А.П.[1], Фирсов А.А.[1], Привезенцев В.В.[1,*], Иржак Д.В.[2], Терещенко А.Н.[3]

[1]ФГУ ФНЦ "НИИ системных исследований РАН", Москва 117218, Россия

[2]Институт проблем технологии микроэлектроники и особо чистых материалов РАН, Черноголовка, Московская обл. 141432, Россия

[3] Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка, Московская обл. 141432, Россия

**corresponding author e-mail: seralpet@yandex.ru*

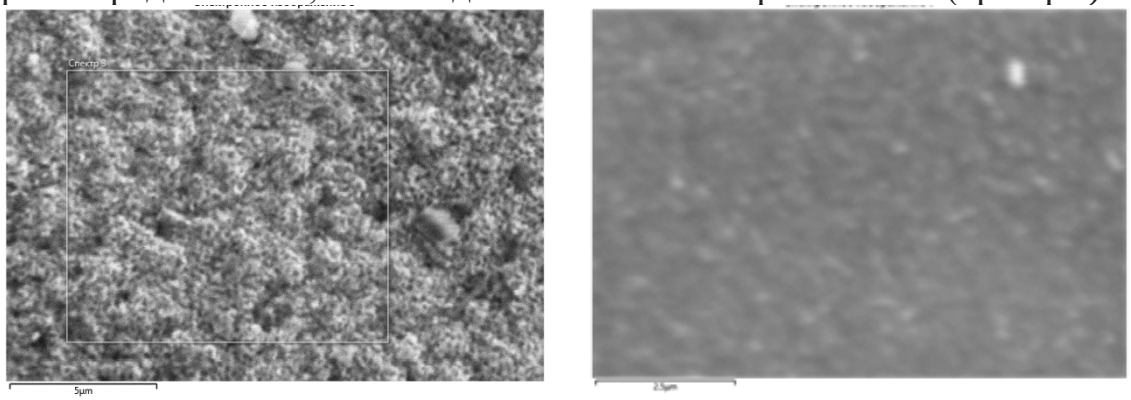
В настоящее время широко изучается вопросы создания резистивной памяти с произвольным доступом (ReRAM, Resistive random-access memory) - оперативной памяти, управляемой электрическим полем, на основе ряда оксидов переходных металлов (TiO_x, NiO_x, HfO_2). В этом приборе слой диэлектрика является управляемым постоянным резистором с двумя переключаемыми уровнями сопротивления. Также было показано, что пленки ZnO могут иметь мемристорные ВАХ в зависимости от степени окисления в них цинка. Такие пленки перспективны, благодаря совместимости их технологии с КМОП-технологией. В связи с этим возникает необходимость изучения процесса их формирования таких пленок и их свойств.

В данной работе исследуются состав, структура и свойства пленки ZnO толщиной 300-500нм, напыленной на кварцевую подложку методом электронно-лучевого испарения. Источником для напыления служила таблетка ZnO, полученная методом спекания из порошка оксида цинка класса ОСЧ. Затем напыленные пленки отжигалась на воздухе в диапазоне температур от 300 до 500^{o}C с шагом 50^{o}C в течение 30 мин.

Структура поверхности пленки ZnO была исследована с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) СОХЕМ$^{+}$ в режиме вторичной электронной эмиссии (ВЭ) в сочетании с энерго-дисперсионнной спектроскопией (ЭДС). Для идентификации полученных фаз использовался рентгено-фазовый анализ (РФА) с помощью дифрактометра DISCOVER D8 (Bruker)с вращающимся медным анодом. Дополнительно для исследования изменения фазы ZnO в процессе отжигов использовалась фотолюминесценция (ФЛ) в диапазоне 325-600нм при температуре 10К с накачкой He-Cd лазером с длиной волны 325нм.

На рис.1 представлены РЭМ-ВЭ-изображения (а) поверхности пленки ZnO после напыления. Установлено, что после напыления (рис.1а) поверхность пленки ZnO неровная: на ней находятся бугорки с размером

порядка 1μм (яркие пятна), чередующиеся с впадинами (темные пятна) несколько меньшего размера. После отжига при 450°С поверхность несколько сглаживается (рис.1б): на ней выявляются как светлые пятна (бугорки) с размером порядка 100нм, так и отдельные темные черные пятна (кратеры).



а) *б)*

Рис.1. РЭМ-ВЭ-изображение поверхности пленки ZnO после напыления (а) и после отжига при 450°С (б).

На рис.2 представлена дифрактограмма РФА для пленки ZnO толщиной 500нм, отожженной при 450°С. Видно, что такой отжиг приводит к появлению монокристаллического слоя ZnO с гексагональной структурой (пики отражения (002) и (004)). Интенсивность дифракционных пиков указывает, что гексагональный фаза ZnO обладает высоким совершенством кристаллической структуры.

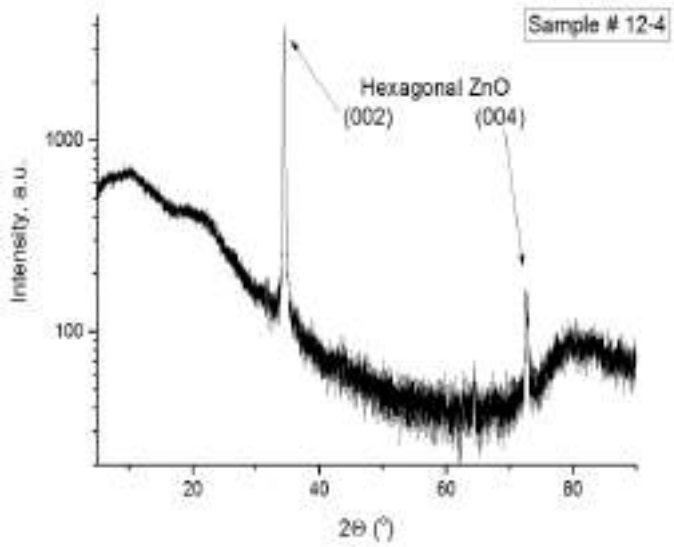


Рис.2. Дифрактограмма.

Измеренные спектры ФЛ имеют характерный пик на длине волны около 420нм, связанный с нестехиометрическими дефектами в ZnO, поскольку в напыленных пленках присутствует избыточный цинк. По мере отжига этот

пик ФЛ последовательно уменьшается. Пик на длине волны 370нм, вызванный экситонной люминесценцией в оксиде цинка, увеличивается с температурой отжига по мере окисления избыточного нестехиометричного цинка.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 19-29-03007-МК, а также в рамках госзадания ФГУ ФНЦ НИИСИ РАН № ЕNEP-2022-0003 и госзадания ИФТТ РАН.

Исследование структуры тонких пленок аморфного политетрафторэтилена методом дифракции электронов

Кулыгин А.К., Садовская Н.В., Авилов А.С.[1*], Васин О.И.[2]

[1]ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва
[2]Краснодарское военное училище, г.Краснодар
[*]e-mail: avilovanatoly@mail.ru

Политетрафторэтилен (ПТФЭ) обладает рядом свойств, которые делают его уникальным среди других полимеров. Например, он химически инертен к большинству агрессивных сред, поверхностная энергия ПТФЭ является одной из самых низких для всех известных твердых тел, для него характерен рекордно низкий коэффициент трения (порядка 0.05 по стали). Свойства ПТФЭ предопределяют его широкое применение, а также активное изучение различными методами.

ПТФЭ является высокомолекулярным соединением: его молекулы состоят из большого числа одинаковых групп атомов CF_2 с химическими связями. Исходным мономером для получения ПТФЭ служит тетрафторэтилен.

ПТФЭ является частично кристаллическим полимером с наличием кристаллической и аморфной фазы, находящихся в состоянии равновесия. Кристаллическая фаза характеризуется упорядоченным расположением макромолекул в полимере, при этом упорядоченность соблюдается на расстояниях, превышающих размеры макромолекулы в сотни и тысячи раз. Аморфная фаза характеризуется хаотическим расположением макромолекулы в высокомолекулярном состоянии с некоторой упорядоченностью структуры, соблюдаемой на относительно небольших расстояниях, соизмеримых с размером макромолекулы,

В отличие от кристаллической фазы, которая исследовалась рентгеновскими и электронномикроскопическими методами [1-3], аморфная фаза изучалась сравнительно мало, структурных исследований почти не проводилось [4]. В то же время аморфная фаза составляет определенную, иногда существенную часть ПТФЭ и поэтому в большой степени влияет на его физические свойства Основная цель данного исследования - получение чисто аморфной фазы и изучение ее атомной структуры с помощью построения функции радиального распределения и ее анализа.

Проведено электронографическое исследование при ускоряющем напряжении 100 кВ образца политетрафторэтилена (ПТФЭ) в виде тонкой плёнки, приготовленной путём спекания из суспензии фторопласта Ф4Д. Применён разработанный авторами прецизионный электронный дифрактометр на базе электронографа ЭМР-102. Получена типичная электронограмма аморфного типа. Расположение атомов в структуре ПТФЭ

определяется структурой полимерных цепей и потому не соответствует аморфной структуре в общепринятой форме. В настоящей работе проанализирована возможность применения в этом случае ранее разработанного авторами метода на основе формализма функции радиального распределения (ФРР) атомов. Выполнена необходимая адаптация метода. Полученная по экспериментальной электронограмме ФРР (рис.1) соответствует оной, рассчитанной по данным рентгеноструктурного анализа [4] о координатах атомов в полимерной цепи кристаллической фазы ПТФЭ. Первый пик на обеих ФРР (1.1 Å < r < 1.8 Å) соответствует кратчайшим расстояниям C-C и C-F, его площадь на экспериментальной ФРР близка к теоретическому значению 2. Второй широкий пик на этих ФРР (2.1 Å < r < 3.2 Å) соответствует набору 13 межатомных расстояний F-F, C-F и C-C в одной полимерной цепочке (молекуле) ПТФЭ.

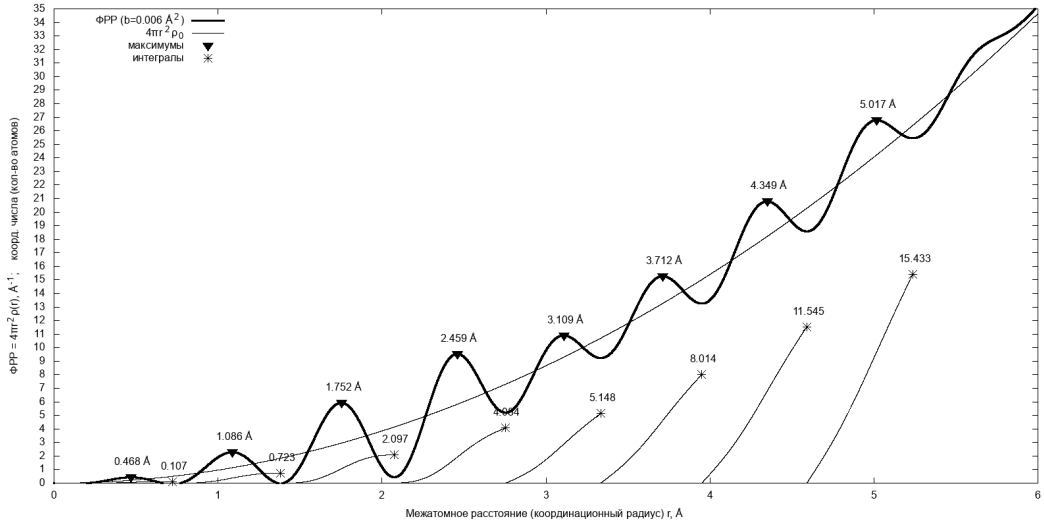


Рис.1. Функции радиального распределения (ФРР) атомов в структуре фторопласта для значения теплового параметра b = , Для построения всех ФРР принята расчётная плотность 2.15 г/см^3 [5].

Пики на графике можно интерпретировать как координационные пики со следующими параметрами:

Координационный радиус, Å	r_1=1.75	r_2=2.46	r_3=3.11	r_4=3.71	r_5=4.35	r_6=5.02
Координационное число	n_1=2.09	n_2=4.08	n_3=5.15	n_4=8.01	n_5=11.54	n_6=15.43

Следует отдельно отметить, что результаты вышеприведённых расчётов соответствуют плотности вещества 2.15 г/см^3, полученной в результате

измерения плотности контрольного образца. Во всём диапазоне рассчитанные значения координационных чисел n_1, n_2, n_3, n_4 оказываются близкими к целым числам 2, 4, 5, 8 соответственно.

Расположение атомов в структуре фторопласта фактически определяется ковалентными связями C–C и C–F.

Список литературы

[1] Bunn C. W., Howells E. R.//Nature. **V**. 174. P. 549—551, (1954)

[2] Clark E. S., Muus L. T.// Z. Kristallogr. **Bd**. 117. S. 108—118, (1962)

[3] Clark E. S., Muus L. T.// Ibid. S. 119—127.

[4] Антипов, Е. М., Игнатьева, Л. Н. и др. // Кристаллография, **Т**. 55, № 4, С. 651– 656, (2010)

[5] Kalistratova L. F., Mashkov Y. K., Egorova V. A. // Inorganic Materials Applied Research, **V**. 9, no. 4, P. 687–692, (2018).

Микроструктура полупроводниковых тонких пленок $Cu_2NiSn(S,Se)_4$

Станчик А.В.[1,2], Осмоловская Т.Н.[2], Ракитин В.В.[3], Гапанович М.В.[3]

[1]ГНПО «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению»
[2]Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники
[3]Институт проблем химической физики Российской академии наук
e-mail: alena.stanchik@bk.ru

В настоящее время актуальной задачей фотовольтаики является разработка тонкопленочных светопоглощающих материалов на основе недорогих, широко распространенных в природе и нетоксичных составляющих элементов, что будет способствовать крупномасштабному производству солнечных батарей. В последние годы полупроводниковые соединения на основе меди типа $Cu_2ASn(S,Se)_4$ (A = Mg, Ca, Ba, Fe, Ni, Mn, Zn и др.) привлекают большое внимание в качестве потенциальных поглощающих слоев в тонкопленочных фотоэлементах благодаря своим оптимальным значениям оптической ширины запрещенной зоны (1,0–1,5 эВ) и высоким коэффициентом поглощения света в видимой области (~10^4 $см^{-1}$). Тонкие пленки $Cu_2NiSn(S,Se)_4$ (CNTSSe) рассматриваются как альтернатива классическим материалам ($CuInGa(S,Se)_2$, CdTe) [1–3]. Однако в литературе представлено мало данных о синтезе пленок CNTSSe и их исследовании.

В данной работе представлены результаты исследования микроструктуры тонких пленок CNTSSe, полученных путем термообработки электрохимически осажденных прекурсоров Ni/Cu/Sn/Ni на подложках стекло/Mo в парах халькогена (серы и селена). Данные элементного состава, микрофотографии и карты распределения элементов были получены с помощью растрового электронного микроскопа серии ZEISS EVO (EDX-приставка).

Металлические слои прекурсоров Ni/Cu/Sn/Ni осаждались последовательно при постоянной плотности тока на подложки стекло/Mo с общим соотношением элементов Cu : Sn : Ni = 50 : 25 : 25 (%). Суммарная толщина осажденных прекурсоров во всех случаях составляет 779–808 нм (рис. 1), что соответствует технологически задаваемой (800 нм).

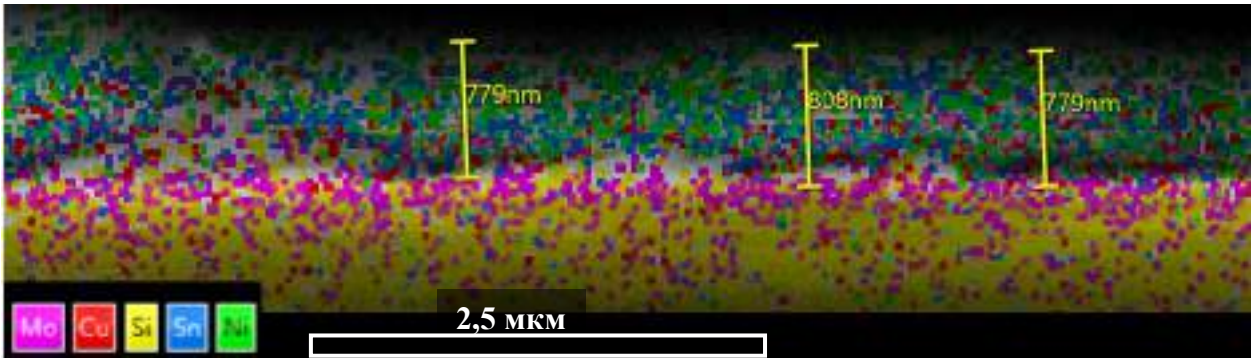


Рис.1. Поперечное сечение прекурсора Ni/Cu/Sn/Ni на подложке стекло/Mo

Как видно из рисунка 2*а*, поверхность прекурсоров характеризуется однородной структурой с небольшим количеством нанометровых пор, обусловленных технологией электрохимического осаждения. Тем не менее, данный метод позволяет получить многослойную структуру с равномерным распределением наносимых металлов (Cu, Sn, Ni) по поверхности.

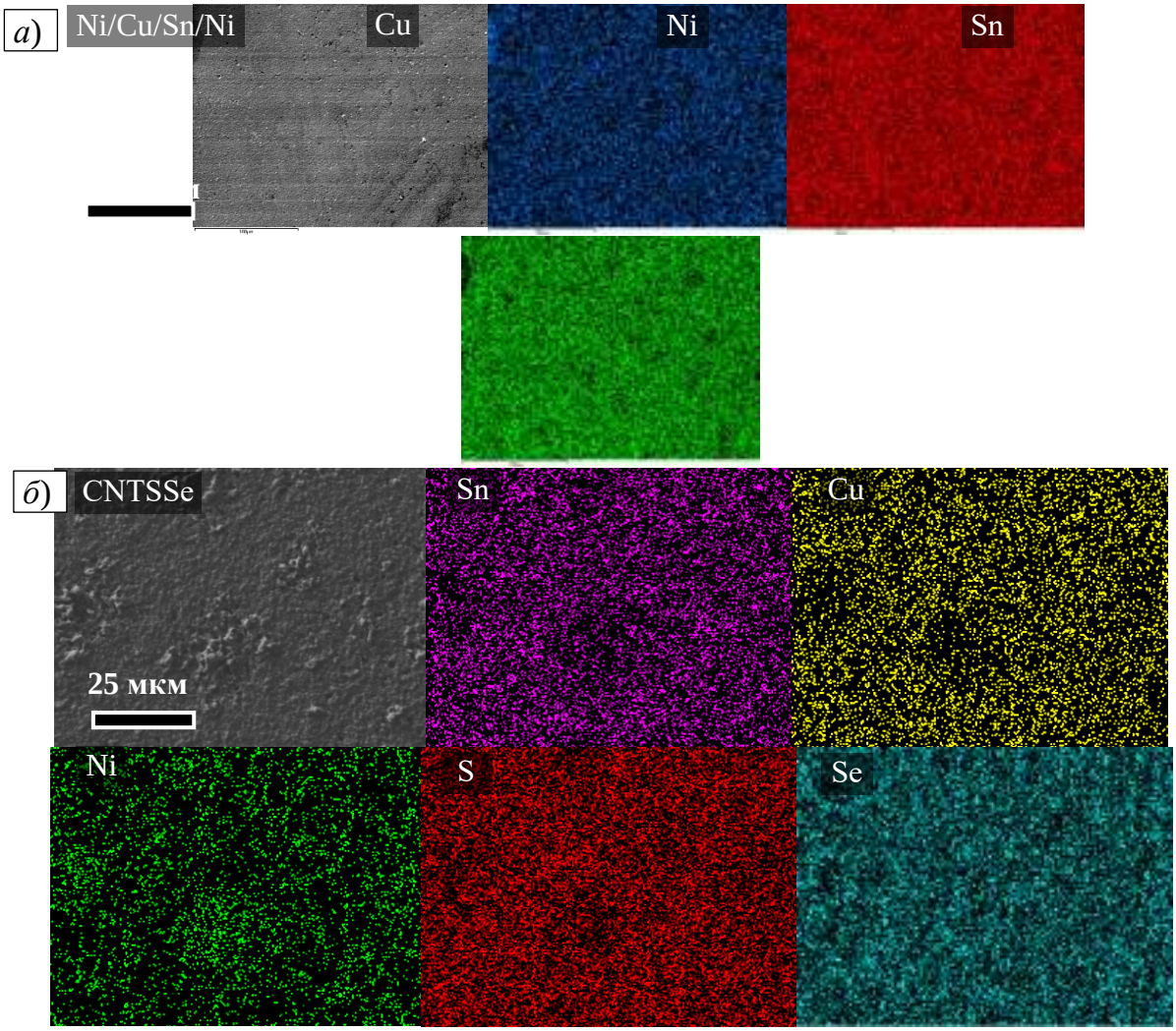


Рис.2. Поверхность прекурсора Ni/Cu/Sn/Ni (а) и тонкой пленки CNTSSe (б) с картами распределения

Термообработка прекурсоров в парах халькогена приводит к формированию пленок CNTSSe с близким к стехиометрии элементным составом: Cu – 20,2 ат.%; Sn – 12,5 ат.%; Ni – 11,6 ат. %; S – 33,0 ат.%; Se – 22,7 ат.%. Пленки имеют однородную поверхность без трещин и пор с небольшими образованиями. Тем не менее входящие в состав пленок элементы характеризуются равномерным распределением по поверхности (рис. 2*б*).

Данная работа поддержана Белорусским республиканским фондом фундаментальных исследований (проект №Т21РМ-033) и Российским фондом фундаментальных исследований (грант №20-58-04005).

Список литературы:

[1] O.F. Yüksel, F. Ozel, Ü. Akın, and N. Tugluoglu, *Physica B*, **625**, 413530 (2022).
[2] S. Rondiya, N. Wadnerkar, Y. Jadhav, S. Jadkar, S. Haram, and M. Kabir, *Chem. Mater.*, **29**, 3133−3142 (2017).
[3] N. Bitri, S. Dridi, F. Chaabouni, and M. Abaab, *Materials Letters*, **213**, 31–34 (2017).

Проблемы исследования структуры наночастиц силиката кальция, стабилизированных аминокислотами

Маглакелидзе Д.Г., Блинова А.А., Гвозденко А.А., Голик А.Б., Ясная М.А.

ФГАОУ ВО Северо-Кавказский федеральный университет
e-mail: ogoniock2015@mail.ru

За последние 20 лет все более актуальной задачей является исследования различных форм эссенциальных микроэлементов. Это обусловлено их необходимостью в функционировании, росте и развитии живых организмов [1,2]. Так, одними из основных элементов в формировании и укреплении костных тканей являются *Ca* и *Si*. Важно отметить, что они являются строительными материалами костных клеток и катализаторами биохимических реакций, тем самым играя большую роль в процессах минерализации кости.

В свою очередь, возникает множество проблем при исследовании структуры образцов, которые покрыты биологически-активными веществами (БАВ), методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Это обусловлено тем, что БАВ по своей природе являются диэлектриками, а также ввиду биологического происхождения веществ, при попадании на поверхность пучка электронов она начинает разрушаться путем сгорания молекул. Таким образом, целью работы стало исследования структуры наночастиц силиката кальция, стабилизированных аминокислотами.

Наночастицы силиката кальция получали методом химического осаждения в водной среде. В качестве прекурсора кальция использовали ацетат кальция, а осадителем выступал силикат натрия. Стабилизаторами являлись: *L*-треонин, *L*-лизин, *L*-цистеин, *L*-изолейцин, *L*-валин, *L*-гистидин и *L*-метионин. На первом этапе синтеза с помощью метода точной навески готовили растворы силиката натрия и ацетата кальция с концентрацией 0,8 моль/л. Затем в раствор силиката натрия добавляли 0,27% масс. аминокислоты. На следующем этапе в систему добавляли раствор прекурсора кальция. Полученные золи отмывали дистиллированной водой с помощью центрифуги до $pH = 7$. Далее, отмытые осадки высушивали в сушильном шкафу при температуре 80°C.

Микроструктуру полученных образцов наночастиц исследовали методом СЭМ на приборе *MIRA3-LMH LMH* с системой определения элементного состава *AZtecEnergy Standard/X-max 20* [3]. Результаты представлены на рисунке 1.

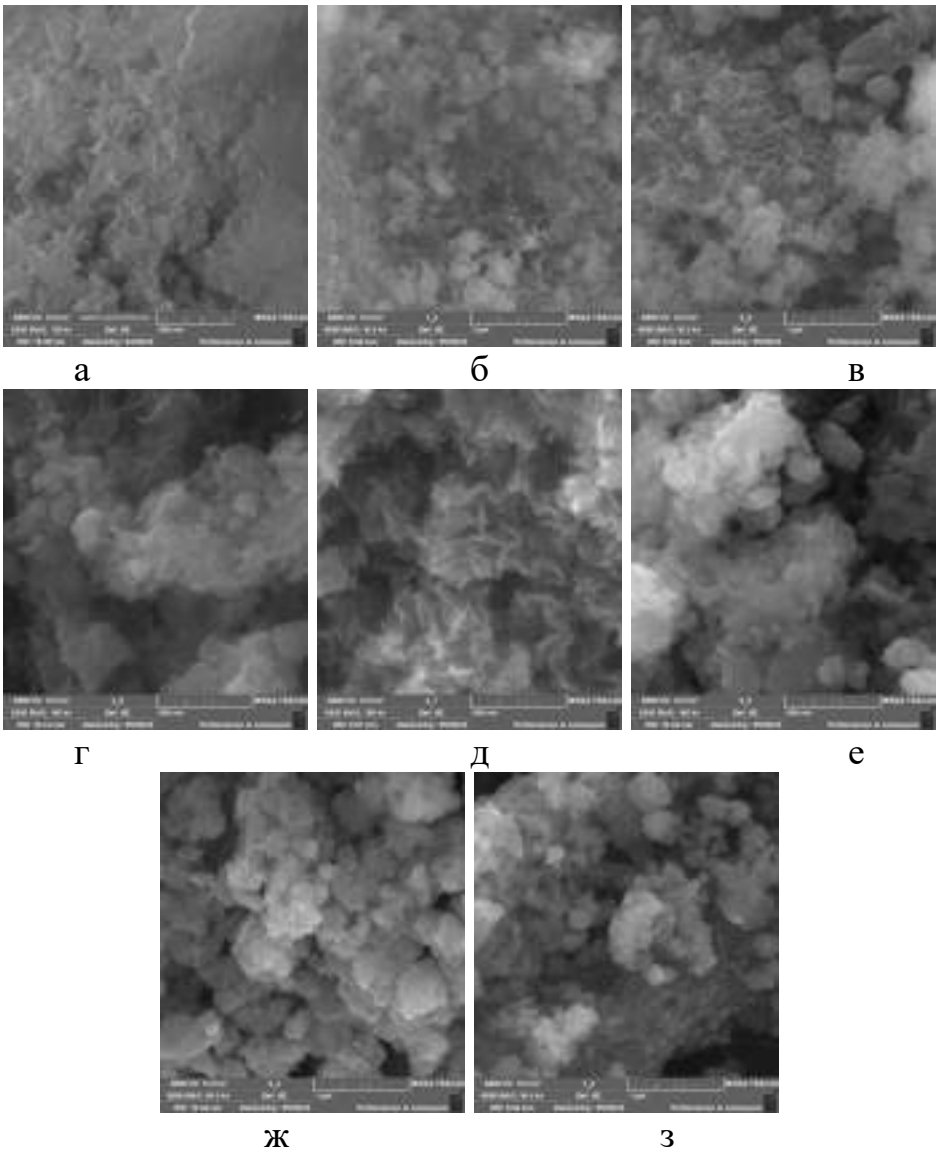


Рисунок 1 – СЭМ-микрофотографии образцов силиката кальция, стабилизированных: а – без стабилизатора, б – L-треонином, в – L-лизином, г – L-цистеином, д – L-изолейцином, е – L-валином, ж – L-гистидином, з – L- метионином

Анализ полученных результатов показал, что поверхность образцов $CaSiO_3$ как без стабилизатора, так и с аминокислотами представлена пластинчатыми структурами, собранными в агрегаты. Установлено, что добавление аминокислоты в наночастицы силиката кальция не оказывает большого влияния на структуру образцов.

Таким образом, в ходе работы исследована микроструктура образцов наночастиц силиката кальция, стабилизированных аминокислотами. В дальнейшем планируется исследование физико-химических и медико-

биологических свойств данного материала для применения его в регенеративной медицине.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Совета по грантам Президента Российской Федерации (проект СП-476.2022.4).

Список литературы:

[1] M. Yasnaya, A. Blinov, A. Blinova et al. *Sovremennaya nauka i innovatsiya*. 1(33). 22-28. (2021).

[2] S. Siddiqui, A. Blinov, A. Serov et al. *Coatings*. **11**.7. (2021).

D. Kuleshov, A. Blinov, A. Blinova et al. *Physio-chemical aspects of the study of clusters, nanostructures and nanomaterials*. **13**. 250-262. (2021).

Моделирование атомных конфигураций меди на поверхности частиц диоксида церия

Черковский Е.Н.[1], Кускова А.Н. [1,2], Жигалина О.М.[1,3]

[1]ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН
[2]ФАУ «ЦАГИ» им. Н.Е.Жуковского
[3]МГТУ им. Н.Э. Баумана
e-mail: ev.cherkovskiy@yandex.ru

Современные технологические тенденции определяются экологичностью и, в частности, политикой нулевого выброса, которая подразумевает исключение загрязнения окружающей среды вредными отходами при генерации энергии. Это обуславливает поиск альтернативных источников энергии, наиболее производительными из которых являются водородные топливные элементы, позволяющие вырабатывать электроэнергию посредством проведения окислительно-восстановительных реакций водорода. Эффективность и долговечность таких элементов определяется, в первую очередь, чистотой реагентов (отсутствием монооксида углерода), высокую степень которой достичь весьма затруднительно.

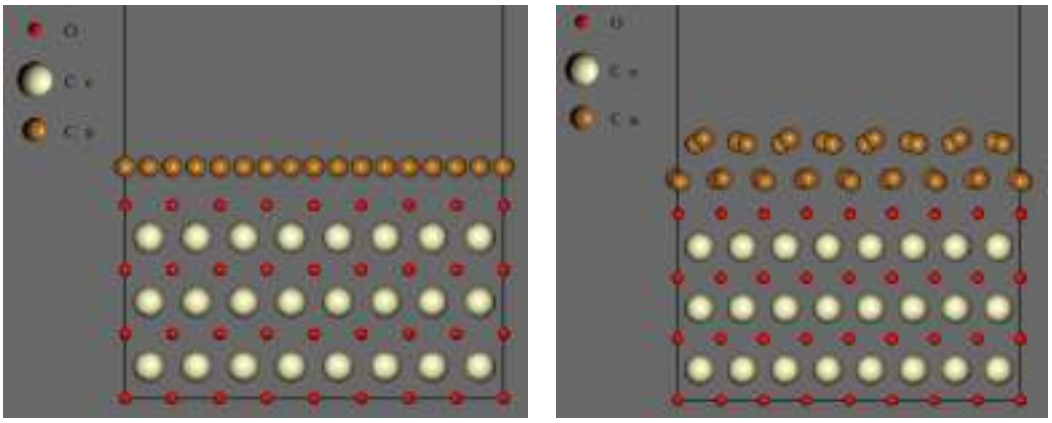
Композиционные наноматериалы, состоящие из наночастиц диоксида церия и меди, имеют выдающуюся перспективу использования в каталитических системах топливных элементов с протонообменной мембраной, поскольку позволяют проводить реакцию избирательного окисления монооксида углерода в самом элементе, повышая его эффективность и долговечность. Такие катализаторы состоят из наночастиц диоксида церия, по поверхности которых распределены атомы меди в виде моно- и биатомных слоёв и кластеров. Известно, что свойства такого нанокомпозита в большой степени определяются характером распределения меди по поверхности наночастиц оксида [1].

Целью данной работы являлось установление наиболее энергетически выгодных атомных конфигураций меди на поверхности наночастиц диоксида церия методами квантово-механического моделирования. Результаты моделирования сравнивали с экспериментальными данными, полученными методами электронной микроскопии высокого разрешения.

Моделирование проводили с помощью программного обеспечения «Quantum Espresso» с использованием основ теории функционала плотности и метода псевдопотенциала [2,3]. Такой подход позволяет, с одной стороны, рассматривать структуру материала как систему взаимодействующих электронов и неподвижных атомных ядер, поведение которой описывается волновой функцией с помощью уравнения Шрёдингера, а с другой – использовать программируемые вычислительные алгоритмы для

установления атомной структуры материала, описывая узлы решётки дискретными функциями – псевдопотенциалами – и используя метод самосогласованного поля.

На первом этапе моделирования уточнили периоды решётки объёмного кристалла диоксида церия с выбранными псевдопотенциалами церия и кислорода. Затем на поверхность кристалла наносили слой атомов меди (рис. 1а) и проводили послойную релаксацию такой структуры, начиная с внешнего атомного слоя. Такой итерационный подход позволил определить конфигурацию интерфейса двух компонентов нанокомпозита CeO_2-Cu (рис. 1б) и учесть взаимное влияние кристалла диоксида церия и слоёв меди.



а б

Рис.1. Конфигурация поверхностного слоя меди на кристалле диоксида церия до (а) и после (б) релаксации

Список литературы:

[1] Chen, Aling, et al. *Nature Catalysis* 2.4 (2019)
[2] P. Giannozzi et al., *J. Phys.:Condens*. Matter 21 395502 (2009)
[3] P. Giannozzi et al., *J. Phys.:Condens.* Matter 29 465901 (2017)

Исследование неоднородной кристаллизации микропроводов на основе железа

Фукс А.А.[1,2], Аксёнов О.И.[2], Аронин А.С.[1,2]

[1]Национальный исследовательский университет «Высшая школа экономики», Москва, Россия
[2]Институт физики твёрдого тела им. Ю.А. Осипьяна РАН, Черноголовка, Россия
e-mail: artemfux@yandex.ru

Аморфные микропровода, изготовленные методом Улитовского – Тейлора, и ленты, изготовленные методом затвердевания расплава на вращающейся поверхности, в силу особенностей процессов изготовления имеют различное напряженное состояние, хотя их химические составы могут быть идентичны [1, 2]. Величина закалочных напряжений в ленте – десятки МПа. В отличие от лент в микропроводе существует неоднородное по радиусу распределение напряжений. Оно обусловлено тем, что в центральной части микропровода преобладают растягивающие напряжения, а в приповерхностной области - сильные сжимающие (порядка единиц ГПа) [1, 2]. При снятии оболочки происходит понижение общего уровня напряжений на несколько сотен МПа [1, 2]. Подобное различие в напряженном состоянии не только влияет на процесс перемагничивания и форму петли гистерезиса [3, 4], но и должно влиять на процессы образования кристаллов на начальных стадиях.

В данной работе изучаются микропровода и ленты на основе сплавов железа с химическими составами $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$ и $Fe_{77,5}Si_{13,5}B_9$. Термообработка проводилась в течение 20 минут при 753 К и 703 К для сплавов Fe-Si-B-Cu-Nb и Fe-Si-B соответственно. При нагреве происходит выделение из аморфной матрицы нанокристаллов твердого раствора кремния в ОЦК-железе α-Fe(Si). Основное различие в процессах кристаллизации сплавов Fe-Si-B и Fe-Si-B-Cu-Nb состоит в том, что в последнем нанокристаллы образуются по гетерогенному механизму на выделяющихся из аморфной матрицы медных кластерах. Средний размер зерен составляет 10–20 нм, при этом плотность нанокристаллов выше, чем плотность аморфной матрицы. Поэтому при кристаллизации отрицательный объёмный эффект будет являться причиной возникновения сжимающих напряжений между нанокристаллами и аморфной матрицей. Совокупное влияние имеющихся внутренних напряжений и дополнительных напряжений, возникающих вследствие компенсации объемного эффекта кристаллизации, может оказывать влияние на кинетику образования кристаллов при кристаллизации аморфных сплавов.

Теоретический анализ процесса кристаллизации показал, что образование нанокристаллов в микропроводах на основе железа происходит неоднородным

образом и ускоряется в приповерхностном слое, в области действия внутренних сжимающих напряжений. В то же время в аморфных лентах отсутствуют области со сжимающими напряжениями [4], поэтому они могут выступать в роли объекта, относительно которого можно оценить влияние напряжений на начальные этапы кристаллизации. Разработанная в рамках данной работы методика позволила изучить различия в протекании кристаллизации в поверхностной и центральной частях микропровода. Проведенные на дифрактометре SIEMENS D-500 с использованием Co K_α-излучения рентгенографические исследования микропроводов и лент $Fe_{73,8}Si_{13}B_{9,1}Cu_1Nb_{3,1}$ и $Fe_{77,5}Si_{13,5}B_9$ подтверждают различия в кинетике кристаллизации между микропроводами и лентами и свидетельствуют о наличии преимущественно кристаллизованной приповерхностной области микропровода. Однако более детальную информацию об изменениях в структуре, происходящих при термообработке микропроводов и лент, предстоит получить с помощью ПЭМ.

Список литературы:

[1] M. Carara, M. N. Baibich, and R. L. Sommer, Stress level in Finemet materials studied by impedanciometry, J. Appl. Phys. **91**, 8441 – 8443 (2002)
[2] H. Chiriac, T. A. Ovari, and G. Pop, Internal stress distribution in glass-covered amorphous magnetic wires, Phys. Rev. B **52**, 10104 – 10113 (1995)
[3] N. N. Orlova, V. S. Gornakov, and A. S. Aronin, Role of internal stresses in the formation of magnetic structure and magnetic properties if iron-based glass coated microwires, J. Appl. Phys. 121, 205108 (2017)
[4] O. I. Aksenov, A. A. Fuks, and A. S. Aronin, The effect of stress distribution in the bulk of a microwire on the magnetization processes, J. Alloys Compd. **836**, 155472 (2020)

Исследование влияния ближнего упорядочения на остаточное электросопротивление разбавленных растворов алюминия с щелочными и щелочноземельными металлами

к.ф.-м.н. Скоробогатова Т.В. [1]к.ф.-м.н.Крисько О.В. [1]
Ph.D. Skorobogatova T.V., Ph.D. Krisko O.V.

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

Алюминиевые сплавы широко используются в промышленности. Разбавленные растворы металлов с алюминием, применяемые на практике, требуют не только экспериментального, но и теоретического исследования влияния различных факторов на физические свойства этих растворов.

Известно, что существенное влияние на остаточное электросопротивление твердых растворов может оказывать ближнее упорядочение атомов [1,2]. В работе предлагается методика расчета остаточного электросопротивления растворов щелочных и щелочноземельных металлов в алюминии с учетом искажений идеальной решетки за счет разных размеров атомов раствора (размерный эффект) с помощью гладкого нелокального модельного псевдопотенциала (ГНМП) [2-4]. Исследуется влияние различных типов ближнего упорядочения на остаточное электросопротивление.

При расчетах используется ГНМП простых металлов [3-4]. В этом потенциале учитывается изменения его параметров при изменении плотности электронов, окружающих атом примеси в растворе, то есть ГНМП обладает свойством трансферабельности. Именно такие потенциалы, по нашему мнению, необходимо использовать при моделировании физических свойств твердых растворов и сплавов металлов. В расчетах структурных факторов размерного эффекта использовалась модель Борна-Бегби оценки силовых взаимодействий атомов [5]. ГНМП и модель Борна-Бегби успешно использовались при расчете температурной зависимости электросопротивления алюминия [6].

Остаточное сопротивление на атомный процент примеси с учетом размерного эффекта для разбавленных поликристаллических растворов можно представить в виде [2]

$$\rho_{ост} = \frac{3\pi m \Omega R_B^3 (2Ry)}{8E_F} \int_0^2 \left[\left|\Delta w(x)\right|^2 S_{sro}(x) - 2\overline{w}(x)\Delta w(x) S_1(x) + \left|\overline{w}(x)\right|^2 S_2(x) \right] x^3 dx,$$

здесь $\overline{w}(x)$, $\Delta w(x)$ - средний по концентрации и разностный формфакторы бинарного раствора металлов в атомных единицах. m, Rb, Ry - масса

электрона, радиус Бора, постоянная Ридберга в системе СИ соответственно. Ω, E_F - средний объем, приходящийся на атом, и энергия Ферми почти свободных электронов раствора в атомных единицах соответственно. $x = q / k_F$ - безразмерный модуль вектора рассеяния квазиэлектронов металлического раствора. $S_{sro}(x)$ - структурный фактор рассеяния квазиэлектронов с учетом ближнего порядка, но без учета размерного эффекта. $S_1(x)$ - структурный фактор рассеяния квазиэлектронов с учетом ближнего порядка и линейного размерного эффекта. $S_2(x)$ - структурный фактор рассеяния квазиэлектронов с учетом ближнего порядка и квадратичного размерного эффекта.

При задании формфакторов потенциала в атомных единицах размерность получаемого по этой формуле сопротивления равна $мкОм \cdot см / ат\%\, примеси$. Эту размерность обычно используют в экспериментах по измерению остаточного сопротивления разбавленных растворов. Это выражение используется в работе для сравнения теоретических значений остаточного сопротивления разбавленных растворов с экспериментальными, а также для изучения влияния размерного эффекта и ближнего упорядочения на остаточное сопротивление.

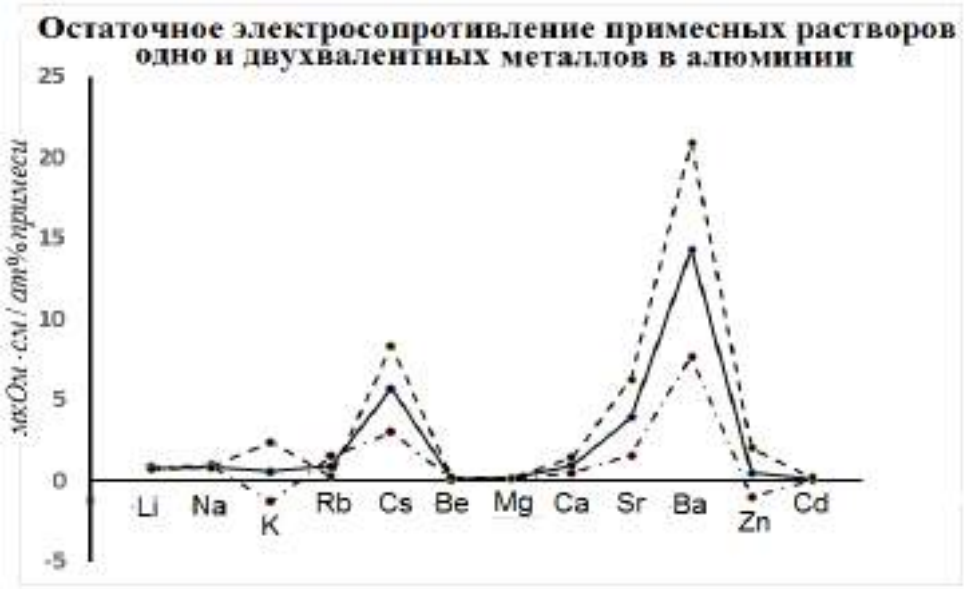


Рис.1 Теоретический расчет остаточного электросопротивления растворов алюминия с одно и двухвалентными примесями простых металлов. Сплошная ломанная кривая соединяет значения остаточного электросопротивления, расчитанные без учета ближнего упорядочения. Пунктирная и штрихпунктирная кривая соединяет значения остаточного сопротивления, расчитанные с учетом ближнего упорядочения и размерного эффекта на первых двух координационных сферах. Шриховая кривая – параметр ближнего порядка на первой координационной сфере равен -0.5, на

второв равен 0.5. Шрихпунктирная кривая – параметр ближнего порядка на первой координационной сфере равен 0.5, на второй равен -0.5.

В работе проводились расчеты остаточного электросопротивления растворов алюминия с одно и двухвалентными примесями простых металлов. Моделировались значения электросопротивления с учетом ближнего упорядочения и размерного эффекта. Рассаматривались варианты возможного наличия однородного или неоднородного ближнего порядка. Исследовалось влияние на значения электросопротивление двух типов ближнего упорядочения: ближнего порядка и ближнего расслоения. В случае наличия ближнего порядка параметр порядка на первой координационной сфере имеет отрицательное значение, в случае расслоения – положительное. Моделировалось электросопротивление растворов с неоднородным ближеним порядком с учетом и без учета ближнего упорядочения. В работе обсуждается совпадение с экспериментальными значениями. На Рис. 1 приведены расчитанные значения электросопротивления твердых растворов одно и двухвалентных простых металлов в алюминии. Видно, что вклад ближнего упорядочения в остаточное электросопротивление может быть значительным (до 50%). Для большинства растворов учет ближнего упорядочения приводит к повышению электросопротивления, а расслоение к понижению. Исключением являются растворы с калием и цинком. В работе обсуждаются причины подобного влияния упорядочения на остатосчное электросопротивление растворов простых металлов в алюминии.

Список литературы

1. Иверонова В.И., Кацнельсон А.А. Ближний порядок в твердых растворах. – М.: Наука, 1977. – 256 с.
2. Силонов В.М. Микроскоптческая теория ближнего порядка в твердых растворах. – М.: Издательский дом «спектр». 2020, – 285 с.
3. Крисько О.В. Новый гладкий нелокальный модельный потенциал простых металлов / О.В. Крисько, В.М. Силонов, Т.В. Скоробогатова, Д.П. Бокарев // Вестник Московского университета. – Сер. 3. Физика. Астрономия. – 2006. – № 1. – С. 76–77.
4. Крисько О.В., Силонов В.М., Скоробогатова Т.В. Модельные псевдопотенциалы ионов простых металлов в конденсированном состоянии // Радиоэлектроника. Наносистемы. Информационные технологии. – М.: РАЕН. – 2012. – Т. 4. – № 2. – С. 108–125
5. Кривоглаз М.Ф. Диффузное рассеяние рентгеновских лучей и нейтронов на флуктуационных неоднородностях в неидеальных кристаллах. – Киев, 1984. – 286 с.
6. Крисько О.В., Скоробогатова Т.В. Расчет температурной части

электросопротивления алюминия с помощью гладкого нелокального модельного потенциала (ГНМП) простых металлов // Современные проблемы науки и образования. – 2014. – № 6. – С.1711–17.

Распределение элементов в нанопроволоках из сплава FeNi в зависимости от диаметра

Долуденко И.М. [1,3], Загорский Д.Л.[1], Хайретдинова Д.Р.[1, 2], Каневский В.М.[1]

[1]Федеральный научно-исследовательский центр "Кристаллография и фотоника" Российской академии наук, Москва, Россия
[2]Национальный исследовательский технологический университет "МИСИС", Москва, Россия
[3]Национальный исследовательский университет «Высшая школа экономики», Москва, Россия
e-mail: doludenko.i@yandex.ru

В данной работе методом гальванического заполнения пор трековых мембран были получены нанопроволоки (НП) из сплава FeNi, приближенные по составу к пермаллою. Целью работы было изучение топографии НП, установление зависимости элементного состава и распределения элементов по длине НП от режимов синтеза. Так, было исследовано влияние диаметра пор матрицы и потенциала осаждения на получаемые НП.

В работе использовались матрицы с порами диаметром 65 нм и 30 нм. Потенциал осаждения изменялся в пределах от 1 до 2 В с шагом в 0,25 В от образца к образцу. Сравнение хроноамперограмм показало сходство гальванического процесса в матрицах разного типа. Показано, что с увеличением потенциала осаждения сила тока и скорость роста образцов увеличивались.

После получения полимерная матрица удалялась, а полученные массивы НП изучались методом растровой электронной микроскопии с микроанализом. Исследование проводилось на микроскопе JEOL JSM 6000 Plus в режиме вторичных электронов с ускоряющим напряжением 15 кВ. Локальность пучка для исследования распределения элементов по длине составляла 1,5 – 2 мкм.

Пример получаемых микрофотографий НП представлен на рисунке 1, там же отмечены зоны проведения интегрального и локального анализа.

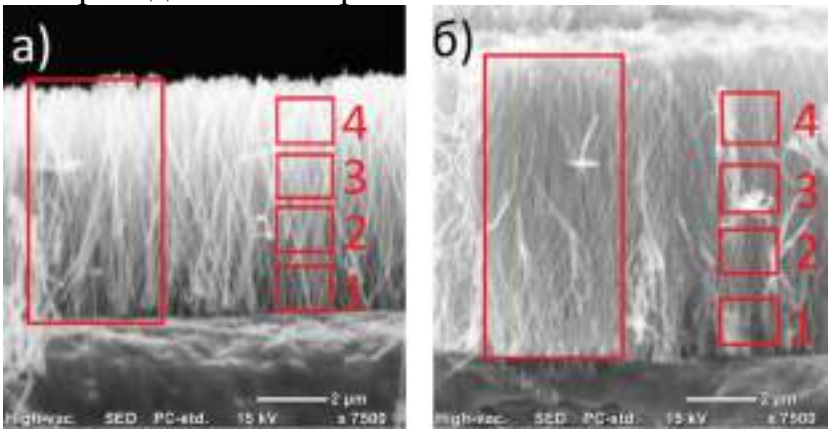


Рис.1. РЭМ-изображения образцов FeNi НП, полученных в матрицах с диаметрами пор: а) 65 нм, б) 30 нм. (прямоугольниками отмечены области проведения элементного анализа)

Анализ полученных изображений свидетельствует о том, что диаметр синтезированных НП несколько больше диаметра пор. Причиной этого может быть формированием слоя окисла на поверхности НП на воздухе после удаления матрицы.

Результаты интегрального элементного анализа показали, что состав НП отличается от состава электролита: содержание железа в НП выше, чем в ростовом электролите. Причиной этого может быть т.н. аномальное соосаждение железа. Явление это известно для электроосаждения объёмных материалов, в данном случае на его проявление будут влиять и размерные ограничения в узких поровых каналах. Показано, что величина эффекта уменьшается с уменьшением диаметра пор. Из полученных результатов также видно, что эффект аномального соосаждения уменьшается с увеличением ростового потенциала, что совпадает с результатами исследования подобных зависимостей в матрицах с большим диаметром пор [1].

Локальный элементный анализ показал изменение состава по длине НП. Так, для всех образцов с диаметром НП 65 нм концентрация Fe изменяется нелинейно: после начала роста уменьшается, а затем начинает увеличиваться. Можно предположить, что это связано с обеднением по железу электролита вблизи рабочей зоны в первые моменты роста НП. В случае осаждения в поры с диаметром 30 нм данный эффекта наблюдается только при ростовом потенциале 1В. При потенциале в 1,25 В и выше количество железа по мере роста НП увеличивается линейно.

На основе полученных данных можно сделать предположение о влиянии на формирование НП двух конкурирующих процессов. Первый связан с выводом водорода из пор и повышением pH вблизи зоны роста. Это интегрально снижает количество осаждаемого железа; эффект зависит от потенциала и диаметра пор. Второй – связан с диффузионными различиями ионов никеля и железа, что приводит к неоднородности распределения элементов по длине НП.

Авторы выражают благодарность Апелю П.Ю. (ОИЯИ г. Дубна) за предоставление трековых мембран; Кругликову С.С, (РХТУ им. Менделеева Д.И.) за ценные консультации. Работа выполнена в рамках гранта РНФ № 22-22-00983 "Синтез, структура и магнитные свойства нанопроволок из 3d-металлов".

Список литературы:

[1] Д.Л. Загорский, И.М. Долуденко, В.М. Каневский, А.Р. Гилимьянова, В.П. Менушенков, Е.С. Савченко, *Известия РАН. Серия физическая Т. 85. № 8*. (2021).

Ультраструктурное изучение реакции Блокового ядра мозга мышей после 30-суточного космического полета и недельной реадаптации к условиям земной гравитации.

Жуйкова Н.С.[1], Михеева И.Б.[1], Михайлова Г.З. [1], Павлик Л.Л.[1]

[1]ФГБУН Институт теоретической и экспериментальной биофизики РАН
e-mail: nat.zhuikova@mail.ru

В космическом полете в условиях микрогравитации возникают разнообразные глазодвигательные нарушения, к одним из которых относится атипичный вертикальный нистагм [1]. Механизмы данного нарушения зрения после космического полета изучены недостаточно. Блоковый нерв (лат. nervus trochlearis) — IV пара черепных нервов, иннервирует верхнюю косую мышцу (m. obliquus superior), которая поворачивает глазное яблоко кнаружи и вниз. Можно предположить, что важная роль в патогенезе атипичного нистагма принадлежит изменениям, происходящим в мотонейронах, иннервирующих мышцы глаза.

В данной работе методами морфологического анализа изучали структуру нейронов и нейропиля ядра блокового нерва у мышей линии C57/BL6, находившихся на биоспутнике Бион-М1, для оценки динамики изменений после длительного космического полета и ее восстановления через 7 дней реадаптации к земной гравитации. Животных делили на три группы (Гр.): Гр. Полет (5 шт.) – животные, находившиеся на биоспутнике; Гр. Реадаптация (5 шт.) – мыши, которые после космического полета адаптировались 7 дней к условиям земной гравитации; Гр. Контроль (8 шт.) – животные, которым были воссозданы условия космического полета, за исключением микрогравитации [2]. Головной мозг извлекали и на холодной подложке (тающий лед) выделяли нужный фрагмент мозга, содержащий блоковые ядра. Фиксацию фрагментов мозга, подготовку ультратонких срезов, их окрашивание и анализ проводили по протоколу, описанному ранее [3].

Трехмерная реконструкция нейронов блокового ядра (Рис.1-1) по гистологическим срезам 5 мкм показала, что объем сомы уменьшился в 2 раза в Гр. Полета и Реадаптации по сравнению с Гр. Контроля, при этом размер нейрональных ядер во всех изученных группах не менялся. В этих же группах объемы и длины почти всех дендритов снижались по сравнению с Гр. Контроля. В группе реадаптации число дендритов на нейрон было больше, чем у животных Гр. Контроля, также в Гр. Реадаптации появились нейроны с измененными дендритами (спраутинг и арборизация в вентро-латеральном направлении). Доля дендритов в вентро-латеральном направлении стала в 2.5 раза больше чем в Гр. Полета и Контроля.

Ультраструктурные исследования показали, что ядра нейронов в мозге мышей Гр. Контроля имели складчатую форму мембраны, а у животных группы полета они приобретали более упрощенную округлую форму. В Гр. Реадаптации число ядер со складчатой формой составляло 60% от общего числа ядер. В соме Гр. Полета увеличивалось количество митохондрий в 1.5, а в Гр. Реадаптации в 2.5 раза, по сравнению с Гр. Контроля (Рис. 1-2). Число аксо-дендритных синапсов у животных Гр. Полета уменьшалось в 2 раза. Наблюдали дегенерацию синаптических окончаний по «темному» типу. При реадаптации количество синапсов возрастало до контрольного уровня. (Рис. 1-3).

Пластические изменения мотонейронов ядра, вызванные микрогравитацией, во многом сохраняются при реадаптации к земной гравитации. Восстановление функции (преодоление нистагма) осуществляется не только путем обратимого восстановления структуры нейронов, но частично с использованием тех механизмов, которые сформированы в невесомости.

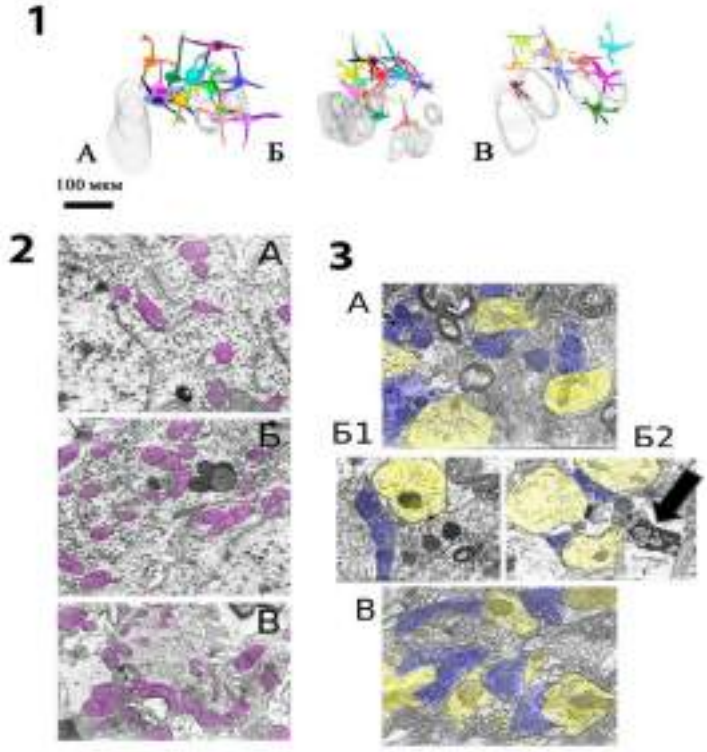


Рис.1. Результаты морфологического исследования.
1 – Пример реконструкции больших мотонейронов блокового ядра мозга мышей, 2 – Ультраструктурв цитоплазмы и 3 – нейропиль мотонейронов блокового ядра (X14000): 1-3А - Гр. Контроль, 1-3Б – Гр. Полет, 1-3В – Гр. Реадаптации к условиям гравитации; митохондрии выделены розовым цветом, желтым цветом выделены дендриты, синим – аксоны, стрелка указывает на дегенерацию аксо-дендритного синапса по «темному типу»

Список литературы:

[1] Корнилова и др., Физиология человека, 43, с. 80–93(2017).
[2] Andreev-Andreevsky et al., PLoS One.,18;9(8):e10483(2014).
[3] Mikheeva I.B. et al., Bull Exp Biol Med. 165(4):457-460(2018).

Электронная микроскопия дефектной структуры цеолита Y и ее влияния на формирование мезопор

Волков Р.Л.[1], Кукин В.Н.[1], Боргардт Н.И.[1], Иванова И.И.[2], Касьянов И.А.[2]

[1]Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, Москва, Зеленоград, пл. Шокина, д. 1
[2]Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, 119991, Москва, Ленинские горы, д. 1
e-mail: r.l.volkov@org.miet.ru

Цеолиты представляют собой широкий класс материалов с упорядоченной микропористой структурой, состоящих из тетраэдрических групп SiO_4 и AlO_4, выстроенных в кристаллическую решетку [1]. Одной из важных сфер их применения является катализ в нефтепереработке, при котором повышение эффективности крекинга может достигаться за счет улучшения доступа реагентов внутрь частиц цеолита через систему мезопор. Поэтому выявление закономерностей формирования мезопор является важной задачей.

В настоящей работе методами просвечивающей электронной микроскопии исследовалась дефектная и мезопористая структура разных модификаций цеолита Y. Исходный микропористый цеолит и цеолит с мезопорами 1-го вида представляли собой коммерческие образцы CBV-100 и CBV-720 соответственно [2, 3]. Цеолит с мезопористой структурой 2-го вида (CA-AH) формировался при деалюминировании лимонной кислотой и термопаровой обработке в присутствии NH_4OH цеолита CBV-100.

Приготовление электронно-микроскопических образцов выполнялось методом механической шлифовки и полировки кремниевого кристалла с массивом микроскопических углублений, заполненных эпоксидной смолой с частицами цеолита. Утонение образцов осуществлялось в установке Gatan PIPS 691 при помощи бомбардировки ионами аргона с энергией 0,5 кэВ на финальном этапе. Структура образцов исследовалась в просвечивающем электронном микроскопе Titan Themis 200, оснащенном корректором аберраций объективной линзы.

Исследование кристаллической структуры цеолита CBV-100 показало наличие дефектов: двойников, микродвойников и дефектов упаковки (рис. 1а). Они могли иметь звездчатое расположение с общим началом вблизи центра частиц цеолита, проходить насквозь через весь кристалл или ограничиваться дислокациями.

Просвечивающая электронная микроскопия цеолита CBV-720 выявила мезопоры диаметром до 20 нм (рис. 1б). Большинство из них имели прямолинейную цилиндрическую форму, но наблюдались также

искривленные или образующие замкнутый контур мезопоры. Высокоразрешающая электронная микроскопия (ВРЭМ) показала, что мезопоры образовались на дислокациях, ограничивающих микродвойники и дефекты упаковки, и ступеньках на границах между двойниками (рис. 1б). Следовательно, мезопоры унаследовали форму, размеры и протяженность указанных дефектов.

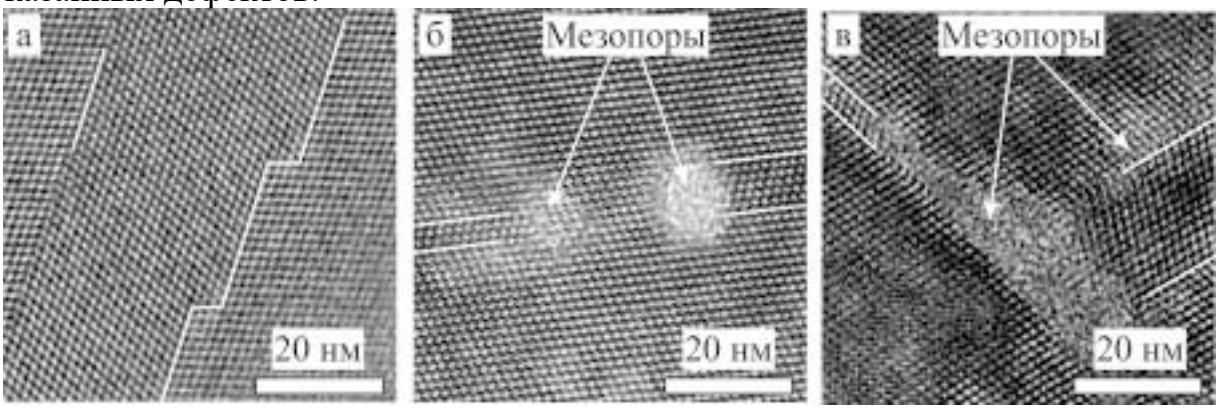


Рис.1. ВРЭМ-изображения двойниковых границ (линии) и мезопор в цеолитах цеолита CBV-100 (а), CBV-720 (б) и CA-AH (в)

Исследование образца CA-AH выявило почти округлые мезопоры диаметром менее 10 нм, расположенные по всему объему кристалла, но преимущественно сконцентрированные и объединенные в сплошные открытые мезопоры на плоскостях двойникования и дефектах упаковки (рис. 1в). Размеры мезопор коррелируют с размерами дефектных участков материала с близкорасположенными друг к другу плоскостями с нарушением порядка упаковки кристаллической решетки.

Таким образом, методами электронной микроскопии выявлена прямая взаимосвязь формирования мезопор в цеолите Y с его дефектной структурой, которую образуют двойники, дефекты упаковки и ограничивающие их дислокации. В цеолите CBV-720 мезопоры являются протяженными, имеют почти округлое сечение и образуются на месте дислокаций, ограничивающих дефекты упаковки и микродвойники, и на ступеньках границ двойникования. В цеолите CBV-100 после обработки лимонной кислотой и NH_4OH мезопоры главным образом образуются на дефектах упаковки и микродвойниках. Комплексный подход к формированию мезопор разного типа в цеолите Y может повысить эффективность его применения в качестве катализатора.

Список литературы:

[1] D. Kerstens, B. Smeyers, J. Van Waeyenberg, et al., *Advanced Materials*, **Volume 32,** Page 2004690 (2020).

[2] M.J. Mendoza-Castro, E. Serrano, J. García-Martínez, et al., *Advanced Materials Interfaces*, **Volume 8,** Page 2001388 (2021).

[3] R.L. Volkov, V.N. Kukin., I.I. Ivanova, et al., *ChemPhysChem*, **Volume 21,** Page 275.

Воздействие пылевой плазмы инертных газов с различными массами на пылевые частицы меламин-формальдегида

Карасев В.Ю.[1], Полищук В.А.[2], Горбенко А.П.[1]

[1]Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург
[2]Государственный университет морского и речного флота им. адмирала С.О.Макарова, Санкт-Петербург
e-mail: vpvova@rambler.ru

Изучается всесторонняя модификация поверхности и изменение размера полимерных частиц. Сферические частицы меламин-формальдегида диаметром 4 мкм вводятся в плазму стратифицированного тлеющего разряда в качестве пылевой компоненты и удерживаются в ловушках в течение заданного времени. Экспериментальная установка описана ранее в [1,2]. Извлеченные частицы помещаются в SEM “Merlin” для оценки диаметра и модификации поверхности. Наблюдение диэлектрических частиц из меламин-формальдегида требуют тщательного подбора параметров микроскопа, работающего в режиме сверхнизких энергий электронного пучка. На рис. 1, 2 показаны примеры изображений исходной калиброванной частицы и частицы после нахождения в пылевой ловушке в разряде в неоне.

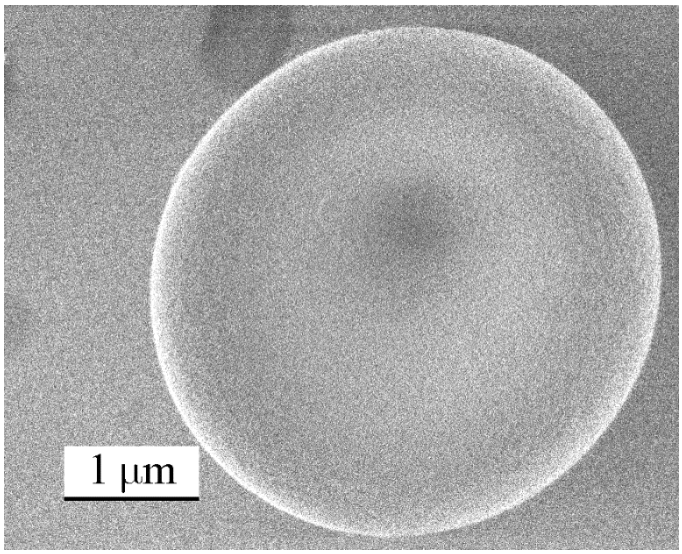


Рис.1. Исходная частица меламин-формальдегида

Получены результаты изменения размеров частиц и характера модификации поверхности в зависимости от времени обработки плазмой в инертных газах с существенным различием массы ионов – в неоне и криптоне. Во всех экспериментах наблюдается уменьшение размера пылевых частиц со временем, аналогично [1-3]. При равных токах и давлениях изменение размера частиц в плазме криптона происходит быстрее, чем в плазме неона. При

временах более 30 мин в криптоне размер частиц уже составляет порядка 0,5 мкм, т.е., уменьшается в 10 раз. Это качественно согласуется с разрабатываемой гипотезой о двухстадийном изменении во времени размеров частиц [4]. На первой стадии поверхность частиц нагревается, при небольшом изменении диаметра наблюдается увеличение неровностей на поверхности до 100 нм. На второй стадии частицы быстро теряют массу, утрачивают сферическую форму и полностью деградируют.

