

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова
Сибирского отделения Российской академии наук
(ИФП СО РАН)

УДК 548.571
№
Инв. №

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор ИФП СО РАН,
член – корр. РАН
А.В. Латышев
« ____ » _____ 2015 г.

ОТЧЕТ
О ВЫПОЛНЕННЫХ РАБОТАХ

по теме:

«Поддержка и развитие центра коллективного пользования научным оборудованием
"НАНОСТРУКТУРЫ" в области индустрии наносистем, информационно-
телекоммуникационных систем; транспортных и космических систем»

Шифр заявки «2014-14-595-0001-030»

(заключительный)

Этап 3: «Реализация Программы развития ЦКП "НАНОСТРУКТУРЫ" на второе
полугодие 2015 года»

(Соглашение с Минобрнауки России о предоставлении субсидии
от «22» августа 2014 г. № 14.621.21.0004)

Руководитель темы,
член-корр. РАН, д.ф.-м.н., профессор

А.В. Латышев

Новосибирск 2015

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель темы:

директор, член-корр. РАН

А.В.Латышев (введение, заключение)

Исполнители темы

снс	к.ф.-м.н	Т.И. Батурина (раздел 3)
аспирант		С.А. Бацанов (раздел 3)
нс		Т.А. Гаврилова (раздел 2)
аспирант		Л.С. Голобокова (раздел 3)
внс	к.ф.-м.н.	А.К. Гутаковский(раздел 1-3)
инженер-технолог		Т.А. Живодкова (раздел 2)
ведущий инженер-технолог		Ю.А. Живодков (раздел 2)
инженер-технолог		М.М. Качанова (раздел 2)
аспирант		А.С. Кожухов (раздел 3)
магистрант		Д.А. Колотовкина (раздел 3)
снс	к.ф.-м.н	С.С. Косолобов (раздел 1-3)
инженер		А.Г. Мамонтова (раздел 3)
нс		Д.А. Насимов (раздел 2)
снс	к.ф.-м.н	Ю.В. Настаушев (раздел 2)
аспирант		Д.И. Рогило (раздел 3)
мнс	к.ф.-м.н	Е.Е. Родякина (раздел 3)
магистрант		А.В.Рыжих (раздел 3)
аспирант		С.В. Ситников (раздел 3)
снс	к.ф.-м.н.	В.А. Ткаченко (раздел 3)
снс	к.ф.-м.н.	О.А. Ткаченко (раздел 3)
инженер		Д.Е. Уткин (раздел 3)
внс	к.ф.-м.н	Л.И. Федина (раздел 3)
магистрант		С.Е. Хандархаева (раздел 3)
инженер-технолог		А.Г. Черков (раздел 2)
инженер-технолог		Г.Н. Шевченко (раздел 2)
внс	д.ф.-м.н	А.А. Шкляев (раздел 3)
снс	к.ф.-м.н	Д.В. Щеглов (раздел 1-3)
нормоконтролер		Н.А. Шалыгина (раздел 2)

РЕФЕРАТ

Отчет 32 с., 1 таблица, 4 ссылки на литературу, 2 приложения

ЦЕНТР КОЛЛЕКТИВНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ, ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ, АТОМНО-СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ, СКАНИРУЮЩАЯ ТУННЕЛЬНАЯ МИКРОСКОПИЯ, ПОЛУПРОВОДНИКОВЫЕ И МОЛЕКУЛЯРНЫЕ НАНОСТРУКТУРЫ, НАНОЛИТОГРАФИЯ.

Цель проекта - реализация Программы развития ЦКП "«Технологии наноструктурирования полупроводниковых, металлических, углеродных, биоорганических материалов и аналитические методы их исследования на наноуровне» (ЦКП "НАНОСТРУКТУРЫ") на 2014-2015 годы для повышения уровня сложности и расширение перечня выполняемых научно-технических услуг за счет обновления и модернизации материально-технической базы ЦКП, развития нормативно-методической, метрологической и информационной составляющих деятельности ЦКП.

Во введении рассмотрена актуальность и основная цель проекта, работы выполненные на предыдущих этапах проекта за счет средств Субсидии и внебюджетных средств, задачи, выполненные на третьем этапе проекта.

В первом разделе представлены результаты работ, выполненных за счет средств субсидии на третьем этапе проекта: закупка современного дорогостоящего научного оборудования стоимостью свыше 1 млн. рублей; монтаж и ввод в эксплуатацию оборудования, модернизация, содержание и ремонт научного оборудования ЦКП, проведение мероприятий, направленных на достижение заданных значений индикаторов и показателей выполнения работ.

Во втором разделе представлены результаты работ выполненных за счет внебюджетных средств на третьем этапе проекта: модернизация, содержание и ремонт научного оборудования, разработка новых методик выполнения измерений, метрологическое обеспечение деятельности ЦКП, повышение доступности приборной базы ЦКП для внешних и внутренних пользователей ЦКП, Проведение научно-исследовательских работ коллективами исследователей, в том числе внешними по отношению к базовой организации. Приведены наиболее интересные результаты, полученные при выполнении научных исследований на оборудовании ЦКП «Наноструктуры» для подразделений базовой организации и для сторонних пользователей. Основные полученные результаты проведенных научных исследований в рамках проекта являются новыми, имеют фундаментальный характер и соответствуют мировому уровню. Приведен список публикаций с результатами исследований для базовой и сторонних организаций

В заключении сделаны выводы о выполнении третьего этапа проекта и проекта в целом.