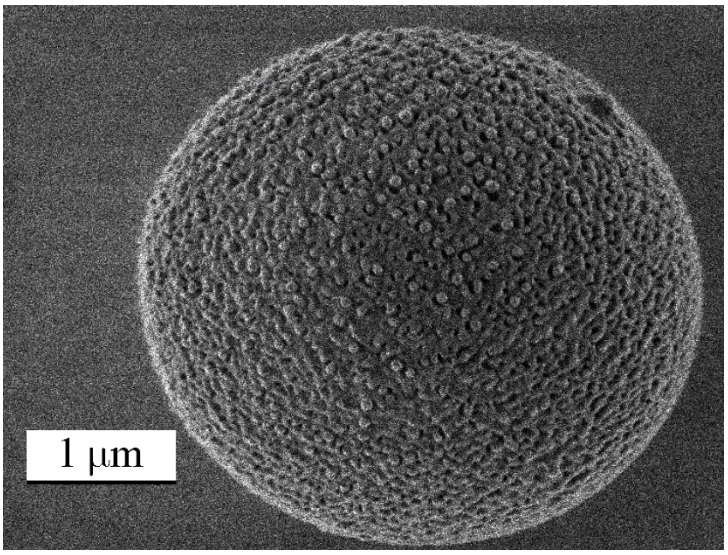


Рис.2. Частица меламин-формальдегида, модифицированная в неоновой плазме при условиях: p=0,3 Торр, i=2 мА, время нахождения в пылевой ловушке 35 минут.

На основании полученных данных выбраны параметры и времена эксперимента, при которых получается эффективная модификация структуры поверхности без существенного уменьшения размера частиц.

Работа поддержана Российским Научным Фондом (грант №22-12-00002).

Список литературы:

[1] A. Bouchoule, *Dusty Plasmas: Physics, Chemistry, and Technological Impact in Plasma Processing,* Wiley, Orlean (1999)
[2] V. Karasev, V. Polishchuk, A. Gorbenko, E. Dzlieva, M. Ermolenko and M. Makar, *Phys. Solid State*, **58**, 1041-1044 (2016).
[3] W. W. Stoffels., E. Stoffels, G. H. P. M Swinkels., M. Boufnichel, G. M. W. Kroesen*, Phys. Rev. E,* **59**, 2302 (1999).
[4] V. Karasev, V. Polischuk, E. Dzlieva, S. Pavlov and A. Gorbenko, *J. Phys.: Conf. Ser.*, **1556**, 012080 (2020).

Влияние продолжительного отжига на морфологию и оптические свойства пленок ZnO, полученных магнетронным напылением

Полищук В.А.[1], Томаев В. В.[2,3], Леонов Н. Б.[4], Вартанян Т. А.[4], Старицын М.В.[5]

[1]Государственный университет морского и речного флота им. адмирала С.О. Макарова, Санкт-Петербург
[2]Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет) Санкт-Петербург
[3] Санкт-Петербургский горный университет, 199106, Санкт-Петербург
[4] Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, Санкт-Петербург
[5]НИЦ «Курчатовский институт», ЦНИИ КМ «Прометей», Санкт-Петербург
e-mail: vpvova@rambler.ru

Изучалось влияние времени отжига на структурные и оптические свойства пленок ZnO, которые сформированы из пленок Zn полученных методом магнетронного напыления с последующим окислением в атмосфере воздуха. Пленки напылялись на подложки из кварца и сапфира. Выбор разных подложек был обусловлен их возможным влиянием на структуру поверхности пленок ZnO и оптические свойства. Термическое окисление в атмосфере воздуха осуществлялось в течение 7 и 24 часов соответственно, в программируемой муфельной печи при T = 750 °C. Морфологические изменения структуры пленок ZnO исследовались с помощью сканирующего электронного микроскопа «Merlin». Было обнаружено изменение структуры поверхности пленок в зависимости от времени отжига пленки Zn и материала подложки. Оптические свойства исследовались с помощью спектрофлуориметра RF-5301PC и SF-56.

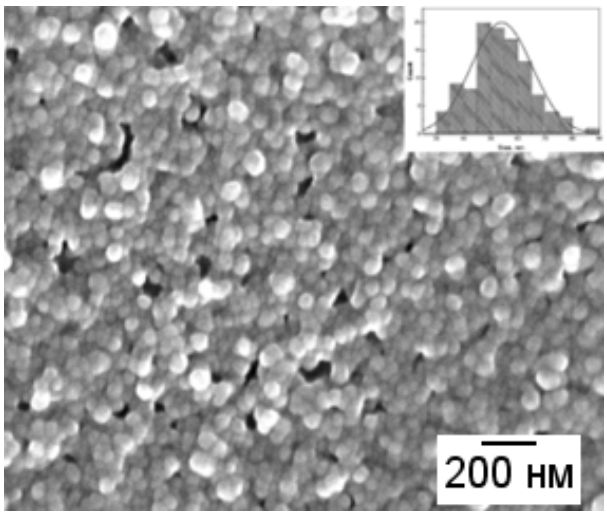


Рис.1. Пленка ZnO на кварце (отжиг 7 часов)

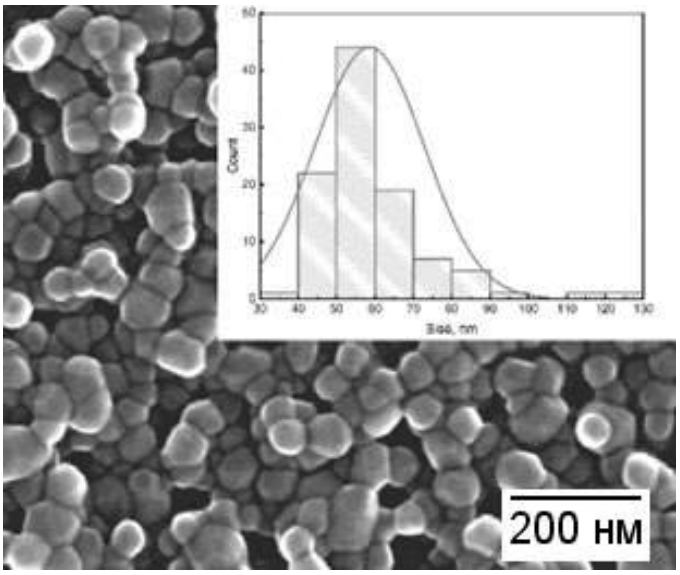


Рис.2. Пленка ZnO на сапфире из партии №1 (отжиг 7 часов)

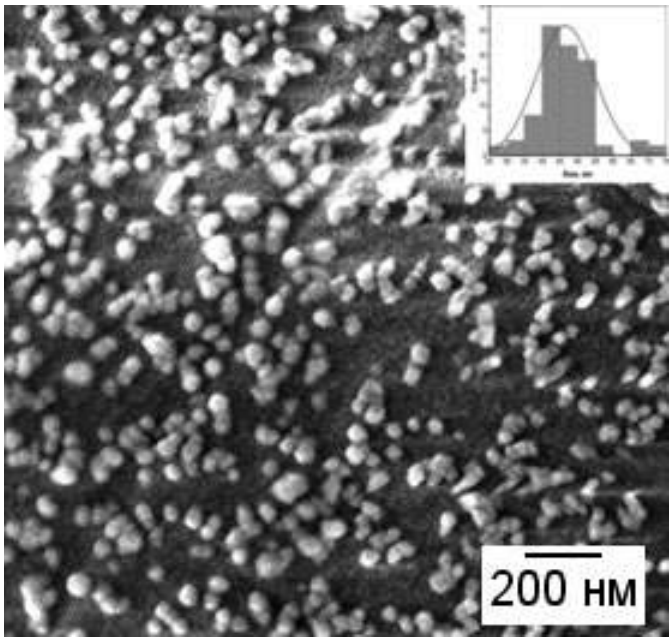


Рис.3 Пленка ZnO на кварце (отжиг 24 часов)

Увеличение времени отжига исходной пленки Zn при температуре 750 °C приводит к радикальному изменению морфологии пленки ZnO и изменению спектров люминесценции ZnO.

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

Метод измерения и оптимизации параметров электронно-оптической системы РЭМ.

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

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологии микроэлектроники
и особочистых материалов Российской академии наук,
г. Черноголовка, Московская область, ул. Академика Осипьяна, д. 6, 142432 Россия
e-mail: kazmiruk@iptm.ru

Диаметр пучка в РЭМ, характеризующий разрешающую способность, определяется, в основном, характеристиками катода и объективной линзы

$$d_p=(d_g^2+d_c^2+d_s^2+d_d^2)^{1/2} \qquad (1)$$

где: d_g – диск гауссова изображения, d_s –диск сферической аберрации, d_c – диск хроматической аберрации, d_d –диск Эйри. На рис.1 представлена зависимость диаметра от апертурного угла рассчитанная для яркости $\beta = 10^6$ А/см2 стерад

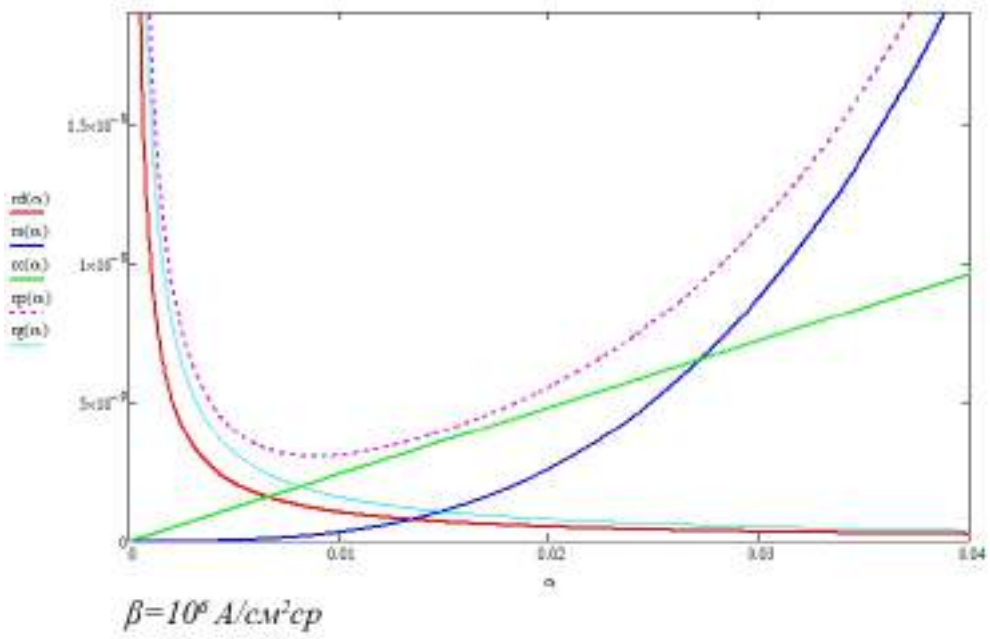


Рис. 1. Зависимость диаметра пучка от апертурного угла.

Диаметр d_g определяется в зависимости от апертурного угла α как

$$d_g^2 = i/\beta\,\pi^2\alpha^2 \qquad (2),$$

где β – яркость пучка (А/см^2 стерад)

С другой стороны, диаметр пучка на объекте $d_g= d_c/M_t$ (3), где d_c –диаметр кроссовера, M_t – общее уменьшение системы конденсорных и объективной

линз. То есть, диаметр пучка d_g может быть выбран совершенно произвольно и сильно отличаться от оптимального, определяемого из выражений (2) и (1).

В докладе представлена методика, позволяющая решить указанную проблему в несколько этапов:

1. Измерение параметров катода и их оптимизация. Методика позволяет определить оптимальный ток накала, измерить диаметр кроссовера и яркость пучка, построить графики зависимости этих параметров от напряжения смещения и выбрать по ним оптимальное их сочетание.
2. Далее график зависимости, представленной на Рис.1 строится для реального значения яркости. Диаметры кружков рассеяния сферической и хроматической аберрации определятся с использованием программы EOD [1] для конкретной объективной линзы и выбранного рабочего отрезка.
3. Выбирают диаметр апертурной диафрагмы, обеспечивающий необходимый угол сходимости.
4. Из выражения (3) определяют требуемое уменьшение системы линз. Параметры возбуждения линз могут быть определены как расчетным путем, например, с использованием программы EOD, так и экспериментально. Критерием правильности настройки уменьшения является равенство тока пучка, рассчитанного для оптимального апертурного угла из выражения (2), и измеренного при помощи цилиндра Фарадея.

   Данная методика может быть полезной при оптимизации заводских настроек действующих приборов, а также при замене стандартного вольфрамового катода на катод из гексаборида лантана.

Список литературы:

[1] Lencova B. and Zlamal J. *Electron Ootical Design Program (EOD) version* 3.69. (2009).

FIB-SEM нанотомография пористых пленок цирконата титаната свинца

Атанова А.В.[1], Жигалина О.М.[1,2], Хмеленин Д.Н.[1], Бондаренко В.Н.[1], Серегин Д.С.[3], Воротилов К.А.[3]

[1]ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333 Москва, Россия
[2]МГТУ им. Н.Э. Баумана, 105005 Москва, Россия
[3]РТУ МИРЭА, 119454 Москва, Россия
e-mail:atanova.a@crys.ras.ru

Тонкие сегнетоэлектрические плёнки цирконата-титаната свинца ($Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$, PZT), сформированные золь-гель методом представляют большой интерес для современных электронных технологий: различных датчиков, запоминающих устройств, а также пьезоэлектрических микроэлектромеханических систем (MEMS). Создание пористых пленок на основе PZT открывает новые возможности для микроэлектронных устройств, начиная от управления свойствами (например, диэлектрической проницаемостью) и заканчивая созданием совершенно новых композиционных структур путем заполнения пор другими материалами, что позволяет комбинировать функциональные свойства сенетоэлектриков (а также пиро- и пьезоэлектриков), диэлектриков и полупроводниковых материалов и получать уникальные свойства итогового устройства [1], [2].

Однако, сложностью разработки пористых пленок и композитов на их основе является необходимость оценки реальной структуры пор. Для получения этих структурных характеристик ключевыми становятся подходы изучения трёхмерной структуры [3]. Трехмерная FIB-SEM нанотомография предназначена для изучения структур с характеристическим размером в диапазоне от десятков до сотен нанометров, занимая нишу между классическими томографическими методами (например, рентгеновская томография) и ПЭМ электронной томографией. Пористые диэлектрические пленки PZT с размером пор 15-100 нм и композиты на их основе являются сложным, но весьма подходящим объектом для FIB-SEM нанотомографии.

В данной работе в качестве объектов исследования рассмотрены пористые плёнки PZT, полученные методом химического осаждения из растворов с добавлением в растворы прекурсоров различных структурообразующих компонентов – порогенов, таких как, поливинилпирролидон (PVP) и полиоксиэтилен (10) стеариловый эфир (@Brij76). Для получения экспериментальных данных использовали растровые электронные микроскопы Scios DualBeam (FEI, США) и Helios NanoLab 650 (FEI, США). Дополнительные структурные исследования проводили методами ПЭМ с использованием микроскопа FEI Tecnai Osiris

(2000 кВ). Поперечные сечения композиций для исследования в ПЭМ готовили с помощью фокусированных ионных пучков в колонне растрового электронного микроскопа FEI Scios.

В работе показаны возможности метода FIB-SEM в области исследования мезопористых сегнетоэлектриков, особенности реконструирования и анализа 3D моделей. Кроме визуализации структуры (рис.1, а) и оценки общих параметров, таких как пористость и площадь поверхности пор, проведена оценка локального размера пор (рис.1, б), их распределения и связности, описывающих транспортные свойства системы, а в случае создания нанокомпозитов – возможность их заполнения.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 20-32-90056 в области структурных исследований, № 19-29-03058 в области синтеза плёнок.

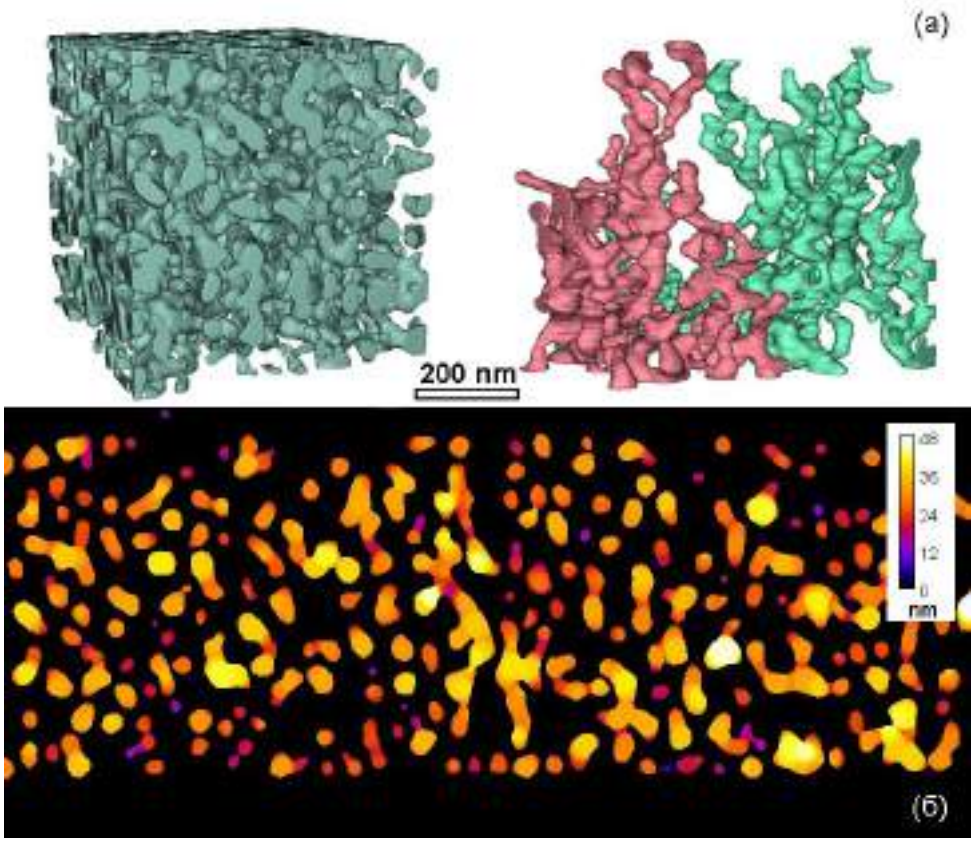


*Рис. 1. "Трехмерная модель структуры пористой пленки PZT с добавлением 60 вес.% @Brij76: общий вид и отдельные поры в объеме 0,5*0,5*0,5 мкм (а) и локальный размер пор (б)"*

[1] E. Mercadelli, C. Galassi, *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, **3010**, 217–228, (2020).

[2] V. Stancu, M. Buda, L. Pintilie, M. Popescu, F. Sava, *J. Optoelectron. Adv. Mater.*, **9**, 1516–1520 (2007).

[3] L. Holzer, F. Indutnyi, P. Gasser, B. Münch, M. Wegmann, *J. Microsc.*, **216**, 84–95, (2004).

In situ исследования механических свойств полимерных матриксов различных типов в РЭМ.

Пацаев Т.Д.[1], Ястремский Е.В.[1,2], Михуткин А.А.[1], Антипова К.Г.[1], Шариков Р.В.[1], Шарикова Н.А.[1], Луканина К.И.[1], Григорьев Т.Е.[1], Азиева А.М.[1], Кириллова Д.А.[1], Васильев А.Л.[1,2]

[1] Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия
[2] Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия
e-mail: timpatsaev@mail.ru

Тканевая инженерия – активно развивающееся направление, целью которого в том числе является разработка каркасов для роста клеток – матриксов, с помощью которых возможно выращивать необходимые части органов или органы целиком, а также искусственную кожу. Одними из основных типов матриксов являются искусственно сделанные на основе полимерных материалов.

Матриксы на основе искусственных полимерных материалов полностью биосовместимы, и могут быть изготовлены с необходимыми физико-химическими свойствами [1]. Для этого необходимо проведение комплексного анализа полученных образцов, в том числе исследование влияния растяжения матрикса на его физические свойства и рост клеток [2].

В данной работе исследуются полимерные матриксы различных типов: губчатые и нетканые материалы, изготовленные из поли-L-лактида (PLA), а также покрытые хитозаном и коллагеном, и изменения их морфологий во время механических испытаний в камере микроскопа РЭМ/ФИП Versa 3D DualBeam.

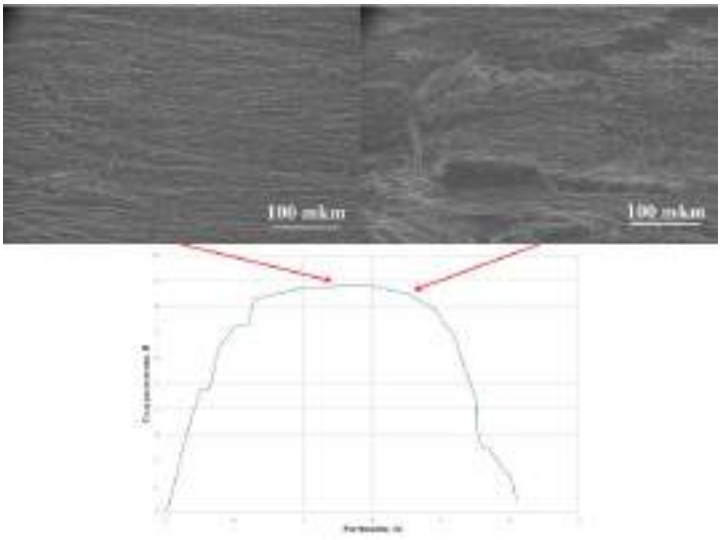


Рис.1. "Уменьшение силы натяжения нетканого матрикса после его разрыва при достижении критического растяжения."

Данная работа была поддержана Российским Научным Фондом. Грант №21-13-00321 «Деформационное поведение биоразлагаемых матриксов различного типа при механических нагрузках.»

Список литературы:

[1] М.В. Киселевский и др., *Современные технологии в медицине*, **8(1)**, 6-13 (2016)

[2] И.И. Жаркова, *Диссертация на соискание степени кандидата биологических наук «Матриксы из биосинтетического сополимера поли-3-оксибутирата с полиэтиленгликолем для инженерии костной ткани»*, МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва (2017)

Установка для in situ исследований механических свойств полимерных матриксов в камере растрового электронного микроскопа

Ястремский Е.В.[1,2], Пацаев Т.Д.[1], Михуткин А.А.[1], Антипова К.Г.[1], Шариков Р.В.[1], Шарикова Н.А.[1], Луканина К.И.[1], Григорьев Т.Е.[1], Азиева А.М.[1], Кириллова Д.А.[1], Васильев А.Л.[1,2]

[1]НИЦ «Курчатовский институт»
[2]Институт кристаллографии имени А.В. Шубникова РАН
e-mail: e.yastremsky@gmail.com

Механические свойства внеклеточного матрикса играют важную роль в развитии и функционировании тканей [1]. Матрикс оказывает поддерживающую функцию для клеток, влияет на структуру ткани. Клетки постоянно взаимодействуют с матриксом с целью сохранения так называемого механического гомеостаза [2], реагируют на механические импульсы (клеточная механотрансдукция) и оказывают силы сжатия на матрикс [3].

Классическим способом исследований механических свойств искусственных полимерных матриксов является растяжение и сжатие с использованием специализированных установок для измерения механического напряжения [4]. Однако, в последнее время стали появляться работы с использованием установок для механических исследований in situ в камере растрового электронного микроскопа (РЭМ) большая часть которых посвящена изучению разрушаемости твёрдых неорганических материалов [5] и исследованиям полимерных материалов, таким как изменение силы натяжения волокон во время разрезания [6] и др. Такой подход позволяет совместить получение данных о механических свойствах и наглядных микрофотографий, иллюстрирующих структурные изменения в матриксе во время его деформации.

Нами была разработана и собрана установка, позволяющая проводить подобные исследования in situ в камере РЭМ, также способная к проведению экспериментов в режиме естественной среды, что дает возможность наблюдать за поведением клеток одновременно со структурными изменениями матрикса при деформации.

На рис. 1а представлена фотография установки в камере РЭМ, расположенной на столике с Пельтье-охлаждением, позволяющим проводить эксперименты в режиме естественной среды. Образец фиксируется зажимами с двух сторон, после чего камера откачивается до необходимого уровня вакуума. Управление мотором установки и датчиком механического напряжения выведено наружу и подключено к компьютеру, где при помощи специально разработанного программного обеспечения производится управление установкой. Одновременно с процессом деформации

производится получение изображений в РЭМ. На рис. 1б представлен пример графика механического напряжения и несколько изображений в разные моменты времени эксперимента по сжатию матрикса губчатого типа.

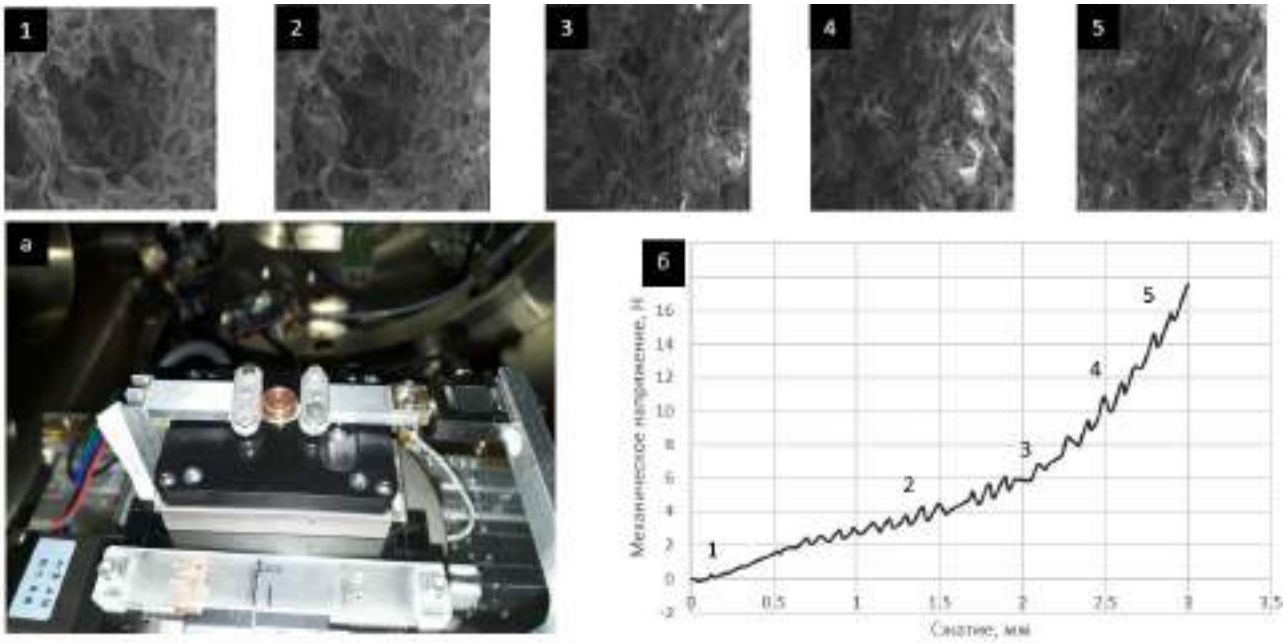


Рис.1. "(а) Установка для исследования механических свойств полимерных в камере микроскопа РЭМ/ФИП Versa 3D DualBeam, (б, 1-5) график деформации губки при сжатии и её микрофотографии по ходу эксперимента."

Данная работа была поддержана Российским Научным Фондом. Грант №21-13-00321 «Деформационное поведение биоразлагаемых матриксов различного типа при механических нагрузках»

Список литературы:

[1] K. Kanda, T. Matsuda, T. Oka, *American Society for Artificial Internal Organs*, **38**(3), M382-5 (1992).
[2] J.D. Humphrey, E.R. Dufresne, M.A. Schwartz, *Nature reviews Molecular cell biology*, **15**(12), 802-812 (2014).
[3] D. Dado, S. Levenberg, *Seminars in cell & developmental biology. Academic Press*, **20**(6), 656-664 (2009).
[4] F. Croisier, A.-S. Duwez, C. Jérôme, A.F. Léonard, K.O. van der Werf, P.J. Dijkstra, M.L. Bennink, *Acta biomaterialia*, **8**(1), 218-224 (2012).
[5] J. Feiteira, E. Tsangouri, E. Gruyaert, C. Lors, G. Louis, N. De Belie, *Materials & Design*, **115**, 238-246 (2017).

[6] J. Gao, Y. Nie, B. H. Lim, X. Zhai, N. Kedir, W. Chen, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, **113**, 105767 (2020).

Исследование влияния облучения низкоэнергетическим электронным пучком на люминесцентные характеристики SiO_2

Куланчиков Ю.О.[1], Вергелес П.С.[1], Якимов Е.Б.[1]

[1]ИПТМ РАН, г. Черноголовка.
e-mail: kul_ura@mail.ru

Кремний и оксид кремния долгое время является основным материалом полупроводниковой индустрии, но, несмотря на свою давнюю историю и распространённость в использовании, нет ясности в вопросе влияния облучения на данный материал. В связи с этим в работе [1] нами было исследовано влияние облучения низкоэнергетическим электронным пучком на электрические свойства структуры Al-SiO_2-Si методом измерения вольт-фарадных характеристик. Для получения дополнительной информации о природе эффектов, происходящих в слое SiO_2, было принято решение использовать катодолюминесценцию. В данной работе представлены результаты исследования люминесценции в слое SiO_2 при облучении низкоэнергетическим электронным пучком, для структур на подложках Si p- и n- типа.

В исследовании использовались образцы на подложке Si *n*-типа с толщиной слоя SiO_2 порядка 300 нм, легированные фосфором до концентрации 4.6×10^{14} $см^{-3}$ и на структурах с подложкой Si *p*-типа проводимости, легированной бором до концентрации 3×10^{14} $см^{-3}$, и толщиной диэлектрического слоя SiO_2 200 нм. Оксидный слой получали термическим окислением кремния. Облучение проводилось в растровом электронном микроскопе JSM-6490 при значении энергии первичных электронов 2.5 кэВ и максимальном токе пучка 10×10^{-9} А. Спектры катодолюминесценции были получены с помощью установки Gatan MonoCL 3.

На Рис. 1(а) приведены спектры образца на подложке p-типа с доминирующей полосой люминесценции на энергии 1,9 эВ Рис. 1(а). После часа облучения с током пучка 1нА в спектре произошли следующие изменения. Интенсивность линии 1,9 эВ увеличилась, и появились два новых пика на 2,1-2,2 эВ и 2,6-2,7 эВ. На Рис. 1(б) приведены спектры образца на подложке n-типа с доминирующей полосой люминесценции на энергии 2,6 эВ. После часа облучения с током пучка 1нА интенсивность основной линии образца и линии на энергии 2,2 эВ увеличились, при этом не произошло изменений на линии люминесценции 1,9 эВ Рис. 1(б). Также стоит отметить, что интенсивность люминесценции с энергией 1,9 эВ на втором образце ниже, чем на первом. Ответственным за полосу люминесценции 1,9 эВ, является немостиковый кислород [2-3].

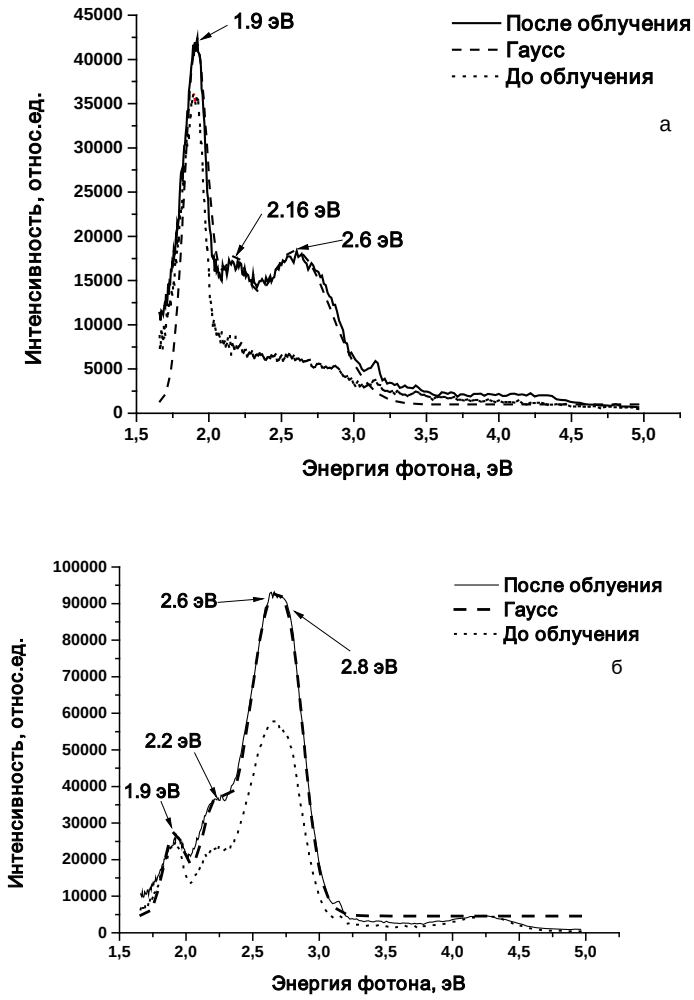


Рис. 2. Спектры люминесценции образца на подложке p-типа(а) и подложке n-типа (б).

Полученные спектры катодолюминесценции указывают на то, что при облучении происходит увеличение концентрации немостикового кислорода, а также некоординированного Si. Это говорит о том, что при облучении, электронами низкой энергии, происходит разрыв связей, следовательно, могут рождаться новые дефекты. А рост пика люминесценции на энергии 2,2 эВ подтверждает высказанное нами предположение в статье [1], что в структурах, облученных электронами с низкой энергией основные изменения заключаются в образовании ловушек на границе раздела Si/SiO_2. Данный вывод можно сделать, опираясь на результаты работы [4], так как в ней утверждается, что пик люминесценции на энергии 2,2 эВ соответствует ненасыщенным связям в кремнии, расположенным на границе раздела $Si\text{-}SiO_2$.

Список литературы:

[1] Ю. О. Куланчиков, П. С. Вергелес, Е. Б. Якимов, Влияние облучения пучком низкоэнергетических электронов на вольт−фарадные характеристики структуры Al/SiO2/Si., Известия высших учебных заведений. Материалы электронной техники. 2019. Т. 22, № 2. С. 112—117.
[2] L. Skuja, J. Non-Cryst. Solids 239 (1998) 16.
[3] L. Skuja, M. Hirano, H. Hosono, K. Kajihara, Phys. Status Solidi 2 (1) (2005) 15.
[4] A.P. Baraban, S.N. Samarin, V.A. Prokofiev, V.A. Dmitriev, A.A. Selivanov, Y. Petrov. Journal of Luminescence 205 (2019) 102‑108.

Гибкий плёночный нагреватель на основе трековой мембраны

Панов Д.В.[1,2,3], Бедин С.А.[1,2]

[1]Московский Педагогический Государственный Университет, Москва, Россия
[2]ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия
[3]Национальный исследовательский университет «Высшая Школа Экономики», (101100, Таллинская, Москва, Россия)
e-mail: bserg5@gmail.com

Существует большой интерес к созданию различных элементов гибкой электроники, таких как проводники, сенсоры и активные элементы.

Одним из таких активных элементов является микро-нагреватель. Современным решением для коммерчески выпускаемых термоэлементов является оксид индия-олова (ITO), который обеспечивает хороший компромисс между электропроводностью и прозрачностью в видимом диапазоне [1]. Пленки ITO обычно наносятся на стеклянные подложки посредством физического осаждения из паровой фазы, поэтому не обладают преимуществами гибких нагревателей.

Основным методом получения гибких нагревателей является создание на поверхности полимерной плёнки сетки из медных или серебряных нанопроволок [2]. Нанопроволоки наносят на поверхность методом спинкоатинга или при помощи кисточки с последующим отжигом или кратковременным нагревом ионным пучком или оптическим излучением при помощи лампы для спекания нанопроволок между собой и образования сплошной сетки [3-4]. Полимерная плёнка толщиной в несколько десятков микрометров с сеткой из нанопроволок является хорошим проводником для небольших токов и может быть использована для размещения элементов электроники. Если же через сетку из нанопроволок пропускать токи в несколько десятков миллиампер, то поверхность плёнки начинает нагреваться. Температура нагрева обычно ограничена температурной стойкостью полимера-носителя. Предполагается, что такие нагреватели могут быть использованы для поддержания в рабочем температурном режиме дисплеи устройств, например, системы антизапотевания (для очков, экранов) или в медицинских приборах для прогревания, в качестве термобарьерного покрытия, оптического элемента или электронного компонента. Всё вышеописанное определяет актуальность работы по созданию гибких нагревателей на основе тонких полимерных плёнок.

В данной работе предлагается создание трёхмерной сетки из нанопроволок внутри полимерной плёнки. Для этого в качестве основы использовались полимерные трековые мембраны (ТМ). Трековая мембрана представляет из себя полимерную плёнку толщиной 10-12 мкм из полиэтилентерефталата (или поликарбоната) внутри которых имеется система

идентичных пор диаметром от нескольких десятков нанометров до нескольких микрон. Благодаря особенности производства ТМ поры имеют пересечения в глубине полимера.

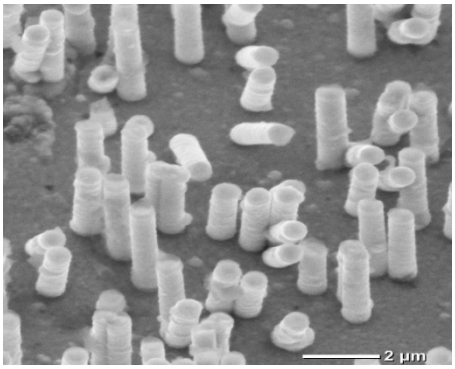


Рис 1. РЭМ-изображение нанопроволок

Если поры в ТМ заполнить металлом (серебром или медью), то получится трёхмерная сетка из НП (Рис.1.), которая может быть использована для нагрева.

С помощью метода РЭМ было подтверждено, что нанопроволоки образуют трёхмерную сетку в ходе роста.

Работа выполнена в рамках темы Государственного задания Московского Педагогического Государственного Университета (МПГУ) «Физика наноструктурированных материалов: фундаментальные исследования и положения в материаловедении, нанотехнологиях и фотонике» при поддержке Министерства Просвещения Российской Федерации (АААА-А20-120061890084-9) совместно с Центром коллективного пользования «Структурная диагностика материалов» Федерального исследовательского центра РАН.

Список литературы:

[1] R. Arvidsson, D. Kushnir, S. Molander, B. A.Sandén. Energy and resource use assessment of graphene as a substitute for indium tin oxide in transparent electrodes // Journal of Cleaner Production. V. 132 (2016). pp. 289-297.

[2] J. Kwon, Y. D. Suh, J. Lee, P. Lee, S. Han, S. Hong, J. Yeo, H. Lee, S. H. Ko. Recent progress in silver nanowire based flexible/wearable optoelectronics // Journal of Materials Chemistry. V. 6 (2018), № 28. pp. 7445-7461.

[3] Kim Y. J., Kim G., Kim H.-K. Study of Brush-Painted Ag Nanowire Network on Flexible Invar Metal Substrate for Curved Thin Film Heater // Metals. V. 9 (2019), №10.

[4] Lan W., Chen Y., Yang Z., Han W., Zhou J., Zhang Y., Wang J., Tang G., Wei Y., Dou W., Su Q., Xie E. Ultraflexible Transparent Film Heater Made of Ag Nanowire/PVA Composite for Rapid-Response Thermotherapy Pads // ACS Appl Mater Interfaces. V. 9 (2017). № 7. pp. 6644-6651.

Полупроводниковые наночастицы ZnS полученные методом коллоидного синтеза с помощью ионных жидкостей

Журавлев О.Е.[1], Рассказова Н.Ю.[1], Суратова Е.С.[1]

[1]ФГБОУ ВО Тверской государственный университет,
e-mail: pifchem@mail.ru

На сегодняшний день разработаны различные методики коллоидного синтеза квантовых точек сульфида цинка, например, с использованием элементной серы, хлорида цинка и олеиламина при высоких температурах, из тиосульфата натрия и нитрата цинка в атмосфере аргона с использованием изо-пропанола и др. [1]. Основными недостатками этих методов синтеза является применение токсичных металлоорганических прекурсоров (например, диэтилдитиокарбамат свинца, диэтилцинк, диметилкадмий и др.) и органических реагентов (триоктилфосфин и другие производные фосфора), а также проведение синтеза при высоких температурах (200–350ºС). Для образования и стабилизации наночастиц могут быть использованы ионные жидкости, предотвращающие агрегацию посредством координации через катион и анион [2].

В данной работе изучено влияния концентрации ионной жидкости, на размеры наночастиц сульфида цинка, полученных в среде ионной жидкости – тетрафторборате N-децилпиридиния.

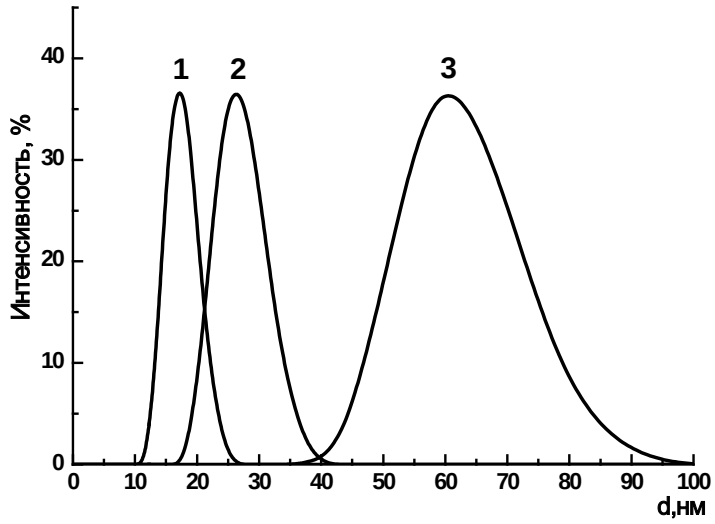


Рис.1. Распределение по размерам наночастиц сульфида цинка в 20 мас%-ном спиртовом растворе ионной жидкости. ($C_м$ ZnS, ммоль/л): 1 – 12.83; 2 – 19.74; 3 – 27.98.

Синтез наночастиц сульфида цинка проводили в спиртовом и ацетонитрильных растворах с различной концентрацией ионной жидкости (10, 20 и 30 мас%) из 0.1М растворов $ZnSO_4$ и Na_2S. Для установления размеров наночастиц использовали методы динамического светорассеяния и растровой электронной микроскопии. Размеры наночастиц в 20 мас%-ном спиртовом растворе ионной жидкости, найденные методом динамического светорассеяния, составляют от 15 до 65 нм (рис.1), однако эти результаты оказались занижены по сравнению с результатами, полученными из данных РЭМ (рис.2). Наблюдаемое расхождение размеров наночастиц сульфида цинка может быть вызвано тем, что при высушивании золя происходит агрегация наночастиц сульфида цинка. Средние размеры наночастиц по данным РЭМ составляют порядка 100 - 200 нм.

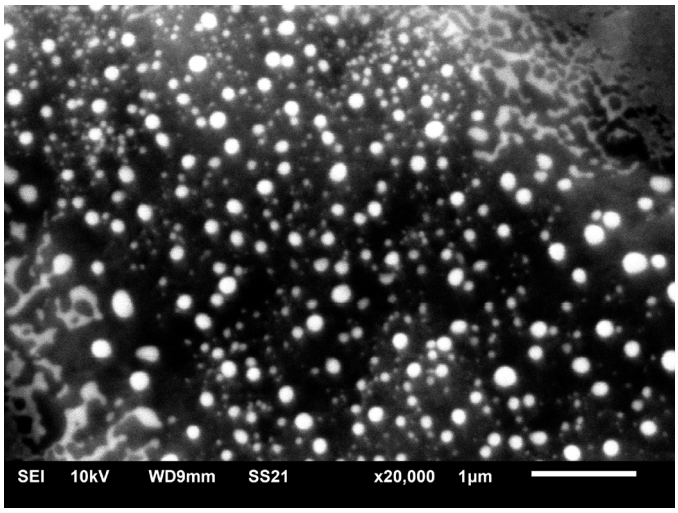


Рис.2. Наночастицы сульфида цинка, выделенные из спиртового золя, содержащего ионную жидкость – тетрафторборат N-децилпиридиния.

Данная работа была поддержана за счет гранта Российского научного фонда № 22-23-20084, https://rscf.ru/project/22-23-20084/

Список литературы:

[1] C.B Murray, D.J Norris, M.G. Bawendi, *J. Am. Chem. Soc.* V. 115. P. 8706 (1993).

[2] J. Joo, H.B. Na, T. Yu, *J. Am. Chem. Soc.* V. 125. P. 11100 (2003).

Исследование процесса кристаллизации аморфных сплавов системы Fe-Co-B-Si методом электронной микроскопии

Чугунова Д.М.[1], Федорец А.Н.[1], Ткачев В.В.[1], Лембиков А.О.[1]

[1]Дальневосточный федеральный университет, 690922, Приморский край, г. Владивосток, о. Русский, п. Аякс, 10
e-mail: fedorec.an@dvfu.ru

Аморфное состояние металлов метастабильно. При нагреве, когда подвижность атомов возрастает, протекает процесс кристаллизации, что постепенно приводит сплав через ряд метастабильных состояний в стабильное кристаллическое состояние. Механические, магнитные, электрические и другие структурно-чувствительные свойства аморфных сплавов значительно отличаются от свойств кристаллических сплавов. Исследование процессов кристаллизации аморфных металлических материалов является неотъемлемой составляющей в технологии получения материалов с заданными служебными характеристиками, а также играет важную роль в выборе оптимальных условий эксплуатации данных материалов.

Объектами исследования в данной работе явились образцы ленты аморфного сплава $Fe_{62}Co_{18}B_{14}Si_6$, части которой были отожжены при температурах 520°C, 560°C и 800°C с различным временем выдержки (1; 10; 20; 30 минут).

На графике нагрева (рис. 1) проявляется двухстадийный процесс, характеризующийся наличием пиков при 487.6°C и 544.6°C. Данное явление можно объяснить выделением тепла при переходе быстрозакаленного сплава из метастабильного структурного состояния в более устойчивое при повышении температуры.

Анализ профилей рентгенограмм показывает, что в исходном состоянии сплав является рентгеноаморфным, присутствует одиночный широкий диффузный пик, указывающий на аморфный характер структуры сплава. После отжига при различных температурах характерный для аморфных материалов размытый пик (гало) пропадает, появляются характерные для кристаллических материалов узкие пики (рис. 2), которые соответствуют кубической фазе типа CoFe с параметрами решетки a=b=c=2.8552 Å. Положение кристаллических пиков незначительно изменяется в пределах 2θ ~0.1° с увеличением времени и температуры отжига, что свидетельствует об образовании твердого раствора со смещением положения пиков на рентгенограмме.

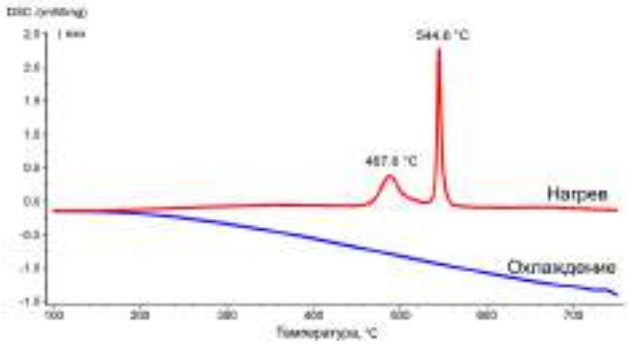


Рис.1. ДСК кривые нагрева и охлаждения аморфного металлического сплава $Fe_{62}Co_{18}B_{14}Si_6$ до 800 °C

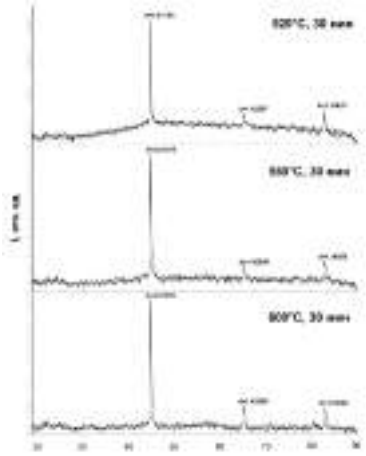


Рис.1. Рентгенограммы сплава $Fe_{62}Co_{18}B_{14}Si_6$ после изотермического отжига, при температурах 520°C, 560°C и 800°C

Образцы, отожженные при температурах 520°C и 560°C с различной выдержкой, имеют дендритную структуру (рис. 3). Кристаллизация сплава начинается с формирования центров кристаллизации, из которых формируются кристаллиты неправильной формы. При этом кристаллиты можно разделить на две группы: с тремя осями (рис. 3а); с четырьмя осями (рис. 3б). Кристаллиты с тремя осями являются проекцией плоскости типа 111 кубической фазы, а кристаллиты с четырьмя осями являются проекцией плоскости типа 100.

С увеличением температуры до 800°C отдельные дендриты сталкиваются с соседями на завершающей стадии кристаллизации, приобретая при этом более правильные формы (рис. 4).

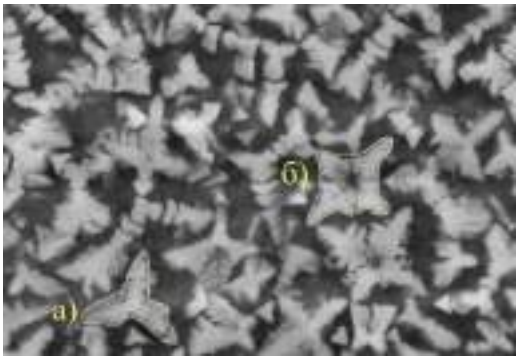


Рис.3. а) кристаллиты с тремя осями; б) кристаллиты с четырьмя осями

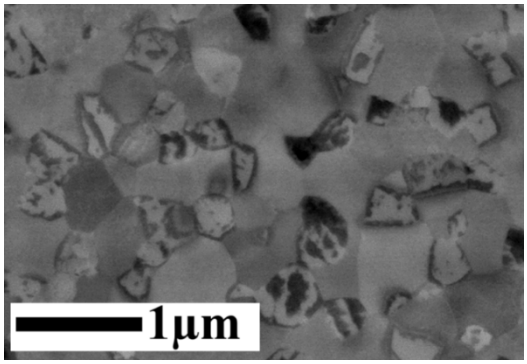


Рис.4. Поверхность образца, отожженного при 800°C

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

Статистический анализ размеров частиц PbTe на основе цифровой обработки изображений растровой электронной микроскопии

Сазонов В.А., Зайцева Ю.С., Киреев Г.С., Штерн М.Ю., Боргардт Н.И.

Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498, г. Москва, г. Зеленоград, площадь Шокина, дом 1, Россия
e-mail: vadim_sazonov_92@mail.ru

К преимуществам материала PbTe, используемого в ИК-оптоэлектронике и термоэлектрических преобразователях, относятся узкая запрещенная зона, высокая подвижность носителей заряда и радиационная стойкость [1]. Значение добротности, являющееся ключевой характеристикой термоэлектрических свойств материала, можно существенно увеличить путем его наноструктурирования, что может быть достигнуто спеканием мелкодисперсных порошков исходного материала. Методы растровой электронной микроскопии (РЭМ) позволяют оценить размеры частиц порошка.

В настоящей работе исследовался порошок PbTe (0,2 вес.% PbI_2 + 0,3 вес.% Ni), приготовленный измельчением исходного сплава PbTe в планетарной шаровой мельнице в течение 40 минут. Для определения размера частиц (зерен) применялась процедура подготовки порошка, состоящая из нескольких шагов. На первом шаге порошок в небольшом количестве добавлялся в колбу с изопропиловым спиртом объемом 1,5 мл и размешивался в ультразвуковой ванне в течение 60 минут. Затем для получения отдельно расположенных частиц подготовленная суспензия наносилась на подложку Si(111) тонкой деревянной палочкой. Нанесенные на кремниевую пластину частицы PbTe исследовались методом РЭМ в электронно-ионном микроскопе Helios NanoLab 650 в иммерсионном режиме работы объективной линзы при ускоряющем напряжении 10 кВ и токе пучка 0,1 нА.

Общее представление о частицах дает РЭМ-изображение, приведенное на рис. 1а, светлые области на котором соответствовали зернам, а темные – подложке Si. Некоторые частицы слипались между собой, образуя агломераты, положения межзеренных границ в которых однозначно установить практически невозможно. Такие агломераты, отмеченные стрелками на рис. 1а, не учитывались при статистической обработке и удалялись с изображения в графическом редакторе ImageJ. Между близкорасположенными отдельными частицами в ImageJ проводились контуры, характеризующие их границы, с интенсивностью близкой к средней интенсивности подложки (рис. 1а). Затем проводилась процедура бинаризации полученного изображения, результат которой показан на рис. 1б. На последнем шаге определялись площади зерен S_i и проводилась их

аппроксимация кругами с эквивалентными диаметрами $d_i = \sqrt{4S_i/\pi}$. Гистограмма распределения частиц по размерам приведена на рис. 1в. Размеры зерен варьировались от 36 нм до 378 нм, а их средний размер и соответствующее среднеквадратическое отклонение, вычисленные по выборке из примерно 600 зерен, составили 122±46 нм.

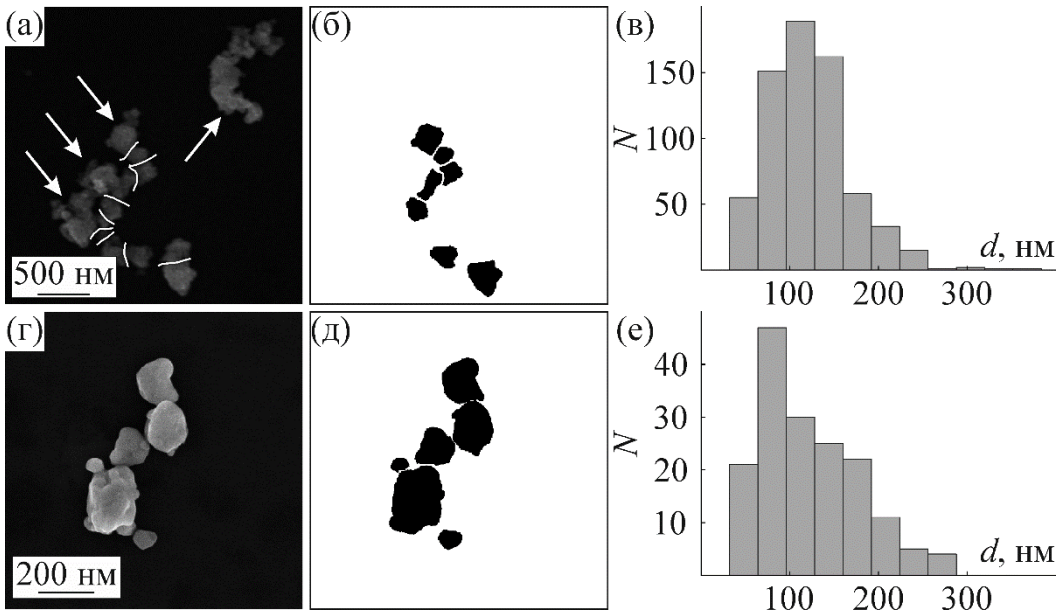


Рис. 1. Исходные (а, г) и бинаризованные (б, д) изображения частиц PbTe и гистограммы их распределения по размерам (в, е)

Обработка РЭМ-изображений частиц, одно из которых приведено на рис. 1г, проводилась также в автоматическом режиме в программном пакете Matlab. Процедура обработки изображений состояла из нескольких этапов: их бинаризация, вычитание бинаризованного морфологического градиента из бинаризованного изображения, выполнение процедуры морфологического размыкания и определение координат центров частиц. Использование этих координат позволило осуществить сегментацию методом водоразделов изображения, полученного путем применения к исходной микрофотографии процедуры морфологического градиента. Результат обработки показан на рис. 1д, а гистограмма распределения частиц по размерам представлена на рис. 1е. Значения среднего размера частиц и среднеквадратического отклонения, вычисленные по выборке из примерно 175 зерен, составили 122±56 нм и были близки к значениям диаметров, полученных с применением ImageJ.

Таким образом, в настоящей работе выполнено определение размеров зерен PbTe двумя методами, которые продемонстрировали близкие результаты для их среднего размера и среднеквадратического отклонения.

Список литературы:

[1] Б.А. Волков, Л.И. Рябова, Д.Р. Хохлов, *УФН*, **172**, 875 (2002).

Характеризация пористости полимерных трековых мембран с известным диаметром

Кошелев И.О.[1], Долуденко И.М.[1, 2], Подкур П.Л.[1], Хайретдинова Д.Р.[1,3]

[1]ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия
[2]НИУ ВШЭ, Москва, Россия
[3]НИТУ "МИСИС", Москва, Россия
e-mail: doludenko.i@yandex.ru

В настоящее время значительный интерес представляют разработка методов получения и исследования структурных особенностей и свойств одномерных наноструктур, таких, как нанопроволоки. Весьма распространенный метод получения данных структур – матричный синтез. Суть метода заключается в заполнении сквозных пор в полимерных матрицах требуемым веществом. Чаще всего, в качестве матрицы используют два типа материалов: пористый оксид алюминия и трековые мембраны.

В настоящей работе в качестве матриц использовались трековые мембраны, в поры которых осаждались железо и никель гальваническим методом, причем осадок соответствовал составу пермаллоя по соотношению элементов. Полученные наноструктуры могут быть использованы в качестве приемников электромагнитных волн, а также мемристоров, элементов гибкой микроэлектроники или их компонентов.

Исследовались нанопроволоки диаметров в 65 нм. Для заполнения пор данной матрицы использовали электролит, содержащий различные концентрации солей Fe и Ni, а также применялись следующие добавки: борная кислота – 25 г/л, лаурилсульфат натрия – 1 г/л, который был необходим для обеспечения смачиваемости пор матрицы, а также аскорбиновая кислота – 1 г/л для предотвращения перехода двухвалентных ионов железа в трехвалентное состояние.

В дальнейшем, полученные образцы исследовались методом растровой электронной микроскопии на РЭМ JEOL JSM 6000 plus, на котором изучались длины массива наноструктур (рис.1).

В настоящей работе проводили заполнение матриц тремя различными составами: $Fe_{44}Ni_{56}$, $Fe_{73}Ni_{27}$ и $Fe_{23}Ni_{77}$ - а также при различном времени роста, а именно от 40 до 220 секунд. По результатам процесса заполнения была построена зависимость средней длины нанопроволок до момента перероста.

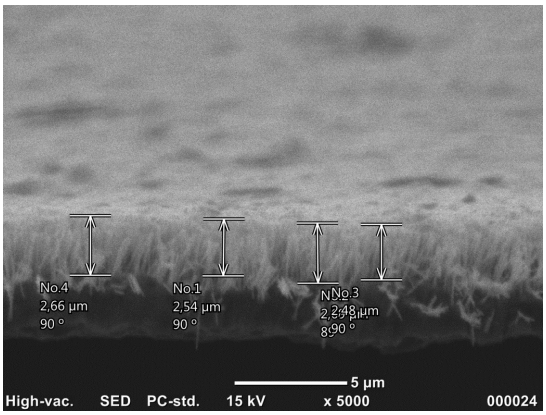
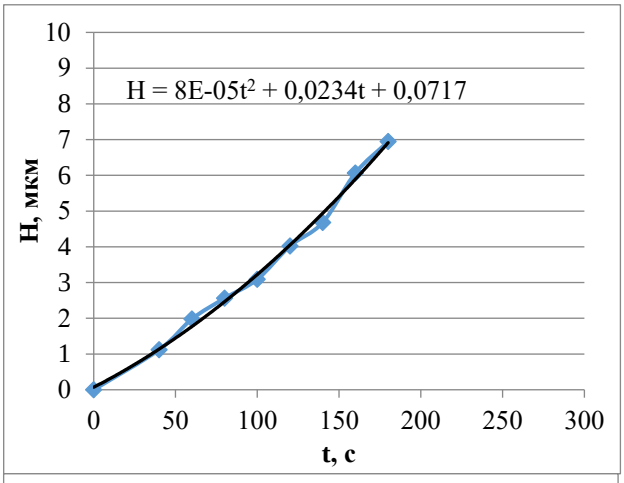
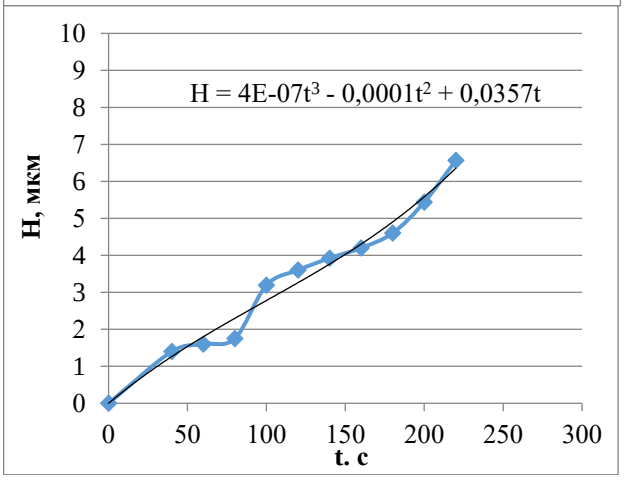


Рис. 1. "Длины массива наноструктур"

По экспериментальным данным получены уравнения, связывающее длину растущих нанопроводов и времен их осаждения (рис 2: а, б, в).





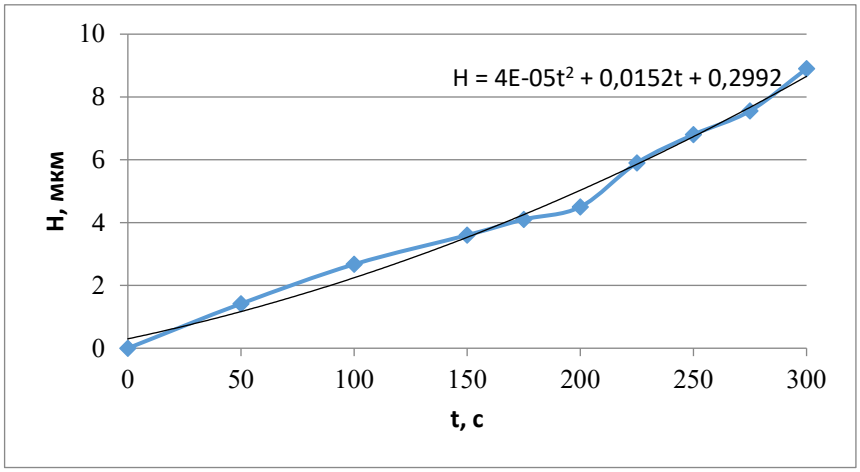


Рис. 2. "Уравнение и график зависимости наноструктуры, состава $Fe_{44}Ni_{56}$ (а), $Fe_{23}Ni_{77}$ (б) и $Fe_{77}Ni_{23}$ (в)"

Работа проводилась с использованием оборудования ЦКП ФНИЦ" Кристаллография и фотоника" РАН при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по государственному заданию ФНИЦ" Кристаллография и фотоника" РАН

Синтез и исследование FeNi - наноструктур для магнитных жидкостей

Филиппова Ю.А.[1,2,*], Панов Д.В.[1,3,4], Бедин С.А.[1,4], Разумовская И.В.[1]
[1]Московский педагогический государственный университет, 119991, Москва, Россия
[2]Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, 119991, Москва, Россия
[3]Национальный исследовательский университет «Высшая школа экономики», 101000, Москва, Россия
[4]ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, 119333, Москва, Россия
**e-mail: yufi26@list.ru*

Существующий интерес к магнитным жидкостям (МЖ) обусловлен возможностями их применения в различных сферах [1]. В энергетике и машиностроении они применяются как магнитные смазки и герметики, в экологии для сбора нефтепродуктов, МЖ применяют также в медицине для адресной доставки лекарств, контрастировании в магнитной резонансной томографии, в гипертермии и как рентген-контрастное вещество.

Самым популярным компонентом МЖ являются сферические частицы магнетита, размер которых может варьироваться. Существуют работы [2], в которых авторы утверждают, что в качестве наполнителя МЖ ферромагнитные нанопроволоки (НП) обладают преимуществом перед сферическими наночастицами. Суспензии на основе НП обеспечивают более высокий предел текучести МЖ при низких магнитных полях, а скорость седиментации НП значительно снижена по сравнению с МЖ со сферическими частицами. В данной работе предложен метод синтеза калиброванных анизотропных железо-никелевых НП для получения МЖ. Одной из проблем является влияние анизотропии магнитных частиц на свойства МЖ. Очевидно, что степень анизотропии должна влиять на структуру и свойства МЖ.

Получение НП проводилось методом шаблонного синтеза [3]. Следующим этапом для получения взвешенных в дистиллированной воде FeNi НП было селективное удаление слоя меди с помощью следующего состава: на 1 л 3% H_2O_2 раствора 300 г - $C_6H_8O_7$, 50 г – NaCl. Далее полимерный шаблон удаляли с помощью раствора 6 молярный NaOH при температуре 85^{o}C в течении 2ч. После тщательной промывки от щёлочи получали взвесь из НП в дистиллированной воде. Далее методами растровой электронной микроскопии оценивали размеры и состав полученных НП (Рис. 1.).

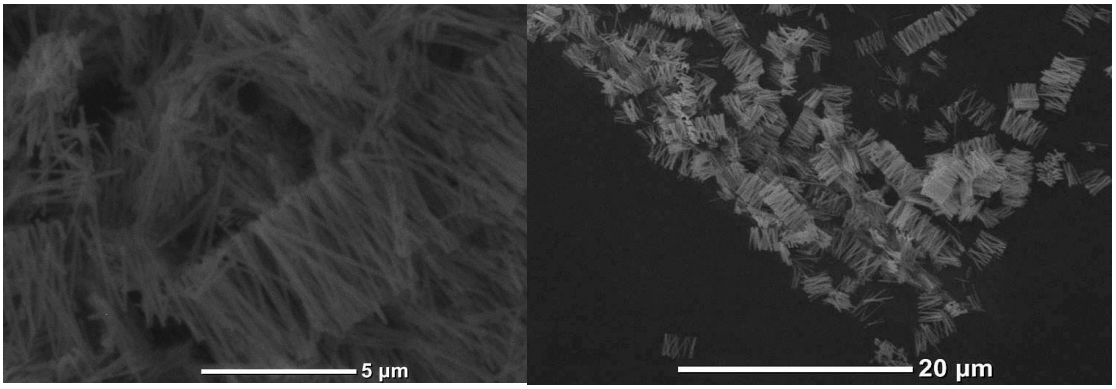


Рис.1. РЭМ-изображения нанопроволок для МЖ

С помощью РЭМ выявлена проблема - агломерация нанопроволок после удаления полимерной матрицы. Данная проблема частично решается на конечном этапе создания МЖ - перемещении в жидкость-носитель, добавления ПАВ с последующим перемешиванием при загустении. С помощью метода EDS (энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия) определено относительное содержание Fe и Ni в НП: Fe : Ni = 37 : 63.

Работа выполнена по теме Государственного задания Московского Педагогического Государственного Университета (МПГУ) «Физика наноструктурированных материалов: фундаментальные исследования и приложения в материаловедении, нанотехнологиях и фотонике» при поддержке Министерства Просвещения Российской Федерации (АААА-А20-120061890084-9) совместно с Центром коллективного пользования «Структурная диагностика материалов» Федерального исследовательского центра РАН «Кристаллография и фотоника». Авторы являются членами ведущей научной школы Российской Федерации «Оптико-спектральная наноскопия квантовых объектов и диагностика перспективных материалов» (проект НШ-776.2022.1.2).

Список литературы:

[1] M Kole, S Khandekar. Engineering applications of ferrofluids: A review //Journal of Magnetism and Magnetic Materials, V. 537, P. 168222 (2021).

[2] R. Bell, D. Zimmerman, N. Wereley. Impact of nanowires on the properties of magnetorheological fluids and elastomer composites // Electrodeposited Nanowires and their Applications, Nicoleta Lupu, Editor. Intech Publishers, Vienna, Austria. P. 189-212 (2010).

[3] И. Долуденко, Д. Загорский, К. Фролов, И. Перунов, М. Чуев, В. Каневский, Н. Ерохина, С. Бедин. Нанопроволоки из сплавов FeNi и FeCo: синтез, структура и мёссбауэровские измерения // Физика твердого тела. Т. 62, С. 1474-1481 (2020).

Новые аналитические возможности в сканирующей электронной микроскопии при детектировании обратнорассеянных электронов

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

МГУ им М.В. Ломоносова, Москва, 119991 Ленинские Горы, 2
e-mail: rau@phys.msu.ru

В сообщении приводятся новые возможности режима обратнорассеянных электронов (ОРЭ) в сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Изложена методика определения толщин тонких нанопленок на массивной подложке, глубины залегания и толщины подповерхностных элементов трехмерной микроструктуры. Показана возможность экспресс- определения атомного номера Z массивного образца, т.е. химического состава. И, наконец, предлагается новая методика измерения поверхностных потенциалов электронно-лучевой зарядки в диэлектрических образцах.

Указанные разработки реализуются следующим образом. Вначале производится градация шкалы серого на экране СЭМ от 0 до 100 с шагом в 0.01. Это позволяет различить перепады детектируемого сигнала ОРЭ на 2%, что соответствует чувствительности глаза человека различать яркость двух соседних точек в 2%. Калибровка шкалы производится по двум известным образцам-стандартам, состоящим из чистых массивных элементов с разным Z, например, Si и Au. Сигналы I_s от этих элементов должны укладываться в линейном диапазоне шкалы серого согласно условию:

$$I_S = L + C(\eta_0 \mathcal{E}_0), \qquad (1)$$

где L – уровень (level), C – контраст (contrast). Значения коэффициентовы ОРЭ η_0 и их средней приведенной энергии $\mathcal{E}_0 = \langle E \rangle / R_0$ определяются по известным соотношениям [1, 2, 3].

$$\eta_0(Z) = \exp(-6.24Z^{-0.5})\,;\ \mathcal{E}_0 = 1.09(1 - Z^{-0.3}) = 0.47(1 + 1.4\eta_0). \qquad (2)$$

Две неизвестные контакты L и C определяются из двух измерений I_{s0}. На двух образцах-стандартах при определенной энергии первичных электронов E_0, например, при E_0 = 10 кэВ, I_{S0}(Si) = 0.48, I_{s0}(Au) = 0.9. Подставляя эти значения в (1) находим L = 0.48, C = 1.5.

Для определения Z массивного образца из формулы определяется произведение $\eta\mathcal{E}$, которое однозначно соответствует именно этому элементу. Для определения толщины d плёнки на массивной подложке используется

соотношение (1), где искомыми параметрами является η_{sf} и $\mathcal{E}_{sf}$, которые находятся из выражений (3), (4):

$$\eta_{sf} = \eta_{s0} + \left(\eta_{f0} - \eta_{s0}\right)\frac{\eta_f}{\eta_0};\ \mathcal{E}_{sf} = 0.47(1 + 1.4\eta_{sf}) \qquad (3)$$

где

$$\frac{\eta_f}{\eta_0} = [1 - \exp\left(-A\left(\frac{d}{R_0}\right)^p\right),\ \ R_0 = \frac{74E_0^{1.55}}{\rho^{0.9}} \qquad (4)$$

Здесь параметры $A^{-1} = 0.49\exp[-0.022(Z + 2]$, $p = 1.12{\eta_0}^{-0.33}$, η_{s0} и η_{f0} – это коэффициенты ОРЭ от материалов массивных элементов подложки и плёнки, ρ –плотность материала мишени.

Для определения толщин плёнок, скрытых под поверхностной пленкой толщиной *t*, берутся значения η_{sf} выступающие теперь в качестве подложки, на которую нанесена пленка *t*. При этом учитывается то обстоятельство, что на подложку падает ослабленный поток электронов, что вызывает уменьшение значения R_0 до $R_1 = 74\langle E\rangle^{0.55}/\rho$, где $\langle E\rangle = 0.9\exp\left(-t/R_2\right)$, R_2 – глубина пробега электронов в материале пленки. Новые значения $\eta_{sf}^{'}$ и $\mathcal{E}_{sf}^{'}$, будут равны $\eta_{sf}^{'} = \eta_{sf} + \left(\eta_{f0}^{'} - \eta_{sf}\right)\eta_f^{'}/\eta_{0f}$; где $\eta_{f0}^{'}$ и $\eta_f^{'}$ - это соответственно коэффициенты отражения от массивного материала покровной плёнки и от свободной пленки толщиной t. В этом случае в расчетной формуле (4) фигурируют параметры A и p для материала Z покровной пленки. Измеряя сигнал I_s при двух энергиях E_0 получаем два уравнения $I_s = f(E_0, d, t)$, из которых находятся значения *d* и *t*.

Ещё одним важным применением данной методики регистрации сигнала ОРЭ является возможность детектировать (измерять) локальные поверхностные потенциалы зарядки диэлектрических мишеней под воздействием электронного облучения. При отрицательной зарядке диэлектриков электронным пучком коэффициент вторичной эмиссии электронов быстро приходит к равновесному состоянию, равному единице, в то время как кинетическая характеристика потенциала зарядки значительно запаздывает во времени [5]. Под действием зарядового поля вторичные электроны ускоряются до энергии $E = E_0 - qV_s$. Приняв, что суммарный коэффициент вторичной эмиссии и ОРЭ равен единице, по измеренному сигналу I_s на основании соотношений (1) и (3) однозначно определяется энергия ускоренных электронов *E*, а по ней и значения потенциала зарядки $V_s(t)$ вплоть до равновесного значения V_{s0}.

Список литературы:

[1] L. Reimer. *Scanning Electron Microscopy. Physics of Image Formation and Microanalysis. Springer.* Berlin. 1998.

[2] H.J. Fitting, J. *El. Spectr. Rel Phenom*, **136**. 265 (2004)

[3] E.I. Rau, V. Yu. Karaulov, V.S. Zaitsev. *Rev. Sci. Instr.* **90**, 023701 (2019)
[4] В. В. Забродский и др. *Изв. РАН. сер. физич.,* **83**, 1488 (2019)
[5] Э. И. Рау, А. А. Татаринцев. *ФТТ*, **63**, 574 (2021)

Влияние продолжительного отжига на морфологию и оптические свойства пленок ZnO, полученных магнетронным напылением

Полищук В.А.[1], Томаев В. В.[2,3], Леонов Н. Б.[4], Старицын М.В.[5], Вартанян Т. А.[4]

[1]Государственный университет морского и речного флота им. адмирала С.О. Макарова, Санкт-Петербург
[2]Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет) Санкт-Петербург
[3] Санкт-Петербургский горный университет, 199106, Санкт-Петербург
[4] Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, Санкт-Петербург
[5]НИЦ «Курчатовский институт», ЦНИИ КМ «Прометей», Санкт-Петербург
e-mail: vpvova@rambler.ru

Изучалось влияние времени отжига на структурные и оптические свойства пленок ZnO, которые сформированы из пленок Zn полученных методом магнетронного напыления с последующим окислением в атмосфере воздуха. Пленки напылялись на подложки из кварца и сапфира. Выбор разных подложек был обусловлен их возможным влиянием на структуру поверхности пленок ZnO и оптические свойства. Термическое окисление в атмосфере воздуха осуществлялось в течение 7 и 24 часов соответственно, в программируемой муфельной печи при T = 750 °C. Морфологические изменения структуры пленок ZnO исследовались с помощью сканирующего электронного микроскопа «Merlin». Было обнаружено изменение структуры поверхности пленок в зависимости от времени отжига пленки Zn и материала подложки. Оптические свойства исследовались с помощью спектрофлуориметра RF-5301PC и SF-56.

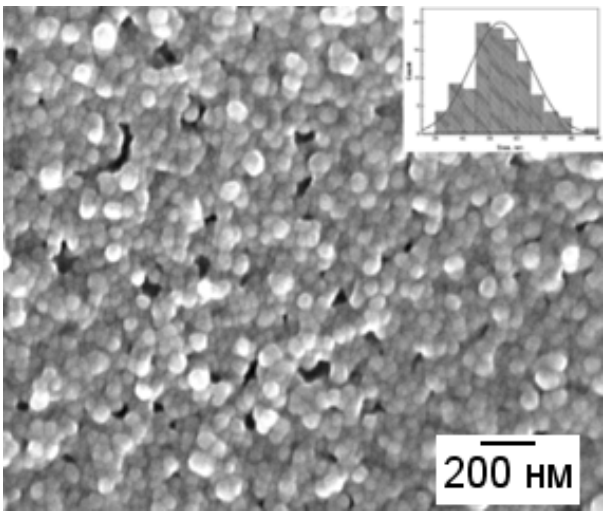


Рис.1 Пленка ZnO на кварце (отжиг 7 часов)

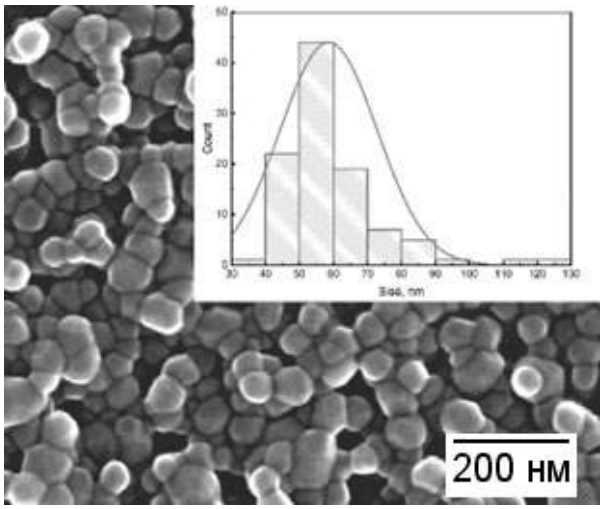


Рис.2.Пленка ZnO на сапфире из партии №1. (отжиг 7 часов)

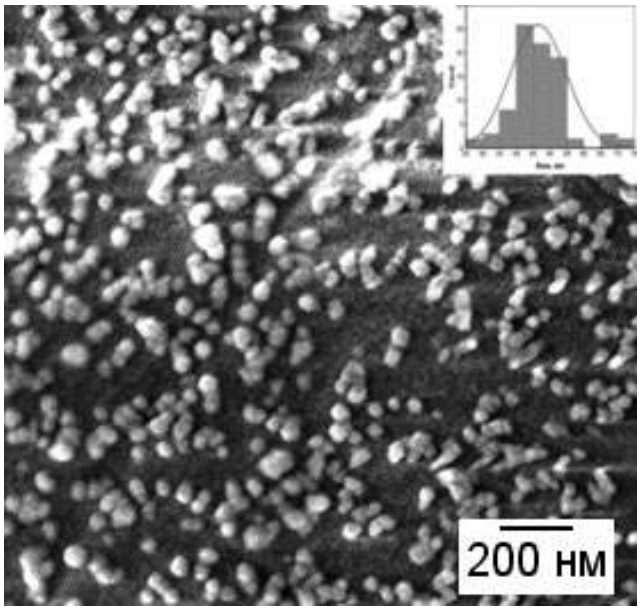


Рис.3 Пленка ZnO на кварце (отжиг 24 часов)

Увеличение времени отжига исходной пленки Zn при температуре 750 °C приводит к радикальному изменению морфологии пленки ZnO и изменению спектров люминесценции ZnO.

СЭМ фотографии получены на оборудовании ЦКП «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей» при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования – соглашение № 13.ЦКП.21.0014 (075-11-2021-068). Уникальный идентификационный номер - RF----2296.61321X0014.

Управляемые электронным пучком дискретные микроротаторы на базе модифицированных сорбентов с химически связанными фазами

Сергеев А.И., Маклакова И.А., Градов О.В.
Федеральный исследовательский центр химической физики им. Н.Н. Семенова Российской академии наук
e-mail:o.v.gradov@gmail.com

Известно, что различные хроматографические сорбенты обладают различными обменными характеристиками, размерами, поверхностными группами и зарядовыми свойствами. В ВЭЖХ используют как модифицированные Силасорбы с химически связанными полярными фазами (как правило, 3-глицеролпропил, 3-аминопропил, 3-цианопропил производные Силасорб 300), так и модифицированные Силасорбы с химически связанными неполярными фазами (для ВЭЖХ в системе «обращенных» фаз; как правило, н-октил, н-октадецил или 2-фенетил производные Силасорб 300, а также диметилсилил производные Силасорб 600). Силасорб DEA и Силасорб DEA 300 Polygosil $N(CH_3)_2$, например, относят к слабым анионообменникам, а Силасорб S и Силасорб S 300 Nucleosil 100 SA (SCX) к сильным катионообменникам. Отсюда, в частности, следует, что их реакция на воздействие электронным и ионным пучком будет различаться, а значит можно подобрать такие комбинации сорбента и условий облучения, при которых заряд поверхности, обусловленный конкретными группами, будет приводить к экзотическим электростатическим эффектам, причём в результате сорбции заряд будет изменяться и характер наблюдаемого эффекта будет меняться с ним (в том числе, в зависимости от положения в поле). Это можно показать на СЭМ.

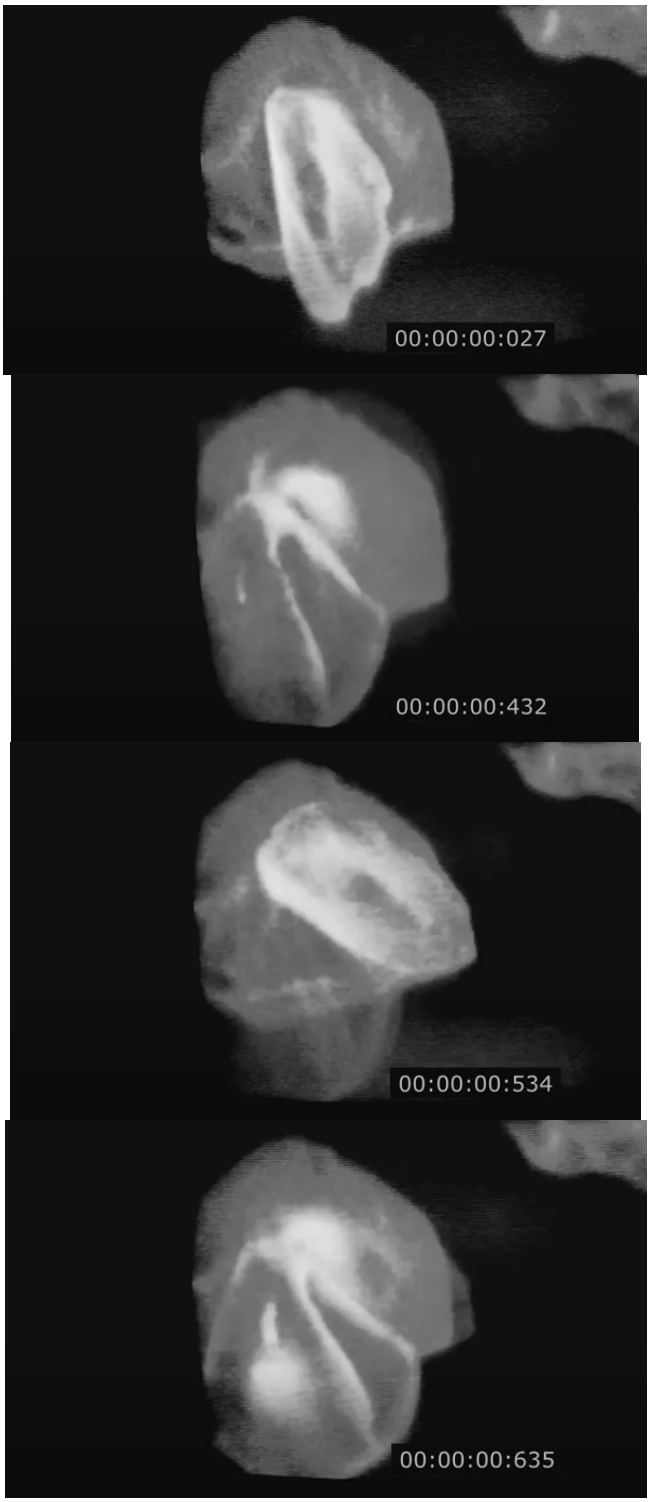
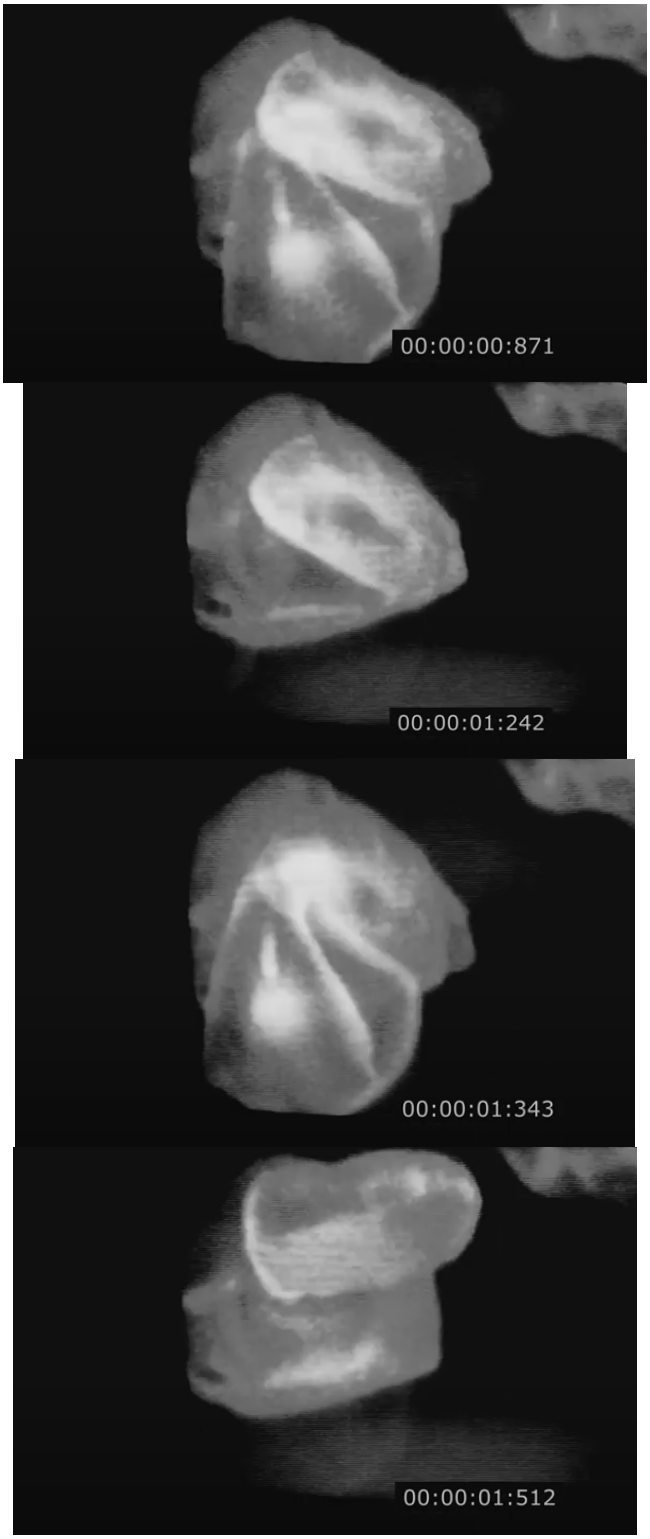


Рис.1 (начало). Начало вращения частиц Силасорб С18 под электронным пучком.


00:00:00:871
00:00:01:242
00:00:01:343
00:00:01:512

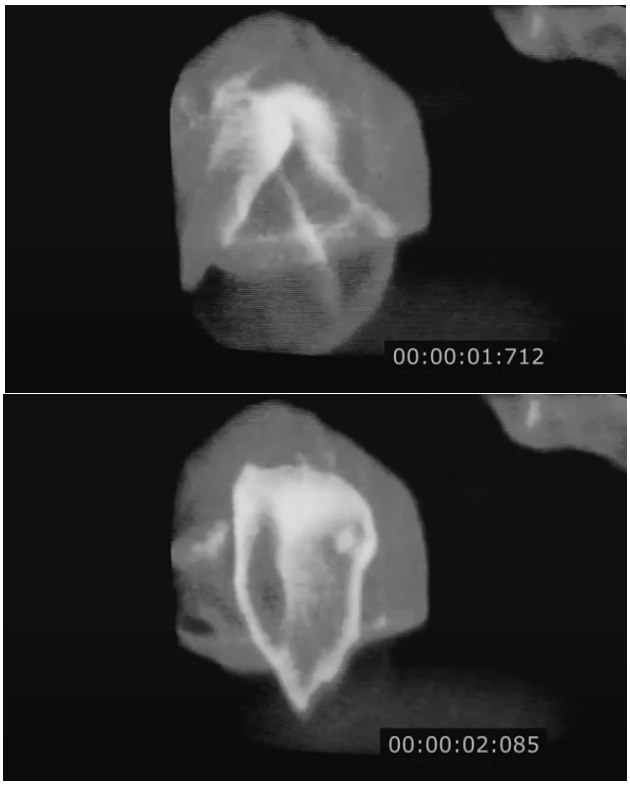


Рис.1 (продолжение). Вращение частиц Силасорб С18 под электронным пучком.

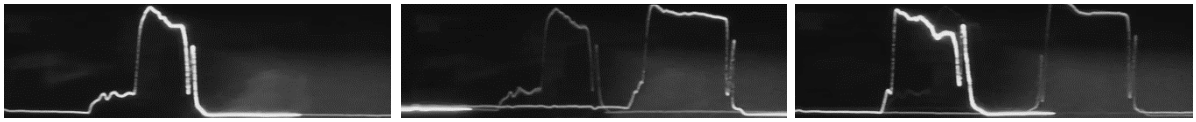


Рис.2. Осциллографическая иллюстрация наличия «биостабильности» частицы.

Нами наблюдались подобные эффекты на ряде ионообменников. Здесь, однако, мы иллюстрируем принцип указанного подхода на простейшем примере Силасорба С18 (н-октадецил производное Силасорб 300). Работы проводились в субкамере для СЭМ анализа сорбентов (собственной конструкции). На рис. 1 показано вращение и наличие нескольких дискретных стационарных положений для частицы Силасорба под пучком. Наличие стабильных состояний может быть также проиллюстрировано с использованием осциллографического контроля по центральной строке. На другой подобной частице соответствующие данные получены с использованием аналоговой CRT с послесвечением и показаны на рис. 2: очевидна «бистабильность» состояния частицы под электронным пучком. Механизм этого описан. Готовится публикация.

Электростатическая зарядка нетканых материалов и одиночных волокон: техника контролируемого операндо-исследования в СЭМ

Градов О.В.[1], Маклакова И.А. [1], Ольхов А.А.[1], Холуйская С.Н. [1], Иорданский А.Л. [1]
[1]*Федеральный исследовательский центр химической физики им. Н.Н. Семенова Российской академии наук*
e-mail: o.v.gradov@gmail.com

Электростатическая зарядка нетканых материалов представляет интерес как в фундаментальном аспекте (от изучения физических механизмов зарядки [1] до моделирования передачи сигналов в биологических волокнах и нейросетях [2]), так и в прикладном аспекте. Преимущественным прикладным направлением, на которое нацелены исследования зарядки нетканых материалов и одиночных волокон под пучком, является изготовление фильтров для воздуха [3-5], в том числе лежащих в основе создания диффузионных аэрозольных спектрометров [6,7] и используемых в специализированных медицинских масках [8]. Высокая эффективность подобных структур в сепарации аэрозолей известна [9]. В последней цитированной работе установлено, что заряд на подобных фильтрационных волокнах (сформированный за счет коронного разряда) приводит к значительному увеличению эффективности фильтрации частиц различного размера и морфологии. Другие приложения связаны с созданием систем хранения энергии (аккумуляторов / суперконденсаторов) [10,11] и элементов аппаратуры печати, требующих зарядки тонера или листа бумаги (в этих случаях как источник коронного разряда обычно используется проволочный коротрон, но опосредование процесса сетью нетканых волокон выглядит достаточно привлекательной версией имплементации зарядки) [12].

В фундаментальном аспекте проблемой контроля зарядки нетканых волокон является критерий измерения – что мы анализируем: поверхностный потенциал, электрическое поле, ёмкость «конденсатора» на поверхности волокна [13]? Данная проблема особо обостряется, если ведется речь о пространственно распределенных в сети процессах блуждания заряда, локальных пробоев, обратных разрядов и пр. [14]. Методы и аппаратура для зарядки полимерных филаментов и композитных сетей известны с 1960-х гг. [15,16] (с 1990-х гг. – также в операндо-версии для анализа при полимеризации, вытяжке, электроформовании / электроспиннинге [17]), но методы позиционно-чувствительного времяразрешенного контроля зарядки неразвиты.

В фундаментальном аспекте представляют интерес не только статические параметры уровня зарядки, достигнутые в процессе поляризации, но и кинетика заряда / разряда, затухание и релаксационные процессы в системе [18].В то же время, современные методы контроля нередко используют только

итоговые значения, игнорируя динамику зарядки, а большинство из них регистрирует заряд образца в целом, без привязки к распространению заряда по одиночным волокнам, как будто речь идёт о сосредоточенной, а не распределенной системе.

Нами предлагается устраняющее эти недостатки исследование электростатической зарядки нетканых материалов в СЭМ непосредственно под электронным пучком. Это позволяет одновременно получать с позиционной чувствительностью данные о зарядке и манипулировать волокнами, в том числе – снимая осциллограмму по профилям зарядки одиночных стабильных волокон (и распространения заряда по ним). Новые методы этого описаны нами в работах [19-21]. Ещё около десятка работ по теме готовятся к публикации.

Список литературы:

[1] O.V. Gradov, M.A. Gradova, S.N. Kholuiskaya, and A.A. Olkhov, *IEEE Transactions on Plasma Science*, **50**, 178-186 (2022).
[2] O.V. Gradov, M.A. Gradova, A.A. Olkhov, and A.L. Iordanskii, *Key Engineering Materials*, **869**, 246-258 (2020).
[3] Z. Chuanfeng, R. Yu, and W. Huisheng, *Technical Textiles*, **11**, 36-40 (2014).
[4] T. Oda and J. Ochiai, *Proc. 6th International Symposium on Electrets,* 1-3 September 1988, Queen's College, Oxford, England, 515-519 (1988).
[5] G. Chen, H. Xiao, and X. Wang, *IEEE 9th International Conference on the Properties and Applications of Dielectric Materials*, 19-23 July 2009, Harbin, China, 389-391 (2009).
[6] O.V. Gradov, Yu.V. Zhulanov, and P.Yu. Makaveev, *Nanosyst., Nanomat., Nanotech.,* **19**, 487-512 (2021).
[7] O.V. Gradov, Yu.V. Zhulanov, and P.Yu. Makaveev, *Photonics Russia*, **14**, 542-549 (2020).
[8] K.B. Im, and Y.K. Hong, *Textile Science and Engineering*, **51**, 186-192 (2014).
[9] M. Dmowska, *The impact of polymer fibers charging of nonwoven filters on the separation of aerosols* (Doctoral dissertation), Warsaw (2019).
[10] Y.J. Gong, J.W. Heo, H. Lee, Kim, H., J. Cho, S. Pyo, H. Yun, H. Kim, S.Y. Park, J. Yoo, and Y.S. Kim, *Advanced Energy Materials*, **10**, 2001479 (2020).
[11] Z. Liu, X. Zhang, C. Liu, D. Li, M. Zhang, F., Yin, G. Xin, G. Wang, *Journal of Materials Chemistry A*., **8**, 2777-2788 (2020).
[12] J. Iwasaki and T. Koya. U.S. Patent No. 7,603,058. 13 Oct. 2009.
[13] A. Antoniu, L. Dascalescu, I.V. Vacar, M.C. Plopeanu, B. Tabti, and H.N.L. Teodorescu, *IEEE Transactions on Industry Applications,***47**, 1118-1125 (2011).
[14] K. Ando and G. Kondo, *Sen'i Kikai Gakkaishi (Journal of the Textile Machinery Society of Japan)*, **49**, T276-T280 (1996).
[15] W.L. Graf and F.J.Medeiros, U.S. Patent No. 3,436,797. 8 Apr. 1969.

[16] L.C. Wadsworth, J. Oldrich, and P.Y. Tsai, U.S. Patent No. 6,153,059. 28 Nov. 2000.
[17] P.Y. Tsai, G.W. Qin, and L.C. Wadsworth, *Tappi journal*, **81**, 274-278 (1998).
[18] B. Tabti, M.R. Mekideche, M.C. Plopeanu, L.M. Dumitran, L. Herous, L., and L. Dascalescu, *IEEE Transactions on Industry Applications*, **46**, 634-640 (2010).
[19] O.V. Gradov, M.A. Gradova, A.L. Iordanskii, A.A. Olkhov, and S.N. Kholuiskaya, *7th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects*, 662–665 (2020).
[20] O.V. Gradov, I.A. Maklakova, M.A. Gradova, A.I. Sergeev, and Yu.K. Naganovskiy, *Materials Science Forum*, **1037**, 84–104 (2021).
[21] O.V. Gradov, M.A. Gradova, I.A. Maklakova, and S.N. Kholuiskaya, *Materials Research Proceedings*, **21**, 370–383 (2022).

Секция 5. Электронная микроскопия в геологии

Морфологические особенности тенорита и малахита, синтезированных в растворах гидроокиси аммония

Бубликова Т.М.[1], Манохина Е.А.[2], Некрасов А.Н.[1], Балицкий В.С.[1], Сеткова Т.В.[1]

[1]ИЭМ РАН, Черноголовка,
[2]МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва
e-mail: tmb@iem.ac.ru

При проведении работ по определению условий синтеза и разработке метода получения синтетического малахита выполнялись эксперименты по изучению возможности получения кристаллических фаз тенорита (CuO) и малахита [$CuCO_3 \cdot Cu(OH)_2$]. Опыты проводили в кристаллизаторах рециркуляционного типа (объем 0.8 л) по методу, разработанному в ИЭМ РАН [1]. В качестве шихты использовали химический реактив основной карбонат меди квалификации «хч». Температуру в зоне кристаллизации поддерживали на уровне 60 – 80 ºС, в зоне растворения шихты 55 ± 2 ºС. В качестве кристаллизационных использовали растворы гидроокиси аммония 2.0 и 2.5 m NH_4OH. Продолжительность опытов составляла 20 – 30 суток.

Идентификацию полученных фаз проводили на основе порошковых рентгенограмм, снятых на дифрактометре Bruker D8-advance. Морфологию и внутреннее строение образцов исследовали на поверхностях роста кристаллов, на сколах и полированных поверхностях с использованием растрового сканирующего микроскопа Tescan Vega II XMU с энергодисперсионным спектрометром (ЭДС) INCA Energy 450.

В экспериментах был получен тонкокристаллический нарост толщиной до 5 мм, состоящий из двух фаз: тенорита и малахита. Агрегаты синтезированного тенорита представлены двумя морфологическими типами. Первый тип – слой тонкодисперсных частиц, которые образуют плотный налет на малахите (рис. 1 а); второй тип – сфероподобные образования размером 2 – 5 мкм в диаметре, состоящие из кристаллов пластинчатого облика (рис. 1 б, в). Кристаллизация подобных агрегатов происходила в свободных полостях между кристаллами малахита.

Нарост малахита на горизонтальной поверхности дна кристаллизатора неоднородный. Параллельно-шестоватые агрегаты сложены кристаллами призматического габитуса, размеры в поперечнике 80 – 100 мкм (рис. 1 *г*). В кавернах и трещинах нароста образовались сноповидные агрегаты малахита радиально-лучистого строения. Кристаллы агрегатов длиннопризматического габитуса, уплощенные, размеры в поперечнике 0.5 – 2 мкм (рис. 1 б).

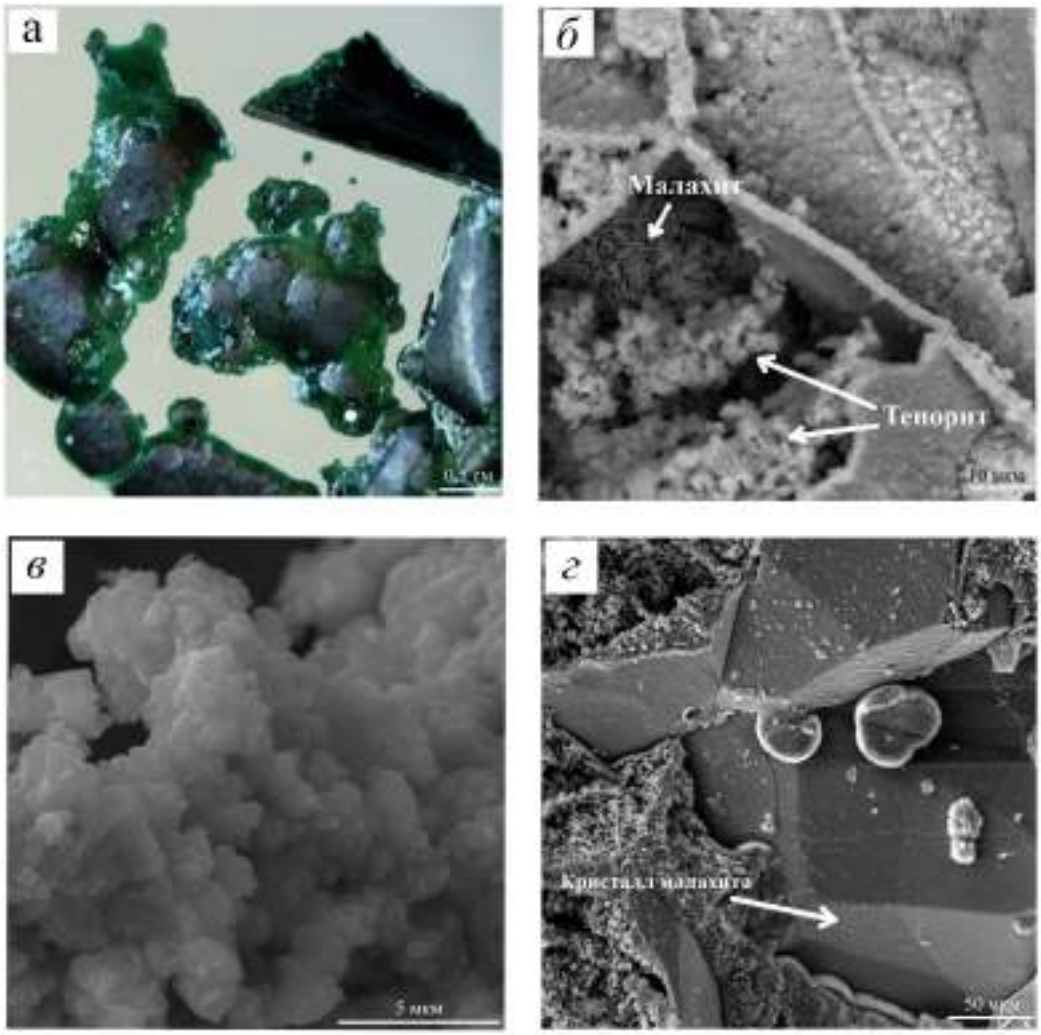


Рис.1. а, б – кристаллические фазы тенорита и малахита; б, в, г – РЭМ изображения синтезированных фаз: в – сфероподобные агрегаты тенорита, г – кристаллы малахита

Таким образом, проведенные исследования показали возможность получения синтетических аналогов природных минералов тенорита и малахита различных морфологических типов методом перекристаллизации основного карбоната меди в растворах гидроокиси аммония.

Данная работа выполнена в ИЭМ РАН, тема НИР FMUF-2022-0002.

Список литературы:

[1] Bublikova T. M., Balitsky V. S., Khanin D. A., Nekrasov A. N., Setkova T.V. Features of the Internal Structure of a Synthetic Malachite. Moscow University Geology Bulletin, **Vol. 74**, No. 1, pp. 73–80. 2019.

Влияние высоковольтных наносекундных импульсов и диэлектрического барьерного разряда в воздухе на морфологию поверхности и микротвердость эвдиалита

Бунин И.Ж.[1], Копорулина Е.В.[1], Анашкина Н.Е.[1]

[1]*Институт проблем комплексного освоения недр им. академика Н.В. Мельникова Российской академии наук (ИПКОН РАН), Москва, Россия*
e-mail: bunin_i@mail.ru

Эвдиалитовые руды Ловозерского массива (Кольский полуостров) являются перспективным источником для производства редких и редкоземельных металлов (РЗМ) и характеризуются сравнительно высоким содержанием циркония 11–13% ZrO_2, гафния 0.21–0.27% HfO_2, тантала 0.06–0.1% Ta_2O_5, ниобия и титана 0.6–1% Nb_2O_5 и TiO_2, стронция 0.21–1.48% SrO, а также РЗМ (Sm, Gd, Tb, Er, Y). Эвдиалит — породо- и рудообразующий минерал луявритов и ювитов с содержанием в этих породах до 20–30%, что обеспечивает высокую обогатимость эвдиалитовых руд гравитационно-магнитной сепарацией с извлечением эвдиалита в концентрат до 75–80%.

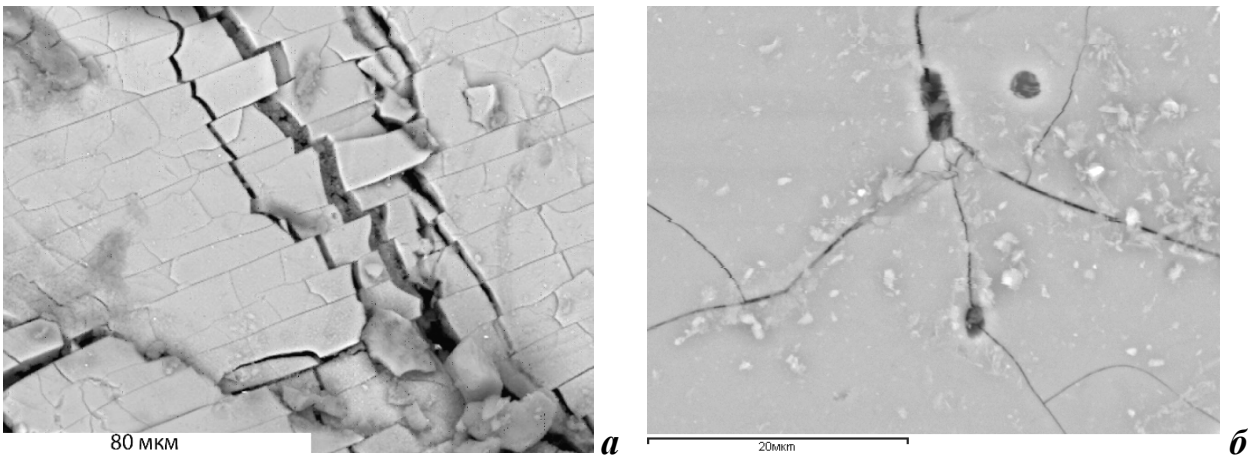
Использование энергосберегающих высоковольтных электроразрядных технологий в процессах переработки труднообогатимого минерального сырья позволяет достичь эффективного разделения минеральных комплексов (раскрытия минеральных сростков) и создать оптимальные условия для повышения контрастности физико-химических и флотационных свойств минералов и последующей сепарации в процессе флотации за счет образования на их поверхности нанообразований гидрофобного и гидрофильного состава.

В докладе представлены экспериментальные данные об особенностях изменения морфологии поверхности (РЭМ–РСМА, микроскоп LEO 1420VP с анализатором INCA Oxford 350) и микротвердости эвдиалита при воздействии неравновесных электрических разрядов двух видов: высоковольтного импульсно-периодического наносекундного разряда, инициируемого мощными электромагнитными импульсами (МЭМИ) и диэлектрического барьерного разряда (ДБР) в воздухе при атмосферном давлении.

Исследования проводили на образцах эвдиалита (Ловозерский ГОК; $Na_{15}Ca_6(Fe^{2+}, Mn^{2+})_3Zr_3[Si_{25}O_{73}](O, OH, H_2O)_3(OH, Cl)_2$ — химическая формула минерала) в виде минеральных зерен размером от 63 до 630 мкм и полированных аншлифов толщиной ~4.5 мм. Обработку образцов МЭМИ и ДБР проводили на воздухе при стандартных условиях; диапазон изменения времени обработки образцов – $t_{обр.} = 10 – 150$ с. Электрофизические параметры МЭМИ: $\tau_{fr} \sim 2 – 5$ нс, $\tau \sim 4 – 10$ нс – передний фронт и длительность импульса соответственно, U~30 кВ – амплитуда импульса, $E \sim 10^7$ В × м$^{-1}$ –

напряженность электрического поля в межэлектродном промежутке длиной ≤5 мм, частота повторения импульсов 100 Гц, энергия в импульсе ~0.1 Дж. Параметры инициирующих ДБР импульсов: $\tau_{fr} \sim 300$ нс, $\tau \sim 8$ мкс – длительность переднего фронта и длительность импульса соответственно, напряжение на электродах в ячейке барьерного разряда — 20 кВ, частота повторения импульсов — 15 кГц.

По данным РЭМ – РСМА, в результате нетеплового воздействия наносекундных МЭМИ происходило разрушение структуры эвдиалита с образованием микротрещин (рис. 1*а*) и отдельных минеральных фрагментов. Электромагнитная импульсная обработка вызывала разупрочнение поверхности минерала; установлен монотонный характер снижения микротвердости (*HV*, МПа, ПМТ-3М) эвдиалита с увеличением $t_{обр}$ с 740 МПа в исходном состоянии до 560 МПа при $t_{обр.} = 150$ с, т. е. $\Delta HV_{max} \cong 24$ %. При кратковременных импульсных воздействиях ($t_{обр.} = 10 – 30$ с) происходило существенное уменьшение микротвердости минерала ($HV = 650$ МПа; $\Delta HV = 12$ %).



а *б*

Рис.1. Морфология поверхности эвдиалита после обработки МЭМИ (а) и ДБР (б) в течение 30 – 50 с. РЭМ – РСМА, масштаб: (а) 80, (б) 20 мкм

Изменения морфологии поверхности эвдиалита, подвергнутого обработке в условиях ДБР ($t_{обр.} = 50$ с), связаны с образованием дефектов в виде отпечатков токовых микроканалов электрического пробоя диаметром 1 – 3 мкм, микротрещин (рис. 1*б*) и, с увеличением $t_{обр.} = 100$ с, — фрагментированных покрытий. В результате действия ДБР происходило разупрочнение поверхности образцов и снижение микротвердости эвдиалита с увеличением $t_{обр.}$ с $HV = 780$ до 420 МПа при $t_{обр.} = 0$ и 150 с соответственно ($\Delta HV_{max} = 46$ %), причем при кратковременной ($t_{обр.} = 10$ с) обработке минерала $HV = 630$ МПа, т. е. $\Delta HV \cong 19$ %.

Таким образом, кратковременные ($t_{\text{обр.}} = 10 - 30$ с) электромагнитные импульсные воздействия эффективны для разупрочнения (раскрытия минеральных сростков, образования дефектов, ненасыщенных химических связей) и структурно-химического модифицирования поверхности минералов.

Данная работа была поддержана проектом Российской Федерации в лице Министерства науки и высшего образования РФ № 13.1902.21.0018 (соглашение 075-15-2020-802).

Применение растровой электронной микроскопии для изучения структурных изменений горных пород при внешних энергетических воздействиях

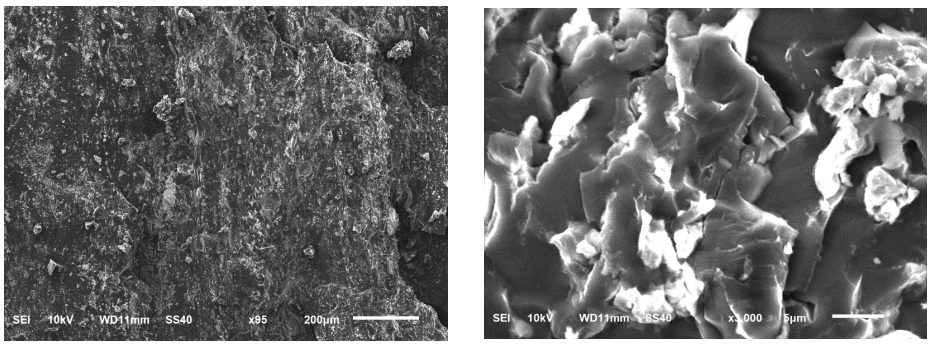
Кочанов А.Н., Бунин И.Ж., Долгова М.А.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем комплексного освоения недр им. академика Н.В. Мельникова РАН
e-mail: kochanov@mail.ru

В докладе анализируется результаты экспериментальных исследований, выполненных с использованием растровой электронной микроскопии (РЭМ) применительно к изучению структурных особенностей горных пород, их изменений в результате внешних физических воздействий. Следует отменить, что растровая электронная микроскопия (наряду с другими методами) с последующим цифровым анализом изображений широко используется для решения данных задач, в том числе для оценки параметров пор, микротрещин, и в последнее десятилетие число таких исследований стремительно растет [1, 2].

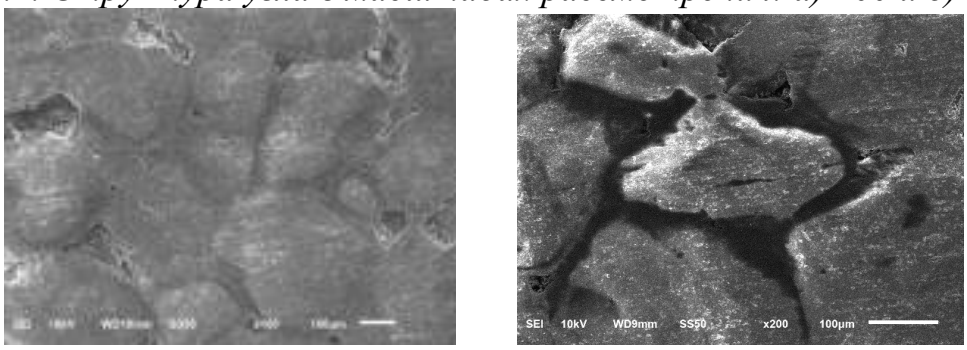
При проведении экспериментов анализ структуры поверхности образцов проводили на разных масштабных уровнях рассмотрения с использованием растровых электронных микроскопов JEOL – JSM-6610LV, JSM 5910LV и LEO1450VP. Морфологические особенности поверхности образцов до и после высокоэнергетического воздействия мощных наносекундных электромагнитных импульсов (МЭМИ) изучали с применением растрового электронного микроскопа JEOL–JSM-6610LV. Применение низковакуумного режима работы микроскопа позволяет исследовать образцы горных пород без предварительного напыления на поверхность токопроводящих слоев. Максимальное увеличение, при котором возможен в этих условиях информативный анализ фрагментов поверхности образцов песчаника, гранита и углей составляло порядка ×5000-10000. В отдельных случаях с помощью РЭМ JEOL–JSM 5910LV получены изображения структурных элементов поверхности образцов при увеличении до ×75000. Сегментация и выбор наиболее типичных структур из всего наблюдаемого их многообразия (рис. 1) представляет чрезвычайно важную задачу. В качестве примера на рис. 2 представлены изображения фрагмента поверхности песчаника до и после электромагнитной импульсной обработки, а также вид микротрещин в угле, которые образовались после энергетического воздействия (рис. 3). По данным РЭМ в результате обработки МЭМИ на поверхности образцов угля происходило формирование системы микротрещин, величина раскрытия которых составляла 0.2-2.5 мкм. Выполненные исследования показывают, что растровая электронная микроскопия позволяет выявить структурные

особенности горных пород, изучение которых в большинстве случаев было бы невозможно с помощью оптической микроскопии. Наряду с электронной микроскопии возможно также совместное применение методов компьютерной рентгеновской микротомографии, микро- и наноиндентирования, что во многом повышает информативность исследований.



а) б)

Рис.1. Структура угла в масштабах рассмотрения: а) 200 и б) 5 мкм



а) б)

Рис.2. Фрагмент структуры песчаника до (а) и после (б) электромагнитного импульсного воздействия

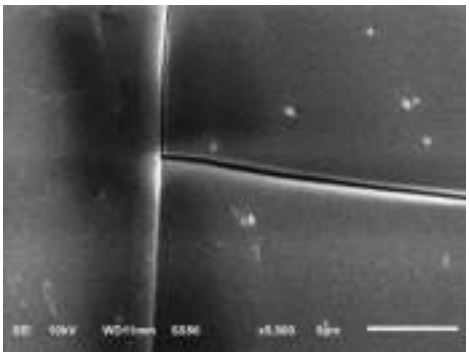


Рис.3. Микротрещина в образце угля

Список литературы:

[1] В.Н. Соколов, В.А. Кузьмин, Изв.РАН. Сер.физич, Т.57, №8, С.94-98, (1993).

[2] В.А. Кузьмин, Н.Н. Михайлов, Н.А. Скибицкая и др, Геология нефти и газа, №3, С.35-45, (2015).

Кристаллообразование при термической деструкции шунгита

Товпенец Т.Ю.

Институт геологии Карельского научного центра РАН, Петрозаводск, Россия
e-mail: t.tovpenets@yandex.ru

Введение

Шунгитовые породы Онежской палеопротерозойской структуры (Феноскандинавский щит, Карельский кратон) [1] представляют собой докембрийские природные углерод-минеральные композиционные материалы с нано- и микродисперсным распределением и характерной морфологией компонент. В их состав входит от 1 до 99% углеродистого вещества (шунгита), а также, кварц, сложные алюмосиликаты и карбонаты с незначительным содержанием сульфидов и других акцессорных минералов. Шунгит является специфичной формой углерода, представляющей собой неграфитируемый фуллереноподобный углерод, отличающийся от графитового на уровне надмолекулярной, атомной и зонной (электронной) структуры [2].

Целью работы было проведение модельного эксперимента по изучению процессов кристаллообразования в шунгите при термическом воздействии.

Материалы и методы

Для исследования был отобран шунгит из месторождения Шуньга. Шунгит дробился и обрабатывался 10% раствором соляной кислоты, для удаления минеральных компонент с поверхности частиц. Далее одна часть образца подвергалась термическому окислению при температуре 500°С, а другая - 600°С. Полученная зола наносилась на алюминиевые пластины, без дополнительного напыления, для исключения углеродного отклика. Образцы исследовались на сканирующем электронном микроскопе VEGA 11 LSH фирмы Tescan с энергетической анализирующей приставкой INCA Energy фирмы Oxford Instruments. Обнаруженные микрокристаллы привязывались к координатам пластинок для дальнейшего исследования с помощью Рамановской спектроскопии (Раман-спектрометр Nicolet Almega XR с возбуждением аргоновым лазером с длиной волны 532 нм.).

Результаты и обсуждения

Выявлено, что на фоне зольных бесформенных образований, хорошо видны микроразмерные (~10 микрон) кристаллы с хорошей огранкой, которые никогда не наблюдаются в исходных образцах шунгита. Определен разнообразный класс микрокристаллов различной морфологии и состава (O, Na, Al, Si, S, K, V, P, Ca, Fe, Zn, Pb, Ni, Cu). Вследствие малых размеров кристаллов и невозможности их идентификации по составу был использован метод комбинационного рассеяния света. Было выявлено большое количество микрокристаллов, которые наиболее близки по имеющимся минералогическим базам к бультфонтейниту, алланиту, корнубиту и др. Один

из обнаруженных микрокристаллов приведен на рис.1 со спектром ЭДС (рис. 2), рамановский спектр для которого наиболее близок к алланиту $CaCeFe_2+Al_2(Si_2O_7)(SiO_4)O(OH)$.

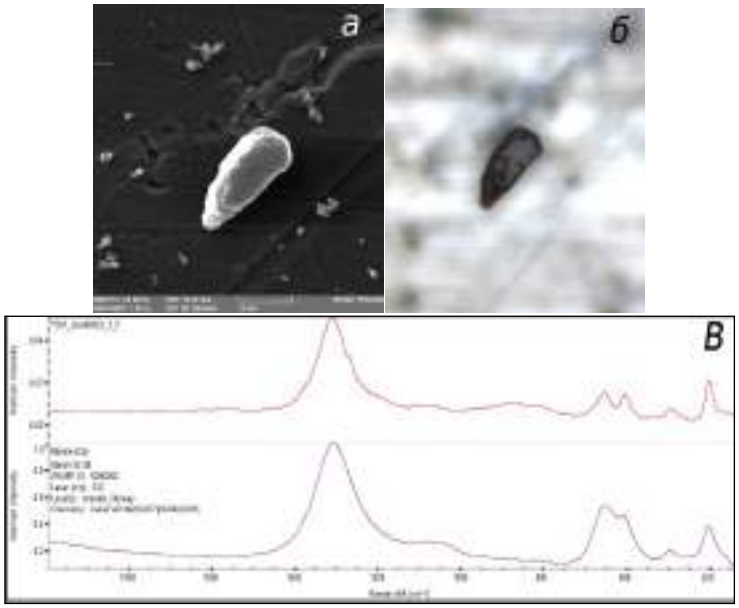


Рис.1. РЭМ снимок микрокристалла в отраженных электронах (а), световой снимок микрокристалла в рамановском микроскопе (б) и его спектр (в)

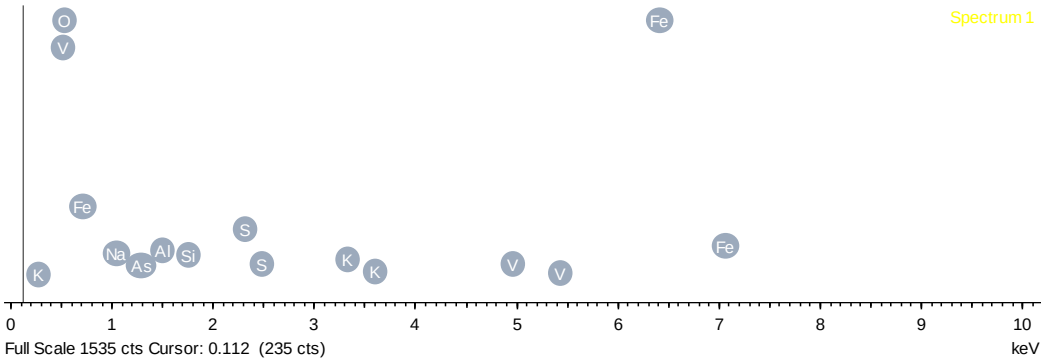


Рис.2. Элементный состав микрокристалла.

Поскольку данные микрокристаллы никогда не обнаруживались в шунгите, то возможным механизмом их образования предполагается сублимация. Подобный механизм может встречаться в природных условиях при внедрении интрузий в углеродсодержащие породы [3].

Работа выполнена в рамках темы НИР КарНЦ РАН «Геология и генезис месторождений, минералогия и технология шунгитовых пород Онежской структуры».

Список литературы:

[1] Онежская палеопротерозойская структура (геология, тектоника, глубинное строение и минерагения) / Ред. Л. В. Глушанин, Н. В. Шаров, В. В. Щипцов. Петрозаводск: КарНЦ РАН, С. 431.(2011)

[2] Ковалевский В. В. Шунгит или высший антраксолит? Зап. РМО, 138, № 5, 97-105. (2009)

[3] I. A. Zhukova, A. S. Stepanov, A. V. Korsakov, S.-Y. Jiang, *J Raman Spectroscopy*, **53(3)**, 485-496 (2022).

Магнитная минералогия осадочных отложений озера Банное

Юсупова А.Р.[1], Кузина Д.М.[1], Нургалиева Н.Г.[1], Рогов А.М.[1]

[1]Казанский федеральный университет, Институт геологии и нефтегазовых технологий
e-mail: anrjusupova@kpfu.ru

Осадочные отложения содержат магнитные минералы, которые могут быть привнесены из различных источников [1]. Помимо аллотигенного поступления, могут быть вклады бактериального магнетита [2], аутигенного грейгита [3] и антропогенного магнетита, полученного в результате промышленной деятельности, векулярных выбросов и т. д. [4], а также космического происхождения [5; 6].

В данной работе представлены результаты исследований магнитной фракции осадочных отложений озера Банное (Южный Урал).

С целью подборки образцов осадочных отложений озер для электронно-микроскопических исследований использовался дифференциальный термомагнитный анализ (ДТМА). ДТМА выполнялся на авторегистрирующих крутильных весах, сконструированных в ИГиНГТ [7; 8]. Поведение термомагнитных кривых свидетельствует о присутствии в образцах различных магнитных минералов, таких как пирит, магнетит, железо-никелевые сплавы и тд. (рис. 1А).

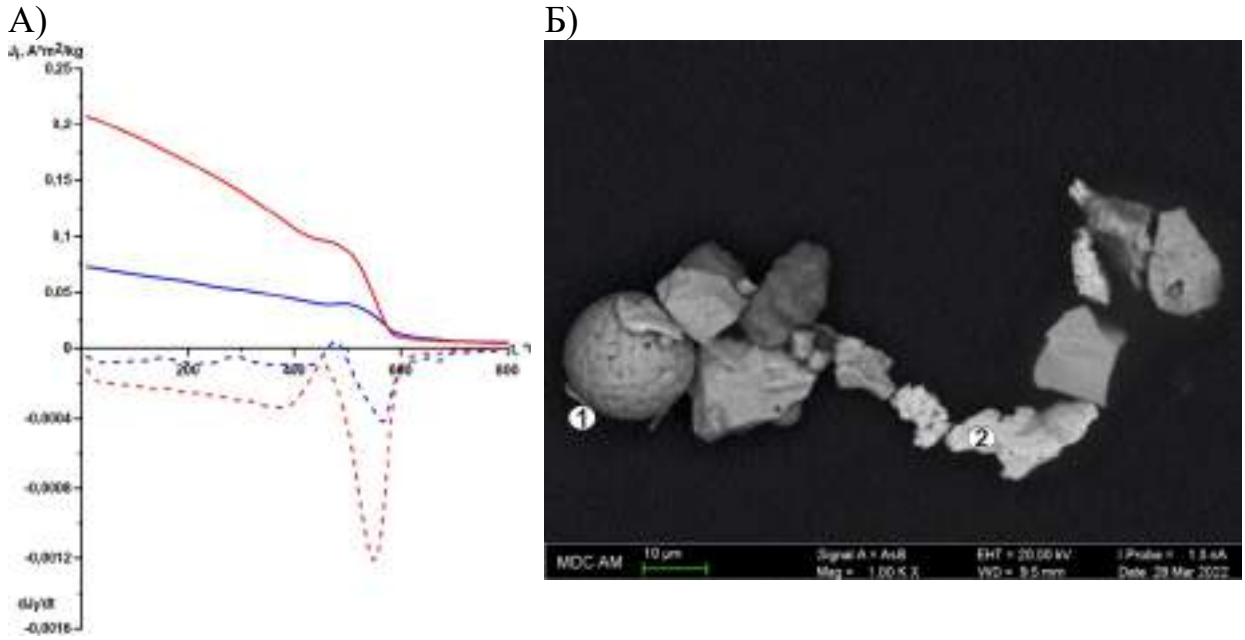


Рис.1.А) Результаты дифференциального термомагнитного анализа образца 501 (2 см). Синим обозначен первый нагрев, красным – второй, сплошная линия – интегральная кривая, пунктир – дифференциальная; Б)

Электронно-микроскопический снимок сферулы космического происхождения (1) и аллотигенного железа с примесью хрома, никеля (2)

Электронная микроскопия для осадочных отложений озера Банное была проведена на базе Междисциплинарного центра «Аналитическая микроскопия» КФУ. С целью изучения морфологии и элементного состава использовался автоэмиссионный сканирующий электронный микроскоп Merlin компании Carl Zeiss (Германия), оснащенный детектором элементного анализа Aztec X-MAX. Разрешение составляет 127 эВ.

На основе микрофотографий (рис. 1Б-1) и элементного анализа установлено, что в ферромагнитной фракции осадочных отложений озера Банное содержатся частицы космического происхождения (атом. Fe-39.15%, O-50.03%, Zn-0.33%, Cr-0.12%) [5; 6], а также крупные аллотигенные зерна магнетита, хромистого магнетита и тд. рис. 1Б-2 (Fe-47.77%, Cr-11.87%, Ni-5.43%, O-3.65%).

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-35-90058. Часть исследования выполнена за счет гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых - кандидатов наук № МК-4100.2021.1.5.

Список литературы:

[1] Walden, J., 1999. Remanence measurements, in: Walden, J., Smith, J.P., Oldfield, F., (Eds.), Environmental Magnetism - A practical guide, Technical Guide No. 6, Quaternary Research Association, London. pp. 63-88.

[2] Snowball, I., 1994. Bacterial magnetite and the magnetic properties of sediments in a Swedish lake. Earth Planet. Sci. Lett. 126, 129-142.

[3] Snowball, I., 1991. Magnetic hysteresis properties of greigite (Fe3S4) and a new occurrence in Holocene sediments from Swedish Lappland. Phys. Earth Planet. Inter. 68, 32-40.

[4] Gautam, P., Blaha, U., Appel, E., Neupane, G., 2004. Environmental magnetic approach towards the quantification of pollution in Kathmandu urban area, Nepal. Phys. Chem. Earth 29, 973-984

[5] Kuzina D. M., Iusupova A. R., Nurgaliev D. K., Vorob'ev V.V., Osin, Yu. N. EXTRATERRESTRIAL MATTER FROM LAKE BOLSHOE MIASSOVO, SOUTH URAL, RUSSIA // METEORITICS & PLANETARY SCIENCE. - 2019. T.54.

[6] Глухов 2021. Магнитные микросферулы: морфология, состав, принципы классификации / Геолого-минералогических наук: 25.00.05 / Глухов Михаил Сергеевич; [Место защиты: ФГАОУ ВО «Казанский (Приволжский) федеральный университет»], 2022.- 202 с.

[7]Буров Б.В., Ясонов П.Г. Введение в дифференциальный термомагнитный анализ горных пород. Казань: изд-во КГУ, 1979. 159 с.

[8] Буров Б.В., Нургалиев Д.К., Ясонов П.Г. Палеомагнитный анализ. Казань: Изд-во КГУ, 1986. 167 с.

Цифровизация керна на основе микроструктурных исследований

Кузьмин В.А.*, Скибицкая Н.А.**

Институт проблем нефти и газа РАН, 119333 Москва, Россия

**e-mail: Kuzminva@mail.ru*
***e-mail: skibitchka@mail.ru*

Цифровая модернизация нефтегазового производства требует применения новых инновационных решений для увеличения эффективности разработки. Для этого, в последние годы все более широко осуществляется цифровизация процессов для оптимизации эксплуатационных затрат и повышения рентабельности технологических процессов [1]. Особенно эффективны цифровые технологии на труднодоступных месторождениях с неразвитой инфраструктурой. Задача управления и эксплуатации такими месторождениями решается созданием интегрированного технологического комплекса на основе применения цифровых технологий с удаленным доступом контроля управления объектами. В этой связи, разработка методов анализа и цифрового представления параметров керна имеет большие перспективы. Нами в рамках петрофизических исследований проводится цифровизация данных структуры порового пространства керна как первого этапа создания цифровой модели пласта. Для этого поровое пространство изучается в электронном микроскопе. Используется катодолюминесцентный метод [2] и специальная программа для обработки катодолюминесцентных изображений [3]. Программа позволяет по изображениям (пример на рис. 1) рассчитывать различные микроструктурные параметры, а также строить гистограммы распределения этих параметров и некоторых петрофизических характеристик, включая проницаемость. В процессе исследования пород различных месторождений, с применением электронно-микроскопических методов, были установлены наиболее информативные параметры характеризующие поровое пространство коллекторов. К ним относятся: распределение пор и каналов по размерам (характер кривой, рис.2); средняя площадь пор и каналов; средний эквивалентный диаметр пор и каналов; средний периметр пор и каналов; координационное число - $N_{кан}$; средний диаметр каналов - $d_{пор}$; средний диаметр пор - $d_{кан}$; отношение $d_{пор}/ d_{кан}$ на основе реальных замеров параметров порового пространства. Эти параметры позволяют классифицировать коллекторы на основе микроструктурной классификации пород коллекторов нефти и газа [4]. При анализе порового пространства создается база наиболее информативных параметров в виде

цифровых данных и изображений порового пространства, которые могут быть использованы в дальнейшем для разработки месторождений.

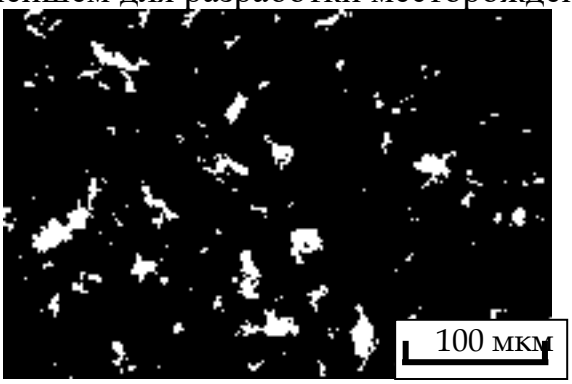


Рис.1. Поровое пространство известняка (катодолюминесценция в РЭМ)

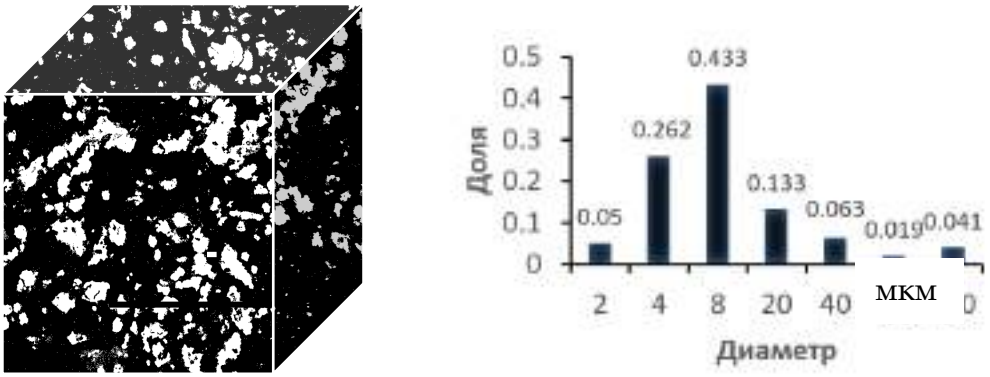


Рис.2. Пример анализа распределения пор по размерам в известняке.

Список литературы:

[1]Еремин Н. А., Еремин Ал. Н., Еремин Ан. Н. Цифровая модернизация нефтегазового производства // Нефть. Газ. Новации. 2017. № 12. С. 13–16.
[2] Kuzmin V.A. // J. Surf. Invest.: X-ray, Synchrotron Neutron Tech. V. 1. No. 6. P. 687 (2007).
[3] Большаков М.Н., Скибицкая Н.А., Кузьмин В.А. // Поверхность. Рентген, синхротр. и нейтрон. исслед. 2007. №.8. С. 108.
[4] Kuzmin V.A., Skibitskaya N.A. Use of scanning electron microscopy for the classification of rocks of oil and gas reservoirs // Journal of Surface Investigation. X-ray. Synchrotron Neutron Techniques. Vol. 11. No. 1. P. 160-168 (2017).

Благодарности. Работа выполнения в рамках государственного задания по темам "Прогноз состояния ресурсной базы нефтегазового комплекса России на основе системных исследований перспектив нефтегазоносности природных резервуаров в карбонатных, терригенных и сланцевых формациях", № АААА-А19-119030690047-6.

Особенности распределения максимальных содержаний некоторых элементов в структурно-вещественных микрозонах железо-марганцевых конкреций морей Российской Арктики

Рейхард Л.Е.[1], Новигатский А.Н.[1], Козина Н.В.[1]
[1]*Институт океанологии им. П.П. Ширшова РАН*
e-mail: mollusc@mail.ru

Железо-марганцевые конкреции (ЖМК) имеют огромную научную и практическую ценность, являясь и архивами палеособытий в Мировом океане, и полиметаллическими полезными ископаемыми широкого назначения [1-3]. Генетическая информация об условиях и механизмах формирования ЖМК документируется в процессе их зарождения и роста в таких характеристиках, как форма, структура, текстура, минеральный и химический состав. Эти же характеристики могут быть определяющими при установлении соответствия типов ЖМК требованиям к технологическим процессам добычи и извлечения особо ценных элементов – Mn, Fe, Ni, Co, Cu, Zn, Ti, V, РЗЭ. Специфика изучения ЖМК состоит в том, что максимально полная и достоверная информация об их строении и составе может быть получена только с применением методики комплексных поэтапных микроскопических исследований с обязательным использованием различных методов сканирующей электронной микроскопии в сочетании с энергодисперсионной рентгеновской спектроскопией [2; 3]. Как показывает опыт авторов и многочисленных предшественников, исследовавших железо-марганцевое конкрециеобразование, концентрации химических элементов в тонкодисперсном веществе ЖМК распределены крайне неравномерно [1; 2]; характер и закономерности этого распределения можно определить, как правило, только на микро- и ультрамикроуровне.

Для понимания генетических механизмов железо-марганцевого рудогенеза в различных фациальных зонах Северного Ледовитого океана авторами были детально изучены многочисленные проявления железо-марганцевого конкрециеобразования в донных отложениях шельфовых морей Российской Арктики (Баренцевом, Карском, Лаптевых) [2]. Установлено, что арктические ЖМК представлены различными морфотипами: микроконкрециями; макроконкрециями сферической, желвакоподобной и эллипсоидальной формы с ядрами в виде галек различного петрографического состава и рудной оболочкой с хорошо выраженной концентрической слоистостью; зональными коркоподобными и трубкообразными конкрециями. Определено, что рудные части изученных ЖМК в вещественно-генетическом плане представляют собой сложные поликомпонентные полиструктурные агрегаты аутигенных минералов (оксигидроксидов Mn, гетита и сидерита). В строении рудных частей могут участвовать литогенные обломочные зерна

кварца, полевых шпатов, амфиболов, титансодержащих минералов, а также биогенные микрокомпоненты (опаловые панцири диатомей, карбонатные мшанковые постройки и раковины фораминифер, органические пленки). Результаты комплексных поэтапных микроскопических исследований показали, что в рудном веществе изученных ЖМК максимально высокие концентрации таких элементов, как Mn, Fe, P, C, S, N, Ca, содержатся в определенных типах структурно-вещественных микрозон [2]. Так, в эллипсоидальных ЖМК из центральной части Карского моря максимальные содержания Mn (80,8%-83,7%) обнаружены в микрозонах, образованных волокнистыми агрегатами оксигидроксидов Mn, формирующими крустификационный и поровый диагенетический цемент в слойках, обогащенных зернами кварца и полевых шпатов. Максимальные содержания Fe (до 61,6%) и фосфора (до 6%) зафиксированы в микрозонах развития агрегатов из биоморфных образований кокковидной формы (диаметром до 1,5 мкм) и палочковидной формы (размером 1x10 мкм) [2]. Следует отметить, что по данным масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой в веществе рудной оболочки этого типа ЖМК валовое содержание Mn составляет всего 3,2%, Fe - 22,8%, P – 1,7%. Анализ полученных результатов демонстрирует, что механизмы максимальной концентрации в ЖМК некоторых химических элементов реализуются локально в пространстве определенных структурно-вещественных микрозон. Эти микрозоны образованы аутигенными минералами Mn и Fe в результате физико-химических и биохимических реакций в процессе внутриконкреционных диагенетических преобразований, включающих биоминерализацию.

- *Благодарности: авторы выражают благодарность Мамочкиной А.И., Кравчишиной М.Д., Политовой Н.В., Шевченко В.Т., Ковалеву М.А. (ООО «Мелитэк»), Косорукову В.Л. за помощь и содействие на разных этапах исследований. Обобщение данных выполнено в рамках Государственного задания ИО РАН (тема FMWE-2021-0002).*

Список литературы:

[1] Г.Н. Батурин, В.Т. Дубинчук. Микроструктуры железомарганцевых конкреций: Атлас микрофотографий. – М.: Наука, 1989. – 288 с.

[2] Л.Е. Рейхард, Н.В. Козина, А.Н. Новигатский, А.И. Мамочкина, Н.В Политова, К.М. Рязанцев. Новые данные о строении и составе железомарганцевых конкреций из донных отложений шельфовых морей Российской Арктики. В сборнике: Геология морей и океанов: Материалы XXIV Международной научной конференции (Школы) по морской геологии. Т. III. — М.: ИО РАН, 2022. — С. 114-118

[3] Л.Е. Рейхард, Н.В. Козина, А.Г. Боев, О.М. Дара, А.Г. Рейхард Микрокомпоненты в макромасштабах: особенности изучения гетерогенных процессов в морях и океанах микроскопическими методами // В сборнике:

Современные методы и средства океанологических исследований (МСОИ-2021). Материалы XVII международной научно-технической конференции. Институт океанологии им. П.П. Ширшова РАН. 2021. С. 250-254

Характер распределения продуктов импакта в ходе эксперимента

Рыбчук А.П., Яковлев О.И., Горностаева Т.А., Мохов А.В.

Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук (ГЕОХИ РАН)
Почтовый адрес: 119991, г. Москва, ул. Косыгина, д.19.
Электронная почта: goliaf77@mail.ru

Более 20 лет назад в институте механики МГУ Яковлевым О.И. был проведён эксперимент по имитации ударного испарительного процесса. Была разработана специальная установка с 2-х ступенчатой легко-газовой пушкой с одной стороны и мишенью с уловителями на другом конце откаченной 13-ти метрововой трассы. Из 2-х ступенчатой легко-газовой пушки баллистическим ударником в виде медного шарика диаметром 5 мм и массой 0.2-0.5 г производились выстрелы со скоростями ударника от 1 км/с до 7 км/с по различным мишеням (базальтам, серпентиниту, и д.р.) для имитации ударного процесса с образованием продуктов импакта и улавливанием их на специальных мишенях-ловушках в виде медных пластин. Эксперименты наблюдались с помощью высокоскоростных цифровых камер [1].

Разработанная Яковлевым с соавторами [1] специальная методика сбора полученных продуктов импакта и их анализа с последующим сравнением с исходным веществом мишени, позволили детально изучить как конденсатный материал, так фрагменты мишеней. При изучении с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) ловушек – медных подложек – был идентифицировано силикатное стекло - конденсат, и обнаружены кратеры различной формы с микроскопическими частичками мишени (рис.1). Тонкоплёночный стеклянный конденсат, состав которого коррелировал с составом мишеней, мог состоять из нескольких слоёв близкого состава, но разной крупности слагаемых плёнки индивидов (рис. 2). Частицы минералов матрицы, долетавшие до ловушек, образовывали микрократеры в конденсате, причём их энергии хватало на образование кратеров и в медной подложке (рис. 2).

Полученные результаты подтверждают данные экспериментов с применением лазерных установок [2, 3].

Работа выполнена за счёт бюджетных средств в рамках госзадания ГЕОХИ РАН по теме "Новые комплексные подходы к фундаментальной проблеме изучения химического состава, трансформации и миграции наночастиц и легкоподвижных форм элементов в окружающей среде".

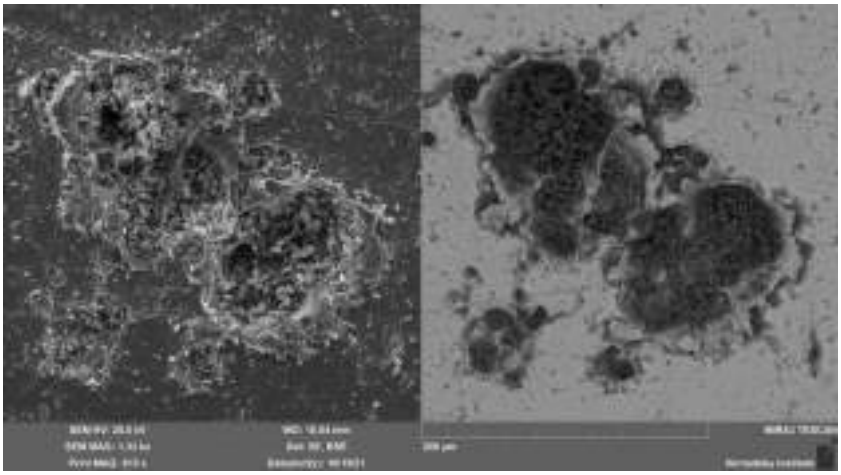


Рис. 1. Кратеры, образованные в конденсатной плёнке микрофрагментами мишени.

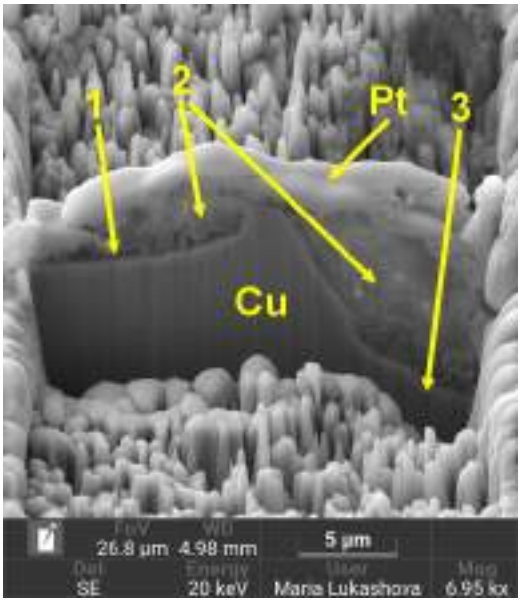


Рис. 2. Разрез кратера. 1 – слой тонкого плёночного конденсата; 2 – конденсат, частицы которого слиплись в комки; 3 – кратер в медной подложке; Cu – медная подложка; Pt – напылённый слой металла для фиксации тонкой ламели.

Литература:

[1] Яковлев О.И., Файнберг В.С., Казначеев Е.А. и др. Экспериментальное изучение испарения при высокоскоростном ударе // Геохимия. № 12. С. 1698-1707. (1988)

[2] Hamann C., Hecht L., Schäffer S., Heunoske D., Salge T., Garbout A., Osterholz J., Greshake A. Impact vaporization and Condensation: Laser Irradiation Experiments with Natural Planetary Materials // 49th Lunar and Planetary Science Conference.P.2144-2145.(2018)

[3] Yabuta H., Sakaiya T., Kondo T., Ohno S., Nakabayashi M., Kadono T., Yamanaka T. High power laser-shock experiment of chondrites: contribution of

impacts to the early Earth atmosphere // Lunar and Planetary Science Conference №. 1777. P. 2457.(2014)

Количественный анализ микростроения глин при различных положительных температурах

Чернов М.С.[1], Соколов В.Н. [1], Разгулина О.В. [1], Ермолинский А.Б. [1]

[1]МГУ имени М.В. Ломоносова, геологический факультет
e-mail: chernov@geol.msu.ru

Особенностью глинистых образований является то, что структурные элементы в них, обычно имеют микронный и субмикронный размер, и сложены частицами глинистых минералов. Исследования микростроения образцов глин имеет особое значение для объяснения многих свойств, связанных с чрезвычайно малым размером и высокой физико-химической активностью глинистых минералов. Наиболее информативным методом исследования микростроения глин является растровая (или сканирующая) электронная микроскопия (РЭМ).

С помощью РЭМ возможно изучать мельчайшие детали строения глинистых образований – особенности микрорельефа поверхности; размер и форму глинистых частиц, их микроагрегатов и характер структурных связей между ними; размер и форму пор; степень ориентации структурных элементов. Для получения количественной информации о микростроении глинистых образований авторами было разработано ПО «СТИМАН». С его помощью можно проводить количественный анализ микроструктуры материала, по серии разномасштабных изображений. В результате могут быть получены данные о размере, форме и ориентации структурных элементов, построены кривые распределение структурных элементов по размеру, форме, площадям и т.д., а также оценен ряд других характеристик [1,2].

Объектом исследования были мономинеральная бентонитовая пасты, подготовленные для исследования при температурах 20°С и 85°С. Подготовка образцов для РЭМ проводилась методом вакуумной морозной сушки.

Поровое пространство образца бентонитовой пасты (рис. 1) представлено преимущественно межмикроагрегатными порами изометричной формы, размером до 2 мкм. Наблюдается относительное уменьшение количества пор, превышающих 1 мкм, с ростом температуры. Для количественного анализа изменений в распределении пор в исследуемых образцах с ростом температуры метод анализа с помощью программы «СТИМАН».

Результаты количественного анализа показали, что при повышении температуры от 20 до 85°С, наблюдается закономерное перераспределение порового пространства. Наблюдается увеличение на 4% содержания пор менее 0,1 мкм, при этом практически в 2 раза увеличивается вклад этой категории пор в общую пористость. Этот факт свидетельствует о том, что преимущественно происходило раскрытие (увеличение их площади) пор, а не

их новообразование. Также с ростом температуры увеличивается вклад пор категории 0,1-1 мкм, при этом уменьшается их количественное содержание, что свидетельствует о том, что происходит увеличение средних значений диаметра пор этой категории. Для пор категории 1-10 мкм наблюдается значительное уменьшение их содержания с ростом температуры, при этом так же происходит увеличение среднего диаметров пор данной категории при нагревании.

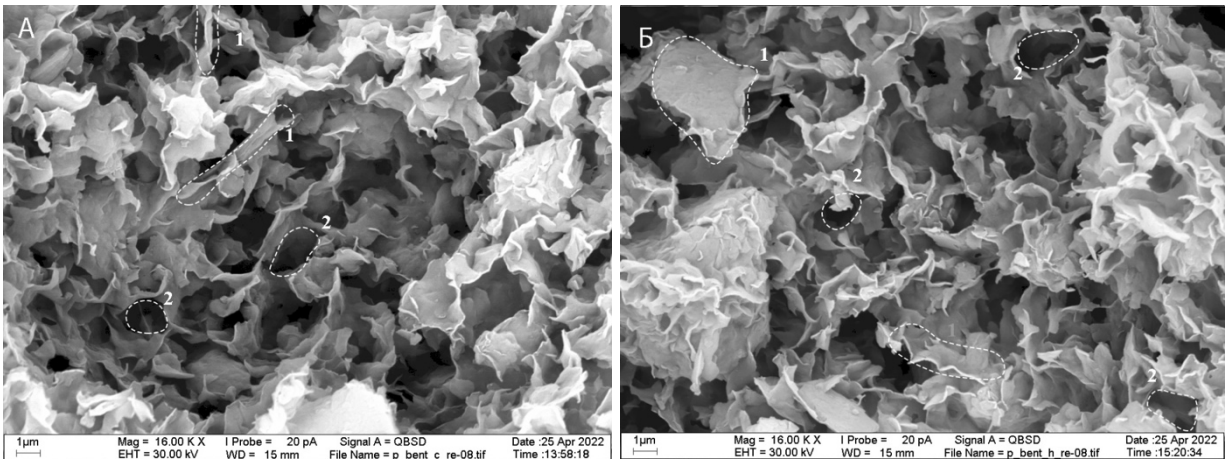


Рис. 1. РЭМ-изображения бентонитовой пасты при увеличении x16000; А – при температуре 20°С, Б – при температуре 85°С (1 – микроагрегаты, 2 – поры).

Такой процесс, увеличения средних диаметров пор при сокращении их количества, обусловлен изменением строения микроагрегатов вследствие деградации адсорбционных и уменьшением мощности осмотических пленок воды, а также превышением энергии теплового движения частиц энергии связи между ними. В результате строение приобретает неустойчивое состояние и происходит его трансформация.

Исследования выполнены с применением оборудования, приобретенного в рамках реализации Программы развития Московского университета (РЭМ LEO 1450VP, Германия).

Список литературы:

[1] В.Н. Соколов, Д.И. Юрковец, О.В. Разгулина и др. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. № 1. С. 33-41 (1998).

[2] В.Н. Соколов, Д.И. Юрковец, О.В. Разгулина // Геоэкология. Инженерная геология. Гидрогеология. Геокриология. № 4. С. 377–382 (2008).

Секция 6. Методы электронной микроскопии и микроанализа в исслдеовании предметов культурного наследия

Сравнительное исследование морфологии продуктов изнашивания, поверхности трения и пленки переноса радиационных модификаций ПТФЭ и композитов на его основе

Садовская Н.В.[1, 2], Авилов А.С.[1], Хатипов С.А.[2]

[1]ИК РАН, ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН
[2]ООО "НПП "Арфлон"
e-mail: nataly_sadovska@mail.ru

Политетрафторэтилен (ПТФЭ) широко применяется в промышленности благодаря уникальному набору физико-химических свойств. Ограничения по применению этого полимера связаны с рядом недостатков, в число которых входит низкая износостойкость. На сегодняшний день существует два основных способа повышения износостойкости ПТФЭ. Физический, основанный на создании композиционных материалов, и радиационно-химический, в основе которого лежит облучение материала гамма-квантами вблизи температуры плавления кристаллической фазы ПТФЭ. При физическом способе модифицирования удается повысить износостойкость на 2−3 порядка, по сравнению с исходным ПТФЭ, в то время как радиационное модифицирование в расплаве (РМ) приводит к повышению износостойкости на 5 порядков, а РМ композитов увеличивает износостойкость на 7 порядков [1]. Макроскопические свойства полимерных тел существенно зависят от надмолекулярной структуры, что находит свое отражение и в процессах трения и изнашивания. Результаты исследования морфологии пленки переноса и продуктов изнашивания при трении скольжения используют для понимания механизмов изнашивания.

В цели настоящей работы входило электронно-микроскопическое исследование микро- и наноструктуры продуктов изнашивания, поверхности трения и пленки переноса ПТФЭ, а также определение механизмов изнашивания до и после радиационного модифицирования при различных поглощенных дозах.

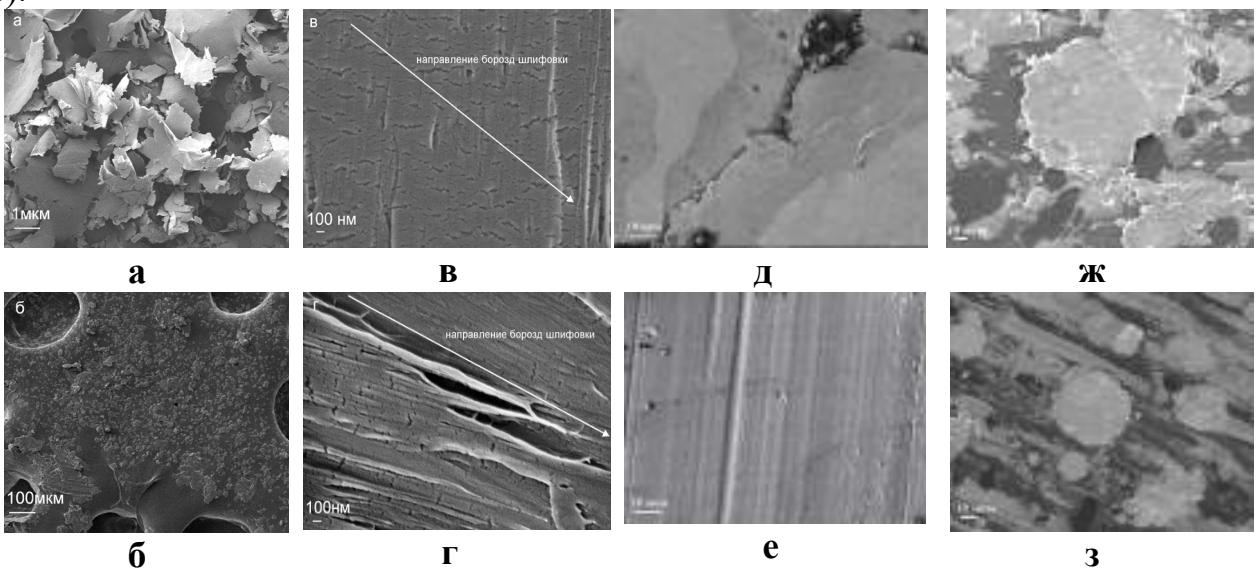
Материалы. Блочные образцы спеченного ПТФЭ суспензионной полимеризации и композитов на его основе.

Методы и приборы. Продукты изнашивания, поверхности трения и пленку переноса на контртеле получали в результате сухого трения палец−диск по стали (Ra = 0.35, HRc = 45) при скорости скольжения 1 м/с и контактном давлении 5 МПа. Радиационное модифицирование ПТФЭ и композитов проводили гамма-квантами (^{60}Co) при поглощенных дозах до 200 кГр вблизи температуры плавления кристаллической фазы ПТФЭ. Для исследования морфологии использовали растровый электронный микроскоп (РЭМ) высокого разрешения с автоэмиссионным катодом JSM-7500 F.

Изображения получали в режиме низкоэнергетических вторичных электронов при ускоряющих напряжениях 2 и 5 кВ и токе зонда 10^{-12} А.

Результаты и выводы. Морфология продуктов изнашивания, поверхности трения и пленки переноса ПТФЭ существенно зависит от условий радиационного модифицирования. В исходном ПТФЭ продукты изнашивания выпадают из зоны трибоконтакта в виде большого количества довольно крупных хлопьев, представляющих собой плоские чешуйки с характерным размером до 1 мм (рис. 1а). Пленка переноса равномерно покрывает дорожку трения и по толщине существенно превышает масштаб шероховатости контртела (рис. 1в). В процессе трения наблюдается отслаивание и выпадение из зоны трибоконтакта отдельных фрагментов пленки переноса. На поверхности трения образуются трещины, распространяющиеся в направлении скольжения на глубине (рис. 1д). Это ведет к развитию процесса деламинационного изнашивания, аналогичного процессу, описанному в деламинационной теории изнашивания.

После радиационного модифицирования ПТФЭ в расплаве дозой 200 кГр из зоны трибоконтакта выпадают значительно более мелкие частицы размером от 100 нм до 1 мкм (рис. 1б). Пленка переноса при этом неоднородная (рис. 1г). В местах ее формирования отчетливо проявляется фибриллярная структура (рис. 1г). На поверхности трения наблюдаются только царапины, характерные для абразивного механизма изнашивания (рис. 1е). Для композитов на основе ПТФЭ наблюдается подобная картина. Кроме того, радиационное модифицирование приводит к усилению межфазного взаимодействия, которое визуализируется на поверхности трения композита как отсутствие зазора между наполнителем и матрицей полимера (рис. 1ж, рис. 1з).



а **в** **д** **ж**

б **г** **е** **з**

Рис. 1. РЭМ-изображения продуктов износа, пленки переноса, поверхности трения исходного ПТФЭ (а, в, д) и РМ ПТФЭ (б, г, е) и поверхности трения исходного композита F4Br(0)20Br(40)20G55(10) (ж) и РМ F4Br(0)20Br(40)20G55(10) (з).

Благодарности: Работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН.

Список литературы:

[1] Н.В. Садовская, А.Ю. Обвинцев, Р.С. Хатипов, С. А. Хатипов. Поверхность. Рентген., синхротр. и нейтрон. исслед. **№ 9.** 38 (2016).

Пробоподготовка частиц тетрафторида урана для анализа РЭМ-РМА и ВИМС

Жеребцов Д.Д.[1,2], Рябоченко М.Д.[1], Жижин К.Д.[1]

[1]НП «Лаборатория анализа микрочастиц», Москва, Россия
[2]НИТУ «МИСиС», Москва, Россия
e-mail: Dmitry_Zherebtsov@bk.ru

Для целей ядерной криминалистики, во время анализов образцов окружающей среды с предприятий ядерно-топливного цикла (ЯТЦ) в рамках гарантий МАГАТЭ (международная организация по атомной энергетике), а также при анализе других образцов связанных со следовыми количествами ядерного или другого радиоактивного материала (ЯРМ) большое значение играет не только изотопный состав материала микрочастиц, но также их размер и морфология. Поэтому, крайне важным является процесс пробоподготовки, задача которого не только перенести интересующие микрочастицы с носителя на анализируемую поверхность, но и сохранить их исходную морфологию и элементный состав. При этом точность измерения элементного анализа может являться критической и оказывать существенное влияние на выводы, сделанные по результатам анализа.

Фториды урана играют важную роль в ЯТЦ [2] так как этот класс соединений является одним из промежуточных материалов в процессе обогащения урана. Тетрафторид является промежуточным продуктом при получении гексафторида, металлического урана, а также в малых количествах это соединение образуется в качестве побочного продукта во многих химических процессах, связанных с производством урана и его обогащением. В рамках проведения анализов следовых количеств ЯРМ, данные, полученные с использованием РЭМ-РМА, в совокупности с данными по изотопному составу урана в микрочастицах фторида урана, позволяют получить физико-химические характеристики материала, которые соответствуют определенным этапам ЯТЦ и видам производств и другим предприятиям, связанным с процессом получения и обогащения урана.

Подготовка препаратов для анализа микрочастиц методами РЭМ-РМА и масс-спектрометрии вторичных ионов (ВИМС) чаще всего проводится методом вакуумной импакции на полированную проводящую подложку с предварительно нанесенным тонким слоем биндера (раствор полиизобутилена в гептане). Слой биндера позволяет удерживать частицы на подложке в процессе анализа. Однако содержание высокомолекулярных органических структур, в число которых входит полиизобутилен (ПИБ) могут вызывать затруднения при анализе методом ВИМС из-за возникающих наложений в области урановых масс. Для уменьшения степени перекрытия масс урана

сигналами от органических соединений, подложку отжигают на плитке с целью разрушения полимерной структуры клеящей основы до более коротких углеродных цепей, что позволяет существенно снизить фоновый сигнал в урановых массах. В то же время процесс отжига может привести к окислению фторидов урана, что может значительно снизить достоверность элементного анализа РЭМ-РМА.

Целью данной работы было показать степень влияния процесса отжигания подложки на степень окисления микрочастиц тетрафторида урана с размерами 0.5-5 мкм. На чистую подложку из кремния был нанесён биндер, затем, частицы тетрафторида урана были импактированы на подложку. Полученный препарат был помещен в РЭМ с приставкой РМА для элементного анализа частиц. После проведения элементного анализа микрочастиц, этот же препарат был подвергнут отжигу на лабораторной плитке при температуре 230 °C в течение 1 минуты с целью диструкции ПИБ. Все измерения велись при 15 кВ. Всего до прокаливания было измерено 30 частиц, где для каждой частицы было произведено 5 измерений. После прокалки было измерено 15 частиц, где для каждой частицы было также произведено 5 измерений.

Было показано, что до прокалки частицы содержали в среднем 0.9% кислорода со средней квадратичной ошибкой равной 0.4%. После прокаливания частицы среднее содержание кислорода составило 2.4% со средней ошибкой 2.1%.

Таким образом, было показано, что выбранный метод пробоподготовки подложки с частицами тетрафторида урана для анализа ВИМС и РЭМ-РМА не вносит значительное содержание кислорода в частицы, что позволяет идентифицировать частицы как тетрафторид урана, а также позволяет проводить изотопный анализ урана с помощью ВИМС без наложения масс ПИБ на характерные массы урана.

Данная работа была поддержана стипендией Президента Российской Федерации молодым ученым и аспирантам, осуществляющим перспективные исследования и разработки по приоритетным направлениям модернизации российской экономики СП-2660.2022.2

Список литературы:

[1] Osán, J.; Szalóki, I.; Ro, C.-U.; Van Grieken, R. Light Element Analysis of Individual Microparticles Using Thin-Window EPMA. *Mikrochim Acta* **2000**, *132*, 349–355, doi:10.1007/s006040050079.

[2] Morel, B.; Selmi, A.; Moch, L.; Hiltbrunner, J.-M.; Achour, M.; Benzouaa, R.; Bock, A.; Jouffret, L.; Bonnet, P.; Hamwi, A.; et al. Surface Reactivity of

Uranium Hexafluoride (UF6). *Comptes Rendus Chimie* **2018**, *21*, 782–790, doi:10.1016/j.crci.2018.05.006.

Динамическое наблюдение трансформации пор при фазовом переходе в образце археологического пигмента при нагреве методом ПЭМ

Пахунов А.С.[1], Каратеев И.А.[2], Овчаров А.В.[2]

[1]Институт археологии Российской академии наук, Москва, Россия
[2]Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия
e-mail: alexander.pakhunov@gmail.com

В работе представлены результаты исследования структуры образца охры из Каповой пещеры методами просвечивающей электронной микроскопии и микроанализа, в том числе в режиме отжига *in situ* в колонне электронного микроскопа. Образец представляет собой небольшой кусочек пигмента, обнаруженного в культурном слое верхнепалеолитического времени зала Знаков в результате раскопок В. Е. Щелинского в 1986 г. Образец пигмента — это полифазный состав, каждая фаза имеет различные цвет, фактуру, а также твердость. Состав варьируется от гётита до гематита, также присутствуют смешанные фазы. С целью дальнейшего изучения технологии получения пигментных материалов был проведен эксперимент по *in situ* нагреву образца гётита непосредственно в колонне микроскопа от комнатной температуры до 600°С. Данная методика позволила в реальном времени наблюдать происходящие изменения структуры образца и получать информацию о трансформации пор в железосодержащих частицах. В указанном диапазоне температур происходит постепенный рост пор с последующим их срастанием, а также начинается спекание частиц. Первичные изменения формы и размеров пор в образце зафиксированы в диапазоне 200-250°С, что позволило предположить, что образцы подвергались воздействию аналогичных температур во время их подготовки более 16 тыс. лет назад.

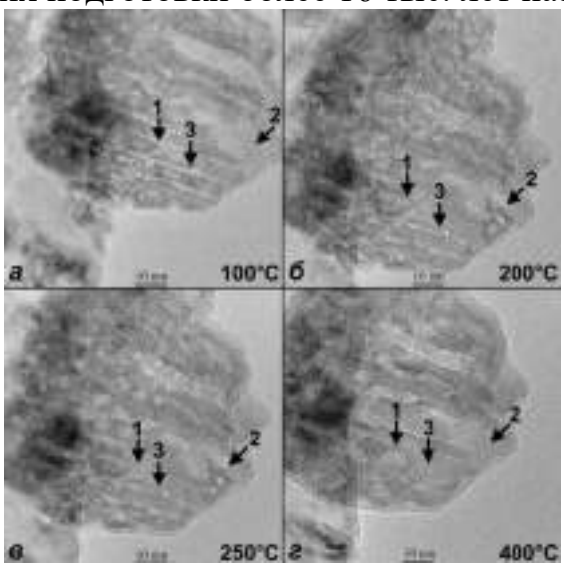


Рис.1. Изображение частиц пигмента при разных температурах.

Данная работа была поддержана РФФИ, проект ОФИ-М №17-29-04172. Экспериментальная часть работы была выполнена на оборудовании ресурсного центра зондовой и электронной микроскопии (Курчатовский Комплекс НБИКС-технологий, НИЦ "Курчатовский институт").

Список литературы:

[1] А.С. Пахунов, Р.Д. Светогоров, А.В. Овчаров и др., *Российская Археология*, **1**, 18-30 (2021).

[2] H. Salomon, C. Vignaud, Y. Coquinot, et al., *Archaeometry*, **54**, 698-722 (2012).

[3] M.P. Pomies, M. Menu, C. Vignaud, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **19**, 1605-1614 (1999).

Особенности микроструктуры пленок на основе бактериальной целлюлозы *Gluconacetobacter hansenii GH-1/2008*, полученных на разных источниках углерода

Болгова А.Л.[1], Ромашкин И.В.[1], Архарова Н.А.[2], Орехов А.С.[2], Клечковская В.В.[2], Громовых Т.И.[1]

[1]Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Московский политехнический университет», Москва, Россия
[2]Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, Москва, Россия
e-mail: ashi-chi@yandex.ru, romashk.in@yandex.ru

Бактериальная целлюлоза (БЦ) представляет собой биополимер, который по сравнению с растительной целлюлозой демонстрирует более высокую степень чистоты, улучшенные механические, влагоудерживающие свойства и высокую степень кристалличности. Кроме того, она является биоразлагаемым, биосовместимым и неаллергенным полимером [1]. Все эти свойства делают бактериальную целлюлозу привлекательным новым материалом для биомедицинских и биотехнологических применений. Вследствие широких возможностей использования бактериальной целлюлозы все больший интерес представляет ее производство в промышленном масштабе. Однако получение БЦ ограничено, так как ее свойства зависят от условий культивирования [2]. По этой причине получаемый биополимер обладает высокой себестоимостью. Поэтому необходимо подобрать источник углерода для культивирования продуцента бактериальной целлюлозы, с целью увеличения выхода продукта и снижения себестоимости. Кроме того, известно, что микроструктура и свойства пленок зависит от источника углерода, на котором культивируют продуцент *Gluconacetobacter hansenii* GH-1/2008 [3, 4]. Различие в микроструктуре и свойствах позволяют подобрать матриксы бактериальной целлюлозы в качестве основы для создания различных композитов.

Гель-пленки бактериальной целлюлозы получали с использованием продуцента *Gluconacetobacter hansenii* GH-1/2008 путем стационарного жидкофазного культивирования на модифицированной питательной среде Хестрина-Шрамма с различными источниками углерода: глюкоза, лактоза, манноза, фруктоза и сахароза. Микроструктура полученных пленок была исследована методами оптической и электронной микроскопии.

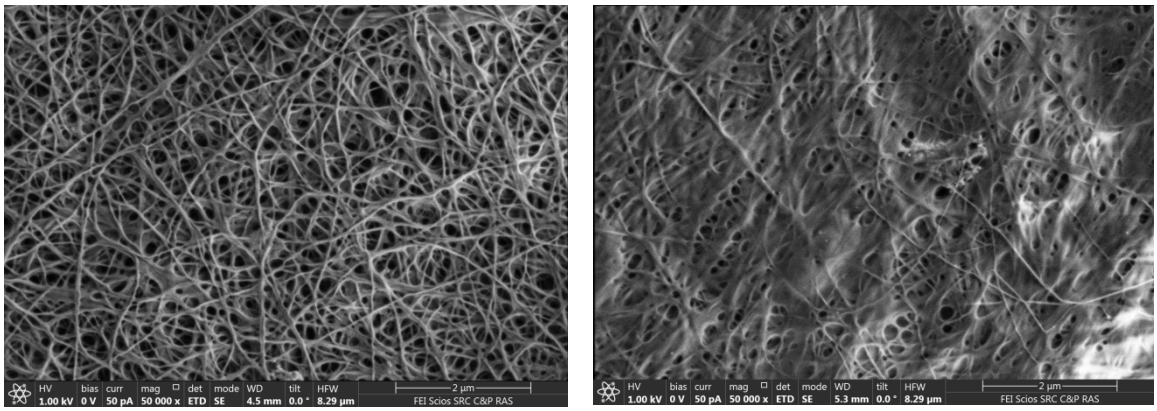


Рисунок 1. СЭМ изображения БЦ, выращенной на глюкозе (слева) и на маннозе (справа)

В результате исследований установлено, что пленки, синтезируемые продуцентом *G. hansenii* GH-1/2008 на разных источниках углерода, обладают различной пористостью. В работе обсуждаются особенности влияния различных источников углерода на морфологию и микроструктуру пленок.

Список литературы:

[1] Богатырева А.О. Оптимизация условий биосинтеза бактериальной целлюлозы и получение на ее основе биокомпозиционных материалов с антибактериальными свойствами: дисс. на соискание ученой степени к.б.н.: 03.01.06 / Богатырева Алена Олеговна. – М., 2021. – 26 с.

[2] Скворцова, З.Н., Громовых, Т.И., Грачев, В.С., Траскин, В.Ю. Физико-химическая механика бактериальной целлюлозы / З. Н. Скворцова, Т. И. Громовых, В.С. Грачев, В.Ю. Траскин // Коллоидный журнал. – 2019. – Т. 81, № 4. – С. 441-452.

[3] Gromovykh T.I., Pigaleva M.A., Gallyamov M.O., Ivanenko I.P., Ozerova K.E., Kharitonova E.P., Bahman M.R., Feldman N.B., Lutsenko S.V., Kiselyova O.I. Structural organization of bacterial cellulose: The origin of anisotropy and layered structures. - Carbohydrate Polymers. - 2020. - Vol. 237: 11614

[4] Киселева О.И., Луценко С.В., Фельдман Н.Б., Гаврюшина И.А., Садыкова В.С., Пигалева М.А., Рубина М.С., Громовых Т.И. Структура популяции *Gluconacetobacter hansenii* GH-1/2008 в статической культуре на различных источниках углерода // Вестн. Том. Гос. Ун-та. Биология. 2021. № 53. С. 22-46.

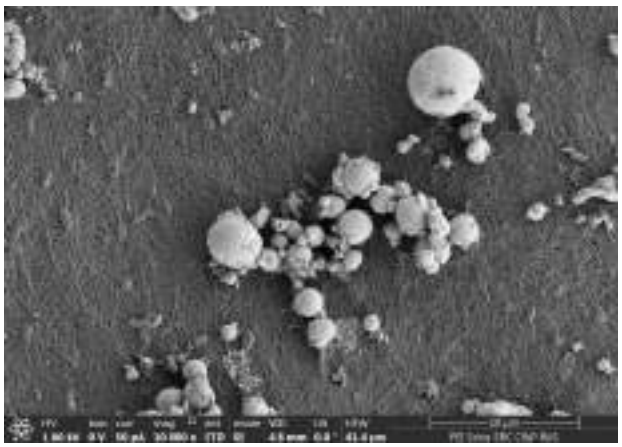
Микроструктура композитных материалов на основе бактериальной целлюлозы *Gluconacetobacter hansenii GH-1/2008* и наночастиц $NaYF_4$/Ag

Шалина Н.А.[1], Мерзляков Е.В.[1], А.С. Орехов[2], КошелевА.В. [2], Каримов Д.Н.[2], Клечковская В.В. [2], Громовых Т.И. [1]

[1]Московский политехнический университет, г. Москва, Россия
[2] «Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ Кристаллография и фотоника РАН, г. Москва, Россия
e-mail: nattie.shalina@gmail.com, Merzlyakovev@gmail.com

Бактериальная целлюлоза (БЦ) – органический материал с множеством потенциальных применений. БЦ является перспективным матричным носителем для различных медицинских композитов благодаря своей биосовместимости и пористой структуре [1,2]. Всестороннее изучение композитов на основе БЦ важно для анализа их структурно чувствительных физических и функциональных характеристик.

В данной работе гель-пленка БЦ была получена путем жидкофазного стационарного культивирования *Gluconacetobacter hansenii* GH-1/2008 на модифицированной среде Хестрина-Шрамма. Синтезируемую гель-пленку отмывали от клеток и остатков питательной среды в буфере RIPA и дистиллированной воде в течение 5 суток. Отмытые пленки помещали в водные растворы с наночастицами серебра (БЦ/Ag) или (БЦ/ $NaYF4:Yb^{3+}$, Er^{3+}) с концентрацией 0,2–0,5 мг/мл и выдерживали до 18 часов. Микроструктура полученных композитов изучалась методами низковольтной сканирующей электронной микроскопии (микроскопы FEI Scios и Quanta 200 3D) и рентгеновской дифрактометрии (дифрактометр Miniflex 600 Rigaku). Нано- и микрочастицы Ag и $NaYF4:Yb^{3+}$, Er^{3+} получали методом абляции в воде и методом высокоэнергетического помола соответственно [3].



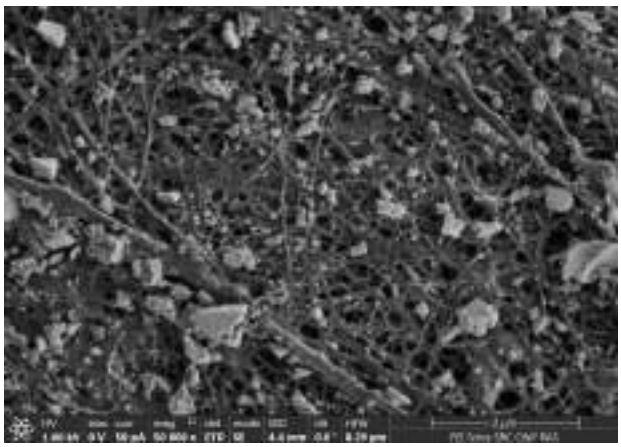


Рис. 1. СЭМ изображения наночастиц Ag (слева), наночастиц $NaYF_4$ (справа).

В работе обсуждаются результаты исследования микроструктуры полученных композитов на основе БЦ. Из Рис.1 видно, что частицы серебра имеют большой разброс по размерам: от нескольких десятков нанометров до нескольких микрометров, при этом наночастицы размещаются в порах и на поверхности БЦ, а микрочастицы исключительно на поверхности.

Аналогично, наночастицы $NaYF_4$ располагаются как на поверхности, так и в порах БЦ, а частицы более 0,5 мкм только на поверхности.

Список литературы:

[1] Esguerra M., Fink H., Laschke M.W. et.al. J. Biomedical Materials, Part 93A, 140–149 (2010).
[2] Patchan M.W., Chae J., Lee J.D. et al., J. Biomaterials Applications, V. 3., № 7, 1049–1059 (2016).
[3] Koshelev A.V., Arkharova N.A., Khaydukov K.V. et al., Crystals V. 12, № 7, 599 (2022) https://doi.org/10.3390/cryst12050599

Особенности вещественного состава поливного керамического декора по данным оптической микроскопии и аналитической электронной микроскопии

Лобзова Р. В. [1], Каримова О.Л.[2] Кротова А.А.[1,3], Шиманова М.А.[3]

[1] Государственный научно-исследовательский институт реставрации (ГОСНИИР)
[2] Институт геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии Российской Академии наук (ИГЕМ РАН)
[3] Московский государственный университет им. М.В.Ломоносова, химический факультет (МГУ им. М.В.Ломоносова)
[4] Агентство по управлению и использованию памятников истории и культуры (АУИПИК)

e-mail: lobzobarv@mail.ru, oxana.karimova@gmail.com, alinakrotova.msu@gmail.com, m.shimanova@yandex.ru

Комплексом методов были изучены поливные облицовочные плитки и изразцы XVIII в. из музейных собраний Государственного Исторического музея (ГИМ), Церковного музея Новодевичьего монастыря в Москве, и Великоустюжского музея. Исследованные образцы представляли собой фрагменты керамических плиток с белой эмалью и синей росписью, а также различных печных изразцов: стенные (лицевые и угловые) городки и другие. Эти изразцы относятся к разным печным наборам, которые имеют различное оформление лицевой поверхности: полихромное с высоким и низким рельефом, рельефно-расписные полихромные с медальоном и картушем, гладкие расписные с многоцветной или одноцветной росписью. Образцы отличались цветом черепка (белый и красный разных оттенков), цветовым набором красочного слоя (синий, зеленый, желтый, фиолетовый), оттенками фона, стратиграфией поливы, техникой исполнения декора.

Исследование вещественного состава проб и прозрачно-полированных шлифов поливы и черепка проводилось методами петрографии (стереомикроскоп EZ4 D (Германия) и Olympus BX-51 (США)), микрохимического анализа сканирующей электронной микроскопии и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (сканирующие электронные микроскопы Hitachi TM 14000 Plus (Япония) со спектрометром Quantax 75 (Bruker, Германия) и JSM-5300 (Япония), оснащенном спектральным анализатором Link ISIS (Великобритания)).

Выявлены текстурно-структурные особенности черепка и поливы, характер их контакта, минеральный и элементный состав матрикса и включений, дефекты поливы различного происхождения и поздние наслоения.

Различия керамической основы (белого и красного черепка) плитки и изразца, лицевой его пластины и румпы проявлены в пористости, количестве и гранулометрическом составе зерен отощителя, их минеральном составе,

вида примесей, степени спекания глинистой массы. Для керамической основы выявлены различия в соотношении SiO_2/Al_2O_3, содержании оксидов железа, щелочноземельных и щелочных элементов, что связано с использованием различных по качеству глин и технологией их обжига. Особый интерес представляют фрагменты, в которых между черепком и поливой обнаружен обогащенный свинцом промежуточный слой со структурой течения расплава. Микроэлементный анализ (метод XRF) светлоокрашенного черепка XVIII в. и начала XX в. выявил в них различия в содержании Cr, V, Co, Ni, Cu, Zn, Zr, Ba, Pb, Rb, Sr, а также Nb, Y, Th, As. В некоторых участках с красным черепком обнаружен тонкий слой «присыпки» мелкозернистого кварца.

Особенности поливы выражены в ее микротрещиноватости (цек), характере и распределении пор, в том числе наколов и пузырей («прыщей»), микровключений и их сростков. От толщины красочных слоев, прозрачности покрытия и оттенков цвета фоновой поливы, характера наложения красочного слоя, сочетания меняются цветовые оттенки декорированной поверхности, что особенно проявляется в сине-белых плитках и изразцах из собрания ГИМ.

Красочный декор на белом или зеленоватом фоне поливы представлен синим, желтым, фиолетовым (от почти черного до розового в разбеле), зеленым. Состав поливы свинцово-силикатный с примесью щелочных (натрия и калия) и щелочноземельных (кальция и магния) элементов и добавками олова. Из красящих элементов в разном количестве обнаружены – железо, медь, сурьма, кобальт и марганец, в некоторых примесь мышьяка, редко – никеля. Хромофором в синих поливах на белом черепке служит кобальт, сочетание его с оксидом калия и/или натрия придает синему цвету ультрамариновый оттенок, примесь меди – зеленоватый цвет. В некоторых синих поливах кобальт не обнаружен и в качестве хромофора могла быть медь, а также натрий с алюминием, калий с железом и кальцием. Особенность марганца, как красящего окисла, меняющего цвет от розового до фиолетового в зависимости от концентрации, проявлена на белом фоне поливы (обводка рисунка). Наложение на зеленый цвет, хромофором которого является медь, приводит к потемнению вплоть до черного цвета. Аналогичные явления наблюдались и в прозрачных железоокисных глазурях, цвет которых в декоре меняется от золотистого до темно-коричневого и даже черного. Желтый цвет глухой поливе придает сурьма.

Поверхностные изменения поливы выражены в параллельной ориентировке микротрещин, дающих определенной оптический эффект поверхности (типа иризации), в количественном содержании некоторых элементов, поздних наслоениях. Карты распределения элементов по прозрачно-полированным шлифам демонстрируют зональность состава и строения поливы, черепка и промежуточного слоя.

Дефекты декоративного слоя и основы связаны как с нарушением технологии, так и с последующим пребыванием изделий в различных условиях.

Исследование серебряного покрытия древнеримских монет методами растровой электронной микроскопии.

Трунькин И.Н., Грешников Э.А., Созонтов Е.А.

Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,

123182 Москва, Россия
e-mail: igor.trunckin@yandex.ru

На территории Таманского полуострова были обнаружены две древнеримские серебряные монеты (монета 1 и монета 2), датируемые III-IV веком нашей эры, и относящихся, предположительно, к временам правления императоров Галлерия (293-311 гг.) и Галлиена (253-259 гг.).

Определение химического состава монет позволит определить технологии их изготовления. А также выявление посторонних примесей даст представление о методах удешевления монет, к которым могли прибегать как фальшивомонетчики, так и римские органы власти, что могло быть вызвано нехваткой серебра и увеличивающимися расходами на содержание армии и чиновников.

С помощью энерго-дисперсионного рентгеновского микроанализа (ЭРМ) в области ребра, где поверхность подверглась шлифовке, было определено, что основная часть монет представляет собой твердый раствор с Ag и Cu, на рис. 1 представлено РЭМ (растровая электронная микроскопия) и карты распределения элементов монеты 2.

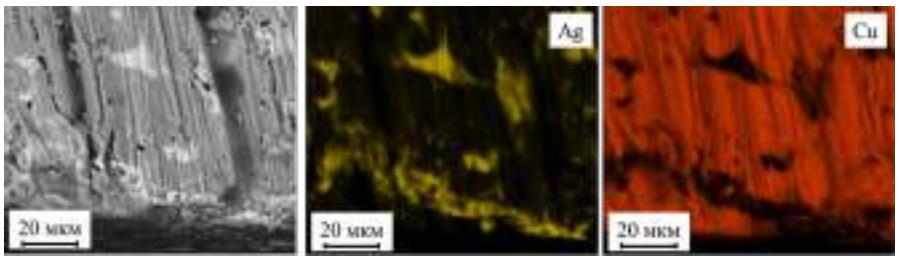


Рис.1. РЭМ изображение и карты распределения элементов

Исследование серебряного покрытия древнеримских монет методами растровой электронной микроскопии.

Трунькин И.Н., Грешников Э.А., Созонтов Е.А.

Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,

123182 Москва, Россия
e-mail: igor.trunckin@yandex.ru

На территории Таманского полуострова были обнаружены две древнеримские серебряные монеты (монета 1 и монета 2), датируемые III-IV веком нашей эры, и относящихся, предположительно, к временам правления императоров Галлерия (293-311 гг.) и Галлиена (253-259 гг.).

Определение химического состава монет позволит определить технологии их изготовления. А также выявление посторонних примесей даст представление о методах удешевления монет, к которым могли прибегать как фальшивомонетчики, так и римские органы власти, что могло быть вызвано нехваткой серебра и увеличивающимися расходами на содержание армии и чиновников.

С помощью энерго-дисперсионного рентгеновского микроанализа (ЭРМ) в области ребра, где поверхность подверглась шлифовке, было определено, что основная часть монет представляет собой твердый раствор с Ag и Cu, на рис. 1 представлено РЭМ (растровая электронная микроскопия) и карты распределения элементов монеты 2.

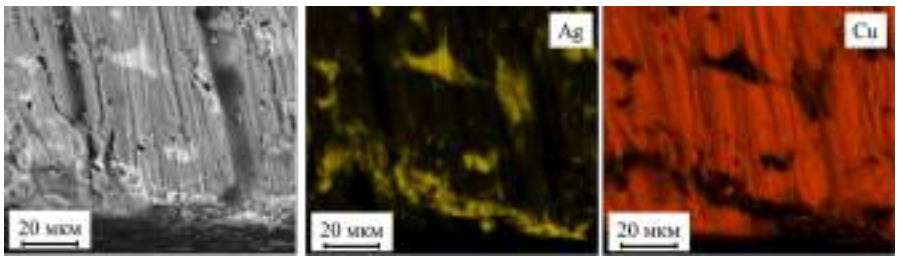


Рис.1. РЭМ изображение и карты распределения элементов

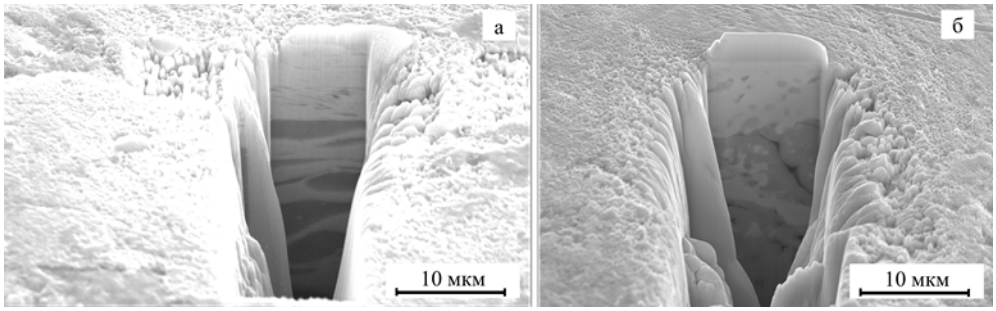


Рис.2. РЭМ изображение поперечных срезов. а – монета 1; б – монета 2

Таким образом, полностью серебряным было только покрытие монет. Для более детального исследования покрытия с помощью фокусированного ионного пучка (ФИП) Ga+ были приготовлены поперечные срезы (рис. 2), для защиты поверхности перед травлением был нанесен слой Pt. Толщина серебряного слоя в обеих монетах составил около 7 мкм.

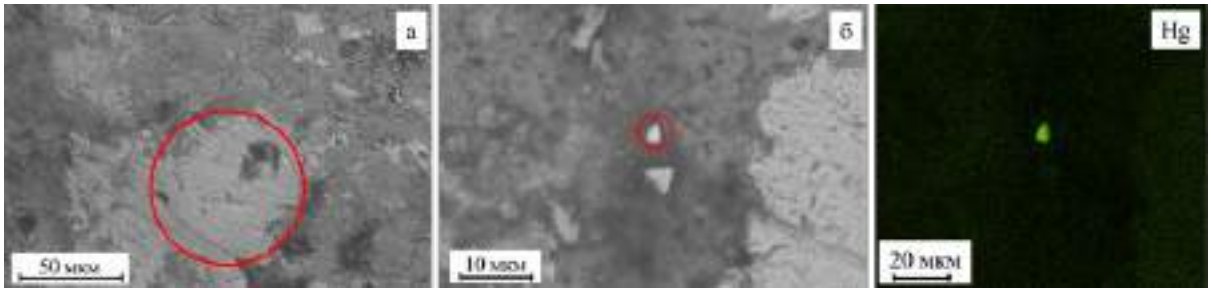


Рис.3. РЭМ изображение Hg-содержащих областей и карта распределения Hg

Важной задачей при исследовании серебряного покрытия было обнаружение ртути, так как ртуть могла использоваться для амальгамного покрытия монет серебром. ЭРМ большей части исследуемых областей не показывал содержания Hg более 0.5% (атомные %), такое незначительное содержание Hg объясняется термической обработкой, которым подвергали монеты для удаления ртути. Но в некоторых областях серебряного покрытия содержание Hg до 5% (рис. 3а). А также была обнаружен одиночный объект, содержащий 22% Hg (рис.3б).

Таким образом, в ходе исследования было обнаружено значительное содержание меди в монетах, определены толщины серебряного покрытия и выявлено наличие ртути в серебряном покрытии, что позволяет делать выводы о применении амальгамирования.

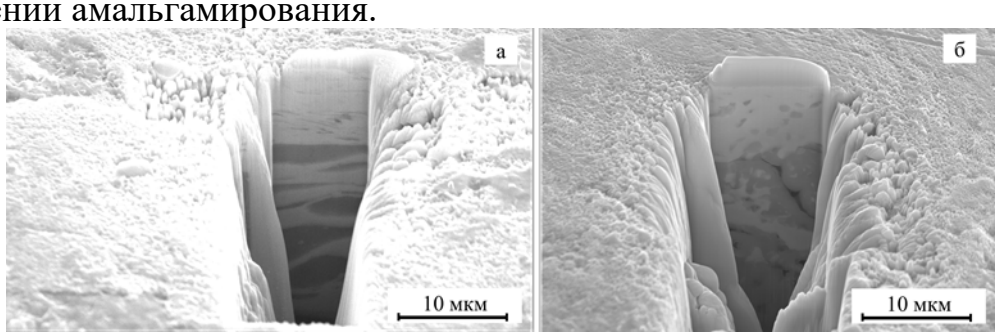


Рис.2. РЭМ изображение поперечных срезов. а – монета 1; б – монета 2

Таким образом, полностью серебряным было только покрытие монет. Для более детального исследования покрытия с помощью фокусированного ионного пучка (ФИП) Ga+ были приготовлены поперечные срезы (рис. 2), для

защиты поверхности перед травлением был нанесен слой Pt. Толщина серебряного слоя в обеих монетах составил около 7 мкм.

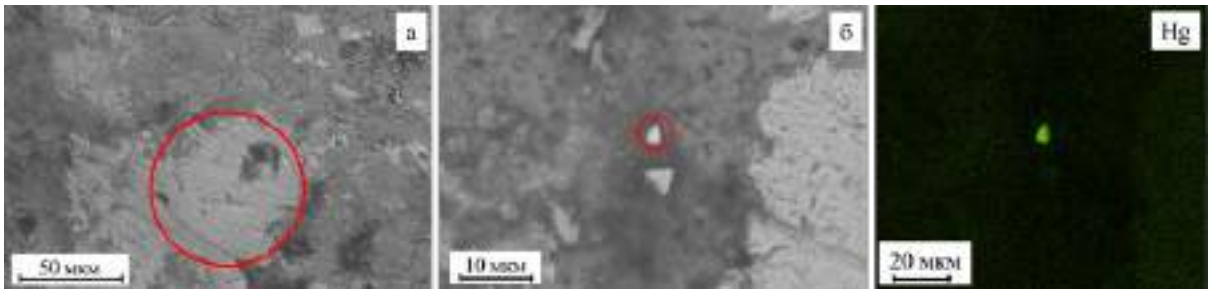


Рис.3. РЭМ изображение Hg-содержащих областей и карта распределения Hg

Важной задачей при исследовании серебряного покрытия было обнаружение ртути, так как ртуть могла использоваться для амальгамного покрытия монет серебром. ЭРМ большей части исследуемых областей не показывал содержания Hg более 0.5% (атомные %), такое незначительное содержание Hg объясняется термической обработкой, которым подвергали монеты для удаления ртути. Но в некоторых областях серебряного покрытия содержание Hg до 5% (рис. 3а). А также была обнаружен одиночный объект, содержащий 22% Hg (рис.3б).

Таким образом, в ходе исследования было обнаружено значительное содержание меди в монетах, определены толщины серебряного покрытия и выявлено наличие ртути в серебряном покрытии, что позволяет делать выводы о применении амальгамирования.

Секция 7. Сканирующая зондовая микроскопия

Исследование конформации молекул гилауроновой кислоты с помощью атомно-силовой микроскопии

Дубровин Е.В.[1,2], Баринов Н.А.[1,2], Клинов Д.В.[1,2]

[1]Научно-технологический университет «Сириус»
[2]ФГБУ «Федеральный научно-клинический центр физико-химической медицины Федерального медико-биологического агентства»
e-mail: dubrovin@polly.phys.msu.ru

Гилауроновая кислота представляет собой полисахарид, состоящий из чередующихся глюкуроновой кислоты и N-ацетилглюкозамина, соединённых гликозидными связями. Гилауроновая кислота широко распространена в живых организмах, в частности, входит в состав внеклеточного матрикса и биологических жидкостей. Молекулярная масса одного звена гилауроновой кислоты составляет ~379 Да, а длина молекулы обычно варьирует от 250 до 25000 звеньев [1].

Терапевтические свойства гилауроновой кислоты обусловили её широкое использование в медицине, включая офтальмологию, дерматологию, ортопедию, эстетическую медицину [2]. Биомедицинское применение гилауроновой кислоты во многом обусловлено выдающимися механическими и вязкоэластичными свойствами её растворов и гидрогелей, которые, в свою очередь, определяются свойствами отдельных молекул биополимера.

В данной работе впервые с помощью атомно-силовой микроскопии (АСМ) была исследована конформация и персистентная длина гилауроновой кислоты, а также влияние ионной силы и состава растворов гилауроновой кислоты на эти характеристики. Для этого молекулы гилауроновой кислоты наносились на поверхность ВОПГ, модифицированного N,N'-(декан-1,10-диил)-бис-(тетраглицинамидом), после чего анализировались контуры отдельных молекул биополимера на полученных АСМ-изображениях. Полученные результаты дополняют немногочисленные результаты исследования персистентной длины гилауроновой кислоты другими методами и согласуются с моделью Одяйка, Школьника и Фиксманна, объясняющей зависимость персистентной длины полиэлектролита от ионной силы [3].

Данная работа была поддержана из средств Научно-технологического университета "Сириус"

Список литературы:

[1] M. A. Selyanin, P. Y. Boykov, and V. N. Khabarov, *Hyaluronic acid: Preparation, properties, application in biology and medicine*, John Wiley & Sons, Ltd., Chichester (2015).

[2] J. Necas, L. Bartosikova, P. Brauner, and J. Kolar, *Veterinární Medicína*, 53, 397 (2008).
[3] J. Skolnick, and M. Fixman, *Macromolecules*, 10(5), 944 (1977).

Морфология композиционных мембран типа Aquivion с наночастицами ZrO_2

Губанова Г.Н., Вылегжанина М.Э., Примаченко О.Н., Бугров А.Н., Мариненко Е.А., Кононова С.В.

Институт высокомолекулярных соединений РАН, Санкт-Петербург
e-mail: gubanovagn@yandex.ru

Методом водно-эмульсионной сополимеризации тетрафторэтилена с мономером ФС-141 и мономером ФС-81 осуществлен синтез сополимеров-прекурсоров протонопроводящих мембран типа типа Aquivion (SSC) [1]. В данной работе на основе синтезированных мембранных сополимеров были получены и исследованы композиты с использованием функционализированного оксида циркония различного типа с целью улучшения комплекса свойств мембран.

Использование наноразмерного ZrO_2 в -SO_3H-форме (10 и 20 нм) приводит к ухудшению проводящих свойств мембран SSC-1 типа Aquivion в композитах за счет блокирования водопроводящих каналов и снижения водосодержания композитных мембран. Вероятно, это связано со структурой данных наноразмерных ZrO_2. Введение ZrO_2 в –H_2PO_4-форме из-за оригинальной гексагональной структуры наполнителя очень больших размеров (800 нм) также не позволяет улучшить электрохимические свойства мембран. Структура мембран типа Aquivion и композитов на ее основе с ZrO_2 с различной степенью функционализации сульфокислотными и фосфорнокислотными группами детально исследовалась методом АСМ. На рис.1 показаны АСМ изображения (топография, линейный профиль и контраст латеральных сил) «свободных» поверхностей композиционных мембран на основе SSC-1 типа Aquivion,

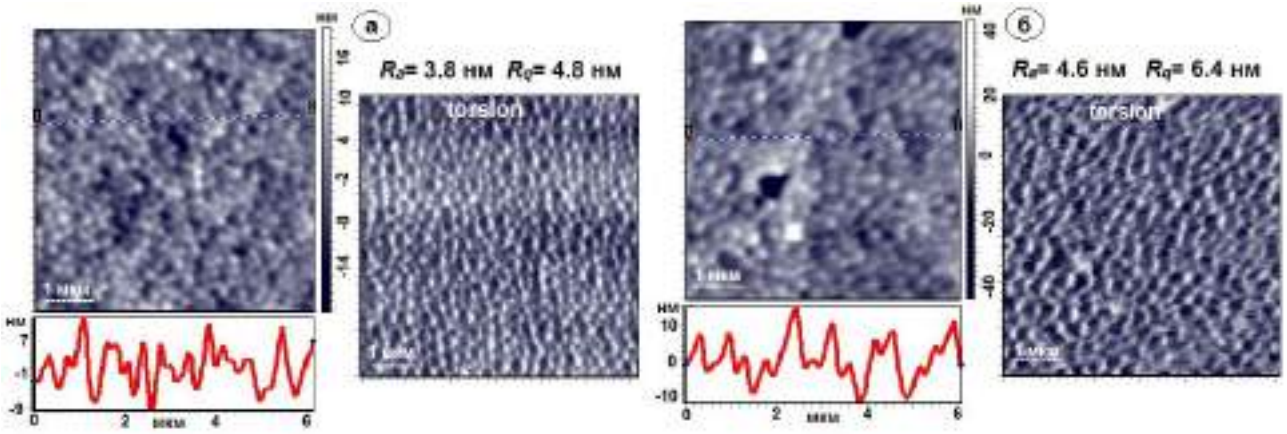


Рис1. Свободные поверхность мембран Awuivion: а- с 1%масс.ZrO_2(SO_2H, 20нм); б- 1.02%масс.ZrO_2(H_2PO_4, 800нм)

обработанными двумя способами (способ 1 ZrO_2 с - SO_3H функциональными группами, способ 2 ZrO_2 с -H_2PO_4 функциональными группами). На всех свободных поверхностях наблюдаются домены и доменные образования, размер которых зависит как от количественного состава наночастиц ZrO_2 в композиционной мембране, так и от их функционализации. Приблизительная оценка размеров доменных образований: 100-120 нм – для ненаполненных мембран; 180-200 нм- для Aquivion+1% масс. ZrO_2(-SO_3H, 20нм); 200-220 нм - для композит Aquivion+5.10%масс.ZrO_2 (-SO_3H, 20нм); 200-220 нм – для композита Aquivion+1.02 %масс. ZrO_2 (-H_2PO_4, 800нм). При одном и том же содержании наполнителя размер доменов возрастает при переходе обработки наполнителя от способа 1 к способу 2. При этом шероховатость свободной поверхности композитов изменяется незначительно (Рис.1).

Ранее было показано, что при формировании композитных мембран с наноразмерными наполнителями до 5 нм происходит агломерация наполнителей до размеров 40-50 нм с их встраиванием на границе гидрофобной и гидрофильной фазы перфторированных мембран [2]. Вероятно, такая же агломерация происходит и с ZrO_2 с функциональными кислотными группами. Из-за большого размера исходных частиц ZrO_2 с –SO_3H-группами в диапазоне 10-20 нм они не могут встраиваться в водопроводящие каналы мембран и существенно изменяют архитектуру композита. Тем более это относится к композитам на основе ZrO_2 в –H_2PO_4-форме при их размерах в 800 нм, что подтверждают данные АСМ, в особенности для поверхностей мембран «к стеклу»: существенно возрастает шероховатость и кардинально изменяется морфология поверхности композиционной мембраны (Рис.2).

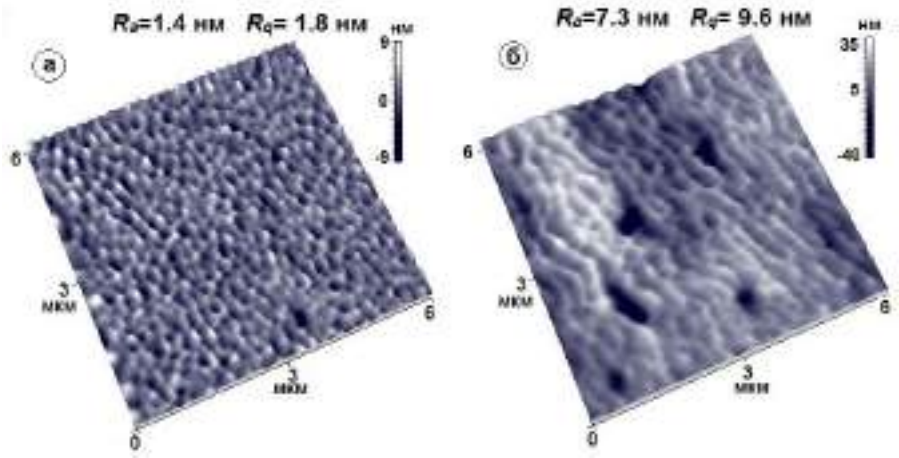


Рис.2. Поверхность «к стеклу» мембран: а- с 1%масс. ZrO_2(SO_2H, 20нм); б- 1.02%масс.ZrO_2(H_2PO_4, 800нм)

[1] Yu.V Kulvelis, O.N.Primachenko, A.S. Odinokov at all., *Fullerenes, Nanotubes and Carbon Nanostructures,* **Volume** 28, 140-146 (2020)

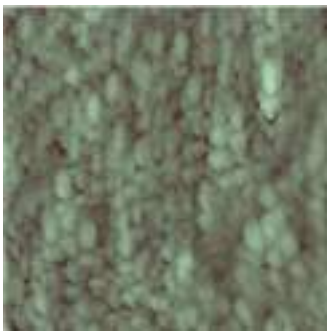
О закономерностях формирования фрактальных структур на поверхности металлических пленок разной толщины

Иванов Д.В., Антонов А.С., Кузьмин Н.Б., Сдобняков Н.Ю., Афанасьев М.С.

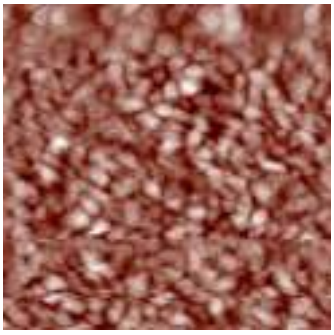
Тверской государственный университет
e-mail: nsdobnyakov@mail.ru

В современных технологических процессах, как правило, используются наноразмерные металлические пленки с заданным значением фрактальной размерности. Кроме того, необходимо контролировать высотные параметры таких пленок [1, 2]. В работах [3-5] нами исследовались наноразмерные металлические пленки меди и никеля. Однако определенный интерес вызывает исследования процессов деградации/создания фрактального рельефа при изменении толщины пленок.

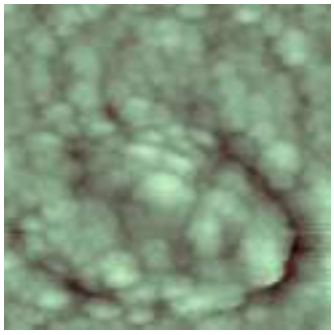
а



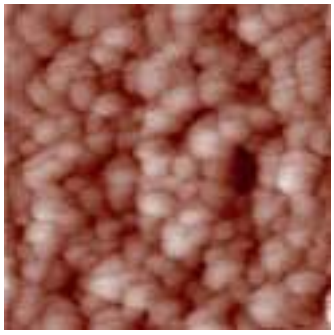
г



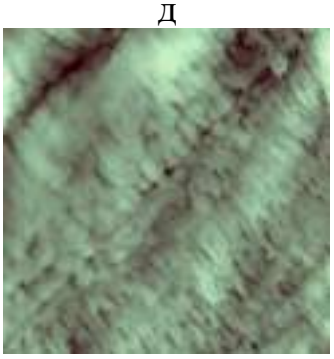
б



д



в



е

Рис.1. СТМ-изображения пленок меди (а-в) и никеля (г-е) разной толщины (500 нм, 1000 нм и 1400 нм соответственно). Масштаб – 500 нм.

На рис. 1 представлены СТМ-изображения пленок титана и никеля различных толщин. Кроме того, в Таблице 1 представлены результаты сравнения высотных параметров и среднего значения фрактальной размерности для пленок меди и никеля различной толщины. Установлено, что с ростом толщины пленок может происходить как деградация фрактального рельефа (значения $\overline{D}_c$ уменьшаются), так формироваться более развитый фрактальный рельеф (см. данные для толщины 1000 нм). Таким образом, комбинируя методы получения пленок (электронно-лучевое, термовакуумное, магнетронное) и управляя толщиной пленок, можно получать фрактальные структуры, отвечающие требуемым значениям фрактальной размерности. Причем зависимость фрактальной размерности $\overline{D}_c$ от толщины пленок носит нелинейный характер, что демонстрируют данные, полученные как для пленок меди, так и для пленок никеля.

Таблица 1. Диапазон изменения морфологических характеристик плёнок меди и никеля на слюде для различной толщины

Толщина, нм	Медь				Никель			
	S_a, нм	S_q, нм	S_{10z}, нм	$\overline{D}_c$	S_a, нм	S_q, нм	S_{10z}, нм	$\overline{D}_c$
500	8,27	10,5	81,80	2,25	5,63	7,08	60,70	2,35
1000	3,50	4,41	35,10	2,44	2,36	3,10	25,40	2,40
1400	1,64	2,07	16,20	2,40	3,90	5,01	45,20	2,35

Работа выполнена при поддержке Минобрнауки РФ в рамках выполнения государственного задания в сфере научной деятельности (проект № 0817-2020-0007), а также в рамках государственного задания ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН и при поддержке РФФИ (проект № 19-29-03042).

Список литературы:

[1] Н.Ю. Сдобняков, А.С. Антонов, Д.В. *Иванов, Морфологические характеристики и фрактальный анализ металлических пленок на диэлектрических поверхностях: монография*, Тверской государственный университет, Тверь (2019).

[2] Н.Ю. Сдобняков, А.С. Антонов, Д.В. Иванов, Е.М. Семенова *Фрактальные свойства наноразмерных металлических пленок, В монографии: Перспективные материалы и технологии*, Издательский центр БГУ, Минск (2021).

[3] Д.В. Иванов, А.С. Антонов, Н.Ю. Сдобняков и др., *Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов*, **11**, 138 (2019).

[4] А.С. Антонов, Н.Ю. Сдобняков, Д.В. Иванов и др., *Химическая физика и мезоскопия*, **19** (3), 473 (2017).
[5] Д.В. Иванов, А.С. Антонов, Н.Ю. Сдобняков и др., *Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов*, **10**, 291 (2018).

Локальное перенамагничивание ферромагнитных пленок на основе CoFeB под действием поля рассеяния наночастиц

Куницына Е.И.[1], Коплак О.В.[1], Моргунов Р.Б.[1]

[1]Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Россия
e-mail: kunya_kat@mail.ru

Устройства со спиновым клапаном, демонстрирующие эффект гигантского магнитосопротивления (GMR), являются ценными элементами, служащими сенсорными платформами для обнаружения магнитно-меченых биологических объектов. Высокая чувствительность датчиков GMR к магнитным полям рассеяния частиц делает возможным локальное изменение сопротивления за счет эффекта GMR. Целью нашего исследования является анализ отклика тонкопленочных GMR-структур на осаждение на их поверхности наночастиц и изучение влияния дипольного магнитного поля наночастиц на магнитосопротивление этих структур

Экспериментально выявлено и проанализировано влияние наночастиц на микроволновое магнитосопротивление в платформе CoFeB/Ta/CoFeB и влияние отдельных наночастиц на намагниченность свободного ферромагнитного слоя CoFeB. Спектры ферромагнитного резонанса ультратонких пленок с осажденными частицами позволяют оценить магнитодипольное взаимодействие наночастица-платформа. Для гетероструктур CoFeB/Ta/CoFeB при размещении на их поверхности наночастиц обнаружено увеличение общего магнитосопротивления. Подавление отрицательного магнитосопротивления такой системы показано с помощью микромагнитного моделирования

С помощью магнито-силовой микроскопии наблюдалась область платформы, где происходит инверсия намагниченности под действием поля рассеяния наночастиц. Было установлено, что размер AFM-изображения наночастиц всегда меньше размера MFM-изображения наночастиц на поверхности платформы. Этот эффект не проявляется, если кластер установлен на немагнитной кремниевой платформе. Микромагнитное моделирование дипольного магнитного взаимодействия подтверждает наличие таких областей в системе наночастица-платформа.

Данная работа была поддержана тематической картой Института проблем химической физики РАН АААА-А19-119092390079-8.

Исследование комплексов фибриногена и миелопероксидазы методами атомно-силовой и сканирующей электронной микроскопии.

Баринов Н.А.[1,2], Павлова Е.Р. [1,2], Дубровин Е.В. [1,2], Клинов Д.В. [1,2]

[1]Федеральное государственное бюджетное учреждение "Федеральный научно-клинический центр физико-химической медицины Федерального Медико-биологического Агентства"
[2]Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Российский университет дружбы народов»
e-mail: n.barinov@rcpcm.org

Благодаря своим уникальным свойствам и высокой биомедицинской значимости фибриноген является перспективным белком для разработки различных матриц и каркасов для биотехнологических приложений. Молекулы фибриногена могут образовывать обширные волокна либо при специфическом расщеплении тромбином, либо в бестромбиновой среде, например, в присутствии различных солей. Показан новый тип «неканонического» образования фибриногеновых волокон, который опосредован миелопероксидазой и имеет место даже при низких концентрациях фибриногена (<0,1 мг/мл). Выявлена фибриллярная природа опосредованных миелопероксидазой фибриногеновых сгустков, морфологически отличающихся от фибриновых сгустков. Показано, что свертывание фибриногена опосредовано прямым взаимодействием молекул миелопероксидазы с внешними глобулярными областями молекул фибриногена с последующим развертыванием фибриногена из его естественной тринодулярной в фибриллярную структуру. Продемонстрирована основная роль скринингового эффекта Дебая в регуляции индуцированного миелопероксидазой свертывания фибриногена, чему способствует небольшая ионная сила. В то время как фибриноген в водном растворе с миелопероксидазой претерпевает изменения, ферментативная активность миелопероксидазы не угнетается при избытке фибриногена. Полученные результаты открывают новое понимание процессов свертывания фибриногена, открывают новые возможности для разработки функциональных биоматериалов на основе фибриногена и обеспечивают новые концепции разворачивания белков.

Модификикация графена на пластинах β-SiC/Si(001) молекулами феназинового красителя

Чайка А.Н., Аристова И.М.

Институт физики твердого тела им. Ю.А. Осипьяна РАН,
г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 2, 142432, Россия
e-mail: chaika@issp.ac.ru

Графен, синтезированный на пластинах β-SiC/Si(001) [1-5], представляет интерес для фундаментальных исследований и технологических применений. Ультратонкие покрытия графена, модифицированные методами ковалентной или нековалентной химической функционализации, могут быть использованы для создания гибридных структур с контролируемой величиной запрещенной зоны, сочетающих физические свойства графена и органических соединений.

В докладе представлены результаты исследований атомной и электронной структуры слоев графена на β-SiC/Si(001), модифицированного молекулами феназинового красителя Нейтральный Красный [6-8]. Гибридная феназин-графеновая система исследована с помощью сканирующей туннельной микроскопии (СТМ), рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, околопороговой тонкой структуры рентгеновского спектра поглощения (NEXAFS), фотоэмиссионной электронной микроскопии и теоретических расчетов в рамках теории функционала плотности (ТФП). Результаты исследований с помощью электронной спектроскопии, сканирующей туннельной спектроскопии (СТС) и ТФП демонстрируют формирование композитной структуры с большой запрещенной зоной. Согласно данным СТМ, молекулы красителя могут формировать на поверхности графена локально-упорядоченные структуры. Молекулы в них могут быть ориентированы как параллельно [Рис. 1(e, f)], так и перпендикулярно [Рис. 1(b-d)] слоям графена [8]. Молекулы, ориентированные перпендикулярно поверхности, на небольших участках могут формировать упорядоченные структуры с прямоугольной [7] и косоугольной [8] ячейкой, как показано на Рис. 1(b-d).

Результаты СТС-исследований и ТФП-расчетов показывают, что плотность занятых состояний вблизи уровня Ферми в гибридных системах определяется электронной структурой графена, а плотность незаполненных состояний – электронной структурой молекул и графена. СТС-эксперименты и ТФП-расчеты демонстрируют образование гибридных структур с большой (>2 эВ) запрещенной зоной. Величина щели в экспериментах и расчетах существенно изменялась при изменении ориентации молекул относительно подложки. Как показали результаты ТФП-расчетов, модификация электронной структуры молекул феназинового красителя и локальные изменения величины запрещенной зоны могут быть связаны с деформацией

молекул, обусловленной их взаимодействием с верхним слоем графенового покрытия [8].

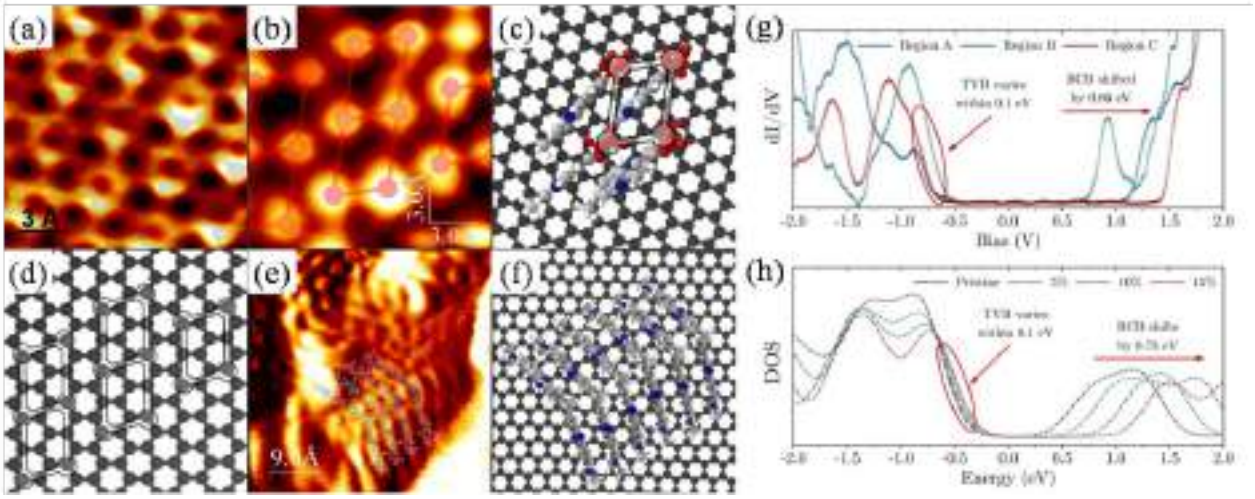


Рис.1. (a,b,e) СТМ-изображения системы графен/SiC(001) до (a) и после (b,e) модификации молекулами феназинового красителя. Размер изображений 1.5×1.5 нм^2. (c,d,f) Схематическое изображение расположения молекул на поверхности, отвечающее ориентации молекул перпендикулярно (c,d) и параллельно (f) поверхности. (g) СТС-спектры, измеренные в различных участках поверхности. (h) Расчетная плотность электронных состояний молекул на поверхности графена в зависимости от степени сжатия молекул (0-15%). Результаты взяты из работы [8].

Работа выполнена в рамках госзадания ИФТТ РАН при поддержке проекта РФФИ 20-02-00489.

Список литературы:

[1]. V.Yu. Aristov, G. Urbanik, K. Kummer, D.V. Vyalikh, O.V. Molodtsova, A.B. Preobrajenski, C. Hess, B. Büchner, I. Vobornik, J. Fujii, G. Panaccione, Yu.A. Ossipyan, and M. Knupfer, *Nano Lett.*, **10**, 992 (2010).
[2]. A.N. Chaika, O.V. Molodtsova, A.A. Zakharov, D. Marchenko, J. Sánchez-Barriga, A. Varykhalov, I.V. Shvets, V.Y. Aristov, *Nano Res.*, **6**, 562 (2013).
[3]. A. N. Chaika, V. Y. Aristov, O. V. Molodtsova, *Prog. Mater. Sci.*, **89**, 1 (2017).
[4]. V.Yu. Aristov, A.N. Chaika, O.V. Molodtsova *et al.*, *ACS Nano*, **13**, 526 (2019).
[5] В.Ю.Аристов, А.Н.Чайка, О.В.Молодцова, И.М.Аристова, Д.В.Поторочин, *Письма в ЖЭТФ*, **113**, 189 (2021).
[6]. D.P. Martin, A. Tariq, B.D.O. Richards, G. Jose, S.A. Krasnikov, A. Kulak, and N.N. Sergeeva, *Chem. Commun.*, **53**, 10715 (2017).
[7]. N.N. Sergeeva, A.N. Chaika, B. Walls, B.E. Murphy, K. Walshe, D.P. Martin, B.D.O. Richards, G. Jose, K. Fleischer, V.Yu. Aristov, O.V. Molodtsova, I.V. Shvets, S.A. Krasnikov. *Nanotechnology*, **29**, 275705 (2018).

[8] D.V. Potorochin, A.N. Chaika, O.V. Molodtsova, V.Yu. Aristov, D.E. Marchenko, D.A. Smirnov, A.A. Makarova, B. Walls, K. Zhussupbekov, K. Walshe, I.V. Shvets, A.S. Ciobanu, M.K. Rabchinskii, N.V. Ulin, M.V. Baidakova, P.N. Brunkov, S.L. Molodtsov, *Appl. Surf. Sci.*, **585**, 152542 (2022).

Атомно-силовая микроскопия в исследовании клеточных пластов

Ефремов Ю.М.[1], Преснякова В.П.[1], Зурина И.М.[1,2], Тимашев П.С.[1,3,4]

[1]Институт регенеративной медицины, Сеченовский Университет, Москва, Россия
[2]ФГБНУ Научно-исследовательский институт общей патологии и патофизиологии, Москва, Россия
[3]Центр «Цифровой биодизайн и персонализированное здравоохранение», Сеченовский Университет, Москва, Россия
[4]Химический факультет, МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва, Россия
e-mail: efremov_yu_m@staff.sechenov.ru

Клеточные пласты являются двумерными (2D) самоорганизующимися многоклеточными структурами и простейшими моделями клеточных агрегатов, которые обладают развитыми межклеточными взаимодействиями и паракринной передачей сигналов, а также частично воссоздают структурную сложность нативных тканей, содержащих внеклеточный матрикс (ВКМ). (Kobayashi et al., 2019). Бесскафолдная технология клеточных пластов, основанная на применении термочувствительных полимеров, изначально предназначалась для реконструкции эпителиальных тканей, однако в настоящее время этот подход также нашел широкое применение в клеточной терапии за счет лучшей выживаемости клеток после трансплантации по сравнению с применением клеточных суспензий.

Для получения клеточных пластов часто используются термочувствительные полимеры, обладающие нижней критической температурой растворения (НКТР), ниже которой они гидрофильны и растворимы. При температуре выше НКТР полимеры нерастворимы и адгезивны для клеток. При понижении температуры ниже НКТР за счет набухания и растворения полимеров клеточные пласты открепляются от субстрата. Подобное открепление слоя клеток позволяет сохранить межклеточные контакты и внеклеточный матрикс (ВКМ) в нативном состоянии. Многие предыдущие исследования были сконцентрированы на биологии клеточных пластов, однако, очень мало данных доступно об их механических свойствах (Efremov et al., 2021). Правильное понимание механического поведения клеточных пластов является необходимым шагом для установления фундаментальных принципов тканевой биомеханики, тесно связанных с механизмами образования новых тканей, регенерации и развития патологий. Механические взаимодействия влияют на формирование клеточных агрегатов, жизнеспособность и процессы слияния, и, таким образом, настройка механических свойств является многообещающим путем для повышения эффективности таких процессов.

Одним из доступных методов изучения механических свойств клеток и ВКМ является атомно-силовая микроскопия (АСМ). Данный метод позволяет

оценивать локальные вязкоупругие свойства материалов с высоким пространственным разрешением, а также с достаточным временным разрешением для наблюдения динамических процессов, происходящих при формировании клеточного пласта. В данной работе метод АСМ был применен для изучения процесса открепления клеточных пластов от термочувствительных полимеров, а также для установления механических свойств сформировавшихся клеточных пластов. В работе использовали линии фибробластов мыши и крысы, а также мезенхимальные стромальные клетки человека. С помощью одновременного наблюдения за морфологией и механикой на уровне единичных клеток и агломератов были получены данные, свидетельствующие о релаксации напряжений в цитоскелете в процессе открепления клеток от субстрата. Однако, оценка вклада элементов ВКМ в механику сформировавшихся пластов может требовать методов с большей степенью деформации материала, или методов объемного картирования механических свойств, тогда как метод АСМ ограничен поверхностным слоем клеток. В данной работе был также применен метод микро-индентации, показавший, что роль ВКМ может расти с увеличением времени культивирования клеточного пласта. Результаты работы могут быть востребованы для моделирования процесса формирования клеточных пластов и для управления их механическими свойствами.

Данная работа была поддержана грантом РНФ 21-15-00349.

Список литературы:

[1] Kobayashi, J., Kikuchi, A., Aoyagi, T., Okano, T., 2019. Cell sheet tissue engineering: Cell sheet preparation, harvesting/manipulation, and transplantation. J. Biomed. Mater. Res. - Part A. https://doi.org/10.1002/jbm.a.36627.

[2] Y.M. Efremov, I.M. Zurina, V.S. Presniakova, N. V. Kosheleva, D. V. Butnaru, A.A. Svistunov, Y.A. Rochev, P.S. Timashev, Mechanical properties of cell sheets and spheroids: the link between single cells and complex tissues, Biophys. Rev. 13 (2021) 541‑561. https://doi.org/10.1007/s12551-021-00821-w.).

Создание тонких пленок $BiFeO_3$ золь-гель методом с послойным контролем морфологии и фазового состава

Сафина В.А.[1], Абрамов А.С.[1], Соболь А.Г.[2], Слабов. В.[3], Трусов Л.А.[2], Васильев А.В.[2], Шур В.Я.[1], Холкин А.Л.[1,3], Аликин Д.О.[1]

[1]Институт естественных наук и математики, УрФУ, 620002, Екатеринбург, Россия
[2]Химический факультет, МГУ, 119991, Москва, Россия
[3]Department of Physics & CICECO - Aveiro Institute of Materials, University of Aveiro, Aveiro, Portugal
e-mail: v.a.safina@urfu.ru

$BiFeO_3$ – является одним из перспективных мультиферроиков, тонкие пленки которого обладают высокими значениями спонтанной поляризации и антиферромагнитными свойствами [1, 2]. Метод осаждения из химического раствора позволяет получать тонкие пленки с большой площадью покрытия для использования в различных электромеханических устройствах и сенсорах. Для создания плёнок с толщиной от 100 нм используется метод послойного осаждения, позволяющий увеличить толщину плёнки без изменения концентрации раствора, таким образом избегая агрегации реагентов в исходном растворе. Однако, такие плёнки часто содержат поры и микро-разрывы.

В этой работе мы использовали методы силовой микроскопии пьезоэлектрического отклика и атомно-силовой микроскопии проводимости для исследования тонких пленок $BiFeO_3$, полученных послойным осаждением из химического раствора (золь-гель метод). Были проанализированы зависимости морфологии, распределения локальных пьезоэлектрических свойств и токов утечки от количества слоев в пленке. Установлено, что итоговые свойства получаемых тонких пленок определяются не только условиями термической обработки на стадии кристаллизации, но также морфологией пленки, формирующейся на стадии образования геля. Показано, что температура и длительность сушки нанесённого раствора при получении геля сильно влияют на качество покрытия пленкой поверхности, что в результате определяет протекание процесса кристаллизации, конечную морфологию пленки, её электрические и пьезоэлектрические свойства.

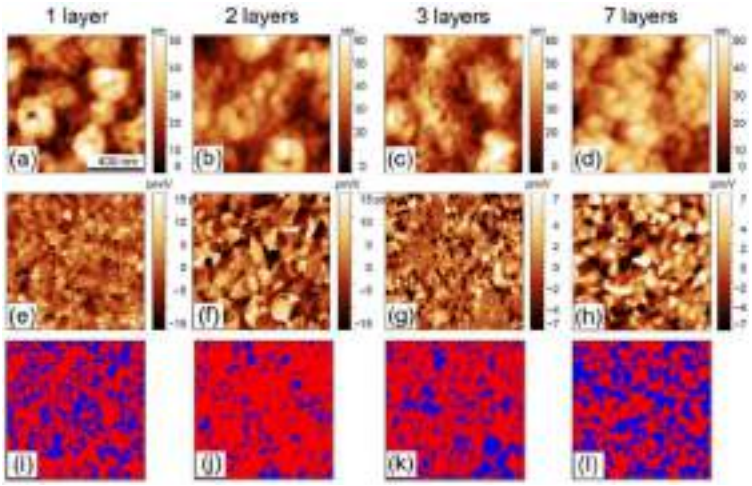


Рис.1. "(a)-(d) Топография, (e)-(h) пьезоэлектрический отклик и (i)-(l) распределение полярной (красный цвет)/неполярной (синий цвет) фазы в поликристаллических пленках $BiFeO_3$, полученных золь-гель методом с различным количеством осаждённых слоёв."

Исследование выполнено с использованием оборудования УЦКП «Современные нанотехнологии» УрФУ при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках Программы развития Уральского федерального университета имени первого Президента России Б.Н. Ельцина в соответствии с программой стратегического академического лидерства "Приоритет-2030".

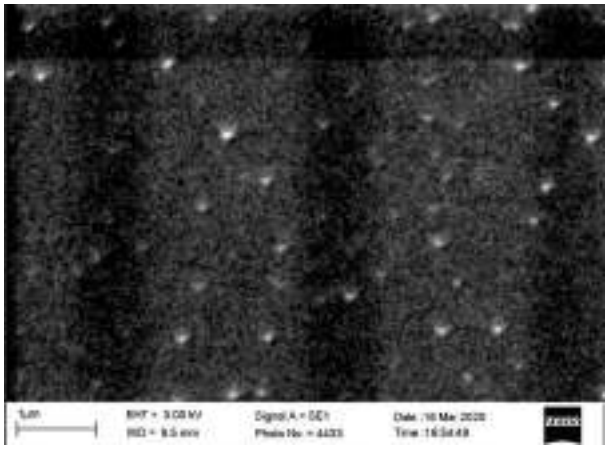
Список литературы:

[1] G. Catalan and J.F. Scott, Adv. Mater. 21, 2463 (2009).
[2] S. Fujino, M. Murakami and V. Anbusathaiah, Appl. Phys. Lett. 92, 202904 (2008).

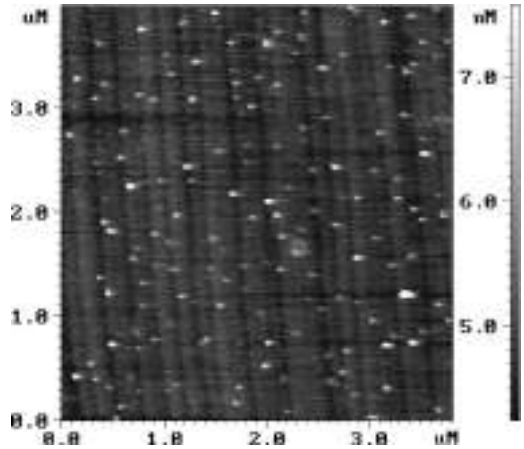
Исследования морфологии и электрон-транспортных свойств ультратонких пленок Mo на R-плоскости сапфира

Фомин Л.А., Маликов И.В., Березин В.А.
Институт Проблем Технологии Микроэлектроники и Особочистых Материалов РАН, 142432, Черноголовка, ул. Академика Осипьяна 6, Россия
e-mail: fomin@iptm.ru

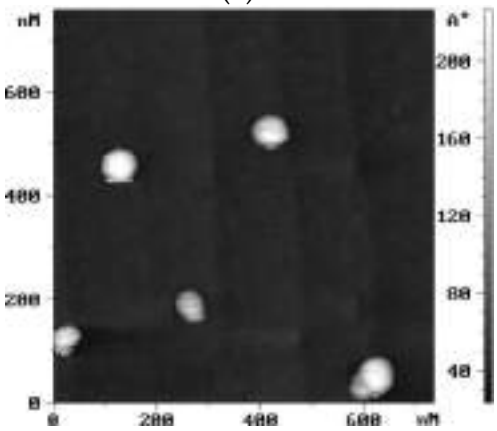
Известно, что при эпитаксиальном росте пленок различных металлов на R-плоскости сапфира возникающие внутренние напряжения в пленке из-за несоответствия решеток снимаются по механизму наклонной эпитаксии [1,2]. Этот механизм состоит в том, что направление роста отклоняется от нормали к поверхности подложки на определенный угол, такой что проекция вдоль этой нормали решетки пленки становится более близка к решетке подложки. Однако, как было выяснено в данной работе, для эпитаксиального роста пленок Mo на R-плоскости сапфира реализуется другой механизм сброса напряжений - Механизм Странского-Крастанова [3].



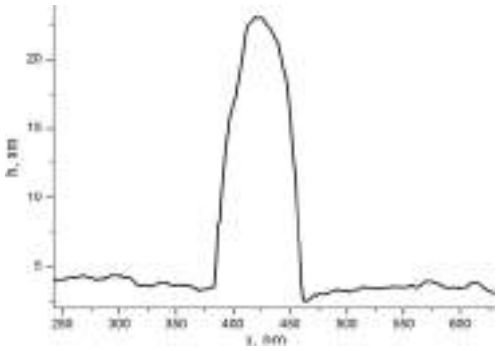
(a)



(b)



(c)



(d)

Рис. 1. СЭМ (a) и АСМ (b) изображения поверхности эпитаксиальных пленок Mo, выращенных на R-плоскости сапфира, а также профиль бугорка на АСМ изображении (d).

Этот механизм состоит в том, что первые несколько атомных слоев растут псевдоморфно, повторяя решетку подложки, а в последующих слоях появляются дефекты несоответствия, которые служат зародышами роста бугорков на поверхности пленки. Эти бугорки хорошо видны в изображениях поверхности, сделанных методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ). На рисунке 1 приведены СЭМ (a) и АСМ (b, c) изображения поверхности пленки Mo толщиной около 2 нм, а также профиль одного из бугорков (d). АСМ изображения показывают, что рельеф пленки повторяет рельеф подложки за исключением обнаруженных бугорков, диаметр которых составляет около 50 нм, а высота - около 20 нм, что близко к результатам работы [3]. При этом пленка растет сплошная, о чем свидетельствует ее малое электрическое сопротивление. Для более толстых пленок Mo механизма Странского-Крастанова не наблюдается.

Таким образом, было выяснено, что выращиваемые пленки сплошные вплоть до малых толщин, 1.5 нм, что позволяет их использовать в новых устройствах микроэлектроники.

Данная работа была выполнена в рамках Государственного задания № 075-00706-22-00

Список литературы:

[1] D.M. Tricker, V.M. Stobbs, *Philosophical Magazine A* **71**, 1051 (1995).
[2] I.V. Malikov, G.M. Mikhailov, *Thin Solid Films* **360**, 278 (2000).
[3] D. J. Eaglesham and M. Cerullo, *Phys. Rev. Lett.* 64, 1943 (1990).

Создание микродоменных структур методом атомно –силовой микроскопии в оптических волноводах на $LiNbO_3$

Боднарчук Я.В.[1], Гайнутдинов Р.В. [1], Волк Т.Р.[1], Шандаров С.М.[2]
[1]Институт Кристаллографии им. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия ,119333
[2]Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, Томск, 634050

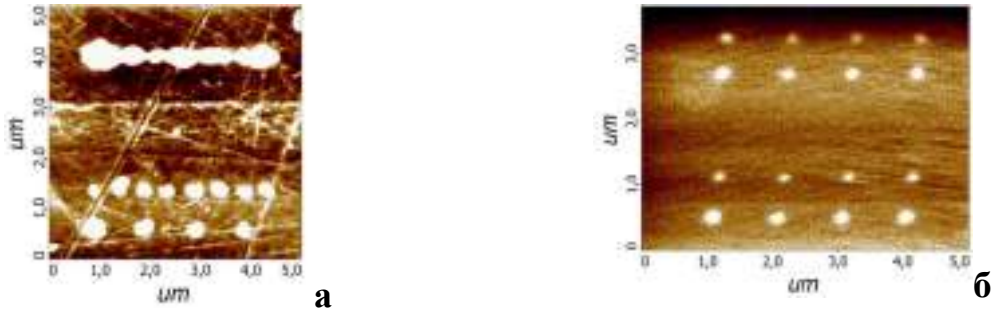
e-mail:deuten@mail.ru

Регулярная структура сегнетоэлектрических доменов с периодом микро- или наноскопического масштаба представляет собой эффективную нелинейную среду, обеспечивающую возможность преобразования частоты оптического излучения в режиме фазового квазисинхронизма (QPM). Актуальной задачей является реализация QPM преобразования излучения в волноводной геометрии. Для QPM преобразования ближнего ИК диапазона требуются доменные структуры микро- и субмикроскопического масштабов. Эффективным способом создания таких структур является запись доменов методом атомно-силовой микроскопии (AFM).

В работе суммированы результаты исследования AFM записи микродоменнных структур заданной конфигурации в планарных оптических волноводах, сформированных на полярной (Z-) поверхности кристаллов $LiNbO_3$. [1, 2]. Исследовались процессы формирования доменов в волноводах, изготовленных имплантацией ионов He^+ и ин-диффузией ионов Ti^{4+} (ниже He-$LiNbO_3$ и Ti- $LiNbO_3$, соответственно). Достоинством метода He^+ - имплантации является идентичность оптических свойств волновода свойствам объемного кристалла $LiNbO_3$.

Толщины волноводных слоев в He- $LiNbO_3$ и Ti- $LiNbO_3$ составляют ≈1000 и 500 nm**,** соответственно. Запись доменов проводилась при напряжениях поля зонда $U_t \leq 50$ V; времена экспозиции t_p=10-1000 ms для He:$LiNbO_3$ и t_p= 100-10000 ms для Ti- $LiNbO_3$. Оценка эффективной глубины доменов для этого интервала U_t дает величину 2 - 5 μm. Таким образом, в волноводах обоих типов в используемом интервале U_t домены проникают через всю толщину волноводного слоя. Все записанные структуры устойчивы в реальном времени.

На Рис.1 а, и б показаны PFM изображения доменов, записанных в *He:$LiNbO_3$* и *Ti:$LiNbO_3$* , соответственно.



а б

Рис.1 PFM изображения доменных структур, записанных пошаговым смещением зонда AFM в He:LiNbO₃ (а) и Ti:LiNbO₃ (б). а - U_t=50 V , t_p=1s; б - U_t=30-40 V , t_p=1s.

На рис.2 представлены экспозиционные характеристики диаметра доменов $D(t_p)$ при U_t=const.

а б

Рис.2 Экспозиционные характеристики записи доменов: а- He:LiNbO₃, U_t =30 и 50V , t_p=10- 1000 ms ; б- Ti:LiNbO₃ U_t = 50V , tp=100- 1000 ms.

Характеристики AFM записи доменов в $He:LiNbO_3$ качественно сходны с результатами, полученными в тонких кристаллах и пленках $LiNbO_3$ [3] , а также с результатами электронно-лучевой записи доменов в $Ti:LiNbO_3$ [2]. Сходство обусловлено, очевидно, неинвазивностью методов имплантации и ин-диффузии.

Работа выполнена при частичной поддержке гранта Президента № МК-1675.2021.1.2.

Список литературы:

[1] Ya. V. Bodnarchuk, R. V. Gainutdinov, T. R. Volk, and Feng Chen, Journal of Lightwave Technology, Early Access Article, (2022).
[2] L. S. Kokhanchik, S. M. Shandarov, T. R. Volk , E. N Savchenkov, and M. V. Borodin, *Mater. Res. Express* **6** (2019).
[3] T.Volk, M. Woehlecke, Lithium Niobate: Defects, Photorefraction and Ferroelectric Switching, Springer, Berlin, (2008).

Синтез ППК–CdS пленок с фракталоподобной поверхностью

Криничная Е.П.[1], Румянцев Б.М.[1], Логинов Б.А.[2], Завьялов С.А.[3]

[1]ФГБУН Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН, г. Москва, Россия
[2]Национальный исследовательский университет «МИЭТ», АО Завод ПРОТОН, г. Зеленоград, Россия
[3]Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», г. Москва, Россия
e-mail: elkrina@mail.ru

Создание полимерных нанокомпозиционных покрытий, уникальные свойства которых определяются морфологией и структурой поверхности, является одним из перспективных направлений развития современной химической технологии**.** Функциональные свойства наноструктурированных композитных пленок определяются химической природой, концентрацией и дисперсностью наночастиц наполнителя, толщиной осажденной пленки, материалом подложки.

Сплошные, однородные покрытия нанокомпозитных пленок ППК–CdS с высокой равномерностью по толщине и хорошей адгезией к поверхности подложки на основе поли-*n*-ксилиленовой матрицы и с разной концентрацией наночастиц CdS от 5 до 90 об. % были получены методом твердофазной полимеризации из газовой фазы – соконденсацией паров активного мономера *n*-ксилилена и наполнителя CdS на охлаждаемые до температуры жидкого азота подложки (77 К) в вакуумных условиях ($10^{-6} \div 10^{-7}$ мм рт. ст.) в реакторе с последующей полимеризацией и частичной кристаллизацией соконденсата при разогреве до комнатной температуры [1-3].

Методом сканирующей зондовой микроскопии исследованы особенности формирования и наноструктурирования приповерхностного активного слоя полученных на поверхности Si-кремниевых пластин нанокомпозитных пленок толщиной $d \approx 1.0$ мкм. Анализ наноструктуры, в том числе определение фрактальной размерности, выполнен с использованием программного обеспечения Scan Master Morphology (микроскоп СММ–2000, АО Завод ПРОТОН, г. Зеленоград, Россия). Определены характеристики рельефа поверхности композитных пленок (гранулометрический состав, форма и геометрические размеры наноструктур, распределение частиц по размерам).

С увеличением концентрации CdS в композитных пленках происходят существенные структурно-морфологические изменения – переход из аморфного в упорядоченное наноструктурированное состояние поверхности с образованием разнообразных сложных форм аморфных и нанокристаллических надмолекулярных структур в виде выступающих

наноглобул, полусферолитов, нанокластеров, фракталоподобных образований, которые обусловлены неоднородностью образованного зародышевого слоя в процессе соконденсации паров *n*–ксилилена и наноразмерных частиц CdS. Наблюдаются трехмерные элементы наноструктур с отчетливо выраженной огранкой, которые имеют более плотную структуру и равномерно распределены по всей исследуемой поверхности пленок. Определена связь между особенностями структуры фракталоподобных объектов и количеством диспергированных наночастиц в объеме полимерной матрицы.

Согласно полученным данным, для нанокомпозитов ППК−CdS процессы образования полимерных цепей *n*–ксилилена в присутствии наноразмерных частиц CdS и их частичная кристаллизация могут протекать последовательно или одновременно, что может приводить к различной надмолекулярной структуре поверхности, тип и степень кристалличности которой определяется концентрацией наночастиц CdS в объеме полимерной матрицы, температурой полимеризации и скоростью роста пленки.

Полученные результаты могут быть использованы для разработки оптимальных условий синтеза методом твердофазной полимеризации из газовой фазы тонкопленочных нанокомпозиционных гибридных материалов на основе поли–*n*–ксилиленовой матрицы и металл/полупроводниковых наночастиц с требуемыми функциональными свойствами.

Данная работа была выполнена в рамках государственного задания ИБХФ им. Н.М. Эмануэля РАН (№01201253304).

Список литературы:

[1] Е.И. Григорьев, С.А. Завьялов, С.Н. Чвалун, *Российские нанотехнологии*, 1, 1-2, 58-70 (2006).
[2] S. Zavyalov, A. Pivkina, J. Schoonmam, *Solid State Ionics*, 147, 415-423 (2002).
[3] С.А. Озерин, С.А. Завьялов, С.Н. Чвалун, *Высокомолекулярные соединения, Серия А*, 43, 11, 1993–2000 (2001).

Наноструктурированные тонкопленочные композиты: синтез и исследование их свойств

Криничная Е.П.[1], Клименко И.В.[1], Румянцев Б.М.[1], Логинов Б.А.[2], Журавлева Т.С.[1], Завьялов С.А.[3]

[1]ФГБУН Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН, г. Москва, Россия
[2]Национальный исследовательский университет «МИЭТ», АО Завод ПРОТОН, г. Зеленоград, Россия
[3]Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», г. Москва, Россия
e-mail: elkrina@mail.ru

В настоящей работе сообщаются результаты исследований влияния концентрации наполнителя на структуру рельефа поверхности, спектры оптического поглощения и электропроводность нанокомпозитных пленок.

Наноструктурированные композитные пленки ППК-Sn на основе поли–*п*–ксилиленовой (ППК) матрицы и наночастиц Sn (C_{Sn}= 4, 5, 8, 9, 12 и 100 об.%) синтезированы полимеризацией из газовой фазы на поверхности пластин из монокристаллического кремния, кварцевого и ситаллового стекла в вакуумных условиях [1,2]. Методом сканирующей зондовой микроскопии (микроскоп СММ-2000, АО Завод ПРОТОН, г. Зеленоград, Россия) проведены структурно-морфологические исследования поверхности пленок (рис. 1). Определены характеристики поверхности (гранулометрический состав, форма и размеры элементов наноструктур, распределение частиц по размерам). Для количественной оценки степени шероховатости (развитости) поверхности по каждому изображению были рассчитаны фрактальные размерности.

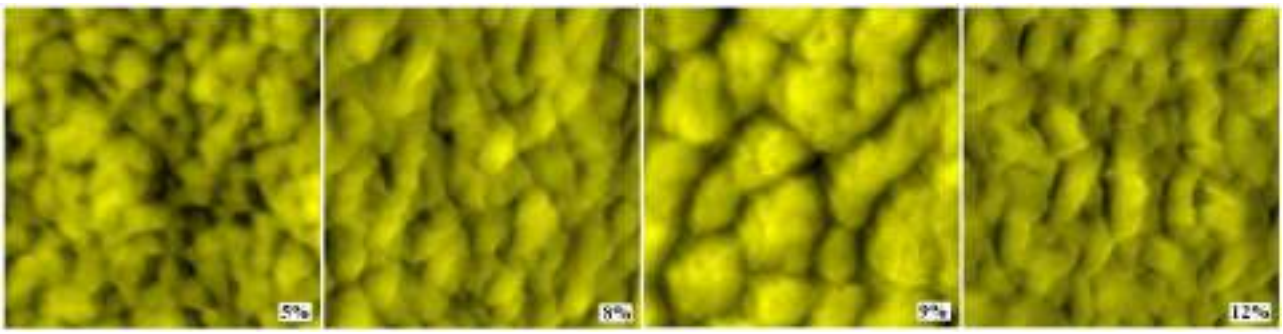


Рис. 1. Микрофотографии поверхности нанокомпозитных пленок ППК-Sn (C_{Sn} = 5, 8, 9 и 12 об.%). Материал подложки: Si. Размер кадра: 2.5x2.5 мкм.

Анализ полученных данных для пленок полимерных нанокомпозитов ППК−Sn с разным содержанием наполнителя показал, что:

(1) Особенности процесса формирования приповерхностного активного слоя пленочных нанокомпозитов ППК–Sn (изменение формы и геометрических размеров элементов структурной организации поверхности)

свидетельствуют о появлении упорядоченности в поли–*n*–ксилиленовой матрице, обусловленной механизмом полимеризации и предполагаемой ее частичной кристаллизацией в присутствии наноразмерных частиц Sn.

(2) Обнаружено, что изменение структуры рельефа поверхности нанокомпозитных пленок при варьировании содержания наночастиц Sn коррелируют с изменениями электрических и спектральных свойств [3].

(3) Наиболее значительные изменения свойств и структуры поверхности нанокомпозитных пленок наблюдаются при концентрации наночастиц Sn, приблизительно равной 9 об. %, которая является порогом перколяции. Согласно спектральным исследованиям олово при концентрации ≤ 9 об.% находится в виде двуокиси SnO_2, а при 12 об.% - в металлическом.

Данная работа была выполнена в рамках государственного задания ИБХФ им. Н.М. Эмануэля РАН (№01201253304).

Список литературы:

[1] S. Zavyalov, A. Pivkina, J. Schoonmam, *Solid State Ionics*, 147, 415-423 (2002).
[2] Е.И. Григорьев, С.А. Завьялов, С.Н. Чвалун, *Российские нанотехнологии*, 1, 1-2, 58-70 (2006).
[3] S.A. Zavyalov, E.P. Krinichnaya, I.V. Klimenko, T.S. Zhuravleva, *Nanotechnologies in Russia,* 13, 3–4, 116–121 (2018).

Магнитно-резонансная силовая микроскопия магнитных вихрей

Скороходов Е.В., Миронов В.Л., Татарский Д.А., Фраерман А.А.

[1]*Институт физики микроструктур РАН, г. Нижний Новгород, Россия*
e-mail: evgeny@ipmras.ru

Магнитно-резонансная силовая микроскопия (МРСМ) является одним из самых чувствительных методов для изучения спектров ферромагнитного резонанса (ФМР) в тонких пленках и одиночных наночастицах [1]. Большой интерес представляют исследования спектров ФМР в частицах с неоднородным распределением намагниченности. Например, в ферромагнитных дисках микронных и субмиконных размеров при определенном соотношении между геометрическими параметрами реализуется вихревое распределение намагниченности. Основной резонансной модой колебаний намагниченности магнитного вихря является гиротропная мода, которую можно возбуждать, например, спин-поляризованным током, что дает возможность использования данной моды в вихревых спин-трансферных наноосциляторах (СТНО) [2]. Увеличение низкой генерируемой мощности отдельных наноосциляторов предлагается решить использованием массивов синхронизированных СТНО. Синхронизация может осуществляться за счет магнитодипольного взаимодействия, спиновых волн или обменной связи, которая является наиболее сильной. В докладе представлены результаты исследований низкочастотных резонансных колебаний в одиночных магнитных вихрях и в системе обменно-связанных магнитных вихрей методами МРСМ и микромагнитного моделирования.

Массивы ферромагнитных дисков с перекрытием 20 % были изготовлены методом электронной литографии и ионного травления из пленки пермаллоя, осажденной на тонкой стеклянной подложке магнетронным напылением. МРСМ измерения проводились в магнитно-резонансном силовом микроскопе, разработанном на базе серийного зондового комплекса «Solver HV» [3]. В качестве зондовых датчиков использовались кантилеверы с резонансной частотой 23 кГц и жесткостью 0.01 Н/м. На конус зонда напылялась пленка кобальта толщиной 100 нм. Мощность СВЧ накачки составляла – 5 Дбм. Измерения проводились в вакууме, где добротность зондового датчика составляла ~ 1000. Спектры снимались в виде зависимости амплитуды колебаний зонда от частоты СВЧ поля.

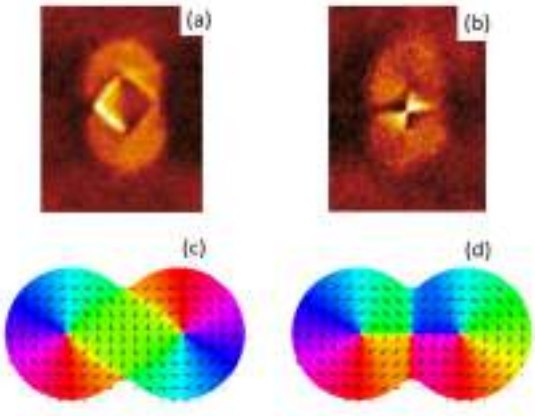


Рис.1. “ *Изображенияв магнитно-силовом микроскопе (a,b) и соответствующие модельные распределения намагниченности в двойных дисках (c. d). Состояние VV с разной завихренностью оболочек (a,c) и состояние VAV с одинаковой завихренностью оболочек (b,d)*.”

В обменно-связанных дисках с перекрытием 20 % может быть реализовано несколько устойчивых магнитных состояний: состояния с разной завихренностью оболочек вихрей (состояния VV, рис. 1 (a,c)); состояния с одинаковой завихренностью оболочек вихрей (состояния VAV, рис. 1 (b,d)). Были изучены полевые зависимости частот обоих состояний, которые являются существенно различными. При приложении внешнего постоянного магнитного поля перпендикулярно оси, соединяющей диски, для состояния VV частота будет являться монотонной функцией внешнего поля. Для состояния VAV полевая зависимость является симметричной относительно направления поля функцией. Также продемонстрировано, что магнитное поле МРСМ зонда, расположенного над центром одного из дисков, ведет к расщеплению частот. Это связано с селективным изменением резонансной частоты того диска, над центром которого располагается зонд. Таким образом, МРСМ микроскоп позволяет не только регистрировать спектры ФМР, но и перестраивать их.

Данная работа была поддержана РНФ (проект № 21-12-00271).

Список литературы:

[1] J. Sidles, A*ppl.Phys.Lett.l*, **V.58**, 2854 (1991).
[2] V. Pribiag, I. Krivorotov, G. Fuchs, P. Braganca, O. Ozatay, J. Sankey, D. Ralph, R. Buhrman, *Nature Physics*, **3**(7) 498–503 (2007).
[3] E.V. Skorokhodov, M.V. Sapozhnikov, et al., *Instruments and Experimental Techniques*, **61**(5), 761 (2018).

Определение поверхностной плотности энергии доменных границ магнетика по данным МСМ

Синкевич А.И.[1], Дунаева Г.Г.[1], Аринчехин Н.Н.[1], Семенова Е.М.[1], Карпенков А.Ю.[1,2] , Пастушенков Ю.Г.[1]

[1]ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет»
[2]ФГБОУ ВО «Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова»
e-mail: semenova_e_m@mail.ru

Доменная структура (ДС) является индикатором магнитного и структурного состояния магнетика. В настоящее время накоплен огромный экспериментальный массив данных с изображениями и описанием ДС магнитных материалов [1-3]. По параметрам ДС на базисной плоскости магнетика с магнитокристаллической анизотропией (МКА) типа «ось легкого намагничивания» (ОЛН) можно оценить поверхностную плотность энергии доменных границ (γ). Этот параметр важен при анализе и прогнозировании гистерезисных характеристик магнитных материалов. Существует несколько методов для вычисления этих величин на основе экспериментально измеренных параметров конфигурации ДС. Одним из наиболее апробированных способов определения γ является метод Боденбергера-Хуберта, предназначенный для оценки микромагнитных параметров магнетиков с фактором качества Q>>1, то есть соединений, характеризующихся высокими значениями констант МКА и намагниченности насыщения. Изначально метод предназначен для анализа изображений ДС, полученных средствами магнитооптики на плоскости перпендикулярной ОЛН [3]. Методом случайных секущих определяется среднее расстояние между доменными границами (средняя ширина домена, *L*) и, используя однозначную связь между *L* и γ [1,3], вычисляется ее значение.

МСМ-изображения полей рассеяния ДС магнетиков, регистрируемые с помощью сканирующего зондового микроскопа, не только обладают бóльшим разрешением, нежели оптические изображения, но и представляют собой данные, которые легко можно подвергнуть автоматическому анализу. Для анализа данных МСМ-сканирования и расчета поверхностной плотности энергии доменных границ авторами была создана компьютерная программа [4]. Ширина доменов в программе определяется на основе профилей сканирования полей рассеяния доменов, полученных при втором (МСМ) проходе кантилевера на высоте *dz*.

В данной работе была поставлена задача провести сравнительный анализ результатов определения поверхностной плотности энергии доменных границ методом Боденбергера-Хуберта на основе экспериментальных измерений ширины дополнительных доменов поверхности средствами оптической

металлографии и магнитно-силовой микроскопии. Объектами исследования стали монокристаллы редкоземельных интерметаллидов $SmCo_5$, $Nd_2Fe_{14}B$, $GdFe_xTi$ ($x = 8 \div 11$) с одноосной МКА. На рис.1а в качестве примера представлено изображение доменов базисной плоскости монокристалла $GdFe_9Ti$, полученное методом полярного эффекта Керра. Видно, что на базисной поверхности формируется структура дополнительных доменов, которые имеют сложную конфигурацию, образованную замкнутыми областями с извилистыми границами. Средняя ширина доменов по магнитооптическим изображениям составила 0,91 мкм. При этом ширина доменов, которая регистрируется средствами МСМ (рис.1б, в) зависит от высоты *dz*, на которой выполняется сканирование. В интервале высот $dz=100 \div 300$ нм ширина доменов, определяемая по данным МСМ, составляет 0,90 мкм, что коррелирует с результатами оптической микроскопии. Однако, последующее увеличение *dz* приводит к росту измеряемого значения *L* на порядок. Это связано с тем, что поля рассеяния дополнительных доменов поверхности ограничены по высоте и поэтому зонд, при сканировании не регистрирует соответствующие им градиенты. Это необходимо учитывать, применяя метод Боденбергера-Хуберта для определения γ по данным МСМ. В работе обсуждается и обосновывается возможность применения данного метода к МСМ-изображениям.

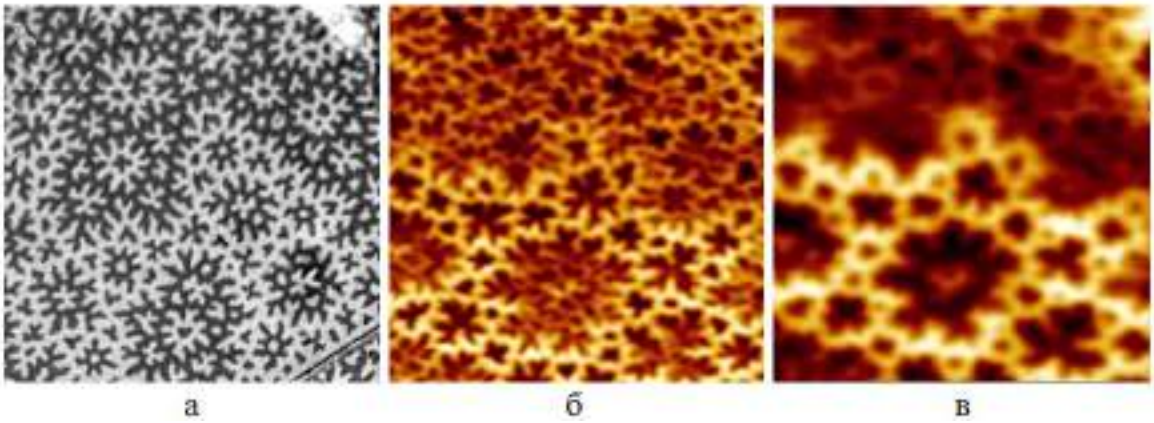


Рис.1. ДС базисной плоскости монокристалла $GdFe_9Ti$, выявленная оптическим методом (а) и МСМ: dz=250нм (б), dz=1500нм (в). (50х50 мкм)

Работа выполнена при поддержке Минобрнауки РФ в рамках выполнения ГЗ в сфере научной деятельности (проект № 0817-2020-0007) на оборудовании центра коллективного пользования ТвГУ.

Список литературы:

[1] A. Hubert, R. Schafer, *Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 686 p. (1998).
[2] E.M. Semenova, M.B. Lyakhova, A.I. Sinkevich, A.Y. Karpenkov, Y.G. Pastushenkov, *IEEE Magnetics Letters*, **11**, 2501005 (2020).
[3] R. Bodenberger, A. Hubert, *Physica status solidi (a)*, **44**, K7-K11 (1977).
[4] А.И. Синкевич, А.Ю. Карпенков, Е.М. Семенова, *Свидетельство о регистрации программы для ЭВМ*, 2020661938 (2020).

Влияние времени активации и нагрева на пьезоэлектрические свойства легированных азотом углеродных нанотрубок

Ильина М.В.[1], Соболева О.И.[2], Полывянова М.Р.[2], Ильин О.И.[2]

[1] Южный федеральный университет, Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения
[2]Южный федеральный университет, Научно-исследовательская лаборатория технологии функциональных наноматериалов
e-mail: mailina@sfedu.ru

В последние годы возрос интерес к созданию носимой электроники, что в свою очередь дало толчок к развитию источников питания. Одним из перспективных источников питания можно назвать пьезоэлектрические наногенераторы, преобразующие вибрации окружающей среды в электрический ток [1]. Недавно нами было установлено, что легированные азотом углеродные нанотрубки (N-УНТ) обладают аномальными пьезоэлектрическими свойствами [2-5]. Величина пьезоэлектрического модуля N-УНТ превышает значения для известных наноразмерных пьезоэлектриков и может достигать 200 пм/В [2]. При этом на величину пьезоэлектрического модуля влияет совокупность факторов: материал подслоя [3], концентрация пиррольного азота [4] и геометрические размеры УНТ [5]. Целью данной работы является исследование влияния времени активации каталитических центов и времени нагрева подложки в процессе роста углеродных нанотрубок на величину их пьезоэлектрического модуля.

Исследования проводили на образцах с массивами УНТ, выращенных методом плазмохимического осаждения из газовой фазы. Время активации для образцов №1 и 4 составило 1 мин, 30 мин для №2 и 90 мин для №3. Время нагрева составило 17 мин для образцов №1, 2, 3 и 106 мин для №4. В качестве подслоя выступал слой Mo. Предыдущие наши исследования показали, что наибольшие значения пьезоэлектрического модуля наблюдаются у N-УНТ, выращенных на подслое Mo, из-за отсутствия взаимодействия N с подслоем и высокой концентрации пиррольного N в структуре нанотрубки [3]. Изображения растровой электронной микроскопии (РЭМ) полученных массивов представлены на рисунке 1а. Измерения величины пьезоэлектрического модуля d_{33} N-УНТ проводились методом силовой микроскопии пьезоотклика. Величина d_{33} для образца №1 составила 19,78±0,15 пм/В, №2 – 4,49±0,02 пм/В, №3 – 5,41±0,02пм/В и 3,60±0,02 пм/В для №4. Увеличение пьезоэлектрического модуля с увеличением времени нагрева связано с увеличением скорости поверхностной диффузии никеля и с коагуляцией мелких каталитических центров в более крупные, из-за чего в дальнейшем вырастают N-УНТ с бóльшим диаметром (рис. 1а). Увеличение диаметра N-УНТ, в свою очередь, приводит к уменьшению d_{33} ввиду

уменьшения кривизны бамбукообразных «перемычек» [5]. Увеличение времени активации приводило к постепенному разрушению каталитических центров плазмой аммиака (рис. 1а), что вызывало снижение их каталитической активности и, как следствие, уменьшение длины и плотности N-УНТ в массиве, что приводило к снижению их пьезоэлектрического модуля.

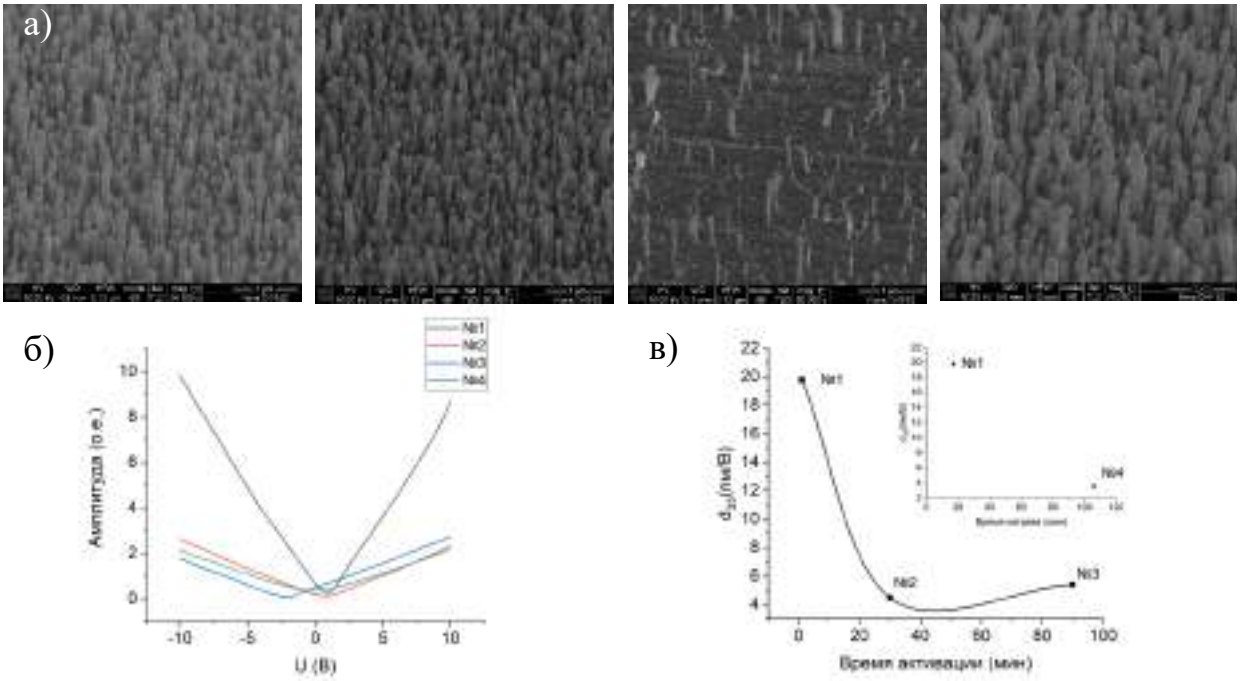


Рис.1. РЭМ изображения массивов N-УНТ (а), зависимость амплитуды пьезоэлектрического отклика N-УНТ от амплитуды прикладываемого напряжения (б), зависимость величины пьезоэлектрического модуля N-УНТ от времени активации (на вставке – от времени нагрева) (в).

Таким образом, показано, что величина пьезоэлектрического модуля N-УНТ уменьшается с увеличением времени нагрева подложки и активации каталитических центров, вследствие изменения геометрических параметров N-УНТ. Полученные результаты могут быть использованы для формирования N-УНТ с заданными параметрами и создания на их основе перспективных устройств нанопьезотроники, в том числе энергоэффективных наногенераторов.

Исследование выполнено за счет гранта РНФ № 22-79-10163, https://rscf.ru/project/22-79-10163/» в Южном федеральном университете.

Список литературы:

[1] J. Briscoe, S. Dunnn, *Nano Energy* **14**,15–29 (2015).

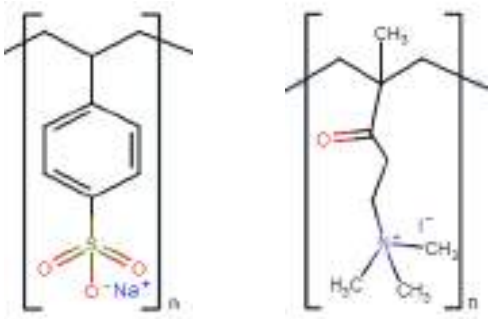
[2] M.V. Il'ina, O.I. Il'in, A.V. Guryanov et al., *J. Mater. Chem. C* **9**, 6014 – 6021 (2021).
[3] M.V. Il'ina, O.I. Osotova, N. N. Rudyk et al., *Diamond & Related Materials* **126,** 109069 (2022).
[4] M.V. Il'ina, O.I. Il'in, O.I. Osotova et al., *Carbon* **190**, 348–358 (2022).
[5] M.V. Il'ina, O.I. Osotova, N. N. Rudyk et al., *J. Adv. Dielect.* **12**, 2241001 (2022).

АСМ-исследования наночастиц селена, стабилизированных полиэлектролитами разного знака, в водной и водно-солевой средах

Валуева С.В.[1*], Вылегжанина М.Э.[1], Безрукова М.А.[1]

[1] *Институт высокомолекулярных соединений РАН, Санкт-Петербург*
[*] svalu67@mail.ru

В клинической медицине показана эффективность использования наночастиц (НЧ) селена в нуль-валентной форме (Se^0) в комбинации с известными противоопухолевыми веществами [1]. Наиболее эффективными стабилизаторами кинетически неустойчивых в растворе НЧ являются сополимеры [1,2]. В настоящей работе в качестве стабилизаторов были использованы сополимеры – полиэлектролиты с зарядом разного знака: полистиролсульфонат натрия – полианион (ПА) и политриметиламиноэтилметакрилат - поликатион (ПК) (*Рис. 1*). Изученные сополимеры имеют мало отличающуюся молекулярную массу M_{sD} (M_{sD} = 98000 (ПК) и M_{sD}= 80000 (ПА)), определенную седиментационно-диффузионным анализом в 0.2 н NaCl; близкую равновесную жесткость A (A= 3.5 нм (ПК) и A= 3.9 нм (ПА)) и одинаковую плотность заряда.



а б

Рис.1. Структурные формулы полистиролсульфоната натрия (ПА) (а) и политриметиламиноэтилметакрилата (ПК) (б).

На *Рис. 2* представлены АСМ-изображения поверхности пленок, полученных в воде из селенсодержащих дисперсий ПК/Se^0 и ПА/Se^0, при массовом соотношении ν концентраций селена и сополимера равном ν = 0.1. Данные АСМ демонстрируют существенные изменения в морфологической картине пленки при переходе от дисперсии ПК/Se^0 к дисперсии ПА/Se^0. Так, для водной нанодисперсии ПК/Se^0 четко визуализируются дискретные наноструктуры сферической формы диаметром 65÷200 нм (*Рис. 2а*). Значения среднеарифметического R_a и среднеквадратичного R_q отклонений профиля для данного участка поверхности составляют 4.2 и 6.3 нм, соответственно.

Напротив, для дисперсии ПА/Se^0 помимо крупных дискретных сферических наноструктур диаметром 500÷600 нм (R_a = 6.1 нм и R_q = 11.2 нм (*Рис. 2б*)), наблюдаются объемные «капсулы» [2] размером 0.5÷3.5 мкм (R_a = 8.8 нм и R_q = 12.1 нм (*Рис. 2в*)). Таким образом, размеры наноструктур и параметры отклонений профиля для дисперсии ПА/Se^0 превосходят аналогичные параметры для дисперсии ПК/Se^0. При введении в полученные водные дисперсии соли (NaCl) наблюдается иная картина (*Рис. 3*): пленки имеют очень плотную текстуру, образованную исключительно сплошными сферическими мелкими наноструктурами диаметром 50÷100 нм (ПК/Se^0-NaCl) или более крупными структурами размером 150÷300 нм (ПА/Se^0- NaCl). В обоих случаях, по сравнению с бессолевой средой, наблюдаются наноструктуры меньших размеров.

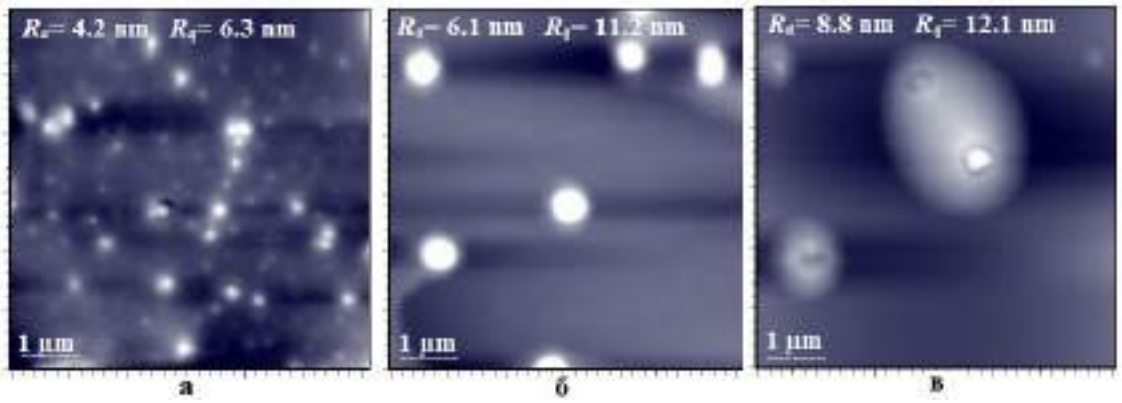


Рис.2. АСМ-изображения топографии (высоты) поверхности пленок селенсодержащих дисперсий ПК/Se^0 (а) и ПА/Se^0 (б,в), отлитых на слюде.

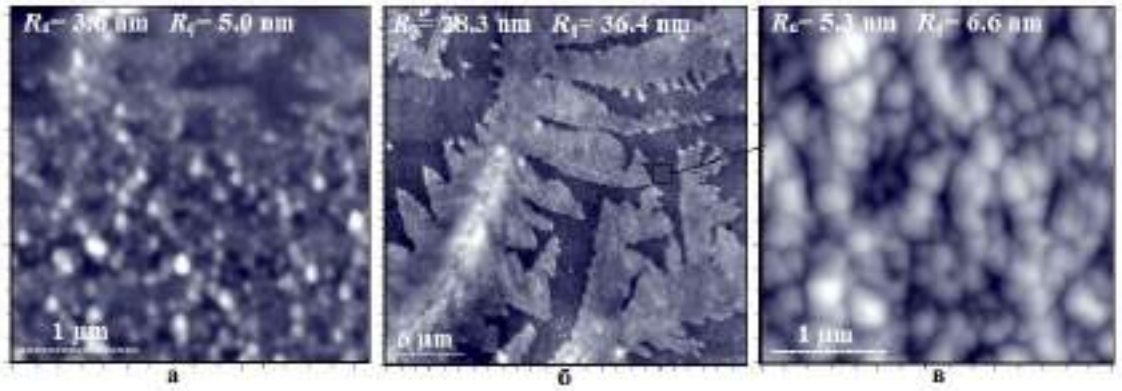


Рис.3. АСМ-изображения топографии (высоты) поверхности пленок селенсодержащих дисперсий ПК/Se^0 (а) и ПА/Se^0 (б,в) с добавлением соли.

Список литературы:

[1] С.В. Валуева, М.Э. Вылегжанина, К.А. Митусова, О.В. Назарова, Ю.И. Золотова, Е.Ф. Панарин, *Журнал «Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования»,* № 2, с. 14-25 (2022).

[2] С.В. Валуева, Л.Н. Боровикова, М.Э. Вылегжанина, О.В. Назарова, Е.Ф. Панарин, *Журнал технической физики*, **92** (№7), с. 924-932 (2022).

Изучение структуры адсорбционного слоя на границе микроэмульсия-слюда методом атомно-силовой микроскопии

Замула Ю.С.[1], Афанасьев М.О.[2], Фетисов С.А.[1], Батыршин Э.С.[1]

[1]Башкирский государственный университет
[2]Уфимский авиационный технический университет
e-mail: yuriyzamula @gmail.com

Микроэмульсии (МЭ) – это термодинамически устойчивые микрогетерогенные системы, образованные несмешивающимися жидкостями в присутствии мицеллообразующих ПАВ. МЭ нашли широкое практическое применение различных отраслях промышленности. К примеру, сверхнизкие значения межфазного натяжения и солюбилизирующая способность МЭ делает их очень привлекательными для использования в нефтегазовой промышленности в качестве агентов для повышения нефтеотдачи продуктивных пластов. Физические свойства МЭ напрямую связаны с характеристиками внутренней структурой, которая определяется их составом и термодинамическими условиями. В некоторых случаях структура МЭ может быть достаточно простой и представляться в виде распределенных в непрерывной фазе разбухших мицелл. В тоже время, возможно намного более сложное пространственное упорядочение компонентов МЭ в виде ламеллярной слоистой структуры или бинепрерывной фазы с губчатой структурой. Характерные размеры структурных неоднородностей МЭ (например, размер мицелл) составляют величины порядка нескольких десятков нанометров. Это делает невозможным применение методов оптической микроскопии для исследования их свойств. Для визуализации структуры МЭ применяют главным образом методы просвечивающей (ТЭМ) и сканирующей электронной микроскопиы (СЭМ). Существует ряд работ, где атомно-силовая микроскопия (АСМ) применялась в качестве дополнительного инструмента для определения характеристик капель нано- и микроэмульсий [2, 5]. Идея этих методов заключается в исследовании адсорбированного слоя вещества на границе МЭ-твердая подложка методом АСМ. Однако, не представлены результаты систематических исследований структуры таких слоев при вариации состава МЭ. В данной работе изучаются структурные особенности адсорбированных слоёв МЭ на поверхности слюды, и анализируется их связь со структурой МЭ в зависимости от компонентного состава.

В работе использовалась МЭ на основе анионного ПАВ – додецилсульфат натрия (Sigma-Aldrich, США) и соПАВ – н-бутанол (Химреактивснаб, Россия) в соотношении (по массе) ПАВ/соПАВ = 1:2. В качестве масляной фазы выступал н-гептан (Химреактивснаб, Россия). Водная фаза представляла собой 4% (по массе) водный раствор NaCl (Химреактивснаб, Россия).

Образцы для АСМ приготавливались следующим образом: на пластинку слюды размером 15×15 мм, предварительно очищенную с помощью скотча путем снятия единичного слоя, наносились исследуемые составы в объеме 100 мкл с помощью дозатора. После адсорбции на поверхности слюды, имеющей отрицательный заряд высокой плотности, в течение 1 мин образец промывался сверхчистой водой Milli-Q, после чего высушивались при 105°С в течение 30 мин. Сканирования проводились на АСМ Agilent 5500AFM в полуконтактном режиме кантилевером NSG30 (TipsNano), радиус кривизны острия <10 нм. Размеры области сканирования составляли 5×5 мкм и 2×2 мкм с разрешением 512×512 точек. Исследования были направлены на изучение адсорбционных слоев на границе адсорбировавшееся вещество-слюда. Результаты некоторых сканирований представлены на рис.1.

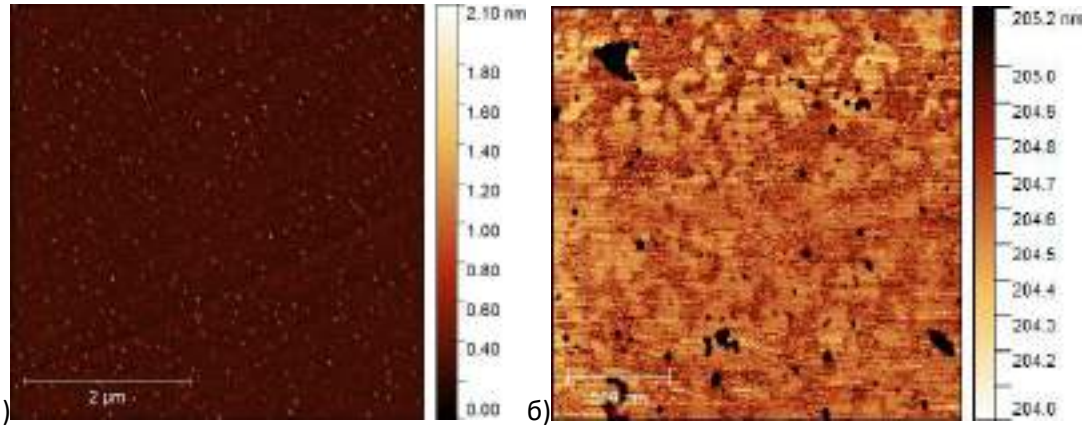


Рис.1. АСМ топографии поверхности слюды после взаимодействия с МЭ

На полученных топографиях поверхностей обнаружены существенные различия в структуре. В одних случаях отчетливо различимы отдельные адсорбировавшиеся частицы нанометрового размера (рис.1а). Характерный размер частиц – 30÷110 нм, высота до 10 нм. В других наблюдались адсорбированные слои со сложной структурой (рис.1б). По результатам проведенных исследований была установлена зависимость среднего размера и концентрации адсорбированных частиц от содержания компонентов в МЭ. Изучены морфологические особенности структуры адсорбционного вещества на границе со слюдой и проанализировано их взаимосвязь со структурой МЭ.

Данная работа была поддержана РНФ (проект № 21-79-10212).

Список литературы:

[1] L. Salvia-Trujillo, M. A. Rojas-Graü, R. Soliva-Fortuny, and O. Martín-Belloso, *Food Hydrocolloids*, **30(1)**, 401-407 (2013).

[2] C. Preetz, A. Hauser, G. Hause, A. Kramer and K. Mäder, *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, **39(1-3)**, 141-151 (2010).

Исследование наноструктурированных полимерных покрытий, наполненных экологически безопасными биоцидами, методами АСМ, ОМ и электронной микроскопии

Суханова Т.Е.[1], Вылегжанина М.Э.[2], Платонкина П.А.[3], Кутин А.А.[2], Белов Ю.П.[4], Коротков С.И.[1], Лебедев Н.В.[1]

[1]ФГУП «Научно-исследовательский институт синтетического каучука имени академика С.В. Лебедева», 198035, Санкт-Петербург, ул. Гапсальская, 1, Россия

[2]ФГБУН Институт высокомолекулярных соединений РАН, 199004, г. Санкт-Петербург, Большой пр. В. О., д.31, Россия

[3]ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна», ВШТЭ, 198095, Санкт-Петербург, ул. Ивана Черных, д.4, Россия

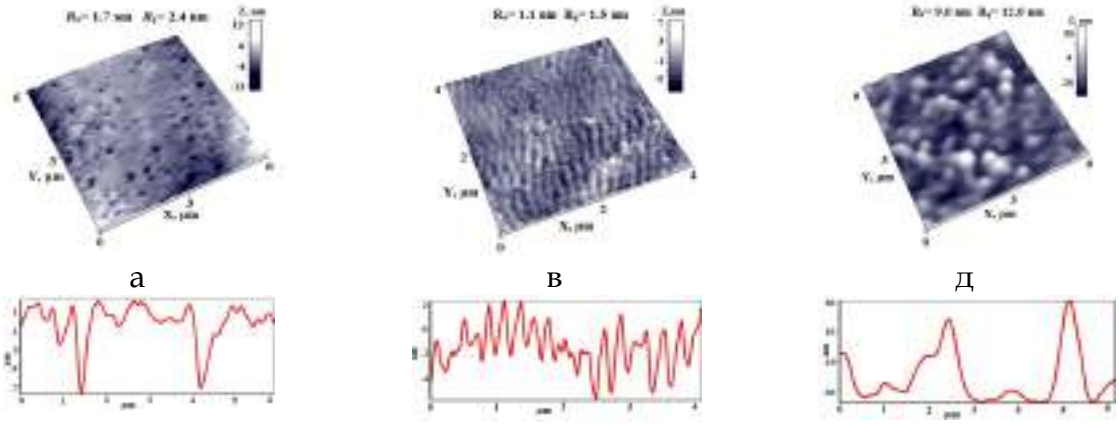
[4]АО «НПО «Йодобром», 296505, Крым, г. Саки, ул. Заводская, д.86, Россия

e-mail: tat_sukhanova@bk.ru

Биообрастание и биокоррозия плавучих средств и технических сооружений, контактирующих с водой, являются причиной возникновения целого ряда экономических и экологических проблем. Наиболее доступным и распространённым способом защиты этих объектов от биоповреждений является использование противообрастающих лакокрасочных покрытий (ПО ЛКП) [1]. В настоящее время в ПО ЛКП добавляют высокотоксичные соединения, приносящие урон экологии акваторий. Ранее в наших работах [2,3] показана эффективность использования экологически безопасных йод- и бромсодержащих биоцидов в ПО ЛКП, для улучшения их противообрастающих свойств.

В данной работе методами атомно-силовой, оптической и электронной микроскопии (АСМ, ОМ и ЭМ) проведено исследование морфологии широкого ряда композиционных покрытий на основе промышленных полимерных лакокрасочных материалов (эмалей и красок), наполненных йод- и бромсодержащими соединениями в качестве биоцидов. Показано, что введение этих биоцидов приводит к структурированию покрытий на микро- и наноуровне (Рис. 1 а-е) и образованию либо высоко кристаллических игольчатых, либо нитеобразных кристаллов. Также наблюдается резкое возрастание степени кристалличности покрытий и формирование кристаллических веерных образований. Использование смесей биоцидов в ПО ЛКП приводит к формированию эдритов (аксиалитов) (рис. 2 а, б), хаотично распределенных по объему размерами от 40 до 80 мкм. С помощью методики определения выживаемости рачков *Artemia salina* проведён анализ биологической активности и токсичности разработанных покрытий. Установлено, что наибольшую активность проявляют композиции ПО ЛКП с бромсодержащими биоцидами. Полученные результаты могут быть использованы для разработки экологически безопасных защитных

полимерных покрытий и ЛКП, препятствующих биоповреждениям и биообрастанию судов, гидротехнических сооружений и конструкций.



а в д

б г е

Рис.1. АСМ-изображения свободной (верхней) поверхности пленки сополимера винилхлорида с винилацетатом без биоцидов (контрольный образец) (а, б), и композиций, наполненных 5 мас. % йодсодержащего (в, г) или азотсодержащего (д,е) биоцидов: а,в,д – 3D-изображение, б,г,е - профиль участка поверхности.

а б

Рис.2. Оптические микрофотографии образца покрытия на основе сополимера винилхлорида с винилацетатом, наполненного смесью 2,5 масс. % бромсодержащего и 2,5 масс. % йодсодержащего биоцидов, при увеличениях: х4 (а) и х25 (б).

Работа частично поддержана Договором № 6266Н от 15.01.2019 г.

Список литературы:

[1] А.Д. Яковлев, С.А. Яковлев *Лакокрасочные покрытия функционального назначения,* Химиздат, СПб (2016).

[2] Т.Е. Суханова, А.И. Косовских, М.Э. Вылегжанина, Ю.П. Белов, Н.В. Лебедев. *Журнал технической физики*, **Т. 92,** вып. 7, 913-923 (2022).

[3] Ж.А. Отвалко, А.И. Раилкин, С.Е. Фомин, Н.В. Кулева, С.И. Коротков, С.В. Кузьмин, С.З. Чикадзе, Е.В. Горелова, Т.Е. Суханова. *Загрязнение морской среды: экологический мониторинг, биоиндикация, нормирование: сб. статей Всероссийской научной конференции с международным участием,*

посвященной 125-летию профессора В.А. Водяницкого, 28 мая-01 июня 2018 г., «Колорит», Севастополь, Крым, Россия, 194 – 199 (2018).

Формирование сверхструктурных фаз твердых растворов $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$

Алекперов Э.Ш.[1], Джабаров С.Г.[1], Дарзиева Т.А.[1], Назаров А.М.[2], Фарзалиев С.С.[2]

[1]*Бакинский государственный университет*
[2]*Институт физики НАН Азербайджана*
e-mail: alekperoveldar@mail.ru

В последние годы в области оптоэлектроники особое внимание уделяется тройным соединениям, входящим в группу $A^3B^3C_2^6$. Исследования влияния разного рода примесей на электрофизические свойства и структуру полупроводников весьма перспективны для изготовления различных фото и термоэлементов и с этой точки зрения представляют большую актуальность. $TlInTe_2$ является представителем класса тройных соединений типа $A^3B^3C_2^6$ и кристаллизуется в цепочечных структурах с параметрами тетрагональных решеток: a=0.8494; c=0.7181 нм; c/a = 0.845; ПГС I4/mcm; Z=4; d=7.36 г/cm^3 [1].

В настоящей работе на установке ЭМР-102 исследованы тонкие пленки $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$ (x=0.01÷0.09) толщиной ~30 нм, которые были получены в вакууме $3\cdot10^{-5}$ Па в установке ВУП-5 термическим методом на подложках из свежих сколов KCl, NaCl и KJ, находящихся при температуре 470 К. Толщина пленок контролировалась спектрометром «Spekord-210 Plus», а их состав – атомно-абсорбционным спектрофотометром «Shimadzu AA-6300». Установлены условия образования сверхструктурных фаз твердых растворов $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$. Сверхструктурная фаза данного состава обладает утроенными периодами по отношению к начальной фазе: $a_{св.стр.}\approx3a_0\approx2.548$; $c_{св.стр.}\approx3c_0\approx2.185$ нм; c/a=0.858. Полученная сверхструктурная фаза согласно закону погашения рефлексов, описывается ПГС $I4_1/amd - B_{4h}^{19}$. Сверхструктурная пленка $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$ является неупорядоченной и обладает средней статистической периодичностью. Полученные результаты объясняются изменением структуры и концентрацией дефектов. Разупорядочение в сверхструктуре заключается в том, что отдельные положения, занятые полностью атомами в исходных структурах, становятся дефектными, при этом положения, относящиеся в начальных структурах к одной правильной системе точек (структурно-эквивалентные), становятся различными.

Установлены эпитаксиальные соотношения, существующие между подложками KCl и сверхструктурными фазами пленок $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$, то есть монокристаллические пленки со сверхструктурной фазой ориентируются плоскостью (100) // (100) KCl. Выявлено, что одна элементарная ячейка сверхструктурной фазы $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$ сопрягается с тремя ячейками подложки KCl. При этом относительное несоответствие сопрягающихся сеток

составляет около 4.6 %. Показано, что твердые растворы замещения могут образоваться как путем прямого обмена атомов местами, так и перемещением по вакантным узлам кристаллической решетки, что согласно расчетам, приведенным в [2], справедливо для кристаллов с плотной упаковкой. Периоды элементарных ячеек твердых растворов на основе сверхструктурных фаз приблизительно линейно зависят от концентрации (x=0.01÷0.09) и подчиняются закономерности, установленной Вегардом. Таким образом, примесь Sn во всем интервале (x=0.01÷0.09) составов способствует образованию твердых растворов по структурам сверхрешеток $TlIn_{1-x}Sn_xTe_2$ и позволяет строго управлять параметрами решеток тонких эпитаксиальных пленок сверхструктурных фаз.

Список литературы

[1] D. Muller, G. Eulenberger, H. Hahn *Z. Anorg. Allg. Chem*. 398, 207 (1973).
[2] Б.И. Болтакс *ЖТФ*, 26, **2**, 457 (1956).

Структура поверхности и гистерезисные свойства эластомерных композитов с минеральными наполнителями на основе диоксида кремния

Корнев Ю.В., Валиев Х.Х., Власов А.Н., Карнет Ю.Н., Семенов Н.А.

ФБГУН Институт прикладной механики РАН, г. Москва, Россия
E-mail: yurikornev@mail.ru

В настоящее время является актуальной разработка новых типов упрочняющих высокодисперсных наполнителей для полимерных композиционных материалов, в том числе, природного происхождения, обеспечивающих требуемый комплекс механических свойств композитам и имеющих преимущества перед существующими решениями, с точки зрения экологии и энергоэффективности [1]. Представляет интерес возможность использования для создания упрочняющих наполнителей природного сырья, таких как рисовая шелуха, с высоким содержанием двуокиси кремния [2, 3]. В работе исследуется применение высокодисперсного аморфного диоксида кремния, полученного из рисовой шелухи в качестве упрочняющего наполнителя эластомерных композитов на основе сополимера бутадиена и стирола (каучук СКС-30 АРК). Для получения данных о морфологии, размерах и распределении используемых наполнителей в полимерной матрице проведены исследования структуры поверхности композитов на электронном микроскопе (СЭМ) Jeol JSM-6700F (Jeol, Япония). Исследования поверхности полученных образцов композитов также проведены на атомно-силовом микроскопе (АСМ) easyScan (Nanosurf, Швейцария), работавшем в контактном режиме на воздухе при комнатной температуре. Дополнительно в АСМ использовалась мода модуляции силы. Определены размеры и степень диспергирования агломератов наполнителя, визуализированы морфология и диапазоны размеров, протяженности агрегатов и агломератов наполнителей в полученных эластомерных композитах. АСМ изображения структуры поверхности композита, наполненного микрочастицами, приведены на рис.1.

Для количественной оценки степени распределения частиц наполнителя в составе эластомерных композитов, изображения СЭМ и АСМ были обработаны с применением программного пакета SPIP.

Проведено исследование термовязкоупругих свойств эластомерных композитов на приборе NETZSCH DMA 242 в режиме сжатия в диапазоне температур -45 – 100°C. Определены температурные зависимости комплексных динамических модулей E', E'', а также tg δ.

Проведена корреляция полученных данных с ранее полученными результатами исследования упруго-прочностных свойств [4-8] эластомерных композитов.

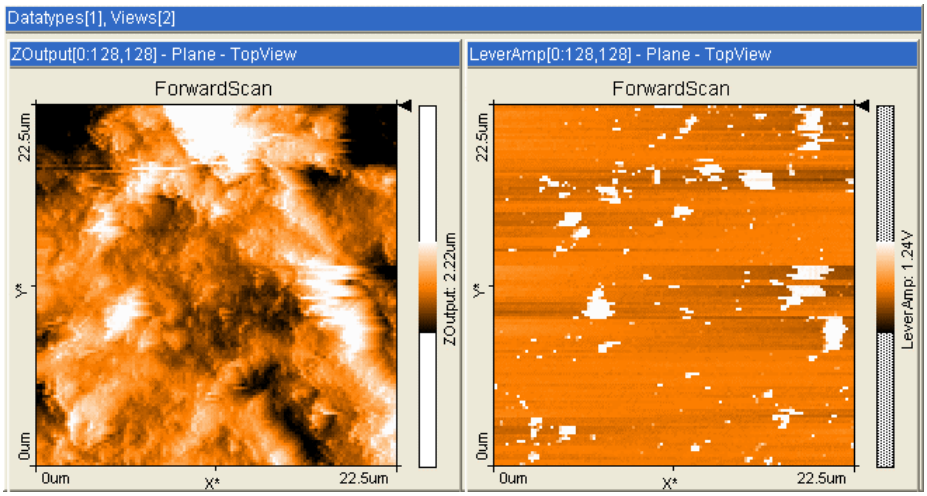


Рис. 1. АСМ снимки структуры поверхности эластомерных композитов на основе СКС-30 АРК, с наполнителем из субмикродисперсного аморфного диоксида кремния (слева – топография, справа –материальный контраст). Сканы 22,5 х 22,5 мкм.

Полученные данные при испытании в динамических условиях нагружения определили эффективность применения использованных подходов по улучшению диспергирования наполнителя в составе эластомерных композитов и оптимизации его взаимодействия с эластомерной матрицей, что приводит к снижению уровня механических потерь при сохранении комплекса высоких упруго-прочностных свойств данного класса материалов.

Работа выполнена в рамках Государственного задания ИПРИМ РАН

Список литературы:

[1] Яновский, Ю.Г. *Наномеханика и прочность композиционных материалов.* – М.: ИПРИМ РАН, 2008.

[2] Chauhan V., Kärki T., Varis J., *Journal of Thermoplastic Composite Materials*. **Vol.20,** Pp.1-41. (2019).

[3] Bakar R.A., Yahya R., Gan S.N. *Procedia Chem.*,**Vol.19.,** Pp.189-195. (2016).

[4] Kornev Yu.V., Semenov N.A., Vlasov A.N., Valiev Kh.Kh. *Journal of Physics: Conference Series,* **Vol.1942(1),** 012031 (2021).

[5] Valiev H.H., Vlasov A.N., Kornev Yu.V. et al. *Composites from Renewable and Sustainable Materials,* Pp.39-50, (2019).

[6] Valiev H.H., Vlasov A.N., Vorobiev V.V., Karnet Yu.N., Kornev Yu.V., Yumashev O.B. *Characterizations of Some Composite Materials.* Pp.15-25, (2019).

[7] Kornev Yu.V., Boiko V.O., Guskov V.D., Semenov A.N. *Composites: Mechanics, Computations, Applications. An Int. Journal*, **Vol.7**, Pp.189-200 (2016).

[8] Garishin O.K., Shadrin V.V., Kornev Yu.V., Materials Physics and Mechanics. **Vol.42,** No.4, Pp.445-454 (2019).

Самосборка дипептидов L-фенилаланил-L-лейцин и L-лейцил-L-фенилаланин по данным атомно-силовой микроскопии

Кудрявцева Е.О.[1], Морозова А.С.[2], Зиганшина С.А.[2], Зиганшин М.А.[1], Бухараев А.А.[2]

[1]Химический институт им. А. М. Бутлерова Казанского федерального университета, г. Казань
[2]КФТИ – обособленное структурное подразделение ФИЦ КазНЦ РАН, г. Казань
e-mail: elenku99@gmail.com

Короткоцепные олигопептиды являются привлекательными объектами исследований благодаря тому, что путем самосборки они образуют различные структуры: наночастицы, наностержни, нанотрубки, нановолокна и др [1]. Олигопептиды обладают богатым химическим разнообразием и присущей им биосовместимостью. Самособирающиеся строительные блоки на их основе могут служить подходящей платформой для создания наноструктур с различными свойствами и приложениями. Эти структуры могут применяться биомедицине, в электронике, энергетике, материаловедении, поскольку обладают уникальными механическими, оптическими, электронными и другими физическими свойствами [2].

Существует немало способов получения наноструктур на основе олигопептидов. Популярным методом является воздействие парами органических соединений на поверхность аморфной пленки, нанесенной на подложки, в результате чего формируются кристаллы и наноструктуры различной формы [3]. Преимуществом данного метода является возможность получения структур с широким разнообразием морфологии при изменении типа подложки или органических паров. Однако на сегодняшний день не хватает теоретических знаний о поведении пептидов при их самосборке, а получение структур с заданной морфологией остается сложной задачей.

В настоящей работе проведено исследование самосборки дипептидов L-фенилаланил-L-лейцин и L-лейцил-L-фенилаланин. Методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) были изучены структуры, сформированные из растворов этих дипептидов на поверхности кремния. Определены геометрические размеры образующихся структур. Установлено, что порядок следования аминокислотных остатков в молекулах дипептидов L-Phe-L-Leu и L-Leu-L-Phe оказывает существенное влияние на результаты самосборки в одинаковых условиях. Впервые продемонстрированы пьезоэлектрические свойства кристаллов на основе L-Phe-L-Leu и L-Leu-L-Phe. Обнаружено, что кристаллы обладают разнонаправленной поляризацией.

Приготовление образцов выполнено при частичной финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-32-90101.

АСМ измерения выполнены на оборудовании Solver P47 Pro ЦКП-САЦ ФИЦ КазНЦ РАН.

Список литературы:

[1] D. Mathur, H. Kaur, A. Dhall, N. Sharma, G. Raghava, *Computers in Biology and Medicine,* **133**, 104391 (2021).

[2] M. Amit, S. Yuran, E. Gazit, M. Reches, N. Ashkenasy, *Advanced Materials*, **30**, 1707083 (2018).

[3] A. S. Morozova, S. A. Ziganshina, A. A. Bukharaev, M. A. Ziganshin, A. V. Gerasimov, *Journal of Surface Investigation: X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques,* **14**, 400-506 (2020).

Изучение асимметрии поперечной магнитной доменной структуры микропроводов на основе железа

Аксенов О.И.[1], Фукс А.А. [1,2], Туник С.В. [1], Божко С.И.[1], Аронин А.С. [1]
[1] *ИФТТ РАН, г. Черноголовка, Московская обл., ул. Академика Осипьяна, 2, 142432*
[2] *Национальный исследовательский университет «Высшая школа экономики», Москва, ул. Старая Басманная, 21/4 ст. 5, 105066*
e-mail: oleg_aksenov@inbox.ru

Аморфные микропровода, полученные методом Улитовского-Тейлора, являются одним из наиболее перспективных материалов для проектирования современных магнитных и высокочастотных сенсоров. Большинство свойств таких объектов связаны с неоднородным по объему распределением напряжений [1] и магнитострикцией насыщения λ_s. Известно, что доменная структура таких объектов состоит из доменов сердцевины с ориентацией магнитного момента вдоль оси провода и поверхностного слоя доменов, в котором имеет место радиальная ($\lambda_s > 0$) или циркулярная ($\lambda_s < 0$) ориентация магнитных моментов [2-3]. Такой вид доменной структуры обусловлен тем, что в центральной части микропровода сосредоточены растягивающие напряжения порядка сотен МПа, а на поверхности находится область сжимающих напряжений порядка единиц ГПа. До недавнего времени было принято считать, что доменная структура микропроводов и распределение напряжений симметричны по сечению провода. Однако в работе [4] было показано, что скорость движения доменных стенок в микропроводах состава $Fe_{76}Si_9B_{10}P_5$ при приложении поперечного магнитного поля зависит от угла приложения поперечного поля к оси провода. Было выдвинуто предположение о том, что закалка микропровода при изготовлении происходит неоднородным по сечению образом. Как следствие и напряжения по сечению провода могут быть распределены неоднородно. Такое распределение напряжений должно отразиться и на магнитной доменной структуре микропровода.

Данная работа посвящена проверке предположения о неоднородности и асимметричности доменной структуры по сечению провода. Методом магнитно-силовой микроскопии была исследована магнитная доменная структура торца микропроводов в стеклянной оболочке состава $Fe_{76}Si_9B_{10}P_5$. Диаметр металлической части составлял 12 мкм, толщина стеклянной оболочки 23 мкм. Для проверки предположения о неоднородности доменной структуры по сечению была разработана приставка для магнитно-силового микроскопа, позволяющая прикладывать поперечное поле к микропроводу в процессе измерения. При этом возможно осуществление вращения образца на необходимый угол. Проводилось последовательное вращение образца вокруг своей оси при одновременном приложении магнитного поля до 100 Э. На каждом этапе вращения и изменения величины поля проводилась регистрация

поперечной доменной структуры. На рисунке 1 приведены характерные атомно- и магнитно-силовое изображения поперечного сечения микропровода.

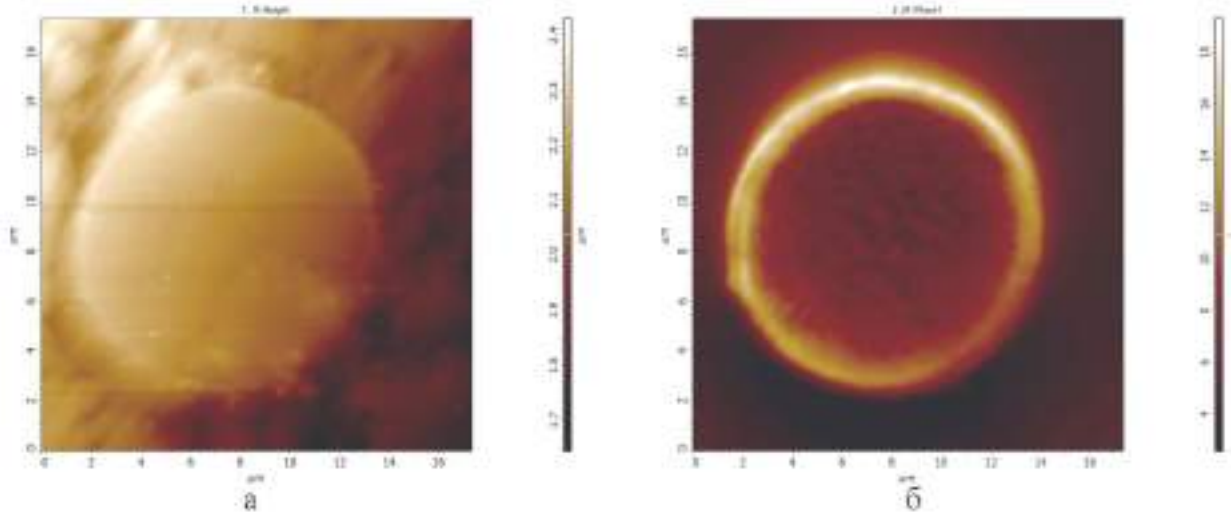


Рис. 1. а) атомно-силовое изображение торца микропровода; б) магнитно-силовое изображение торца микропровода

На рис. 1 видна характерная кольцевая поверхностная доменная структура микропроводов. В частности, виден поверхностный доменный слой с характерным размером порядка 1 мкм, что находится в согласии с работой [1].

Проведен анализ серии магнитно-силовых изображений микропровода в поперечном магнитном поле.

Список литературы:

[1] H. Chiriac, T.A. Ovari, and Gh. Pop*, Phys. Rev. B*, **Vol. 52**, 10104 (1995).
[2] N.N. Orlova, A.S. Aronin, S.I. Bozhko, Yu.P. Kabanov, and V.S. Gornakov*, J. Appl. Phys.*, **Vol. 111**, 073906 (2012).
[3] A. Chizhik, J. Gonzalez, A. Zhukov, P. Gawronskic*, J. Magn. Magn. Mater*, **Vol. 512**, 167060 (2020).
[4] L. Fecova, K. Richter, and R. Varga*, AIP Advances*, **Vol. 11**, 035014 (2021).

Силовая зондовая нанолитография для прототипирования мемристорных структур элементов нейроморфных систем

Томинов Р.В.[1], Варганов В.И.[1], Вакулов З.Е.[1], Смирнов В.А.[1]

[1]Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения, Южный федеральный университет, г. Таганрог, Ростовская обл., Россия
e-mail: roman.tominov@gmail

Одной из основных задач в области микро- и наноэлектроники является уменьшение геометрических размеров структур, в первую очередь для увеличения степени интеграции и уменьшения энергопотребления интегральных микросхем. В настоящее время методы фотолитографии приближаются к пределу своей разрешающей способности, поэтому возникает необходимость в поиске новых технологий, позволяющих изготавливать структуры в нанометровом масштабе. При этом, важным этапом является поиск и разработка методов прототипирования перспективных элементов наноэлектроники, позволяющих изготавливать наноструктуры с меньшими затратами и в более короткие сроки, чем методы фото- и электронно-лучевой литографии. Одним из перспективных методов прототипирования наноструктур является нанопечать, частным случаем которой является силовая зондовая нанолитография (СЗН) с использованием сканирующего зондового микроскопа (СЗМ) [1, 2]. Данный метод позволяет проводить модификацию тонкого резистивного слоя (фоторезиста) путем формирования на ее поверхности профилированных наноразмерных структур с помощью острия зонда СЗМ для изготовления одноэлектронных транзисторов, элементы квантовых вычислений и нанофотонных устройств, а также элементов мемристорных структур нейроморфных систем искусственного интеллекта [3]. Таким образом, целью данной работы является исследование режимов профилирования наноструктур на поверхности фоторезиста методом силовой зондовой нанолитографии.

В качестве резистивного слоя был использован позитивный фоторезист марки ФП-383, смешанный с разбавителем РПФ-383 в соотношении 1:8. Данный раствор наносился на подложку кремния методом центрифугирования при скорости вращения 5000 об/мин с последующей сушкой в печи при 90°С в течении 30 минут. Толщина полученной пленки составила 30.7±2.6 нм.

Силовая зондовая нанолитография на поверхности сформированного резистивного слоя проводилась на сканирующем зондовом микроскопе Solver P47 Pro (НТ-МДТ, Россия) в контактном режиме АСМ с использованием кантилевера марки NSG-11. В результате на разных областях площадью 4×4 мкм^2 были сформированы массивы профилированных наноразмерных структур с силой прижима зонда на образец в диапазоне от 1 мкН до 6 мкН.

На основе полученных экспериментальных результатов были построены зависимости толщины и глубины профилированных наноразмерных структур от силы прижима зонд- образец.

Анализ полученных экспериментальных результатов показал (Рис. 1), что увеличение силы прижима от зонда на образец от 1 мкН до 6 мкН приводит к увеличению толщины (*w*) профилированных наноразмерных структур от 26.4±2.5 нм до 163.6±15.1 нм (Рис. 1в) и глубины от 11.2±1.4 нм до 45.6±4.8 нм (Рис. 1г), соответственно. Нелинейность полученных зависимостей можно объяснить неоднородностью вязкоупругих свойств пленки ФР.

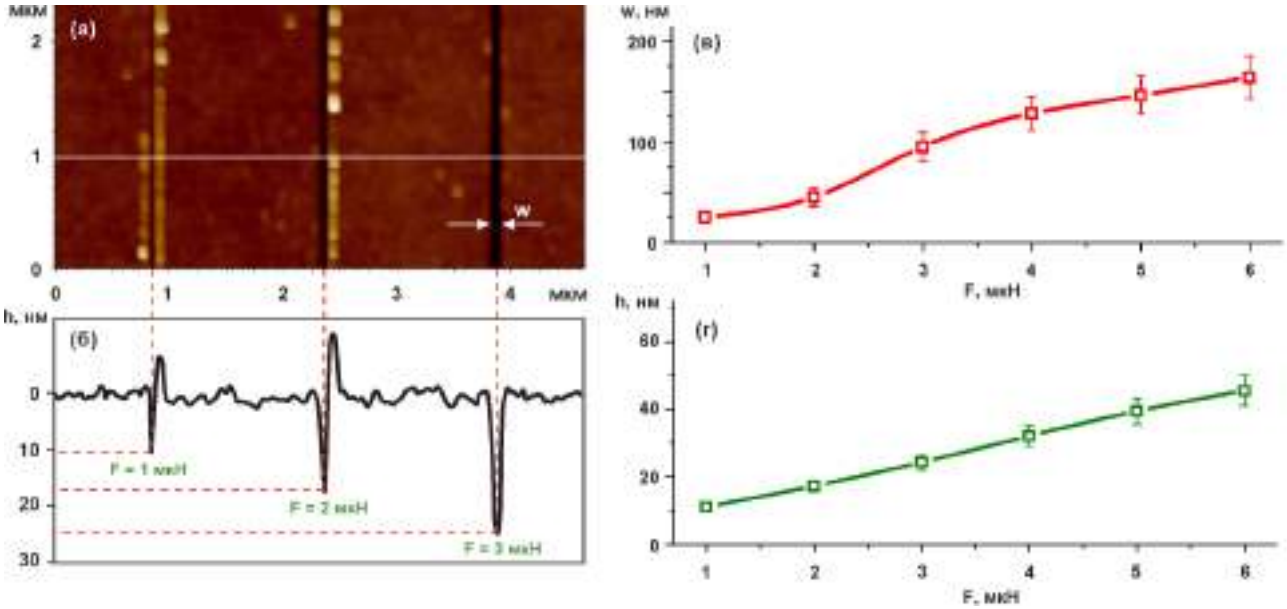


Рис.1. Исследование режимов силовой зондовой нанолитографии на фоторезисте ФП-383: а) – АСМ-изображение профилированных наноразмерных структур; б) – профилограмма вдоль линии; в) и г) – зависимости ширины (w) и глубины (h) наноструктур от силы прижима зонда на образец (F), соответственно.

Полученные результаты могут быть использованы при разработке конструкции и технологических процессов изготовления мемристорных структур нейроморфных систем искусственного интеллекта, а также элементов наноэлектроники и наносистемной техники.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 21-79-00216, https://rscf.ru/project/21-79-00216/, Южный федеральный университет

Список литературы:

[1] R. V. Tominov, V. A. Smirnov, V. I. Avilov, A. A. Fedotov, V. S. Klimin, N. E. Chernenko, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, **443(1)**, 012036 (2018).

[2] Р. В. Томинов, В. А. Смирнов, Н. Е. Черненко, О. А. Агеев, *Российские нанотехнологии*, **12(11)**, 69-75 (2018).
[3] V. S. Klimin, R. V. Tominov, V. I. Avilov, D. D. Dukhan, A. A. Rezvan, E. G. Zamburg, O. A. Ageev, International Conference on Micro-and Nano-Electronics, **11022**, 89-96 (2018)

Структурные и физико-химические исследования окисленной наноцеллюлозы.

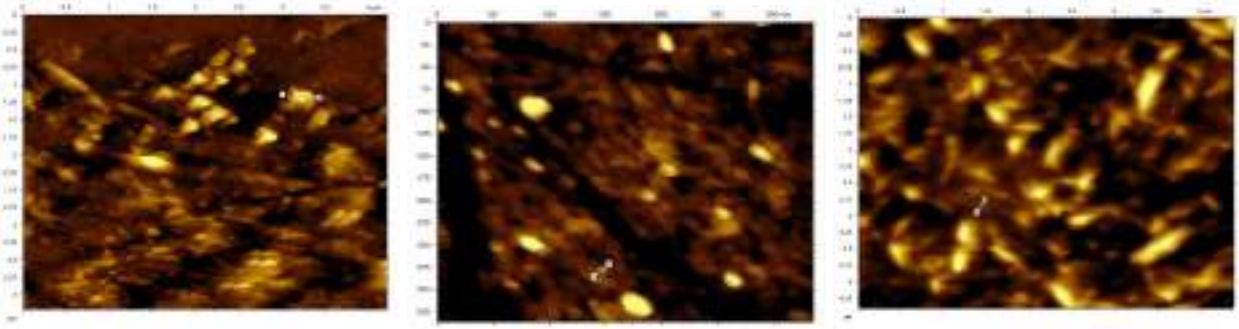
Ашуров Н.Ш., Югай С.М., Шахобутдинов С.Ш., Кузиева М.М., Атаханов А.А., Рашидова С.Ш.

Институт химии и физики полимеров АН РУз,100128, г. Ташкент, ул. А.Кодири, дом 7б, факс: +99871-241-21-60, e-mail: ansss72@mail.ru

Процесс окисления целлюлозы представляет большой научный интерес, в зависимости от условий реакции конечный продукт может содержать как карбонильные (альдегидные, кетонные), так и карбоксильные группы [1, 2]. Окисленная наноцеллюлоза (ОНЦ) является новой производной наноцеллюлозы и на её основе возможно получение новых материалов с уникальными специфическими свойствами. В настоящее время активно ведутся исследования по разработке кровоостанавливающих препаратов, косметических изделий, медицинских имплантатов на основе ОНЦ [3, 4].

Процесс окисления НЦ проводили двумя способами: 1. в водной среде с использованием расчетного количества $K_2Cr_2O_7$ и H_2SO_4 при температуре 40^0C, варьируя продолжительность реакции 3 часа (образец ОНЦ-3) и 9 часов (образец ОНЦ-9), 2.в водном растворе гипохлорита натрия при различной концентрации, температуре и продолжительности.

Образование карбоксильных групп также были подтверждены ИК-спектроскопическими исследованиями. В отличие от спектра НЦ в спектрах ОНЦ появляется новая полоса поглощения при 1721 $см^{-1}$, относящаяся к валентным колебаниям C=O, что подтверждает о наличии карбоксильных групп.



НЦ НЦ-3 НЦ-9

Рис.1 АСМ-снимки НЦ, ОНЦ-3, ОНЦ-9

Проведенные исследования атомно-силовой микроскопией (АСМ) показали, что частицы НЦ имеют игольчатую форму размером шириной 60-180 нм и длиной 180-600 нм. Процесс окисления приводит к уменьшению размера частиц шириной 50-100 нм и длиной 150-400 нм и частичному

разрушению игольчатой формы НЦ. Увеличение времени процесса окисления приводит к получению бесформенных частиц с размером 50-30 нм. С помощью АСМ и динамического рассеяния света (ДРС) показано, что процесс окисления приводит к уменьшению размера частиц, изменением формы частиц от игольчатой к сферической, при этом распределение частиц по размерам становится монодисперсным.

Кондуктометрическим и ИК-спектроскопическим методом доказано, что окисление идет по С6 углероду без разрушения пиранозного кольца целлюлозы и количество карбоксильной группы в ОНЦ оставляет 1,21–1,36 ммоль/г.

При использовании 4% водного раствора гипохлорита натрия в качестве окислителя в АСМ снимках наблюдаются образование частиц эллипсоидной формы, размеры которых находятся в интервале 300 - 1000 нм.

Размеры частиц при использовании 6 % водного раствора гипохлорита натрия, диапазон размера частиц сужается до 300-600нм, при этом образуются бесформенные частицы. При увеличении концентрации гипохлорита натрия до 8 %, размеры частиц составляют 80-200 нм игольчатой формы.

Таким образом, показано, что варьированием условий реакции окисления наноцеллюлозы с использованием бихромата калия и гипохлорита натрия возможно получение наночастиц с различным содержанием карбоксильных групп.

Список литературы:

[1] К.В Геньш, Н.Г.Базарнова. Окисленная целлюлоза. Получение. Применение в медицине// Химия растительного сырья. 2013, №4, С.13-20.

[2] Yuldoshev Sh.A., Atakhanov A.A., Sarimsakov A.A. Cotton cellulose microcrystalline cellulose and nanocellulose: Carboxymethyllation and oxidation reaction activity. //Nano Science and Nano Technology An Indian Journal, 2016. - V.10, issue 3, pp.102-109

[3] Luo H, Xiong G, Hu D, Ren K, Yao F, Zhu Y, et al. Characterization of TEMPO-oxidized bacterial cellulose scaffolds for tissue engineering applications. Mater Chem Phys 2013;143:373–9.

[4] Czaja W, Kyryliouk D, DePaula CA, Buechter DD. Oxidation of □-irradiated microbial cellulose results in bioresorbable, highly conformable biomaterial. J Appl Polym Sci 2014;131:39995 p. 12.

Исследование морфологии и рельефа поверхности мезопористых полимерных материалов на основе полиэтилена высокой плотности атомно силовой микроскопией.

Копнов А.Ю., Чаплыгин Д.К., Соловей А.Р.

Студент, 4 курс специалитета
Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, химический факультет, Москва, Россия
E-mail:kopnov2000@yandex.ru

Изучения морфологии и рельефа поверхности различных полимерных материалов, включая композиционные, представляет собой актуальное направление современного материаловедения. Структура, организация и площадь поверхности тесно связанна с функциональными свойствами полимерного материала, такими как сорбционная емкость, супергидрофобность (эффект лотоса), смачиваемость и т.д.

В данной работе с помощью атомно силовой микроскопии (АСМ), были получены изображения поверхности пористых пленок полиэтилена высокой плотности (ПЭВП). *Рис.1* Пористые пленки были созданы по механизму крейзинга в физически активной жидкой среде. В работе представлены зависимости пористости от степени вытяжки. Максимальная пористость достигает 45-50% об. при степени вытяжки 200%. При более высоких деформациях экспериментальная кривая W-ε понижается, и при ε ~400-500% пористость уменьшается.

Пористые полимерные матрицы характеризовались с помощью краевых углов смачивания водой. В работе приведена зависимость смачивания от степени вытяжки образца ПЭВП по механизм крейзинга. По закону Касье-Бакстера увеличение шероховатости для гидрофобных поверхностей увеличивает краевой угол. Такой эффект, в частности, наблюдается у лепестков лотоса, покрытых микровыступами, что делает их поверхность сверхгидрофобной. Аналогичное происходит на пленках ПЭВП, показано, что в результате деформации, увеличивается пористость образца, следовательно, растет шероховатость поверхности (отношение исходной и конечной площади образца). Максимальная гидрофобность – угол смачивания 113°. Были соотнесены АСМ изображение с полученными данными по углам смачивания.

Рассчитанные с помощью программы FemtoScan АСМ размер пор и площадь удельной поверхности материала были подтверждены низкотемпературной сорбцей азота. Получены изотермы адсорбции–десорбции азота для образца ПЭВП, видно ярко выраженный гистерезис, связанный с капиллярной конденсацией газа в мезопорах. Размер пор составляет 12-13 нм, а удельная поверхность около ≈ 20 $м^2$/г. (поверхность отнесенная на г адсорбента).

В работы было доказано, что такие системы обладают высокой сорбционной емкостью вследствие высокоразвитой поверхности и шероховатости за счет микро и нанорельефа, также данные материалы обладает необходимыми свойствами для практического применения сорбции масел: инертность (безопасен для окружающей среды), высокая удерживающая способность, скорость и емкость (для декана более 0,55 г/г) сорбции, а также показана возможность повторного использования материала.

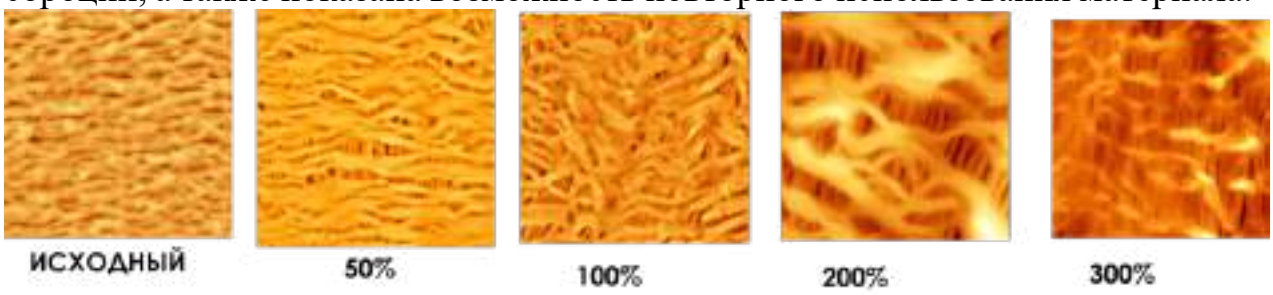


Рис.1 «АСМ изображение пленок ПЭВП при различных степенях вытяжки.»

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 20-03-00541_а)

Список литературы:

[1] Волынский А.Л., Бакеев Н.Ф. *Новый подход к созданию нанокомпозитов с полимерной матрицей, Высокомолекулярные соединения.* Серия С. 2011. Т. 53, № 7. с. 1203–1216 (2011)

[2] Cassie, A.; Baxter, S. // *Wettability of Porous Surfaces. Trans. Faraday Soc.* 40, 546−551. (1944)

Исследование макета преобразователя механической энергии на основе нанокристаллических пленок $BaTiO_3$ и углеродных нанотрубок

Вакулов З.Е.[1], Соболева О.И.[2], Томинов Р.В.[3], Ильина М.В.[3], Смирнов В.А.[3], Агеев О.А.[3]

[1]Федеральный исследовательский центр Южный научный центр Российской академии наук
[2]Научно-исследовательская лаборатория технологии функциональных наноматериалов Южного федерального университета
[3]Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения Южного федерального университета
e-mail: zakhar.vakulov@gmail.com; vakulov@ssc-ras.ru

Стремительное развитие технологи, а также снижение энергопотребления микроэлектронных устройств создали возможности для использования сбора и преобразования энергии окружающей среды для питания устройств Интернета Вещей и беспроводных датчиков носимой электроники [1]. Однако усиливающееся вредное антропогенное воздействие на природу, связанное с использованием свинец содержащих материалов, побуждает искать альтернативу использованию цирконата-титана свинца в составе преобразователей энергии. Одним из перспективных материалов для подобных применений является титанат бария ($BaTiO_3$) [2]. Для формирования нанокристаллических пленок $BaTiO_3$ использовался метод импульсного лазерного осаждения (ИЛО), позволяющий формировать пленки многокомпонентных оксидов, гетероструктуры и сверхрешетки с контролируемыми параметрами. В методе ИЛО давление фонового газа являются параметром, влияющими на заключительный этап формирования пленки [3]. Целью работы являлось исследование закономерностей влияния давления кислорода при ИЛО на морфологические параметры пленок $BaTiO_3$, а также разработка архитектуры преобразователя механической энергии на основе гибридных углеродных наноструктур. Пленки формировались на кремниевых подложках в кислородной среде в широком диапазоне давлений (от 1×10^{-5} Торр до 1×10^{-2} Торр). Изучение морфологии полученных пленок производилось методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ) в полуконтактном режиме с помощью растрового электронного микроскопа Nova Nanolab 600 (FEI.Co, Нидерланды) и зондовой нанолаборатории Ntegra (ЗАО «НТ-МДТ», Россия) соответственно.

На рисунке 1 представлены АСМ изображения нанокристаллических пленок $BaTiO_3$, полученных при различном давлении кислорода. Установлено, что образцы, полученные при давлении кислорода 1×10^{-5} Торр имеют более мелкозернистую структуру по сравнению с остальными пленками.

а) б) в)

Рис.1. Результаты АСМ исследований пленок $BaTiO_3$, полученных при различном давлении кислорода при ИЛО: 1×10^{-4} Торр (а), 1×10^{-2} Торр (б), морфологические параметры (в)

Увеличение давления кислорода приводит к снижению шероховатости поверхности пленок с (4,6±0,3) нм до (1,1±0,1) нм. При этом размер зерен увеличивается, поскольку у испаряемых частиц недостаточно энергии для миграции по поверхности подложки из-за снижения их кинетической энергии и уменьшения длины свободного пробега. На основе полученных экспериментальных результатов был изготовлен макет преобразователя энергии на основе гибридных углеродных наноструктур. В качестве активного элемента в преобразователе используется массив углеродных нанотрубок, покрытый пленкой $BaTiO_3$, полученной при давлении кислорода 1×10^{-2} Торр. Для определения коэффициента d_{33} исследуемых образцов были измерены зависимости амплитуды PFM сигнала от величины приложенного напряжения между зондом и образцом. Значение d_{33} рассчитывалось как отношение приращения амплитуды колебаний зонда (A) к приращению амплитуды приложенного напряжения (U_{DC}): $d_{33} = K \cdot dA/dU_{DC}$ [4] где K - коэффициент пропорциональности, связывающий изгиб зонда, измеренный в нА, со смещением поверхности в нанометрах. Среднее значение d_{33} для структуры $BaTiO_3$-УНТ составило (29,6±0,2) пм/В. Полученные результаты могут быть использованы при разработке систем энергообеспечения элементов носимой электроники и компонентов Интернета Вещей (IoT).

Данная работа была поддержана РФФИ в рамках научных проектов № 19-38-60052 и № 19-29-03041, а также Грантом Президента Российской Федерации № МК-6252.2021.4.

Список литературы:

[1] Vakulov Z. et al., *Materials*, **13**, 3984 (2020).
[2] Vakulov Z. et al., *International Conference on Micro-and Nano-Electronics 2021*, **12157**, 12157 (2022).
[3] Vakulov Z. et al., *Nanomaterials*, **10**, 1371 (2020).
[4] M.V. Il'ina et al., *Journal of Materials Chemistry C*, **9**, 6014 (2021).

Исследование доброкачественных новообразований толстой кишки с помощью конфокальной лазерной эндомикроскопии

Мокшина Н.В.[1,2], Соловьёв Н.А.[2], Сазонов Д.В.[2], Забозлаев Ф.Г.[2], Панченков Д.Н.[1]

[1,2] ФГБОУ ВО МГМСУ им. А.И. Евдокимова МЗ РФ, г. Москва, Россия;
[2]ФГБУ ФНКЦ ФМБА России, г. Москва, Россия
mokshina.nv@fnkc-fmba.ru

Цель исследования. Выявление и удаление доброкачественных новообразований толстой кишки в режиме реального времени позволяет диагностировать колоректальный рак на ранних стадиях. При конфокальной лазерной эндомикроскопии (КЛЭМ) возможен полный осмотр слизистой толстой кишки и получение гистологического заключения в режиме реального времени. Мы стремились оценить эффективность диагностики конфокальной лазерной эндомикроскопии используя атлас и классификации, которые позволяют провести дифференциальные отличия доброкачественных образований от предраковых изменений в толстой кишке. Изменения в слизистой оболочке толстой кишки лучше визуализируются после внутривенного введения флуоресцеина натрия.

Пациенты и методы. В нашем исследовании на базе эндоскопического отделения ФГБУ ФНКЦ ФМБА России, проводилась совмещенная колоноскопия в белом цвете с конфокальной лазерной эндомикроскопией. В исследование было включено 130 пациента с 152 выявленными новообразованиями толстой кишки. При диагностировании новообразований толстой кишки и делении их на морфологические группы, применялись диагностические критерии: истощение бокаловидных клеток, структура ворсинок и микрососудистые изменения. Затем мы проводили ретроспективное сопоставления заключения при КЛЭМ в реальном времени с патоморфологическим заключением.

При сравнении результатов гистологических заключений после прицельной биопсии и полипэктомии при колоносокопии в белом свете и КЛЭМ отмечаются погрешности при каждом методе, когда имеется доброкачественный процесс в слизистой оболочке толстой кишки, но при КЛЭМ они значительно меньше. Метод КЛЭМ является высоко чувствительным и специфичным при выявлении малигнизированных полипов и аденом с дисплазией по сравнению со стандартной колоноскопией в белом свете (чувствительность ФКС/КЛЭМ – 63% / 100% соответственно). Данное обстоятельство имеет особое клиническое значение, так как КЛЭМ позволяет не допустить ложно-отрицательный результат у пациентов с малигнизацией и выявить онкопатологию на наиболее раннем этапе. Посредством КЛЭМ решается задача ранней выявляемости перехода диспластических изменений

в рак. Нами установлено, что прогностичность как положительного, так и отрицательного результатов при КЛЭМ превосходит соответствующие показатели ФКС (100% КЛЭМ, против 90% ФКС). Другими словами, если при КЛЭМ дается заключение о наличии изменений, соответствующих малигнизации, данное заключение будет подтверждено в 100% наблюдений при стандартном гистологическом.

Заключение. Модифицированный вариант методики диагностической колоноскопии, совмещенной с КЛЭМ может более точно идентифицировать новообразования толстой кишки в режиме реального времени. Атласы, базы данных и классификации позволяют намного быстрее проводить данные отличия.

Использование метода атомно-силовой микроскопии для исследования антибактериальных покрытий, образуемых из поликатиона и его водорастворимого комплекса с полианионом

Пигарева В. А.[1], Большакова А. В.[1, 2], Сыбачин А. В.[1]

[1]Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Химический факультет
[2]Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина Российской академии наук
e-mail: vla_dislava@mail.ru

В качестве функциональных покрытий, в том числе с антибактериальными свойствами, широко используются полимеры, в особенности поликатионы, несущие положительный заряд в каждом мономерном звене, что обеспечивает их взаимодействие с отрицательно заряженными мембранами бактерий. Одним из таких поликатионов является полидиаллилдиметиламмоний хлорид (ПДАДМАХ), который, как было показано, обладает высокой антимикробной активностью. Для увеличения адгезии ПДАДМАХ к различным поверхностям необходимо модифицировать его гидрофобными блоками. Такая модификация может быть достигнута за счёт формирования интерполиэлектролитного комплекса (ИПЭК) с полианионом, например, полистиролсульфонатом натрия (ПСС), который способен образовывать устойчивые водорастворимые ИПЭК с ПДАДМАХ в растворах с высокой ионной силой [1]. Для исследования образования полимерных покрытий, а также устойчивости данных покрытий к смыванию хорошо подходит метод атомно-силовой микроскопии (АСМ), который может позволить определить равномерность и сплошность образуемых покрытий, а также зафиксировать их наличие после смывания водой. В данной работе с помощью метода АСМ исследуется возможность формирования покрытий на основе ПДАДМАХ и ПСС.

Для начала была определены минимальные концентрации поликатиона и его ИПЭК, необходимые для полного заполнения поверхности и образования сплошного покрытия, путем разбавления концентрированных растворов и нанесением их на стеклянную подложку. При минимальной концентрации, равной 0,001 мг/мл, происходило формирование отдельных «островков» пленок, высота которых в среднем составляла 4 нм. Аналогичный эксперимент был выполнен и с использованием более гидрофобной поверхности – поликарбоната.

Затем с помощью метода АСМ была проведена оценка устойчивости к смыванию покрытий, образуемых ПДАДМАХ и его водорастворимыми комплексами с ПСС, с гидрофильной стеклянной поверхности, а также гидрофобного поликарбоната. Было установлено, что даже после нескольких

циклов смывания, на обоих поверхностях продолжало фиксироваться покрытие. С помощью скретч-теста (рис.1) было установлено, что после одного и того же цикла смывания покрытие из ИПЭК обладают большей толщиной, чем покрытия из ПДАДМАХ, что позволяет сделать вывод о том, что гидрофобизация данного поликатиона с помощью ПСС повышает устойчивость к смыванию образуемых покрытий.

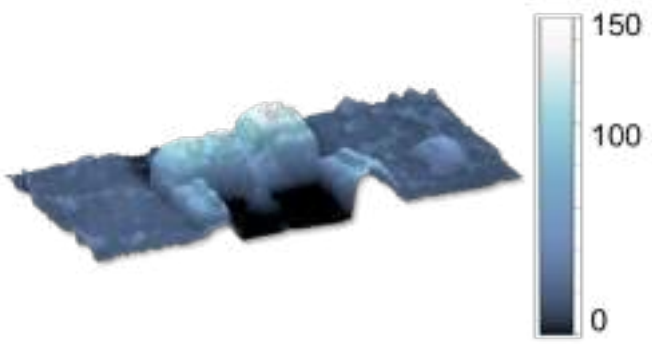


Рис.1. "АСМ-изображение покрытия из ИПЭК после скретч-тестирования после нескольких циклов смывания"

Также следует отметить, что даже после интенсивного смывания водой покрытия все еще продолжали фиксироваться на гидрофильной и гидрофобной поверхностях.

Из полученных результатов можно сделать вывод, что исследуемые водорастворимые положительно заряженные комплексы ПДАДМАХ с ПСС способны образовывать устойчивые к смыванию сплошные покрытия на разных типах поверхностей. Также благодаря наличию гидрофобных областей и функциональных групп исследуемые ИПЭК обладают потенциалом для дополнительного включения низкомолекулярных биоцидов, что делает такие комплексы перспективными для применения в качестве функциональных антибактериальных покрытий.

Работа выполнена при поддержке гранта Министерства науки и высшего образования (075-15-2020-775).

Список литературы:

[1] V. Pigareva, I. Senchikhin, A. Bolshakova and A. Sybachin, *Polymers*, **Volume 14**, Page 1247 (2022).

Самосборка тонкой пленки глицил-глицина в присутствии органических паров.

Морозова А.С.[1], Зиганшина С.А.[1], Кудрявцева Е.О.[2], Курбатова Н.В.[1], Савостина Л.И.[3], Бухараев А.А.[1], Зиганшин М.А.[2]

[1]Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского Федерального исследовательского центра «Казанский научный центр Российской академии наук», г. Казань
[2]Химический институт им. А.М. Бутлерова Казанского федерального университета, г. Казань
[3]Институт физики Казанского федерального университета, г. Казань.
e-mail: morozova_anna_s@mail.ru

Короткоцепные олигопептиды являются популярными объектами исследований благодаря их способности к самосборке с образованием различных структур: наносфер, наностержней, нанотрубок, нановолокон, кристаллов [1] и др. Такие наноструктуры биосовместимы и могут найти применение в медицине, экологии и различных технологиях [2]. Гели на основе олигопептидов могут быть использованы для восстановления тканей [3], для связывания органических загрязнителей и очистки воды [4]. Олигопептидные пленки препятствуют биообрастанию и применяются для защиты устройств, используемых в системе здравоохранения, водного транспорта и пищевой промышленности [5]. Пористые кристаллы олигопептидов используют для инкапсуляции летучих анестетиков [6].

Кристаллы и наноструктуры олигопептидов могут быть получены из аморфных пленок при их взаимодействии с парами воды или органических соединений. При этом можно управлять формой и размером наноструктур и кристаллов, варьируя физико-химические свойства паров и свойства используемой подложки, термодинамическую активность воды и время взаимодействия. Важнейшим свойством как паров, так и жидких растворителей, которое необходимо учитывать, является их способность образовывать водородные связи. Поэтому даже следовые количества других соединений, присутствующих в растворителе, могут резко изменить направление процесса самосборки.

Поскольку многие процессы самосборки протекают в присутствии воды, изучение ее действия на аморфные или кристаллические вещества представляет значительный интерес, в том числе и для фармацевтики. Тем не менее, на сегодняшний день влияние воды на процессы самосборки, а также механизм такого влияния остаются малоизученными.

В данной работе впервые с помощью атомно-силовой микроскопии проведено исследование взаимного влияния паров воды и органических соединений на самосборку дипептида GlyGly в твердом состоянии. Состояние аморфной пленки GlyGly после насыщения парами органических веществ,

таких как тетрахлорметан и бензол, в отсутствие воды не меняется. Добавление паров воды в систему инициирует кристаллизацию дипептида. Действие воды зависит от свойств органического растворителя, используемого для взаимного насыщения водой дипептидной пленки. Органические соединения, хорошо растворяющие дипептид и плохо смешивающиеся с водой, ускоряют процесс кристаллизации дипептида. Результаты взаимодействия аморфной пленки дипептида с парами воды зависят также от общего количества воды, присутствующей в системе. Избыток воды в системе препятствует кристаллизации дипептида.

Установлено, что скорость кристаллизации дипептида также зависит от используемого органического соединения. Растворимость GlyGly в органических средах и растворимость органического растворителя в воде являются основными факторами, влияющими на самосборку дипептида. Согласно квантово-химическим расчетам, молекулы воды инициируют переход молекул дипептида в цвиттер-ионную форму и стабилизируют ее. В результате общая энергия системы снижается. Пересыщение водного раствора молекулами дипептидов является причиной их самосборки в кристаллическую фазу. Полученные результаты необходимы для совершенствования технологий получения органических наноструктур на основе олигопептидов при решении задач биомедицины, экологии, энергетики и др.

АСМ измерения выполнены на оборудовании Solver P47 Pro ЦКП-САЦ ФИЦ КазНЦ РАН.

Список литературы:

[1] J. Huang, Y. Xu, H. Xiao, Z. Xiao, Y. Guo, D. Cheng, X. Shuai, *ACS Nano*, **13**, 7036-7049 (2019).
[2] L. Adler-Abramovich, E. Gazit, *Chem Soc Rev*, ***43***, 6881-6893 (2014).
[3] A. Mata, Y. Geng, K.J. Henrikson, C. Aparicio, S. R. Stock, R. L. Satcher, S. I. Stupp, *Biomaterials*, **31**, 6004-6012 (2010).
[4] S.K. Brar, N. Wangoo, R.K. Sharma, *Journal of Environmental Management*, **255**, 109804 (2020).
[5] S. Nir, D. Zanuy, T. Zada, O. Agazani, C. Aleman, D.E. Shalev, M. Reches, *Nanoscale*, **11**, 8752-8759 (2019).
[6] S. Bracco, D. Asnaghi, M. Negroni, P. Sozzani, A. Comotti, **54**, 148-151 (2018).

Приготовление образцов выполнено при частичной финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-32-90101.

Зондовая микроскопия поверхности кристаллов (100)$LaSrGaO_4$ после малоуглового ионного травления

Степанцов Е.А.

Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова, ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Россия ,119333 Москва, Ленинский проспект, дом 59
e-mail: stepantsov@ns.crys.ras.ru

В последние время широко проводятся исследования по выращиванию пленок высоко-температурного сверхпроводника (100)$YBa_2Cu_3O_7$ на поверхности кристаллов (100)$SrLaGaO_4$. Однако качество таких пленок неудовлетворительное. REED исследование показало полное отсутствие признаков упорядоченности в картине отражения [1]. Это свидетельствовало о том, что приповерхностный слой коммерческих подложек данного материала, нарушенный механической обработкой, в процессе полировки был удален не полностью и остался аморфным. Для устранения этого недостатка подложки были подвергнуты малоугловому ионному травлению в потоке плазмы аргона. На них удалось вырастить пленки (100)$YBa_2Cu_3O_7$, на которых СЭМ исследование показало однородную мелкозернистую структуру поверхности, состоящую из прямоугольных блоков мозаики, вытянутых вдоль направления [010]. Средняя разориентация между данными блоками была оценена по ширине на полувысоте пика (300)$YBa_2Cu_3O_7$ на рентгено-дифракционной кривой (θ-2θ)-сканирования, как 0,4°. Для выявления причины столь высокого уширения рентгено-дифракционного пика (300) в настоящей работе было осуществлено зондовое сканирование поверхности подложки (100)$SrLaGaO_4$ с помощью атомно-силового микроскопа марки Solver фирмы Park Scientific Instrument.

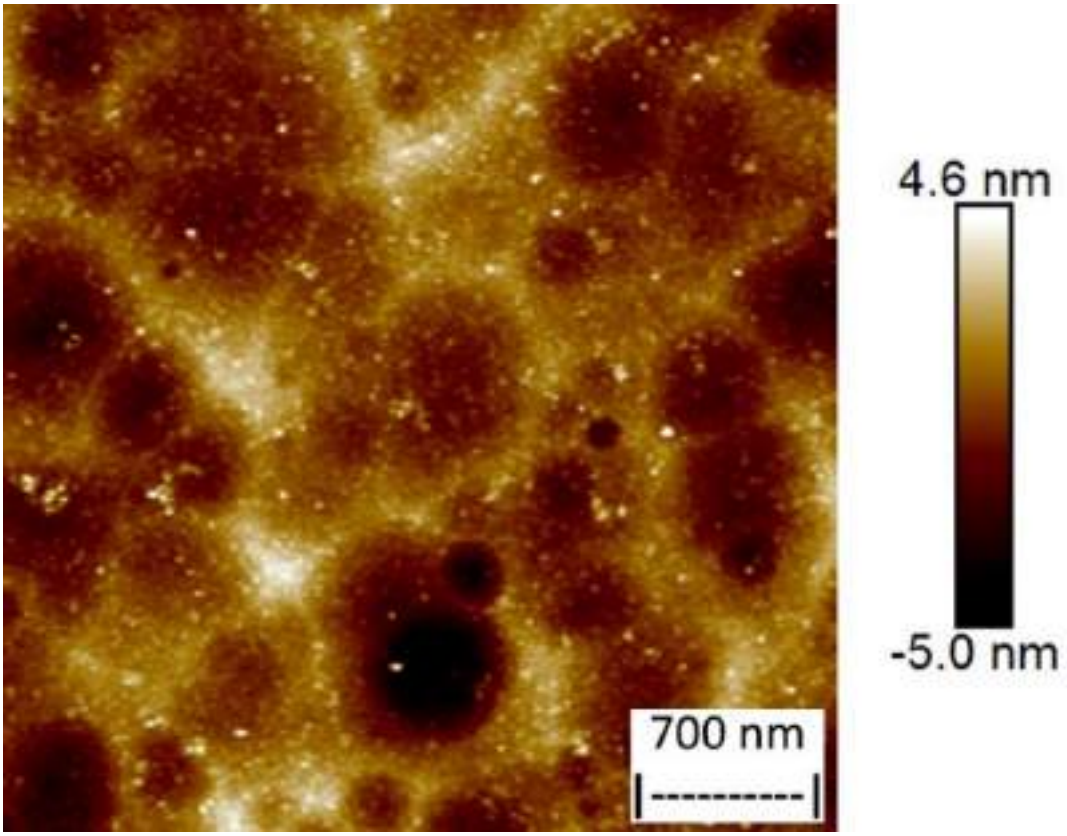


Рис. 1. «Картина зондового сканирования с помощью атомно-силового микроскопа марки Solver фирмы Park Scientific Instrument поверхности подложки $SrLaGaO_4$, ориентации (100), после ее мало-углового ионного травления».

На рис. 1 представлен снимок такого сканирования. Видно, что поверхность состоит из круглых в основании холмиков, диаметром до 700 nm, а расстояние от дна наиболее глубокой впадины до вершины наиболее высокого холмика достигает 10 nm. Для более точной оценки их формы с поверхности пленки была снята профилометрическая кривая, которая представлена на рис.2.

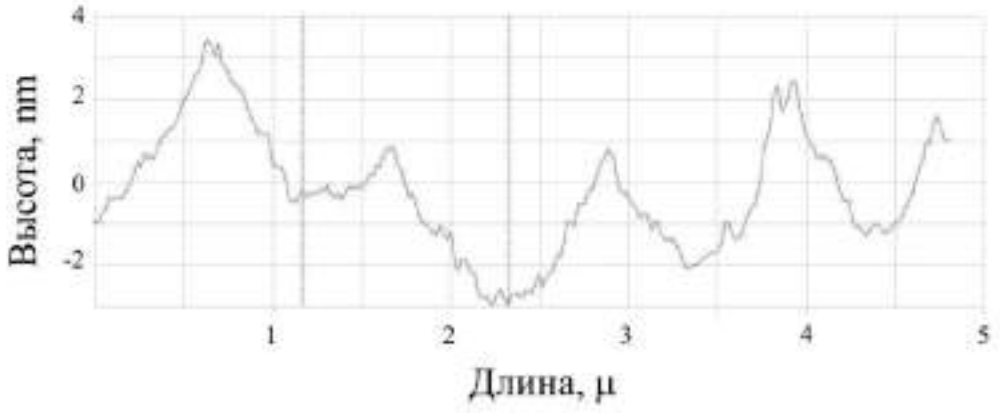


Рис. 2. Профилометрическая кривая рельефа поверхности кристалла (100)$SrLaGaO_4$, подвергнутой мало-угловому ионному травлению.

Видно, что холмики представляют собой довольно правильной формы конусы с наклоном их боковых сторон к плоскости (100) примерно на 0,5 градуса. Сами поверхности этих сторон выглядят существенно более шероховатыми по сравнению с поверхностями подложек до травления. Такой наклон поверхностей роста, причем в разные стороны, и их повышенная шероховатость за счет проявления признаков графоэпитаксии на ее элементах вполне могут вызвать возрастание мозаичности пленки. Проведенное исследование показывает, что процесс мало-углового ионного травления коммерческих подложек $SrLaGaO_4$, ориентации (100), приводит к значительному улучшению структурного совершенства пленок высокотемпературного сверхпроводника $YBa_2Cu_3O_7$, ориентированных по плоскости (100), но недостаточно для использования их при производстве приборов криогенной электроники. С целью дальнейшего улучшения структурного качества таких пленок требуется проведение оптимизации параметров мало-углового ионного травления, прежде всего, по углу величине наклона к поверхности подложки потока аргоновой плазмы и длительности травления.

Данная работа была поддержана Министерством науки и высшего образования в рамках выполнения работ по Государственному заданию ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН.

Список литературы:

[1] Е. А. Степанцов, *Объединенная конференция «Электронно-лучевые технологии и рентгеновская оптика в микроэлектронике» КЭЛТ-2021*, 13 - 17 сентября, Черноголовка, Россия, С. 136 – 137, (2021).

Износ острия зонда в зависимости от режима взаимодействия с поверхностью образца при работе в режиме амплитудно-модуляционной атомно-силовой микроскопии

Новак А.В.[1,2], Новак В.Р.[3], Румянцев А.В.[1]

[1]*Национальный исследовательский университет «МИЭТ», г. Зеленоград, Россия*
[2]*АО «Ангстрем», г. Зеленоград, Россия*
[3]*ООО «НТ-МДТ Спектрум Инструментс», г. Зеленоград, Россия*
e-mail: novak-andrei@mail.ru

Атомно-силовая микроскопия основана на силовом взаимодействии острия зонда с поверхностью образца. При этом в процессе сканирования поверхности образца, неизбежно, в той или иной степени, в зависимости от режима взаимодействия, происходит износ острия зонда. Из-за износа происходит увеличение размеров острия, что приводит к уменьшению точности АСМ-измерений, поскольку, получаемое АСМ-изображение является сверткой исходного изображения поверхности и поверхности острия. Для получения топографических изображений рельефа поверхности широко используются режимы контактной и амплитудно-модуляционной АСМ, которую также называют «прерывисто-контактной модой» и «теппинг модой» [1].

В настоящей работе исследуется износ острия зонда кремниевого кантилевера при работе в режиме

амплитудно-модуляционной АСМ, для двух режимов взаимодействия острия с поверхностью образца. А именно, в режиме сил отталкивания и сил притяжения. Исследовался износ сравнительно острых зондов, имеющих начальный радиус острия менее 5 нм, при сканировании довольно «жесткой» и шероховатой поверхности, а именно пленок кремния с полусферическими зернами (HSG-Si) с сильно развитым рельефом поверхности [2]. АСМ-измерения проводили на атомно-силовом микроскоп Solver P47 (НТ-МДТ Спектрум Инструментс). Использовали кремниевые кантилеверы NSG10 с длиной консоли 110 мкм, резонанснрой частотой около 250 кГц, имеющих радиус острия менее 5 нм и угол сходимости ≈ 7°–10°. При измерениях в режиме сил отталкивания было получено 10 сканов одного участка образца HSG-Si пленки, в процессе сканирования амплитуда колебаний зонда A поддерживалась равной 45 нм, а амплитуда свободных колебаний зонда A_0 = 50 нм. Аналогично в режиме сил притяжения было получено 10 сканов образца HSG-Si пленки, при этом амплитуда колебаний зонда составляла A = 8 нм, а амплитуда свободных колебаний зонда A_0 = 8.5 нм.

На Рис. 1. показаны РЭМ-изображения остриев двух кантилеверов до (рис. 1а, в) и после (рис. 1б, г) проведения АСМ-измерений в режиме сил отталкивания и притяжения. Видно, что острия игл обоих кантилеверов до

проведения АСМ-измерений имеют радиус острия около 4 нм (рис. 1а, в). Для первого кантилевера после поведения измерений 10 сканов (в режиме сил отталкивания) с амплитудой A_0 = 50 нм произошло сильное затупление острия и радиус увеличился до 20 нм (рис. 1б), а для второго кантилевера после измерения 10 сканов (в режиме сил притяжения) с амплитудой A_0 = 8.5 нм радиус острия практически не увеличился и составил 4.2 нм (рис. 1г).

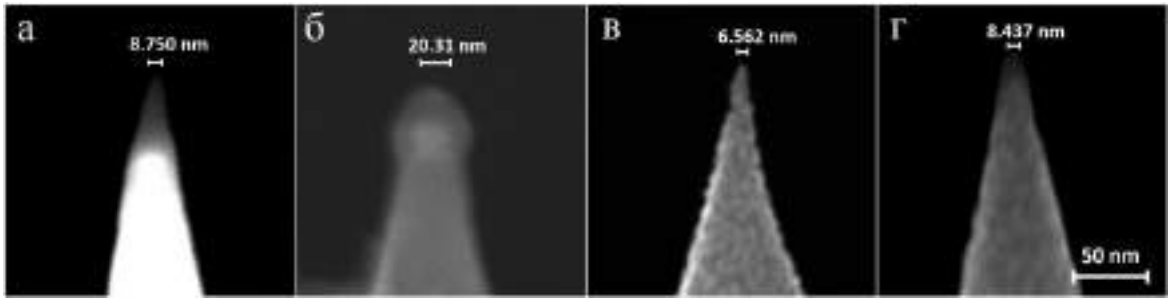


Рис. 1. РЭМ-изображения двух остриев игл до и после АСМ-измерений

На Рис. 2 приведены топографические АСМ-изображения поверхности после первого и десятого сканирования. Соответственно, для режима отталкивания - рис. 2 а, б и для режима притяжения - рис. 2 в, г. Из АСМ-изображений рассчитывались основные параметры шероховатости поверхности (S_{dr}, S_q, S_z, S_p, S_v, S_{al}) [2]. Параметр S_{dr} (относительное приращение площади поверхности), наиболее чувствительный к степени остроты зонда [2], в случае режима сил отталкивания значительно убывает с 46 % (1-е сканирование) до 20 % (10-е сканирование). В случае режима сил притяжения S_{dr} уменьшается не значительно, а именно с 65% (1-е сканирование) до 59% (10-е сканирование). Среднеквадратическая шероховатость S_q в случае режима сил отталкивания убывает с 10.3 нм (1-е сканирование) до 7.4 нм (10-е сканирование), а для режима сил притяжения S_q практически не меняется и составляет 11 нм.

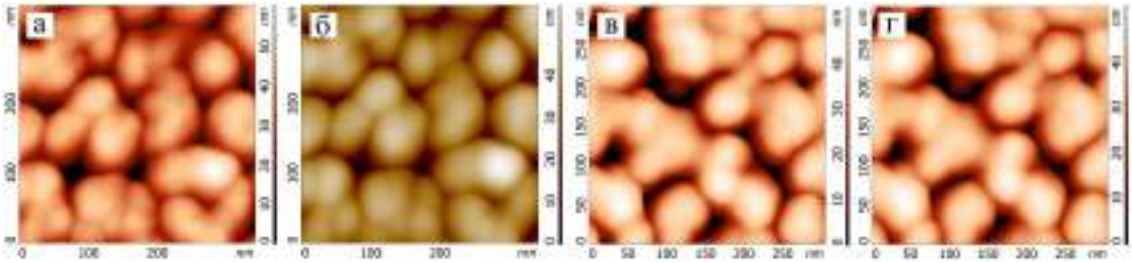


Рис. 2. АСМ-изображения образца HSG-Si в режиме сил отталкивания и притяжения после первого (а, в) и десятого (б, г) сканирования.

Таким образом, показано, что использование малой амплитуды колебаний зонда, обеспечивающей работу в режиме сил притяжения,

позволяет существенно уменьшить износ острия зонда по сравнению с режимом сил отталкивания. При этом обеспечивается достаточно высокое разрешение получаемого АСМ-изображения.

Список литературы:

[1] R. Garcia, R. Perez, *Surface Science Reports*, **47**, 197-301 (2002).
[2] А.В. Новак, В.Р. Новак, А.В. Румянцев, *Известия высших учебных заведений. Электроника*, 26, 234-245 (2021).

Получение локальных значений модуля нп поверхности полимеров методом контактной силовой спектроскопии

Кузнецова Ю.В., Веролайнен Н.В., Шамарина К.А.

ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет»
170100, Тверь, ул. Желябова, 33
kuznetsova.yv@tversu.ru

В химической промышленности происходит активный переход на полимерные изделия с принципиально новыми физико-механическим показателям, которые могут быть достигнуты путем наполнения полимерных композитов [1]. Степень наполнения полимера модифицированным наполнителем оказывает влияние на упругие свойства полимеров. Атомно-силовая микроскопия (АСС) широко применяется для изучения неорганических и синтетических материалов, биологических объектов, наноструктур, для контроля, диагностики и модификации различных поверхностей. С помощью АСМ можно получить не только изображения поверхности, но и изучить емкостные, упругие и адгезионные свойства поверхности [2,3]. В данной работе с помощью контактного метода атомной силовой спектроскопия (АСС) на установке сканирующего зондового микроскопа Solver P47 исследованы локальные значения модуля упругости. Были применено программное обеспечение микроскопа и использована модель сфера-плоскость задачи Герца.

В качестве объекта исследования были выбраны пленки лестосила — каучук силоксановый блоксополимер с формулой {[(C6H5)2SiO]a[C6H5(OH)SiO]b[(CH3)2SiO]c}n , где a=0.3; b=0.003; c=1; n=130. В качестве наполнителя использовалось карбонильное железо, модифицированное катионным ПАВ – цетилпериниий бромидом.

Методом атомно-силовой микроскопии получены изображения поверхности полимерных плёнок с различным процентным содержанием наполнителя (рис.1).

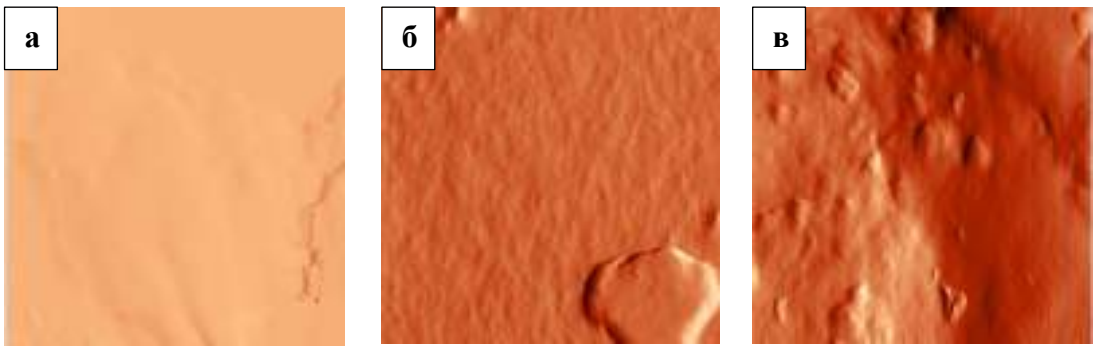


Рис. 1. АСМ-изображение поверхности плёнок лестосила: а-ненаполненный, б-20% наполнение, в-30% наполнение. Размер скана 1х1 мкм.

Методом контактной силовой спектроскопии зарегистрированы силовые кривые, которые отражают отклонение кантилевера при взаимодействии вершины зонда с поверхностью (рис.2).

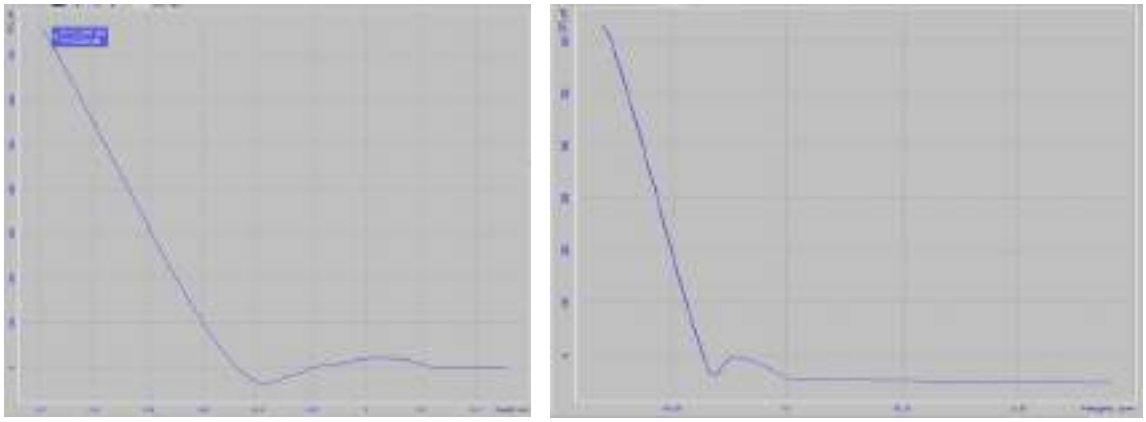


Рис2. Силовая кривая подвода к образцу

Анализ таких кривых позволяет получать данные об упругих свойствах поверхности. Нахождение деформаций при локальном соприкосновении тел при воздействии нагрузки F составляет задачу Герца, в данной работе использовалась модель сфера-плоскость. При получении числовых значений модуля Юнга применялся скрипт YUNG [3]. В ходе проведённых исследований было выявлено, что наличие и постепенное повышение содержания модифицированного наполнителя в композите приводит к повышению физико-химических свойств материала, т.е. к увеличению локального модуля упругости.

Список литературы:

[1] Е.Н. Каблов, Авиационные материалы и технологии, **№1**, С. 34 (2015).
[2] Skaniruyushchie zondovye mikroskopy i instrumenty nanotekhnologii na ikh osnove. Rukovodstvo pol'zovatelya SolverP47 [Scanning probe microscopes and nanotechnology instruments based on them. SolverP47 User Manual]. – Access mode: www.url: http://www.nt-mdt.ru.
[3]. Ю.В. Кузнецова, Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов, **Вып. 13**, С. 243-249 (2021).

Секция 9. Электронная и ионная литография

Влияние плотности тока электронов и последовательности экспонирования на чувствительность электронного резиста

Князев М.А., Свинцов А.А., Зайцев С.И.

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН
e-mail: maleksak@iptm.ru

В электронно-лучевой литографии чувствительность резиста является важным параметром при экспонировании. Обычно за чувствительность берут дозу экспонирования при которой данный позитивный электронный резист полностью растворяется в течение 30-60 сек. По сути чувствительность задает дозу, при которой электронный резист будет травиться с такой скоростью, чтобы полностью раствориться за указанное выше время. Обычно позитивные электронные резисты представляют собой полимеры. При экспонировании связи в полимерных молекулах разрушаются, что уменьшает размер этих молекул. Чем меньше размер полимерных молекул после экспонирования, тем быстрее они растворяются в проявителе и тем быстрее резист травится. Ранее считалось, что количество разорванных связей в полимерах пропорционально количеству поглощенной энергии. Исходя из этого полагали, что чувствительность позитивных электронных резистов не зависит от плотности тока экспонирования и последовательности экспонирования. Однако, в работе [1] было установлено, что плотность тока экспонирования и последовательность экспонирования также влияют на скорость проявления электронного резиста, а значит и на чувствительность. Т.е. две одинаковые структуры, проэкспонированные электронами с одинаковой энергией и дозой на одном образце, могут проявиться за разное время, если были по-разному проэкспонированы. Была предложена феноменологическая модель, описывающая данный эффект.

В данной работе представлен новый экспериментальный метод определения параметров модели [1]. В этом методе экспонируется специально спроектированная тестовая структура. Вся структура представляет собой матрицу точек. Точки экспонируются циклами. По горизонтали (вдоль оси X) слева направо нарастает число циклов экспонирования точки от 40 до 100 с шагом 2 (т.е. первый ряд 40 циклов, второй 42 и т.д.). Доза экспонирования в одном цикле одинаковая для всех точек. По вертикали (от ряда к ряду) растет пауза между циклами экспонирования от 0 до 200мс (0,1,2.5,10,25,50,100,200). 9-й ряд контрольный - совпадает с первым. При экспонировании электронный луч расфокусировался до нескольких микрон. На рис.1, представлен результат проявления такой структуры. Эта структура получена в электронном резисте ПММА 950К который был нанесен на кремниевую подложку и проэкспонирован электронами с энергией 25кВ и током 2 нА. Диаметр получившихся кругов примерно 5 мкм.

Результат проявления данной структуры в очередной раз продемонстрировал влияние плотности тока экспонирования и последовательности экспонирования на чувствительность, а также позволил определить параметры модели [1].

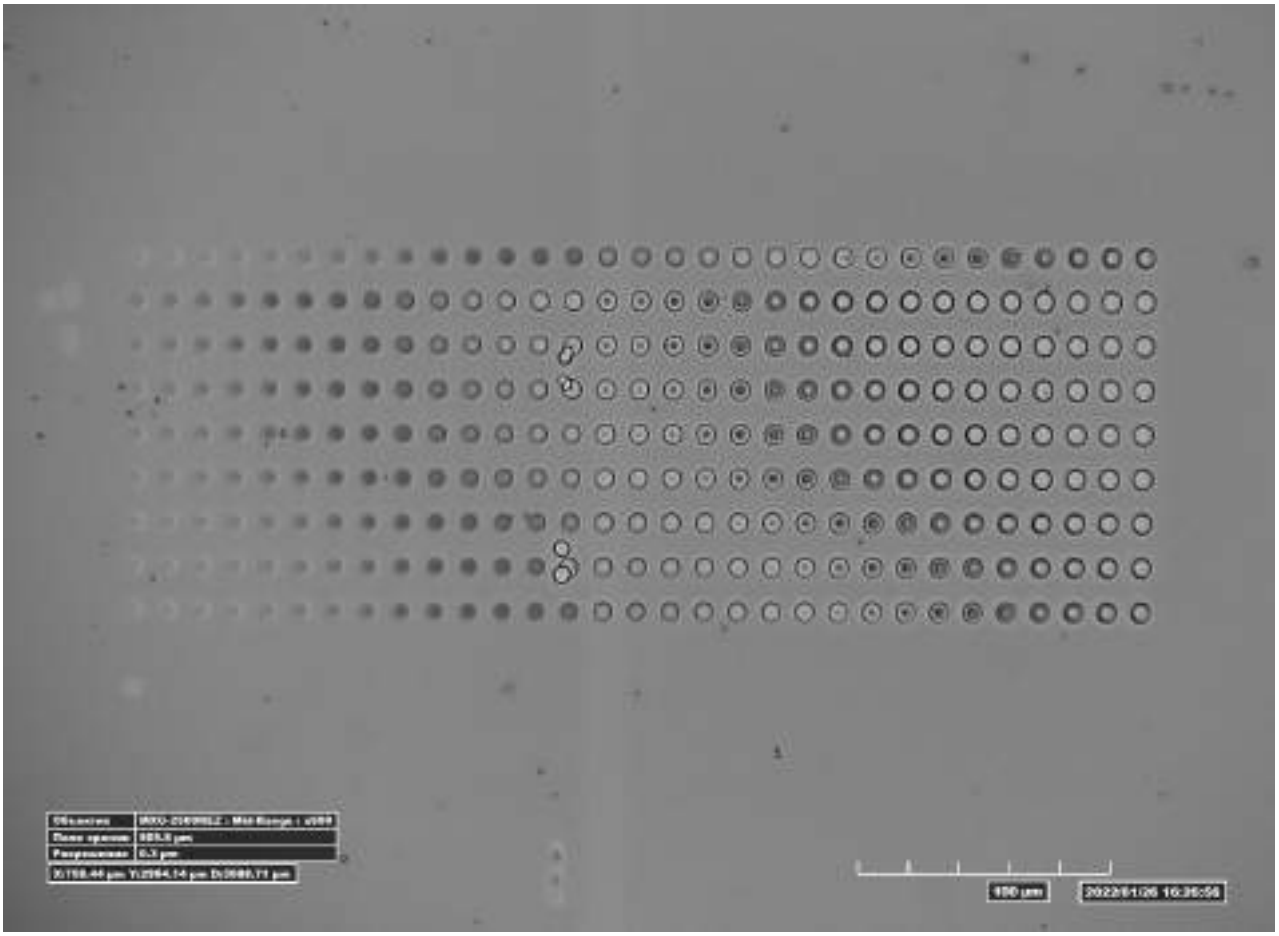


Рис.1 Оптическое изображение результата проявления тестовой структуры

Список литературы:

[1] S.V. Dubonos, M.A. Knyazev, A.A. Svintsov , S.I. Zaitsev, *Proc. SPIE,* **Vol. 6260**, p. 9-17 (2006).

Формирование острия зондов для сканирующей зондовой микроскопии методом фокусированных ионных пучков

Котосонова А.В.[1], Коломийцев А.С.[1]

[1]Южный федеральный университет, Таганрог, Россия
e-mail: alena.kotosonova@gmail.com

Применение оптической микроскопии для визуализации поверхности и анализа свойств твёрдых тел существенно ограничено пределом дифракции, составляющим примерно половину длины волны падающего света [1]. Метод сканирующей ближнепольной оптической микроскопии (СБОМ) позволяет преодолеть дифракционные ограничения за счёт детектирования взаимодействия оптического излучения на сверхмалых расстояниях от объекта [2]. Данный метод позволяет проводить исследование структуры и локальных свойств поверхности с латеральным разрешением до нескольких нанометров [3].

Для реализации исследований методом СБОМ применяются зонды специальной формы, содержащие апертуру, через которую оптическое излучение направляется на поверхность исследуемого образца. Апертурные СБОМ-зонды изготавливаются по традиционным технологиям микроэлектроники, что не обеспечивает вариативности параметров и достижения их оптимальных значений. Метод фокусированных ионных пучков (ФИП) позволяет создавать и модифицировать объекты в микро- и нано масштабе с высокой точностью [4]. В данной работе представлена технология изготовления СБОМ зонда методом ФИП, в основе которой лежит процесс ионно-стимулированного осаждения концентрических колец на заранее сформированной в балке кантилевера входной апертуре зонда. В результате формируется полое коническое острие СБОМ зонда. Для достижения воспроизводимости процесса формирования зондов с различными геометрическими параметрами проводилась отработка технологических режимов ионно-лучевого травления и ионно-стимулированного осаждения методом ФИП с использованием галлиевого жидкометаллического источника ионов в присутствии газа прекурсора $C_{10}H_{14}$.

В процессе ионно-стимулированного осаждения при уменьшении тока пучка повышается разрешающая способность процесса, однако вместе с тем увеличивается общее время формирования структуры. При этом минимальное время осаждения ограничено количеством и скоростью поступления молекул газа прекурсора. Параметр dwell time определяет время воздействия пучка в точке при сканировании по шаблону и позволяет уменьшить дефектность структур, однако при слишком высоком его значении наблюдается преобладание травления над осаждением. Для достижения требуемых

значений геометрических параметров зонда при осаждении необходимо подобрать правильную высоту колец, которая будет определять значение угла при вершине зонда, а также его форму. Формирование входной и выходной апертуры зонда проводится с помощью ионно-лучевого травления. В ходе проведения экспериментальных исследований определены оптимальные значения каждого параметра, а также установлен характер влияния их изменения на итоговую геометрию зонда. На рисунке 1 представлено РЭМ изображение СБОМ зонда, сформированного на балке безострийного АСМ кантилевера методом ФИП.

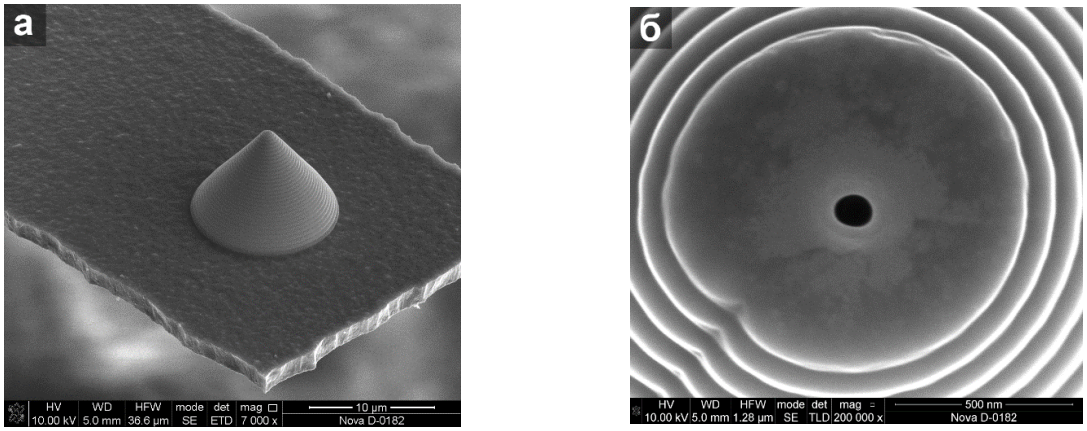


Рис.1. "РЭМ изображение апертурного СБОМ зонда, сформированного методом ФИП: (а) полое ступенчатое остриё зонда с углом при вершине равном 70°, (б) выходная апертура зонда диаметром 100 нм"

Таким образом, в ходе исследований определены возможности формирования апертурных СБОМ зондов на основе чипов безострийных кантилеверов методами травления ФИП и локального ионно-стимулированного осаждения углерода; определены технологические режимы ионно-стимулированного осаждения и локального ионного травления, обеспечивающие формирование зондов заданной конфигурации; изготовлены экспериментальные образцы зондов с углами 30, 70 и 100 градусов, входной апертурой равной 10.5 мкм и выходными апертурами, составляющими 100, 150 и 200 нм.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда №22-29-01239 в Южном федеральном университете.

Список литературы:

[1] L. Novotny and B. Hecht, *Principles of Nano-Optics*, Cambridge University Press, Cambridge (2006).
[2] D.W. Pohl, W. Denk, M. Lanz, *Appl. Phys. Lett.*, **44**, 651-653 (1984).

[3] T. Tachizaki, T. Nakata, K. Zhang, I. Yamakawa, S. ichi Taniguchi, *Ultramicroscopy*, **186**, 18-22 (2018).
[4] A.S. Kolomiytsev, A.L. Gromov, O.I. Il'in, I.V. Panchenko, A.V. Kotosonova, A. Ballouk, D. Rodriguez, O.A. Ageev, *Ultramicroscopy*, **234**, 113481 (2022).

Формирование регулярных доменных структур в кристаллах PMN- PT в результате облучения электронным пучком

Пашнина Е.А.[1], Слаутина А.С.[1], Чезганов Д.С. [1], Ахматханов А.Р. [1], Небогатиков М.С.[1], X. Liu[2], Y. Zhao[2], Q. Hu[2], X. Wei[2], Шур В.Я.[1]

[1]Уральский федеральный университет, 620002, Екатеринбург, Россия
[2]Electronic Materials Research Laboratory, Key Laboratory of the Ministry of Education and International Center for Dielectric Research, Xi'an Jiaotong University, Xi'an, China
e-mail: elena.pashnina@urfu.ru

Проведено исследование формирования доменной структуры при облучении сфокусированным электронным пучком кристаллов $Pb(Mn_{1/3}Nb_{2/3})O\text{-}PbTiO_3$ (PMN-PT) и $Pb(In_{1/2}Nb_{1/2})O_3\text{-}Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3})O_3\text{-}PbTiO_3$ (PIN-PMN-PT). Измерены основные геометрические параметры доменных структур, формирующихся при точечном и полосовом облучении.

Интерес к кристаллам семейства PMN-PT связан с малыми значениями диэлектрических потерь и одним из самых больших пьезоэлектрических коэффициентов. Исследования генерации второй гармоники на порошках кристаллов PMN-PT указали на достаточно высокие значения нелинейно-оптических коэффициентов, которые сравнимы с нелинейно-оптическими коэффициентами в кристаллах ниобата лития. Поэтому перспективной задачей является разработка методов создания регулярных доменных структур (РДС) в PMN-PT для высокоэффективных нелинейно-оптических преобразований. Ранее на примере ниобата лития показано, что облучение электронным пучком поверхности кристалла, покрытой диэлектрическим слоем, может быть использовано для создания РДС [1, 2].

В данной работе проведено облучение сфокусированным электронным пучком кристаллов PMN-PT и PIN-PMN-PT, толщиной 200 мкм и 800 мкм. Для исследования были выбраны составы, находящиеся при комнатной температуре в тетрагональной фазе. Перед облучением на Z- поверхность наносился слой фоторезиста, а противоположная поверхность покрывалась медным электродом. Облучение производилось с помощью рабочей станции EVO LS (Carl Zeiss, Германия). Сформированная доменная структура визуализировалась на поверхности методом сканирующей микроскопии пьезоэлектрического отклика (СМПО) и в объеме микроскопией генерации второй гармоники (МГВГ).

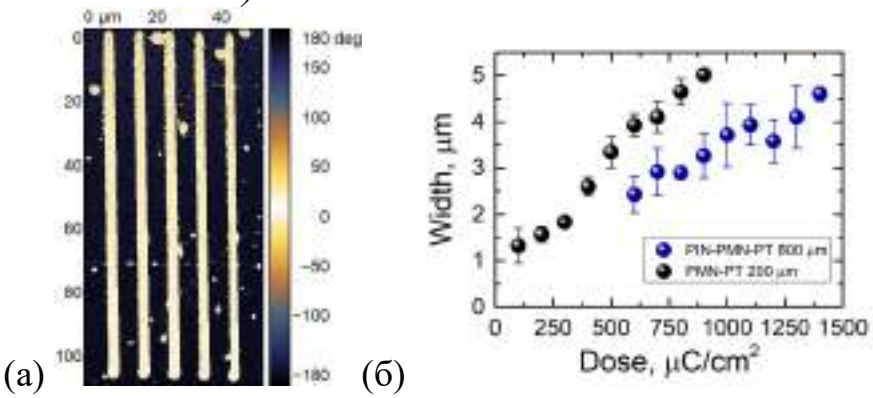
Облучение матриц точек 5×5 с периодом 10 мкм в кристаллах PMN-PT и PIN-PMN-PT толщиной 800 мкм приводило к формированию круглых доменов, с вектором спонтанной поляризации, ориентированным вдоль [001]-направления (***c***-домены). Показано, что площадь доменов монотонно возрастает с увеличением дозы и совпадает в пределах погрешности для обоих

кристаллов. Измеренная зависимость может быть объяснена тем, что возникающее при переключении деполяризующее поле экранируется инжектированными зарядами, играющими роль тока во внешней цепи при традиционном переключении поляризации в сегнетоэлектрическом конденсаторе.

Производилось облучение изолированных полос и решеток полос с периодом 10 мкм в диапазоне доз от 100 до 1400 мкКл/см^2. Формирование полосовых доменов происходило при дозах выше 400 мкКл/см^2 в кристаллах толщиной 200 мкм и 500 мкКл/см^2 в кристаллах 800 мкм (Рис. 1а). Для исследованного диапазона расстояний между сближающимися доменным стенками (до 5 мкм) ширина полосовых доменов не зависела от соседних доменов. Показано, что ширина доменов линейно возрастала с дозой облучения (Рис. 1б). В кристаллах толщиной 200 мкм ширина полосовых доменов была в 1,5 раза больше, чем в кристаллах 800 мкм при одинаковых дозах, что обусловлено более короткой стадией прямого прорастания доменов. МГВГ позволила визуализировать полосовые доменные структуры в объеме кристалла. Показано, что с глубиной увеличивается шероховатость доменной стенки и полосы разбиваются на изолированные домены. В PIN-PMN-PT при дозах выше 900 мкКл/см^2 глубина полосовых доменов достигала 15 мкм, а глубина прорастания изолированных доменов, образованных после разбиения - 250 мкм.

Полученные результаты представляют интерес для разработки методов создания РДС для нелинейно-оптических преобразователей частоты лазерного излучения.

Работа выполнена с использованием оборудования УЦКП «Современные нанотехнологии» УрФУ (рег.№ 2968), при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (Проект 075-15-2021-677 и Проект 075-15-2021-1387).



(а) (б)

Рис.1. "(а) СМПО изображение полосовой доменной структуры в PMN-PT толщиной 200 мкм, (б) зависимость ширины доменов от дозы облучения"

Список литературы:

[1] V.Ya. Shur, D.S. Chezganov, A.R. Akhmatkhanov, D.K. Kuznetsov, Appl. Phys. Lett., **106**, 232902 (2015).
[2] E.O. Vlasov, D.S. Chezganov, L.V. Gimadeeva, E.A. Pashnina, et al, Ferroelectrics, **542**, 85 (2019)

Трехмерные фотонные кристаллы, полученные анодированием алюминиевых фольг со структурированной поверхностью

Росляков И.В.[1,2], Кушнир С.Е.[1], Новиков В.Б.[1], Напольский К.С.[1]
[1]Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова
[2]Институт общей и неорганической химии имени Н.С. Курнакова (ИОНХ РАН)
e-mail: ilya.roslyakov@gmail.com

Фотонные кристаллы (ФК) – материалы с пространственной модуляцией диэлектрической проницаемости на масштабе, сопоставимом с длиной волны света. В зависимости от количества направлений, вдоль которых имеет место периодическое изменение диэлектрической проницаемости, выделяют одномерные (1D), двумерные (2D) и трехмерные (3D) ФК. Важной особенностью 3D ФК, качественно отличающей их от 1D и 2D структур, является возможность достижения полной фотонной запрещенной зоны, когда свет с определённой длиной волны не может распространяться ни в одном направлении в структуре материала. Именно 3D ФК наиболее интересны для практического применения.

Целью настоящей работы является создание 3D ФК на основе пористых плёнок анодного оксида алюминия (АОА). Данный материал отличается высокой прозрачностью в видимом диапазоне, высокой термической, химической и механической устойчивостью, а также возможностью варьирования параметров пористой структуры в широких пределах путем изменения условий анодирования. Трехмерная модуляция диэлектрической проницаемости в структуре АОА достигается за счет комбинации гексагонального упорядочения пор в плоскости с периодическим изменением диаметра пор по толщине оксидной пленки.

Для создания 3D ФК на основе АОА предложена следующая последовательность экспериментальных стадий: (1) механическая и электрохимическая полировка высокочистых алюминиевых фольг; (2) структурирование поверхности алюминия с помощью фокусированного ионного пучка (ФИП) в виде гексагонального массива углублений, которые выступают в качестве зародышей пор при последующем анодировании; (3) анодирование с использованием синусоидального профиля напряжения приводит к формированию прямых пор, диаметр которых периодически изменяется по толщине; (4) селективное растворение алюминиевой фольги в смеси брома и метанола.

Рисунок 1 иллюстрирует морфологию верхней (рис. 1а) и нижней (рис. 1б) поверхности 3D ФК АОА, а также скол материала по толщине (рис. 1в). Расстояние между центрами пор в плоскости составляет 400 нм; период модуляции диаметра пор по толщине оксидной пленки равен 330 нм. Комбинация бездефектной упаковки каналов в плоскости с периодической

модуляцией пористости материала по толщине приводит к появлению минимумов пропускания (фотонных запрещенных зон – ФЗЗ) в оптическом спектре (рис. 1г). Угловые зависимости пропускания демонстрируют разнонаправленное изменение положения различных ФЗЗ, что является следствием трехмерной модуляции диэлектрической проницаемости в структуре АОА.

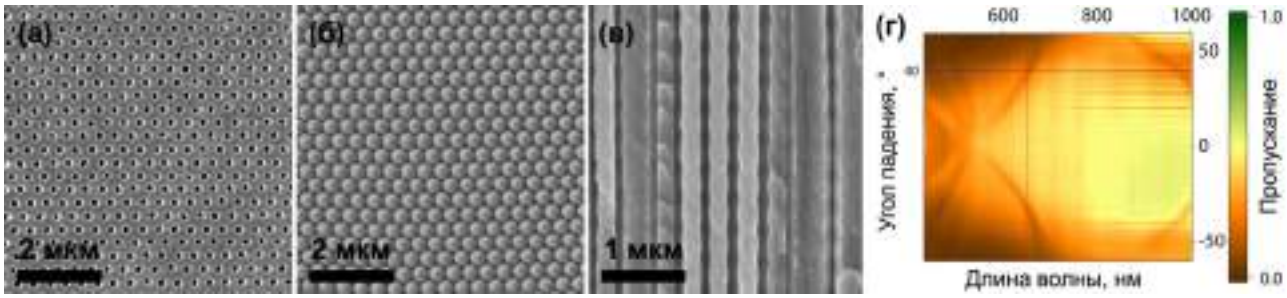


Рис. 1. Трехмерные фотонные кристаллы, полученные анодированием алюминиевых фольг со структурированной поверхностью в фосфористой кислоте. РЭМ изображения верхней (а) и нижней (б) поверхности, а также скола (в). Частотно-угловые зависимости пропускания (г).

Описанный метод получения 3D ФК АОА успешно адаптирован к анодированию алюминия в различных кислотах, что позволяет получать материал с периодом структуры от 100 до 400 нм. Использованные подходы (структурирование алюминия с помощью ФИП и последующее анодирование при периодически изменяющемся напряжении) являются воспроизводимыми и гибкими. Полученные пористые среды со структурой 3D ФК характеризуются латеральными размерами ~ 100×100 мкм^2 и толщиной ~ 30 мкм, что достаточно для последующего создания на их основе прототипов элементов оптических схем.

Работа поддержана Российским научным фондом (проект № 19-73-10176). Структурирование алюминия с помощью фокусированного ионного пучка выполнено на оборудовании ЦКП ФМИ ИОНХ РАН.

Ионная литография кремниевых метаповерхностей для оптического диапазона

Шмидт Е.В.[1], Артемов В.В.[2], Горкунов М.В. [2]

[1]Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ"
[2]ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН
e-mail: esh11061999@gmail.com

Метаповерхности представляют собой периодические структуры, расположенные на подложке или в среде, это двумерные метаматериалы (особые материалы, обладающие различными свойствами, не встречающимися в природе). В частности, к таким свойствам метаповерхностей можно отнести отрицательный показатель преломления [1].

Один из методов изготовления диэлектрических метаповерхностей – метод ФИП (метод сфокусированного ионного пучка). Данный способ позволяет достичь высокой точности образцов заданного рельефа. Также к преимуществам метода можно отнести тот факт, что дефекты или профиль структуры различных полупроводниковых приборов могут быть обнаружены, если сделать поперечное сечение устройства [2].

Использование ФИП предполагает изменение структуры образца, образуются аморфизированные слои с имплантированными ионами, которые впоследствии ограничивают возможности электронной микроскопии высокого разрешения. Поэтому фактически профиль структуры может не совпадать с теоретически заданным.

Одним из эффективных, методов, позволяющих скорректировать нарушенный слой материала и, следовательно, усилить контраст и разрешение для анализа образца является очистка пучком ионов аргона (диаметр пучка около 5 мм) с низкой энергией (2 кВ) [3].

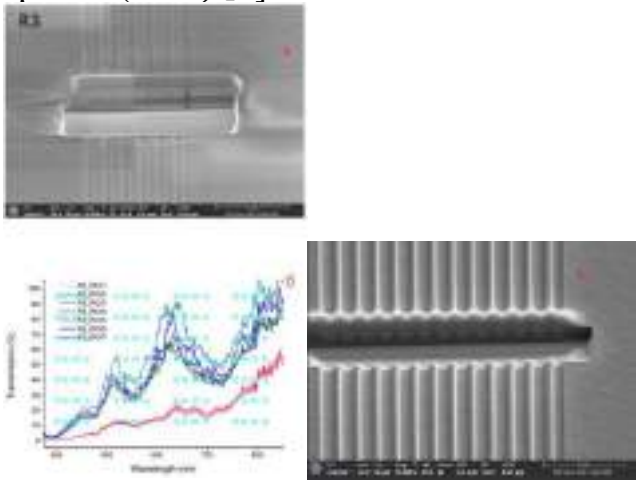


Рис. 1а Поперечный профиль структуры R3, 1б График зависимости коэффициента пропускания R3 от длины волны

падающего излучения, 1в РЭМ-изображение поперечного сечения наноструктуры

В данной работе была показана возможность изготовления по заданным цифровым шаблонам оптических метаповерхностей на пластине кремний на сапфире, а также были исследованы критерии очистки созданных метаповерхностей ионами аргона.

Данная работа была выполнена при поддержке ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН. Выражаю благодарность своему научному руководителю Горкунову М.В и научному консультанту Артёмову В.В.

Список литературы:

[1] И. Семченко, С. Хахомов, А. Самофалов, А. Балмаков. Метаматериалы и Метаповерхности, *Наука и инновации*, **№8**, С.23–27 (2020).

[2] Naoko I. Kato. Reducing focused ion beam damage to transmission electron microscopy samples, *Journal of Electron Microscopy*, **T.53, №5**, C. 451—458 (2004).

[3] C. Bonifacio, P. Nowakowski, M. Campin, M. Ray and P. Fischione. Low energy Ar ion milling of FIB TEM specimens from 14 nm and future FinFET technologies. *Conference Proceedings from the 44th International Symposium for Testing and Failure Analysis,* October 28 – November 1, Phoenix, Arizona, USA, P. 241-246 (2018).

Изготовление и исследование макета мемристорного кроссбара методами зондовой и электронной микроскопии

Авилов В.И.[1], Жаворонков Л.Г.[1], Хахулин Д.А.[1], Смирнов В.А.[1], Пак Б.Х.[2]
[1] Южный федеральный университет, Институт нанотехнологий, электроники и приборостроения, 347922, Россия, г. Таганрог, ул. Шевченко, 2
[2] Division of Quantum Phases & Devices, Department of Physics, Konkuk University, Seoul 05029, Korea
e-mail: aviloovvi@sfedu.ru

Нейросетевая обработка данных становится все более востребованной областью вычислительных устройств. Особенно это актуально для задач робототехники. Однако реализация нейросетевых алгоритмов на базе современных вычислительных устройств, построенных по архитектуре фон-Неймана, малоэффективна. Отсюда возникает актуальная задача разработки топологии микросхемы, реализующей нейросетевую логику для нейроморфного процессора на ее основе. Структура такой микросхемы должна обеспечивать связь каждого входа с каждым выходом посредством искусственного синапса – аналоговой ячейки памяти, проводимость которой будет соответствовать «весу» синапса. Наиболее подходящим элементом для такой ячейки памяти является мемристор на основе электрохимического оксида титана, имеющий ряд преимуществ по сравнению с другими структурами и материалами [1-2].

Таким образом целью данной работы является изготовление макета полносвязной однослойной нейронной сети и исследование закономерностей переключения её искусственных синапсов на основе мемристорного электрохимического оксида титана.

В качестве структуры, обеспечивающей нейросетевую коммутацию (каждый вход соединен с каждым выходом через соответствующий искусственный синапс) был выбран кроссбар-массив (рис. 1).

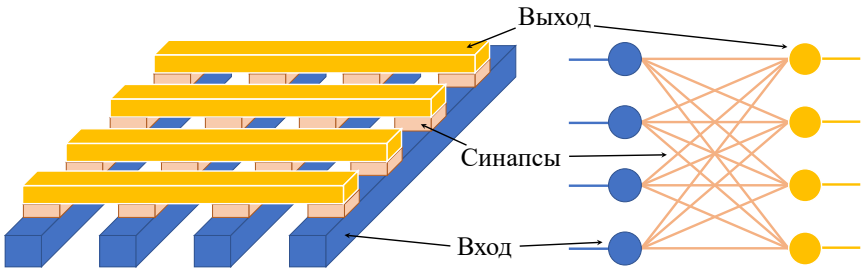


Рис.1. Реализация структуры нейронной сети на кроссбар-массиве.

Для изготовления макета нейронной сети на кремниевой полуизолирующей подложке методом магнетронного распыления была сформирована тонкая пленка титана, на которой были получены структуры

нижних контактных электродов методом фотолитографии. Затем методом локального анодного окисления с использованием сканирующего зондового микроскопа проводилось формирование мемристорных наноструктур оксида титана. На последнем этапе методом ионностимулированного осаждения растрового электронного микроскопа проводилось формирование вольфрамовых структур верхних контактных электродов (рис. 2).

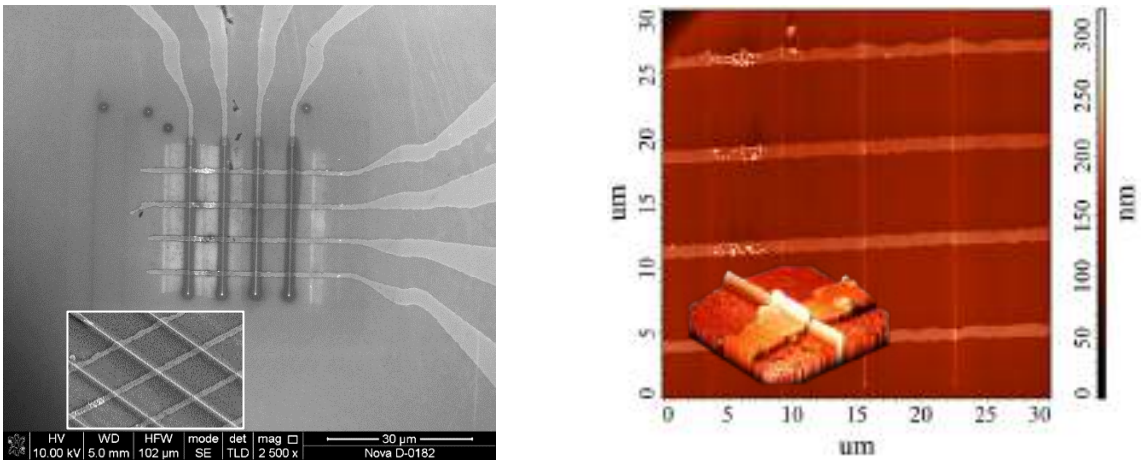


Рис.2. РЭМ и АСМ изображения изготовленного макета нейронной сети.

Исследование воспроизводимости переключения синапса на основе мемристорной наноструктуры оксида титана показало, что полученные структуры переключаются между высокоомным состоянием (HRS) с сопротивлением 202.5±4.1 Ом и низкоомным состоянием (LRS) с сопротивлением 10.4±0.6 Ом. При этом отношение сопротивлений в состояниях HRS и LRS составляет 19.5±0.8.

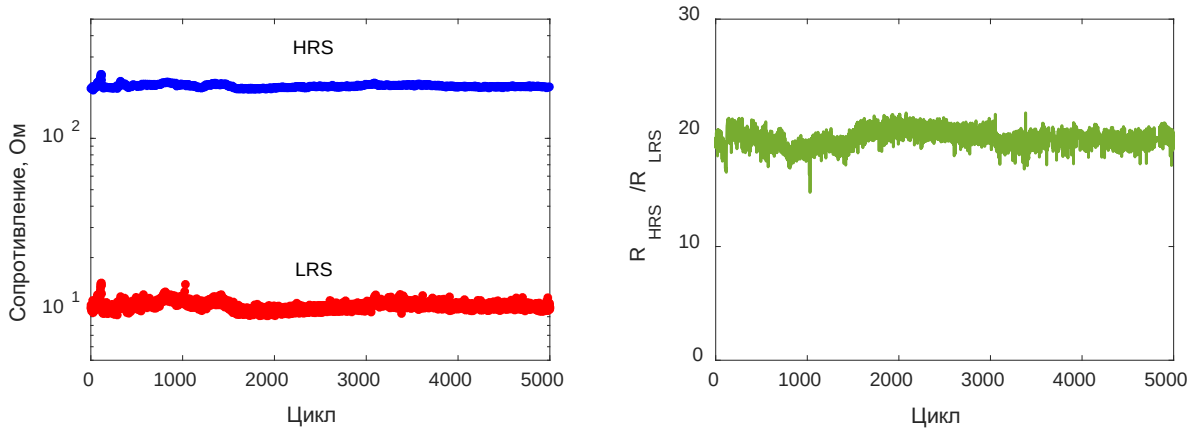


Рис.3. Воспроизводимость переключения структуры между состояниями HRS и LRS и их отношения.

Полученные результаты могут быть использованы при разработке технологических процессов изготовления топологии нейросетевых микросхем и нейроморфных процессоров.

Работа выполнена при финансовой поддержке Правительства РФ (соглашение № 075-15-2022-1123), гранта РФФИ № 19-29-03041 мк и гранта Президента Российской федерации № МК-2290.2022.4.

Список литературы:

[1] Авилов В.И., Агеев О.А., Смирнов В.А. и др., *Известия высших учебных заведений. Электроника*, **2 (106)**, 50-57 (2014).

[2] Avilov V.I., Smirnov V.A., Fedotov A.A and al, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 012004 (2018).

Влияние очередности этапов механической натирки и ионного травления при изготовлении жидко-кристаллических метаповерхностей на их спектр пропускания

Вилюжанина П.Г.[1,*], Артемов В.В.[2], Горкунов М.В.[1,2], Касьянова И.В.[2]

[1] Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ", Москва, Россия
[2] Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН, Москва, Россия
**e-mail: vpg583@gmail.com*

Яркий пример **метаповерхности** - жидкокристаллическая ячейка, собранная на стеклянной подложке с нанесенным на поверхность электродом из оксида индия–олова (indium tin oxide – ITO) с натертым слоем полиимида (ПИ), в которой произвели **модуляцию ориентации жидкого кристалла** (ЖК) [1]. Для этого можно воздействовать ионным пучком на поверхность полиимида – вытравить полоски с определённым периодом, то есть решётку. В местах травления молекулы жидкого кристалла будет ориентироваться гомеотропно (перпендикулярно поверхности) — это и даст нам необходимую вариацию показателя преломления.

Особенно интересен вопрос, почему в областях травления жидкий кристалл ориентируется гомеотропно. Стоит отметить, что обычно при изготовлении ЖК-ячейки сначала производится механическая натирка ПИ, а уже потом обработка ФИП (фокусированный ионный пучок). Результаты проведенных ранее микроскопических исследований позволили исключить целый ряд теоретически возможных микроскопических механизмов изменения ориентирующего действия слоя ПИ на ЖК при облучении ФИП. Единственным механизмом, совместимым со всеми полученными данными, являются **модификация химических связей в ПИ под действием ионного пучка и частичное разрушение полимерных цепей** [1].

В ходе данной работы была проведена проверка. Была создана жидкокристаллическая ячейка, при создании которой изменили последовательность обработки ориентирующей поверхности: сначала провели травление, а уже затем механическую натирку.

В ходе работы были созданы четыре решётки, две с периодом 5 мкм, две с периодом 8 мкм, в каждой паре была решётка со штрихами (полученными в результате ионного травления) поперёк штрихов натирки и вдоль штрихов натирки. Были сняты спектры пропускания.

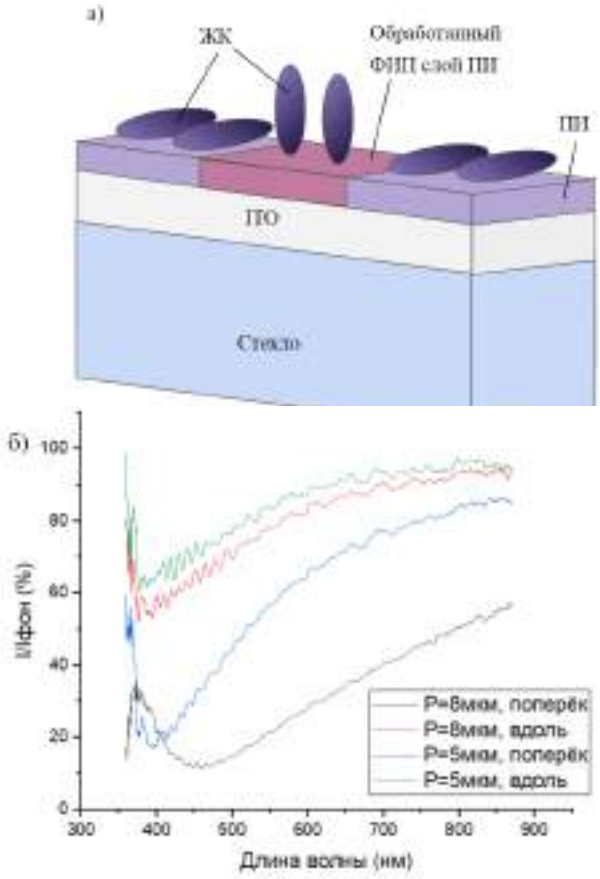


Рис. 1. а - схема ориентации молекул ЖК подложкой, локально обработанной ФИП (фокусированный ионный пучок галлия); б - спектры пропускания для решёток с периодом 5 и 8 мкм в видимом спектре с различной ориентацией штрихов решётки относительно штрихов натирки.

На спектрах пропускания наблюдаются минимумы – это связано с тем, что происходит перераспределение интенсивности в другие порядки дифракции. Можно сделать вывод, что даже при изменении порядка этапов ионного травления и механической натирки, то есть произведения натирки после травления, в местах обработки ФИП получается гомеотропная ориентация. Причем, чем дольше время облучения, тем сильнее этот эффект. Кроме того, эффект ярче выражен в том случае, если штрихи решетки (обусловленные обработкой ФИП) расположены перпендикулярно направлению натирки.

Список литературы:

[1] В. В. Артемов, Д. Н. Хмеленин, А. В. Мамонова, М. В. Горкунов, А. А. Ежов. Микроскопические исследования ориентирующих слоев, обработанных сфокусированным ионным пучком для создания жидкокристаллических метаповерхностей, *Кристаллография,* **66**, стр. 648 – 656 (2021).

[2] I.V. Kasyanova, M.V. Gorkunov, V.V. Artemov, A.R. Geivandov, A.V. Mamonova. Liquid crystal metasurfaces on micropatterned polymer substrates, *Optics Express,* **26**, 20258-20269 (2018).

[3] M.V. Gorkunov, I.V. Kasyanova, V.V. Artemov, A.A. Ezhov, A.V. Mamonova. Liquid-crystal metasurfaces self-assembled on focused ion beam patterned polymer layers: Electro-optical control of light diffraction and transmission, *ACS Applied Materials & Interfaces,* **12**, 30815-30823 (2020).

[4] M.V. Gorkunov, I.V. Kasyanova, V.V. Artemov, A.A. Ezhov, A.V. Mamonova. Superperiodic liquid-crystal metasurfaces for electrically controlled anomalous refraction, *ACS Photonics,* **7**, 3096-3105 (2020).

Исследование кластерных образований в переходном слое КНИ гетероструктуры методом растровой электронной и атомно силовой микроскопии

Соколов Л.В.

ФКБО-ГА Жуковский филиал АО «РПКБ», 140185, Московская обл., г. Жуковский, ул. Туполева 18
Филиал МАИ «Стрела», 140180, г. Жуковский, Московская обл., ул. Жуковского 8
e-mail: sokolov@niiao.ru

Исследовались локальные области переходного слоя на границах раздела монокремний - стекловидный диэлектрик чипа микромеханического преобразователя давления с КНИ гетероструктурой [1]. Исследования проводились с помощью растрового электронного микроскопа Hitachi TM-3000 и атомносилового микроскопа АСМ Veeco. На полученных изображениях локальных областей (рис.1) видны образования в виде микро размерных кластеров, предположительно кластеров из атомов кремния и кластеров из ионов бария и алюминия, входящих в состав синтезированного стекла $BaO\text{-}Al_2O_3\text{-}SiO_2$. Элементный состав кластеров подтверждён рентгеновской спектроскопией с использованием сканирующего электронного микроскопа Stereoscan-360, оснащённого рентгеновским спектрометром AN 10000. Возможная причина образований кластеров – межфазные взаимодействия компонентов стекловидного диэлектрика в паровой фазе с приповерхностным слоем монокристаллического кремния в твердой фазе в процессе термокомпрессионного сращивания кремниевых пластин с помощью тонкого промежуточного слоя стекловидного диэлектрика [2]. Такой механизм образования кластеров можно объяснить с позиции теории межфазных взаимодействий [3]. Локальные структурные изменения в переходном слое, обуславливающие дефекты дислокации в прилегающих кремниевых слоях гетероструктуры, могут стать причиной зарождения локальных центров механических напряжений в кремнии и в слое стекловидного диэлектрика. С помощью АСМ Veeco удалось определить глубину и ширину трещины в слое стекловидного диэлектрика 450-500 нм и 1,5-2,0 мкм, соответственно.

Исследования упругих напряжений методом Рамановской спектроскопии [4] позволили оценить распределение упругих напряжений в локальных областях на границах раздела чипа КНИ тензопреобразователя.

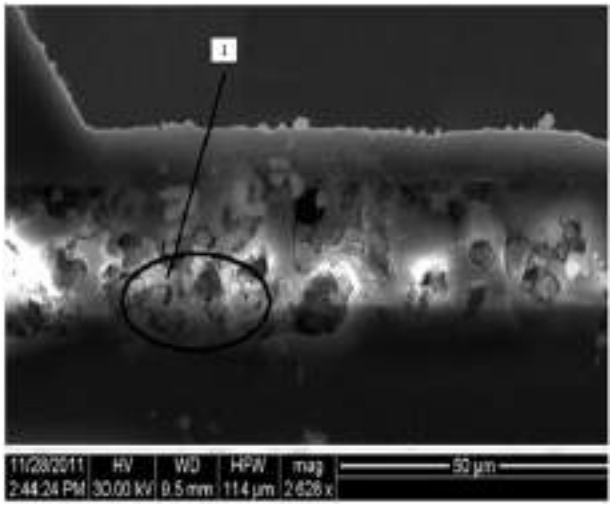


Рис.1. "РЭМ Изображение фрагмента переходного слоя стекловидный диэлектрик - кремний с локальной областью 1 микрокластеров для анализа"

Список литературы:

[1] Л.В. Соколов. Тезисы докладов 3-го Всесоюзного конгресса по сенсорному приборостроению. 27-28 мая 2021 г. Санкт-Петербург, с.14.

[2] Соколов Л.В., Тимошенков С.П., Калугин В.В., Парфенов Н.М. Вестник Московского авиационного института, *Aerospace MAI Journal*, том 19, №1, 2012, с. 128-137.

[3] A.Y. Usenko. *219th ECS Meeting Transactions*. Advanced Semiconductor-on-Insulator Technology and Related Physics 15. The Electrochemical Society, Pennington, USA 2011, Volume 35, Issue 5, p.111-115.

[4] Л.В. Соколов. *Известия РАН*. Серия Физическая, 2019, том 83, № 11, с.1474-1477.

Секция 10. Комплектарные методы

Новые метки и зонды для решения задач бионанофотоники

Беликов Н.Е.[1], Демина О.В.[1], Лукин А.Ю.[2], Петровская Л.Е.[3], Варфоломеев С.Д.[1], Ходонов А.А.[1]

[1]Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля Российской академии наук, Москва
[2]МИРЕА-Российский технологический университет, Москва
[3]Институт биоорганической химии им. академиков М.М. Шемякина и Ю.А. Овчинникова РАН, Москва
e-mail: khodonov@gmail.com

При исследованиях механизмов действия небольших биологически-активных молекул-лигандов (как природного, так и синтетического происхождения) центральное место занимает природа процесса взаимодействия низкомолекулярного лиганда со своим специфичным рецептором-мишенью (ферментом, GPCR, ядерным рецепторами, или определенными сайтами последовательностей нуклеиновых кислот). Неоценимую помощь при определении, как места связывания, так и степени его эффективности оказывает ставший на сегодняшний день стандартный прием – введение в молекулу лиганда меток или маркеров различного рода и анализ процесса связывания, с генерированием определенного физического сигнала, пропорционального количеству связанного меченного лиганда [1]. Дизайн и разработка эффективных методов получения новых гибридных молекулярных структур и систем, содержащих фрагменты фотохромов в качестве активного рабочего элемента, характеристики которых существенно изменяются под действием света, представляют особый интерес для бионанофотоники и наномедицины. В качестве исходных соединений для синтеза фотохромных меток и зондов нами были выбраны производные спиропиранов, молекулы которых было необходимо модифицировать для придания им способности к ковалентному или нековалентному (лиганд-специфичному) взаимодействию с различными типами мишеней введением в определенное положение разнообразных реакционно-способных терминальных групп или молекулярных адресов.

Выбор целевой реакционноспособной группы определялся типом и природой целевой мишени. Нами были исследованы следующие варианты процедуры конъюгации: a) для белков-мишеней: ковалентное связывание молекулы зонда с целевым сайтом связывания по принципу самораспознавания (бактериородопсин); b) для белков-мишеней: нековалентное аффинное связывание молекулы зонда с мишенью с помощью «молекулярного адреса», введенного в молекулу зонда (ингибиторы рецептора TxA_2); c) для белков-мишеней: обратимое сайт-специфичное взаимодействие фотохромов с белками-мишенями за счет образования прочных хелатов с комплексами металлов с гексагистидиновым тегом (новый представитель

микробных родопсинов - протеородопсин ESRh из *Exiguobacterium sibiricum* и водорастворимый красный флуоресцентный белок mCherry); d) ковалентное связывание молекулы метки с неорганической наноразмерной мишенью с помощью селективной терминальной реакционноспособной группы: для специфичного связывания с мишенью - квантовыми точками CdSe и CdTe; e) / f) ковалентное связывание молекулы метки с мишенью с помощью селективной или неселективной терминальной реакционноспособной группы для маркирования разнообразных органических молекул нами был разработан и использован целый набор оригинальных синтетических методов и подходов.

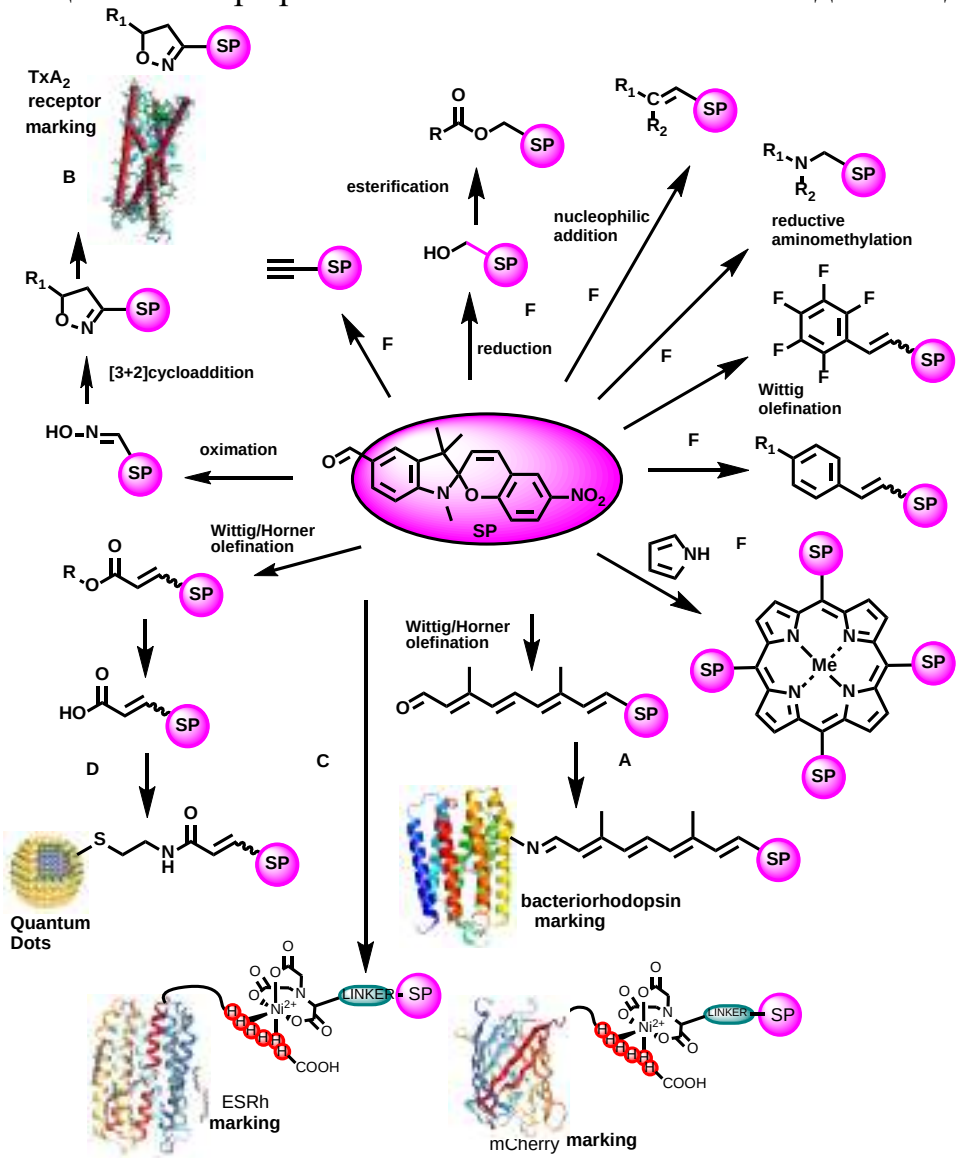


Рис.1. Основные направления дизайна молекул фотохромных зондов и меток

Данная работа была поддержана грантом РФФИ в рамках научного проекта № 20-03-00139.

Список литературы:

[1] О.В. Демина, Н.Е. Беликов, И.А. Мельникова, А.Ю. Лукин, С.Д. Варфоломеев, А.А. Ходонов, *Химическая физика*, **38,** 44 (2019).

Диагностика фазового состава пленок ниобата лития на сапфире по спектрам КР

Бешенков В.Г., Знаменский А.Г., Иржак А.В., Марченко В.А.

Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия
e-mail: besh@iptm.ru

Тонкие пленки ниобата лития (LN) осаждали диодным вч-распылением кристаллической мишени $LiNbO_3$ на сапфир (R-срез) при температуре 550 °C в атмосфере аргона и кислорода. Мишень и подложку располагали на расстоянии 12 мм параллельно друг другу, что при диаметре мишени 76 мм должно было способствовать осаждению пленок LN, близких по составу мишени. Однако, получаемые пленки различались по толщине и составу в зависимости от расстояния до осевой линии, соединяющей центры поверхностей мишени и подложки. Для толщин больших 200 нм пленки (в своей центральной части) приобретали матовый вид. Предполагался распад пленок LN с образованием новых фаз, обедненных литием. Идентификацию фаз для различных участков пленок LN проводили по спектрам комбинационного рассеяния (КР) света (см. рисунок 1) [1].

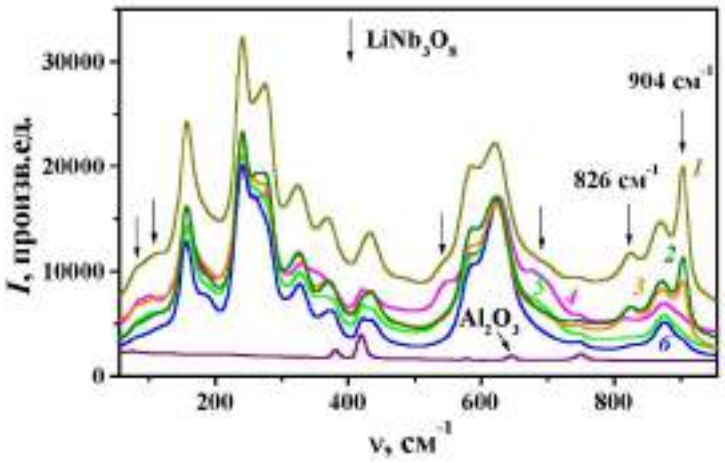


Рис. 1. Спектры КР для различных участков поверхности пленки LN. Особенности, связанные с фазой $LiNb_3O_8$, помечены стрелками. Пики 826, 904 $см^{-1}$ относятся к фазе $LiNb_3O_8$, пик 876 $см^{-1}$ и остальные пики – к $LiNbO_3$.

При толщинах меньших 200 нм осаждаемые пленки LN не претерпевали распад, имели характерные для фазы $LiNbO_3$ спектры КР, но содержание оксида лития в них было снижено по сравнению со стехиометрией. Например,

в пленке LN (кривая 6 рисунка 1) оно составляло 46.06 мол% Li_2O (найдено по эмпирической формуле для КР пика A1(LO4) [2]). Это несколько ниже значения 47.27 мол% Li_2O для используемой кристаллической мишени.

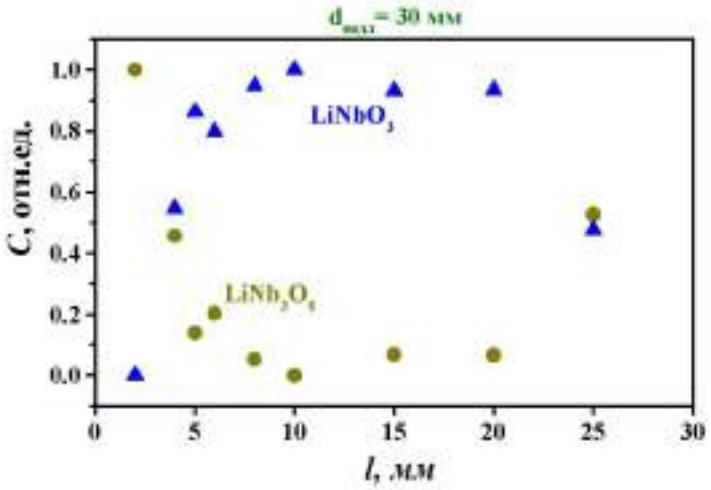


Рис. 2. Профили концентраций фаз $LiNbO_3$ и $LiNb_3O_8$ вдоль поверхности пленки LN. Найдены методом главных компонент с использованием спектрального диапазона 761-975 $см^{-1}$.

Для осаждения других пленок LN были использованы более совершенные кристаллические подложки сапфира (пики КР для сапфира заметно уже). При размерах подложки d = 30 мм (этот размер определялся величиной круглого отверстия в сплошном запыляемом металлическом держателе подложки) получаемые пленки LN не претерпевали заметный распад, имели характерные для фазы $LiNbO_3$ спектры КР. Содержание оксида лития в них составляло 46.46-46.94 мол% Li_2O. Тем не менее пленки LN в своей периферийной части были обогащены паразитной фазой $LiNb_3O_8$ (см. рисунок 2).

Представленные результаты демонстрируют возможности спектроскопии комбинационного рассеяния света при исследовании фазового состава пленок ниобата лития на сапфире, полученных диодным вч-распылением кристаллической мишени $LiNbO_3$ конгруэнтного состава. Использование метода главных компонент позволяет находить профили распределения фаз в пленках ниобата лития.

Список литературы:

[1] A. Bartasyte, V. Plausinaitiene, A. Abrutis, S. Stanionyte, S. Margueron, P. Boulet, T. Kobata, Y. Uesu, and J. Gleize, *J. Phys.: Condens. Matter*, **25**, 205901 (2013).

[2] U. Schlarb, S. Klauer, M. Wesselmann, K. Betzler, and M. Wiihlecke, *Appl. Phys. A*, **56**, 311 (1993).

Влияние температуры роста на физико-химические свойства слоев низкотемпературного GaAs, созданных методом импульсного лазерного нанесения

Крюков Р.Н.*, Данилов Ю.А., Лесников В.П., Николичев Д.Е., Зубков С.Ю.

Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского
**e-mail: kriukov.ruslan@yandex.ru*

В ходе проектирования разбавленных магнитных полупроводников (РМП) часто возникают проблемы с оптимизацией свойств полупроводника-матрицы. Так для систем $Ga_{1-x}Mn_xAs$ [1] и $Ga_{1-x}Fe_xAs$ [2] обособлено стоят задачи поиска оптимальной технологии получения слоев, улучшения кристаллического качества и электрических характеристик слоев GaAs, выращенных при температуре 200 – 350ºC (НТ-GaAs). В свою очередь, решение этой проблемы подразумевает определение взаимосвязи технологических параметров роста и физико-химических свойств системы. В ходе исследования для создания GaAs использовался метод импульсного лазерного нанесения (ИЛН) [3], являющийся альтернативой, наиболее часто применяемой низкотемпературной молекулярно-лучевой эпитаксии (НТ-МЛЭ) [4].

Слои толщиной 30 нм выращивались на подложке GaAs (100). В ходе создания слоев варьировалась температура роста (T_s) в интервале 60 – 450ºC. На структурах проводилась регистрация электрических характеристик с использованием эффекта Холла (система холловских измерений HL5500, Nanometrics Incorporated, США). Распределение химических элементов и связей в структурах по глубине регистрировалась методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, дополненной возможностью ионного травления. Протокол эксперимента и методика анализа данных подробно изложена в [5]. В дополнение к этому проводилась регистрация угловой зависимости интенсивности ФЭ-линий для регистрации изменения кристалличности слоев [6].

В ходе исследований было установлено, что при T_s 60 – 250ºC относительная интенсивность фотоэлектронных линий изменяется в небольшом интервале значений (рис.1). При $T_s > 300$ ºC регистрируется резкое возрастание этого параметра до значения, которое было получено при изучении подложки GaAs (100). Такое поведение зависимости косвенно указывается на улучшение кристаллического качества слоя при увеличении температуры роста.

При регистрации электрических параметров структур была выявлена зависимость подвижности носителей заряда (рис.1). Расчет значений

проводился по двухслойной модели [7]. Установлено, что подвижность электронов в структурах, выращенных при температурах менее 250ºС составляла ~ 20 см^2/(В×с), что характерно для прыжкового типа проводимости [4]. При температуре роста 300ºС наблюдается резкое увеличение этого параметра, после чего величина асимптотически стремится к значению, полученному при исследовании подложки. Такое поведение зависимости, предположительно, говорит об уменьшении дефектности слоев HT-GaAs.

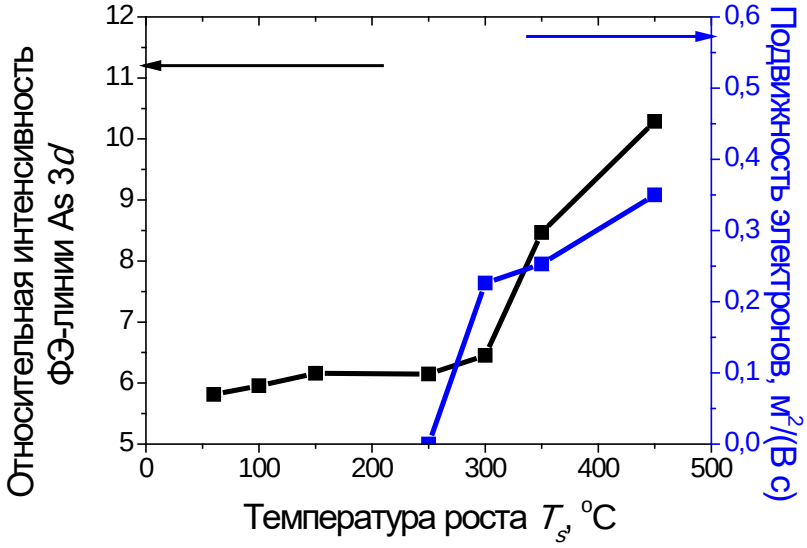


Рис.1. Зависимости относительной интенсивности ФЭ-линии As 3d и подвижности электронов в слоях HT-GaAs от температуры роста (стрелками отмечены значения, зарегистрированные при исследовании подложки GaAs (100)).

Таким образом, минимальная температура роста слоев HT-GaAs при использовании метода ИЛН, при которой определяется наилучшие электрические и структурные свойства составляет 300°С.

Работа была выполнена при финансовой поддержке гранта Президента РФ МК-265.2022.1.2.

Список литературы:

[1] D.E. Nikolichev, A.V. Boryakov, S.Yu. Zubkov and *et.al.*, *Semiconductors,* **48 (6)**, 815 (2014).
[2] A.V. Kudrin, V.P. Lesnikov, Yu.A. Danilov and *et.al.*, *Semiconductor Science and Technology,* **35**, 125032 (2020).
[3] В.П. Лесников, М.В. Ведь, О.В. Вихрова и др., *ФТТ*, **63 (7)**, 866 (2021).
[4] M. Luysberg, H. Sohn, A. Prasad and *et.al.*, *Semiconductor and Semi-Insulating Material SMIC-9*, April 29-May 3, New York, USA, 21 (1996).
[5] A.V. Boryakov, S.I. Surodin, R.N. Kryukov and *et.al.*, *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, **229**, 132 (2018).

[6] C. Westphal, *Surface Science Reports,* **50 (1-3)**, 1 (2003).
[7] Е.В. Кучис, *Гальваномагнитные эффекты и методы их исследования*, Радио и связь, Москва (1990).

Исследование влияния облучения ионами Fe на наноструктуру дисперсно-упрочненных оксидами сталей методами ультрамикроскопии

Клауз А.В.[1,2], Рогожкин С.В.[1,2], Хомич А. А.[1,2], Богачёв А.А. [1,2], Залужный А.Г.[1,2]

[1] Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 15409 Москва, Россия, Каширское шоссе, 31
[2] Курчатовский комплекс теоретической и экспериментальной физики Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», 117218 Москва, Россия, ул. Большая Черемушкинская, 25
artem.klauz@gmail.com

Дисперсно-упрочненные оксидами стали являются потенциальными конструкционными материалами активной зоны следующего поколения реакторов на быстрых нейтронах. Предполагается, что они должны выдерживать радиационную нагрузку до повреждающих доз облучения до 150 смещений на атом (сна) при температурах 400–700 °C. Такая нагрузка может быть выдержана материалом, в структуру которого входят оксидные частиц. Известно, что присутствие в материале большого числа малоразмерных оксидных частиц приводит к улучшению высокотемпературных характеристик ДУО стали.

Для анализа эволюции распределения оксидных включений в материале в процессе облучения, были проведены имитационные эксперименты по облучению образцов ДУО стали 10Cr ODS, KP-3 ODS и Eurofer ODS ионами Fe^{2+} с энергией 5,6 МэВ до повреждающих доз 3, 6 и 30 сна при температуре 350 °C и до дозы 100 сна при температуре 500 °C. Исследование проводилось с использованием современных методов ультрамикроскопии: просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и атомно-зондовой томографии (АЗТ).

В исходном состоянии сталей обнаружены оксидные включения и кластеры. Средний размер оксидов варьировался от 3 до 8 нм, их объёмная плотность составляла от 2×10^{22} м$^{-3}$ до 13×10^{22} м$^{-3}$. Объёмная плотность кластеров варьировалась от 2×10^{22} м$^{-3}$ до 4×10^{23} м$^{-3}$.

Обнаружено, что при ионном облучении происходит частичное растворение кластеров и уход элементов в матрицу. Анализ химического состава кластеров показал, что с увеличением дозы облучения существенно уменьшается содержание Cr и V в кластерах, при этом концентрация Ti, Y, O сохраняется в пределах погрешности, что говорит о стабильности кластеров типа Ti-Y-O. Продемонстрировано, что оксидные включения в стали Eurofer ODS более стабильны к ионному облучению до дозы 30 сна при 350 °C, чем включения в сталях 10Cr ODS и KP-3 ODS.

Исследования, облучённых до 100 сна при 500 °C образцов, показали резкое уменьшение объёмной плотности оксидных частиц в сталях 10Cr ODS и КР-3 ODS с $(13 \pm 2) \times 10^{22}$ м$^{-3}$ до $(2 \pm 1) \times 10^{22}$ м$^{-3}$ и с $(9 \pm 2) \times 10^{22}$ м$^{-3}$ до $(2 \pm 1) \times 10^{22}$ м$^{-3}$ соответственно. В стали Eurofer ODS объёмная плотность оксидных частиц не изменилась в пределах погрешности (от $(4 \pm 1) \times 10^{22}$ м$^{-3}$ до $(3 \pm 1) \times 10^{22}$ м$^{-3}$).

Комплекс исследований показал, что сталь Eurofer ODS имеет стабильные частицы не только в области нижней границы температурного интервала эксплуатации, но для промежуточных температур эксплуатации.

Данная работа была поддержана Российским научным фондом (проект № 22-29-01279)

Список литературы:

[1] B. Mouawad, X. Boulnat, D. Fabrègue, M. Perez, Y. de Carlan., Journal of Nuclear Materials, **465**, 54 (2015)
[2] Xu S., Zhou Z., Jia H., Yao Z., Steel research int. **90**, 1800594 (2018)
[3] Michael K. Miller, Review of Scientific Instruments **78**, 031101 (2007),
[4] С.В. Рогожкин, А.А. Хомич, А.А. Богачев, А.А. Никитин, В.В. Хорошилов, А.А. Лукьянчук, О.А. Разницын, А.С. Шутов, А.Л. Васильев, М.Ю., Ядерная физика и инжиниринг, **11**(1), 22 (2020).
[5] Комплементарный анализ радиационных эффектов в материалах / С. В. Рогожкин, А. А. Никитин, А. А. Хомич, А.А. Богачев, А.В. Клауз, Н.А. Искандаров, А.А. Лукьянчук, О.А. Разницын, А.С. Шутов, А.Г. Залужный, Ю.Е. Горшкова, Г.Д. Богучава, Взаимодействие плазмы с поверхностью: Материалы XXV конференции, Москва, 27–28 января 2022 года. – Москва: Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ", 2022. – С. 87-88.

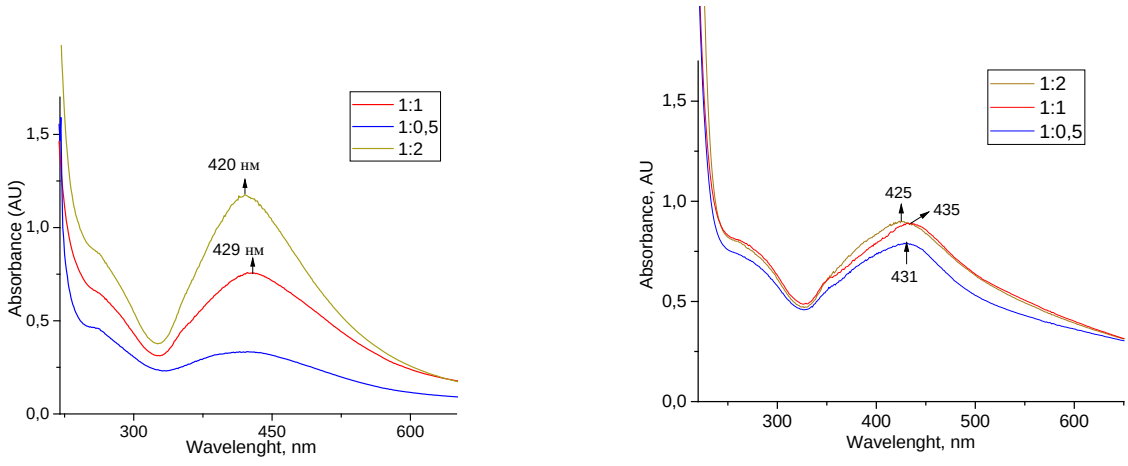
Комплементарные методы исследования наночастиц серебра, полученных в водных экстрактах растений

Иванова А.И., Волкова В.М., Гешко В.В., Хижняк С.Д., Барабанова Е.В., Пахомов П.М.

Тверской государственный университет, Тверь
alex.ivanova33@yandex.ru

Зеленый синтез наночастиц серебра (НЧAg) с использованием экстрактов различных растений является экологическим, перспективным и экономически выгодным методом. Важно, что наночастицы, синтезированные в экстрактах растений, обладают функционализированной - модифицированной поверхностью, которая может содержать органические лиганды, белки, полисахариды, многоатомные спирты, дубильные вещества. Присутствие этих биологических компонентов способствует повышению стабильности частиц и определяет область их применения в фармакологии, биомедицине и др.

Целью данной работы является изучение зеленого синтеза наночастиц серебра с использованием водных экстрактов листьев клена и дуба с помощью УФ-видимой спектроскопии, растровой электронной микроскопии (РЭМ) и сканирующей зондовой микроскопии. Образцы листьев деревьев были собраны в г. Твери в июле 2021 г., высушены, измельчены и на их основе получены водные экстракты. НЧAg синтезировали по зеленой технологии путем восстановления ионов серебра в водных экстрактах листьев при комнатной температуре. На рис. 1 представлены электронные спектры экстрактов листьев клена и дуба с различным соотношением объем водного экстракта/объем Ag^+ через 7 дней после добавления нитрата

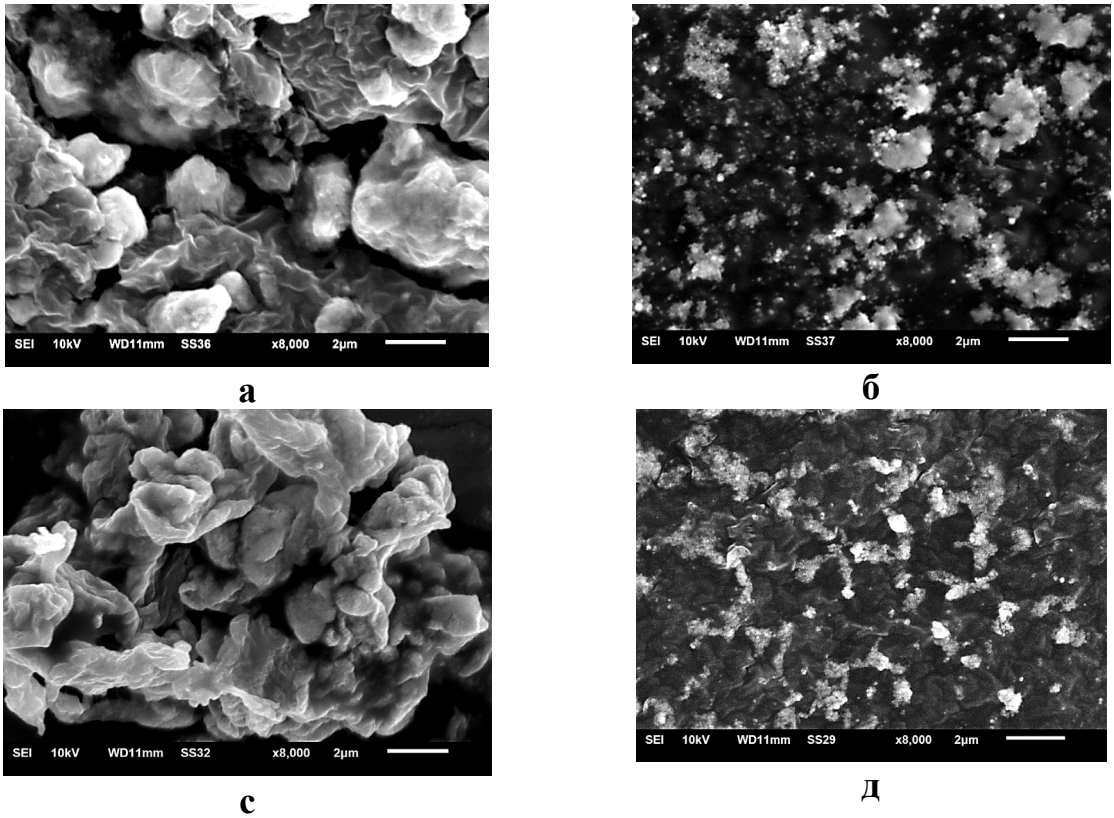


а **б**

Рис. 1. Электронные спектры водных экстрактов листьев клена (а) и дуба (б) с различным соотношением объем водного экстракта/объем Ag^+ через 7 дней после добавления $AgNO_3$

Как видно из рисунка, в спектрах образцов наблюдается полоса плазмонного резонанса НЧAg в диапазоне 420-435 нм, величина поглощения и положение максимума которой для каждого образца зависит от соотношения компонентов. Разительную разницу в спектрах можно объяснить различным содержанием биоактивных веществ в листьях клена и дуба, участвующих в восстановлении ионов серебра. При этом влияние концентрации нитрата серебра на формирование наночастиц больше проявляется в образце клена.

С помощью растровой электронной микроскопии (JEOL 6610 LV), позволяющей визуализировать наночастицы серебра и изучить их морфологию, было подтверждено влияние концентрации нитрата серебра в экстракте на размер наночастиц, при прочих равных условиях. При этом в образцах с низким содержанием $AgNO_3$ формируются более крупные агрегаты, что можно объяснить разным характером нуклеации наночастиц (рис.2).



а **б** **с** **д**

Рис. 2. РЭМ изображения образцов НЧAg, полученных в экстрактах листьев клена (а, б) и дуба (с, д) с различным соотношением объем водного экстракта/объем Ag^+: а, с - 1:0,5; б, д - 1:2

Применение энергодисперсионного анализа подтвердило участие серосодержащих соединений (аминокислоты цистеин, белков) в стабилизации НЧAg.

Данная работа выполнена на оборудовании лабораторий электронной микроскопии и спектроскопии ЦКП ТвГУ.

Обратное моделирование конформационного перехода олигопептидазы B с помощью комбинации классической молекулярной динамики с методом главных компонент.

Петренко Д.Е.[1], Бритиков В.В.[2], Бритикова Е.В.[2], Тимофеев В.И.[3,4], Михайлова А.Г.[3], Ракитина Т.В.[3]*

[1] *Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия*

[2] *Институт биоорганической химии НАН Беларуси, Минск, Беларусь*

[3] *Институт биоорганической химии имени Шемякина-Овчинникова РАН, Москва, Россия*

[4] *Федеральный научно-исследовательский центр «Кристаллография и фотоника» РАН, Москва, Россия*

**taniarakitina@yahoo.com*

Олигопептидазы B (OPB) представляют собой трипсиноподобные сериновые пептидазы из семейства пролилолигопептидаз (POP). OPB обнаружены только у бактерий и паразитических простейших и представляют собой факторы патогенеза соответствующих инфекций и предполагаемые фармакологические мишени. Согласно рентгеноструктурным (РСА) исследованиям, OPB является двухдоменными ферментами, для которых характерны переходы между закрытой (активной) и открытой (не активной) конформациями, характеризующимися высокой и низкой степенью сближения доменов и остатков каталитической триады. При исследовании OPB из бактерии Serratia proteomaciulans (SpOPB), нами была обнаружена новая переходная конформация, в которой домены сближены, а каталитическая триада разобщена.

Чтобы изучить конформационные переходы SpOPB, мы применили комбинацию классической молекулярной динамики (МД) с методом главных компонент (МГК). Сначала с помощью классической МД воссоздавали коллективные флуктуации с наибольшей амплитудой, а МГК использовали для управления движением вдоль коллективных координат (векторов), стимулируя систему к исследованию новых областей. Результаты вычислительного анализа были сопоставлены с кристаллическими структурами, которые использовали в качестве отправных точек для моделирования и экспериментальными кривыми, полученными при исследовании SpOPB методом МУРР (рис. 1).

В сравнительнov анализе были использованы кристаллические структуры SpOPB с модифицированным шарнирным регионом (PDB ID 7YWS и 7YX7) и первая кристаллическая структура каталитически дефицитного фермента с неповрежденной шарнирной областью (SpOPBS532A, PDB ID 7ZJZ). В обоих случаях фермент был закристаллизован в присутствии полиамина спермина в переходной конформации. Несмотря на сходство кристаллических структур,

было обнаружено важное различие в расположении каталитического D617, что могло быть причиной потери активности при модификации шарнирного региона.

В результате моделирования из переходной конформации, обнаруженной в кристалле методом РСА, была воссоздана открытая конформация белка, наблюдаемая в растворе методом МУРР. Используемая методология обратного моделирования, позволившая воспроизвести конформационный переход in silico, может быть применена к различным системам как для изучения фундаментальных механизмов активности белков, так и для структурно-ориентированного дизайна лекарств.

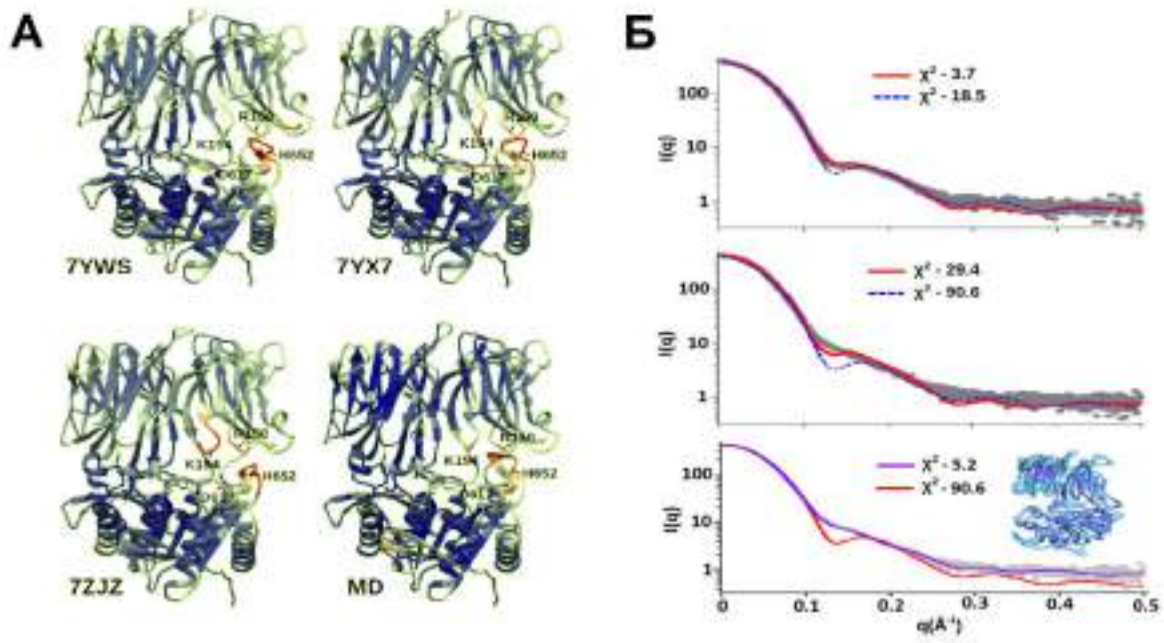


Рис.1. Обратное моделирование конформационного перехода SpOPB. (А) - Сравнение кристаллических структур SpOPB с усредненной структурой, полученной из классической МД. (Б) - Наложение экспериментальных и теоретических кривых МУРР. На верхнем и среднем графиках кривые для усредненных MD-структур (красный) и кристаллической структуры 7ZJZ (синий) были наложены на экспериментальную кривую МУРР (серые точки), полученной в присутствии (верхний) и отсутствии (средний) спермина. Внизу, наложение экспериментального профиля МУРР SpOPB без спермина с теоретическими кривыми для наилучшей структуры МГК (фиолетовый) и кристаллической структуры (красный).

Данная работа была поддержана грантом Российского научного фонда № 21-74-20154. Техническую поддержку оказал ЦКП "Биоорганика" ИБХ РАН.

Структурные исследования гистоноподобного белка из Spiroplasma melliferum комплементарными методами структурной биологии

Агапова Ю.К.[1], Гапонов Ю.А.[1], Алтухов Д.[1], Тимофеев В.И.[1,2], Штыкова Е.В.[2], Бочаров Е.В[3], Ракитина Т.В[1,3].

[1] Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт
[2] Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН
[3] Институт биоорганической химии им. академиков М.М. Шемякина и Ю.А. Овчинникова РАН

Гистоноподобные, ДНК-связывающие белки (HU) относятся к семейству нуклеоид-ассоциированных белков и отвечают за компактизацию ДНК клеток прокариот, а также за регуляцию ДНК-зависимых процессов. Несмотря на то, что в настоящий момент хорошо известно об участии HU в регуляции жизнеспособности и вирулентности патогенных бактерий, поиски химических ингибиторов HU, обладающих антибактериальным действием, затруднены отсутствием явно выраженной области, ответственной за функциональную активность, на которую должен быть направлен ингибитор. Сайт связывания ДНК занимает значительную часть поверхности белка и включает подвижные и неструктурированные области. В связи с этим, интерес представляет поиск путей аллостерического воздействия на димер HU белка, которое будет способствовать нарушению нормальной динамики молекулы (перехода из свободной в ДНК-связывающую конформацию) и стабилизировать HU белок в конформации, не способной к эффективному связыванию ДНК.

В данной работе раствор HU белка из *Spiroplasma melliferum* (HUSpm) изучали методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей (МУРР). Экспериментальные кривые МУРР сравнивали с теоретическими кривыми, рассчитанными как для кристаллической структуры HUSpm (PDB ID 5L8Z), так и для 15 динамических моделей структуры белка в растворе (PDB ID 5OGU), которые были получены с помощью комбинации ЯМР-спектроскопии и молекулярной динамики [1]. Были проанализированы значения следующих параметров: *hi*2 - приведенный хи-квадрат, R_g – радиус вращения (гирации), D_{max} - максимальное расстояние в молекуле, рассчитанное с использованием координат атомов, D_{mon} - расстояние между центрами масс мономеров в димере, MW - молекула масса.

Во всех случаях MW и Rg подтверждали димерную конформацию HUSpm. 15 моделей сструктуры 5OGU были сгруппированы в 2 кластера. Все структуры из кластера 1 имели наименьшие *hi*2 и рассчитанные R_g более близкие к экспериментально-определённому значению, что указывало на то, что эти структуры лучшее соответствуют экспериментальным данным МУРР. При этом значения D_{mon} и D_{max} для структур из кластера 1 были меньше, чем у структур из кластера 2. Это указывало на то, что более компактные структуры из кластера 1 превалируют в растворе белка. Наилучшее соответствие с

экспериментальной кривой МУРР (R_g=2.14 нм) было получено для структуры 2 из кластера-1 (*hi*2=1.28, R_g=2.12 нм), тогда как кристаллическая структура соответствовала экспериментальной кривой чуть хуже (*hi*2=1.36, R_g=2.19 нм) (рис. 1А). Лучшая структура также имела меньший D_{mon}, чем у кристаллической структуры, что указывает на возможность сближения мономеров в димере HUSpm в растворе.

Анализ поверхности раздела мономеров в димере HUSpm выявил два ароматических кластера стэкинг-взаимодействий; по данным ЯМР эти кластеры ответственны за структурную пластичность молекулы и могут обеспечивать возможность взаимного скольжения мономеров навстречу друг другу. (рис. 1Б и С) [1].

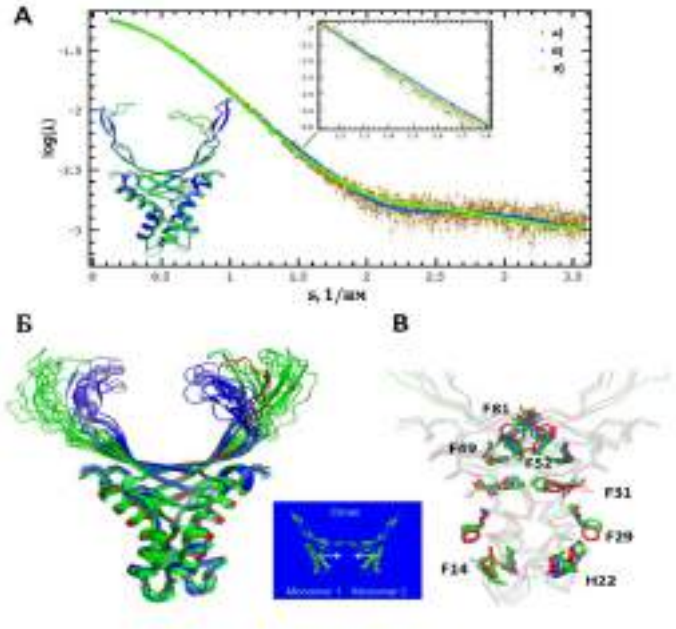


Рис.1. Вариабильность структуры HUSpm по данным РСА, ЯМР и МУРР. А. Экспериментальная кривая МУРР (а) и ее сопоставление с расчетными кривыми МУРР, полученными для кристаллической структуры (б) и лучшей модели структуры в растворе (в). Наложение соответствующих структур показано снизу. Б. Наложение двух кластеров структуры 5OGU (зеленый и синий) и кристаллической структуры 5L8Z (красный). С. Два ароматических центра стэкинг взаимодействий на границе раздела мономеров HUSpm. Цветовая кодировка аналогична В.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект № 20-04-01001).

Список литературы:

[1] Timofeev V.I. et al. *J Biomol Struct Dyn*, **36**, 4392-4404 (2018).

Обнаружение и последующее исследование микрочастиц урана в образцах лёгочной ткани

Бабенко А.С., Комаров Ю.А., Жуков А.В., Жижин К.Д., Рябоченко М.Д., Демидов Н.Н., Кучкин А.В., Стебельков В.А.

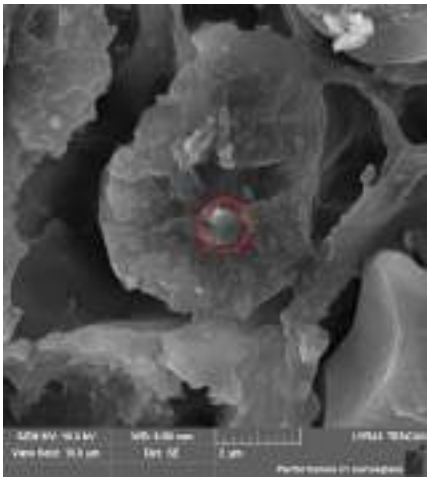
[1]НП «Лаборатория анализа микрочастиц»

e-mail:a.babenko@lma.su

Исследование характеристик радиоактивных, в частности, урановых микрочастиц является одним из основных механизмов обнаружения незаявленной ядерной деятельности, а также раскрытия преступлений с ядерными и другими радиоактивными материалами (ЯРМ). Методы и информативность исследования урановых микрочастиц в пробах окружающей среды и на предметах вещной обстановки известны [1], [2], [3]. Однако при расследовании ряда инцидентов полезная информация о ЯРМ может быть получена только в результате анализа материалов аутопсии [4], в которых микрочастицы ЯРМ инкорпорированы в биологическую ткань.

Цель данной работы заключалась в определении возможности обнаружения и получения информации о морфологии и элементном составе альфа-излучающих микрочастиц в биологических образцах, а также об изотопном составе входящих в эти частицы радиоактивных химических элементов. В работе исследовались срезы лёгких человека, в которые попали радиоактивные микрочастицы. Ткань лёгких была пропитана парафином и нарезана с помощью микротома на тонкие образцы толщиной около 5 мкм.

Для обнаружения альфа-излучающих микрочастиц в лёгочной ткани использовались методы альфа-авторадиографии с детектором CR-39. Альфа-авторадиография образцов выявила присутствие в них шести альфа-излучающих участков. Перед последующим анализом препарата зондовыми методами для исключения его зарядки был нанесён слой золота. С помощью РЭМ Tescan Lyra-3 с рентгеновским микроанализатором Oxford instruments X-MAN^{N} в двух из них удалось идентифицировать и исследовать две частицы. Фотографии этих частиц приведены на рис. 1.



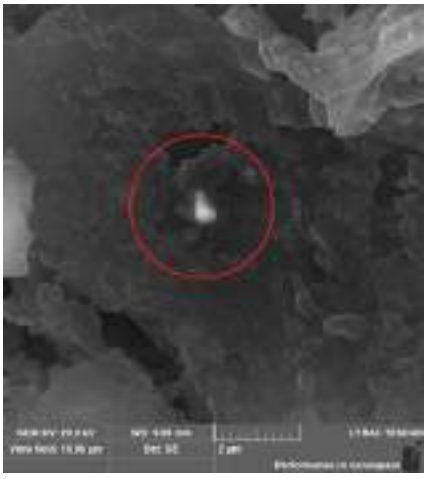


Рис. 1. Фотографии двух обнаруженных частиц, содержащих уран, в парафиновом срезе легкого человека,

Частицы имели в своём составе только уран и кислород, Размеры частиц составляли 0,25 мкм и 0,3 мкм. Последующий масс-спектрометрический анализ, выполненный с помощью масс-спектрометра вторичных ионов Cameca IMS-1280, показал, что уран в обеих частицах имеет одинаковый изотопный состав. Концентрация урана-235 и урана-236 равна 1,2% и 0,14% соответственно.

Исследование препарата с помощью масс-спектрометра Cameca IMS-1280 выявило и ещё одну микрочастицу урана на одном из альфа-излучающих участков, которая не была обнаружена с помощью РЭМ-РМА. Концентрации урана-235 и урана-236 в уране это частицы равны соответственно (3,96 ± 0,03) % и (0,047 ± 0,003)%.

На трёх альфа-излучающих участках образа частицы, выявленные с помощью альфа-авторадиографического метода не были обнаружены зондовыми методами ни с помощью РЭМ-РМА, ни с помощью МСВИ. Одним из возможных объяснений этому может быть малый размер частиц на этих участках.

Таким образом, комплексный подход, включающий в себя использование методов альфа-авторадиографии, РЭМ-РМА и МСВИ, позволяет найти и исследовать индивидуальные микрочастицы урана в лёгочной ткани.

Список литературы:

[1] V. Stebelkov. Informativeness of Morphology Analysis of Uranium Microparticles from Industrial Dust at Nuclear Plants. International Conference GLOBAL 2005 “Nuclear Energy Systems for Future Generation and Global Sustainability”, October 9-13, 2005, Tsukuba, Japan. Paper No. 084

[2] В.Г. Дюков, В.Б. Митюхляев, В.А. Стебельков, В.В. Хорошилов. Повышение точности анализа состава микрочастиц в РЭМ-РМА за счет снижения энергии электронов зонда и сглаживания их рельефа ионным пучком. «Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования», 2015, № 9, с.с. 58 … 63

[3] J. Schwantes, O. Marsden, F. Taylor. Fifth Collaborative Materials Exercise After Action Report, ITWG, 2018, 103 p.

[4] В.В. Уйба, Ю.Е. Квачева, В.А. Стебельков и др. Полониевая версия смерти Ясира Арафата: Результаты российских исследований // Медицинская радиология и радиационная безопасность. – 2015. – Т.60. - №3. - с. 41-49

Спектроскопия комбинационного рассеяния слоев силицидов железа, полученных методом импульсного лазерного осаждения

Нежданов А.В.*, Николичев Д.Е., Крюков Р.Н., Лесников В.П., Кузнецов Ю.М., Здоровейщев А.В., Здоровейщев Д.А., Дорохин М.В., Машин А.И., Скрылев А.А., Зубков С.Ю.

ННГУ им. Н.И. Лобачевского
**nezhdanov@phys.unn.ru*

Интерес к формированию слоёв силицида железа прежде всего связан с широким спектром физических свойств, связанных с большим количеством возможных фаз у системы FeSi. Так, например, фаза β-$FeSi_2$ является прямозонным полупроводниковым соединением с шириной запрещенной зоны от 0,83 до 0,87 эВ, что перспективно для телекоммуникационных задач и создания излучателей в области длин волн 1,55 мкм. С другой стороны, фаза β-$FeSi_2$ обладает высоким коэффициентом Зеебека (2 мВ/К при 160 К) [1], в области низких температур этот факт открывает возможности использования данного материала в качестве эффективного термоэлектрика.

Основной проблемой изучения плёнок силицидов железа, полученных различными методами, является наличие в них разнообразных фаз соединений Fe-Si, что вносит существенные осложнения в диагностику состава этого материала.

Целью данной работы было изучение фазового состава плёнок FeSi методом спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС) в зависимости от концентрации железа и кремния в них. Плёнки формировались методом импульсного лазерного осаждения (ИЛО) в вакууме [2] на кристаллических подложках двух типов: сапфир с ориентацией (1102) и арсенида галлия, покрытого слоем аморфного Al_2O_3 толщиной ~ 20 нм. Наличие слоя оксида алюминия должно препятствовать диффузии 3*d*-металла в полупроводниковую подложку. Толщина исследуемых плёнок составляла ~ 50 нм. Концентрация железа в пленках определялась геометрическим углом сектора Fe в распыляемой составной мишени (240°, 90° и 60°) и содержание его уточнялось методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Температура подложки поддерживалась постоянной в течении всего процесса напыления и составляла 200 °С.

Фазовый анализ полученных структур проводился путем регистрации спектров КРС на установке NTEGRA SPECTRA (NT-MDT, Россия) при комнатной температуре. Для возбуждения спектров использовались лазеры с длиной волны 473 и 632,8 нм. Излучение фокусировалось 100× объективом с апертурой NA=0,9. Мощность излучения лазеров составляла ~ 0,2 мВт.

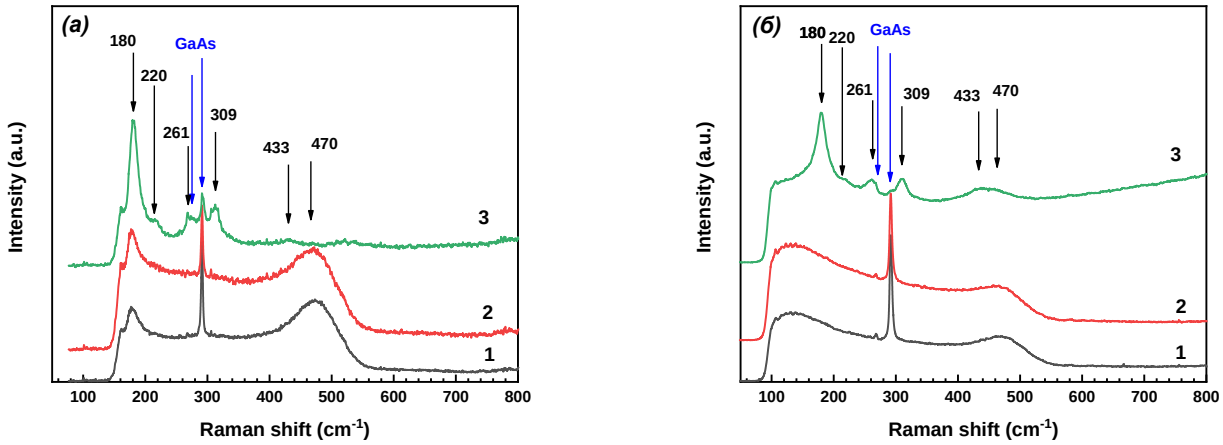


Рис.1. Спектры КРС плёнок $FeSi/Al_2O_3/GaAs$ при изменении содержания железа в мишени для ИЛО (1 - угол накладки Fe равен 60°, 2 - 90°, 3 - 240°): а) возбуждение лазером 473 нм, б) возбуждение лазером 632,8 нм.

При малых содержаниях железа (угол накладки Fe равен 60° и 90°) наблюдается широкий континуум от 100 до 600 $см^{-1}$ с максимумом в области 470 $см^{-1}$, относящийся к поперечной оптической моде (TO) аморфного кремния. Также в этих пленках наблюдаются узкие линии на 268 и 290 $см^{-1}$, относящиеся к подложке GaAs. К сплаву FeSi, согласно литературным данным [3], относятся относительно широкие пики в области 180 и 309 $см^{-1}$, интенсивность которых увеличивается с ростом содержания железа в плёнке. При максимальном содержании Fe (угол накладки 240°) наблюдается появление дополнительных пиков в районе 220, 261 и 433 $см^{-1}$, что косвенно может свидетельствовать о появлении фазы β-$FeSi_2$ [2].

Работа выполнена в рамках реализации проекта Н-487-99_2021-2022 по программе стратегического академического лидерства «Приоритет-2030»

Список литературы:

[1] Behr G. *et al.,* Phys. Stat. Sol. A, **160**, 549 (1997)
[2] Kuznetsov Yu.M. *et al*., Sem., **55** (9), 773 (2021)
[3] Farzana R. *et al*., Waste Management and Res., **34** (2), 113 (2016)

Исследование химических свойств слоев силицидов железа, полученных лазерным осаждением

Николичев Д.Е., Крюков Р.Н., Нежданов А.В., Лесников В.П., Кузнецов Ю.М., Здоровейщев А.В., Здоровейщев Д.А., Дорохин М.В., Скрылев А.А., Зубков С.Ю.

ННГУ им. Н.И. Лобачевского
e-mail: nikolichev@unn.ru

Основной проблемой получения высокоэффективных термоэлектриков является пропорциональная связь электропроводности и теплопроводности. Металлы как хороший электрический проводник одновременно имеют высокий коэффициент теплопроводности. На практике сложно изменить независимо эти параметры для любого материала. Выход с термоэлектриками – это выбор материала с потенциально высокой термоэлектрической добротностью и поиск возможности модификации состава и структуры путем изменения условий формирования, в первую очередь, для уменьшения теплопроводности материала.

Фаза β-$FeSi_2$, помимо ее прямозонности и малой ширины запрещенной зоны, обладает достаточно высоким коэффициентом Зеебека в области низких температур [1], тогда применимость силицидов железа в разных композициях и исследование их фазово-химического состава, выходит на передний план.

Целью работы являлось изучение химических свойств тонких пленок силицидов железа, полученных методом импульсного лазерного осаждения (ИЛО) из вращающейся мишени кремния с секторными накладками железа, имеющими различные углы [2]. Плазменный факел формировался импульсным YAG:Nd-лазером. При температуре подложки 200 °C напыление производилось в течении 40 минут. Скорость осаждения материала составляла 1 – 2 нм/мин, и средняя толщина пленок выдерживалась ~60 нм. Концентрация железа в пленках определялась углом сектора Fe в распыляемой составной мишени.

Выбор подложек был продиктован двумя критичными моментами: 1) сапфировая подложка не допускает диффузии материала слоя, - в первую очередь, 3*d*-металла [3], и тогда покрытие подложки слоем Al_2O_3 так же должно эффективно ее останавливать; 2) т.к. методом регистрации фазовых состояний выбрана спектроскопии комбинационного рассеяния света, то подложка Si не подходит из-за наличия сигнала кремния от нее. В итоге подложка сапфира была выбрана в качестве реперной, а подложка арсенида галлия с 20 нм стоп-слоем Al_2O_3 – для оценки возможности формирования слоев на полупроводнике.

Оптимизацией угла наклона плазменного факела относительно подложки

в установке ИЛО было уменьшено количество и размер каплеобразных дефектов. Методы РЭМ, АСМ и конфокальной микроскопии подтвердили это.

Химический анализ, проведенный методом рентгеновской фотолектронной спектроскопии с послойным профилированием концентрации по глубине ионным распылением в вакууме показал, что на гетерогранице пленки с подложкой и для структур FeSi/сапфир, и $FeSi/Al_2O_3/GaAs$ профили распределения идентичны, поэтому слой Al_2O_3, выращенный на GaAs методом электронного испарения, столь же эффективно останавливает диффузию материала пленки, как и сапфир.

Основной достигнутый результат в химическом анализе структур методом РФЭС представлен на рисунке 1. Если при пересыщении атомами железа оно неэффективно связывалось с кремнием, выделялось на гетерогранице с Al_2O_3 и разделялось в пленке (Рис.1 а), то для угла сектора Fe в 90 градусов железо почти полностью до 90% соединилось с кремнием (Рис. 1 б).

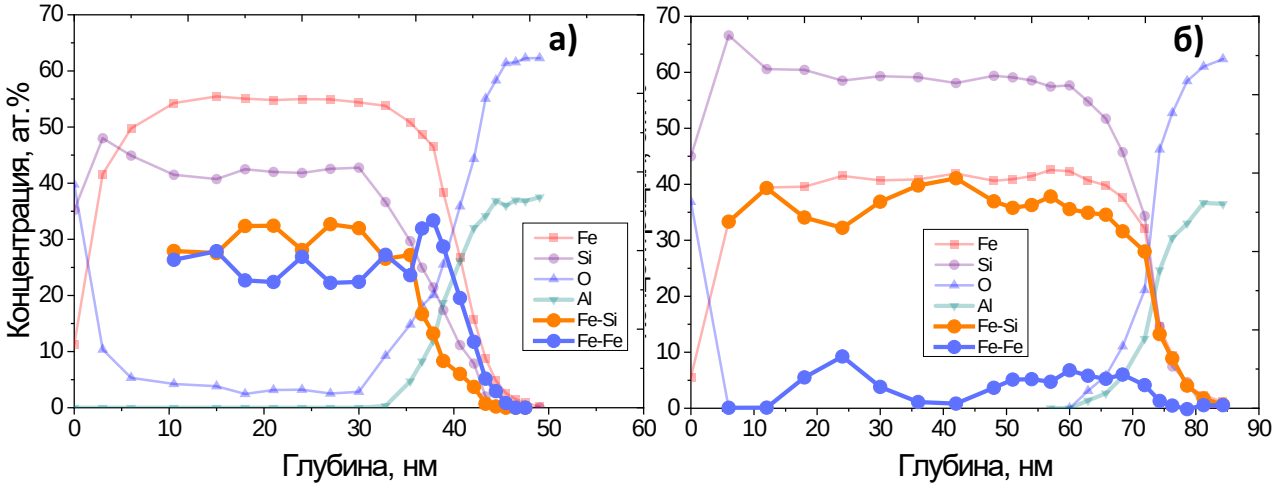


Рис.1. Профили распределения концентрации элементов и химических связей Fe-Fe и Fe-Si в структурах $FeSi/Al_2O_3/GaAs$ при изменении содержания железа в мишени для ИЛО: а) угол накладки Fe равен 240°, б) угол равен 90°.

В слоях силицидов железа с высокой концентрацией Fe особо сильно происходит разделение материала (Рис.1 а) с выделением соединений элементного железа, что наблюдалось в других полупроводниковых материалах, содержащих 3d-металлы, например, на основе A^3FeB^5 [3].

Слои силицидов железа, выращенные методом ИЛО, не проявили высокой термоэлектрической эффективности при комнатной температуре, и дальнейший прогресс видится в комбинации фазово-химических, структурных свойств и эффективности образования силицидов.

Метод ИЛО позволяет повторяемо и в широких пределах изменять химические свойства тонкопленочных структур на основе силицидов железа.

Работа выполнена в рамках реализации проекта Н-487-99_2021-2022 по программе стратегического академического лидерства «Приоритет-2030»

Список литературы:

[1] Behr G. *et al.,* Phys. Stat. Sol. A, **160**, 549 (1997)
[2] Kuznetsov Yu.M. *et al*., Sem., **55** (9), 773 (2021)
[3] Ohnuma I. *et al.*, ISIJ International, **52** (4), 540 (2012)

XAS исследование Si, имплантированного Zn, после облучения быстрыми ионами Xe

Храмов Е.В.[1], Скуратов В.А.[2], Куликаускас В.С.[3], Привезенцев В.В.[4,*]

[1]НИЦ «Курчатовский Институт», Москва 123182, Россия
[2]Объединенный институт ядерных исследований, Дубна, Московская обл. 141980, Россия
[3]НИИ ядерной физики, МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва 119991, Россия
[4]ФНЦ «НИИ системных исследований РАН», Москва 117218, Россия
**corresponding author e-mail: v.privezentsev@mail.ru*

В работе [1] была предложена методика модификации металлических наночастиц (НЧ) в полупроводниковых или оксидных матрицах путем облучения быстрыми тяжелыми ионами (БИТ). Такое облучение приводит к образованию латентных треков - неупорядоченных областей нанометрового размера вокруг траектории иона [2, 3]. Это вызывает изменение формы и размеров металлических НЧ. В настоящем сообщении мы анализируем изменение структуры НЧ цинка в матрице Si после облучения БТИ.

Образцы Si имплантировались ионами $^{64}Zn^{+}$ с дозой 5×10^{16}/см^2 и энергией 50 кэВ при температуре 350^{o}C. После имплантации в Si формировались НЧ цинка с размером порядка 10 нм [4]. Параметры облучения ионами Xe: энергия 167 МэВ, флюенсы 2×10^{13} и 5×10^{14}/см$^{-2}$. Образцы исследовались методом спектроскопии поглощения рентгеновских лучей (XAS) на K-крае Zn. Измерения были выполнены на экспериментальной станции «Структурное Материаловедение» (СТМ) источника синхротронного излучения «КИСИ-Курчатов» [5, 6]. Спектры измерялись в режиме флуоресценции при помощи воздушной ионизационной камеры и детектора Amptek X123 SDD. Сканирование по энергии осуществляли с помощью однокристалльного монохроматора Si (111) с вырезом («Бабочка»). Для обработки спектров XAS использовали программный пакет IFEFFIT [7, 8]. Фурье-трансформанты EXAFS извлекали с весовым коэффициентом kw=2 в диапазоне волновых чисел k=2÷8 Å^{-1} и моделировали в диапазоне межатомных расстояний R =1–3 Å.

Были получены спектры XANES и Фурье-трансформанты EXAFS на K-крае Zn. По данным XANES, во всех образцах Zn имеет сходное локальное окружение и находится в металлической фазе. По данным EXAFS, выявляются различия между образцами. Наиболее интенсивный пик Фурье-трансформант находится в диапазоне 2–3 Å и соответствует расщепленной первой координационной сфере в структуре Zn. Для образцов после облучения Xe интенсивность этого пика заметно снижается по сравнению с образцом после имплантации Zn. Это указывает на очень сильное разупорядочение локальной структуры, характерное для мелких НЧ.

В гексагональной структуре металлического цинка два кратчайших расстояния металл-металл отличаются менее чем на 0.2 Å, поэтому для

моделирования EXAFS нужно использовать как минимум два пути рассеяния фотоэлектронов Zn-Zn. Результаты моделирования показаны в Таблице 1. В исходном образце оба координационных числа равны объемному значению 6. После облучения ионами Xe координационные числа снижаются, причем сначала уменьшается КЧ, соответствующее большему межатомному расстоянию Zn-Zn, что соответствует уменьшению размеров частиц. В пользу именно уменьшения размеров, а не разупорядочения структуры, также свидетельствуют почти неизменные факторы Дебая, которые в случае разупорядочения значительно возрастают.

Таблица 1. Результаты моделирования EXAFS. Здесь N –координационное число, R – межатомное расстояние, σ^2 – фактор Дебая, R_f- R-фактор.

Образец	N_{Zn-Zn}	R_{Zn-Zn}, Å	σ^2, Å^2	R_f, %
as implanted	6 ± 1	2.59	0.0163	1.9
	6 ± 1	2.72	0.0125	
2×10^{13}/см^2	6 ± 1	2.63	0.0104	0.7
	1 ± 1	2.80	0.0017	
5×10^{14}/см^2	4 ± 2	2.58	0.0071	2.8
	4 ± 2	2.78	0.0072	

Таким образом, по данным XAS имплантированный Zn представляет собой сравнительно крупные НЧ металла с КЧ, равными объемным значениям, что характерно для частиц с размером более 10 нм. После облучения ионами Xe наночастицы Zn уменьшаются в размерах до диаметра менее 5 нм.

Данная работа была выполнена в рамках госзадания ФНЦ НИИСИ РАН № ENEP-2022-0003.

Список литературы:

[1] C. D'Orleans, J. Stoquert, C. Estourne's at al. 2003, Phys. Rev. B, v. 67, p. 220101R

[2] W. Wesch, E. Wendler. Ion-beam modification of solids, Series in Surf. Sci., v. 61, Springer, 2016.

[3] F. Komarov, O. Milchanin, V. Skuratov et al. 2016, Bull. Russ. Acad. Sci.: Physics. v. 80, p. 160.

[4] V. Privezentsev, V. Skuratov, V.Kulikauskas et al. Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B, 2019, v. 460, p. 56.

[5] A. Chernyshov, A. Veligzhanin, Y. Zubavichus, Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A, 2009, v. 603, p. 95.

[6] N. Trofimova, A. Veligzhanin, V. Murzin, A. Chernyshov, E. Khramov, V. Zabluda, I. Edel'man, Y. Slovokhotov, Y. Zubavichus, Ross. Nanotechnol. 2013, v. 8, p. 396.

[7] B. Ravel, J. Synchrotron. Rad. 2005, v. 12, p. 537.
[8] M. Newille, J. Synchrotron. Rad. 2001, v. 8, p. 322.