В приложении 1 размещён акт о вводе в эксплуатацию лазерного комплекса для компарирования размеров в микрометровом и нанометровом диапазонах.

В приложении 2 приведены акт испытаний, методика, протокол испытания и приказ о назначении комиссии по испытанию методики измерений линейных размеров и количества слоев углеродных нанотрубок с применением высокоразрешающего просвечивающего электронного микроскопа.

Полученные результаты будут востребованы научным сообществом, научно-исследовательскими организациями и высшими учебными заведениями, выполняющими исследования и разработки по приоритетным направлениям развития науки и технологий в интересах создания научно-технического задела для обеспечения инновационного развития экономики Российской Федерации. Формирование современной приборно-инструментальной базы единой национальной инфраструктуры сектора исследований и разработок, обеспечит проведение многопрофильных, многометодовых и междисциплинарных исследований; новое качество исследований, соответствующее мировому уровню; эффективную внутреннюю и международную кооперацию в инновационной сфере.

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

ЦКП – центр коллективного пользования

ИФП СО РАН- Институт физики полупроводников Сибирского отделения Российской академии наук

ФЦНТП – федеральная целевая научно-техническая программа

ФЦП – федеральная целевая программа

НИР – научно-исследовательская работа

СЭМ - сканирующая электронная микроскопия

АСМ - атомно-силовая микроскопия

СР- сверхрешетка

МЛЭ – молекулярно-лучевая эпитаксия

ВРЭМ - высокоразрешающая электронная микроскопия

EDX – energy dispersion X-ray

ПЭМ - просвечивающая электронная микроскопия

HREM – high resolution electron microscopy

HAADF- high angle annular dark field

STEM - scanning transmission electron microscopy

СТМ - сканирующая туннельная микроскопия

EF TEM –energy filtered transmission electron microscopy

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	7
ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ	10
1. Работы, выполненные за счет средств субсидии на третьем этапе проекта	10
1.1. Закупка современного дорогостоящего научного оборудования стоимостью свыше 1 млн. рублей (п.3.1 Программы развития ЦКП).	10
1.2. Модернизация, содержание и ремонт научного оборудования ЦКП (п.3.3 Программы развития ЦКП)	13
1.3. Монтаж и ввод в эксплуатацию нового закупленного оборудования	13
1.4. Проведение мероприятий, направленных на достижение заданных значений индикаторов и показателей выполнения работ	13
2. Работы, выполненные за счет внебюджетных средств на третьем этапе проекта	14
2.1. Модернизация, содержание и ремонт научного оборудования ЦКП (п.3.3 Программы развития ЦКП)	14
2.2. Разработка новых методик выполнения измерений (п.3.4 Программы развития ЦКП)	14
2.3. Метрологическое обеспечение деятельности ЦКП (п.3.6 Программы развития ЦКП)	14
2.4. Повышение доступности приборной базы ЦКП для внешних и внутренних пользователей ЦКП (п.3.7 Программы развития ЦКП)	15
2.5. Проведение научно-исследовательских работ коллективами исследователей, в том числе внешними по отношению к базовой организации	15
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	17
Список литературы	20
ПРИЛОЖЕНИЕ 1	21
ПРИЛОЖЕНИЕ 2	22

ВВЕДЕНИЕ

Развитие твердотельных нанотехнологий базируется на использовании высокотехнологического оборудования и современных аналитических методов физико-химической диагностики на атомно-молекулярном уровне. Широкое освоение этих методов и развитие фундаментальных представлений о новых явлениях, структуре и свойствах поверхности, границ раздела и объема нанообъектов является необходимым условием развития новых технологий и связанных с ними направлений науки, техники и производства, в том числе методов атомно-молекулярного конструирования. Наиболее эффективным способом решения данной проблемы является обеспечение равного доступа ученых и исследователей к дорогостоящим исследовательским комплексам, научному оборудованию и технологическим установкам. Реализация форм коллективного использования дорогостоящего оборудования для проведения поисковых исследований выступает основной целью создания и деятельности центров коллективного пользования научным оборудованием (далее - ЦКП). Одним из таких центров является ЦКП «Технологии наноструктурирования полупроводниковых, металлических, углеродных, биоорганических материалов и аналитические методы их исследования на наноуровне» (ЦКП "НАНОСТРУКТУРЫ"), главной задачей которого является предоставление научно-исследовательским, инновационным и технологическим организациям Сибирского региона возможности использования в своих работах современных уникальных и дорогостоящих приборов, входящих в его структуру. ЦКП "НАНОСТРУКТУРЫ" специализируется в области исследований физико-химических свойств поверхности и границ раздела и объемных физических и химических свойств полупроводниковых кристаллических и некристаллических систем. Успешное выполнение таких исследований требует постоянного совершенствования, как материальной, так и методологической базы центра.

Целью настоящего проекта являлось решение следующих задач.

1. Повышение эффективности выполнения перспективных междисциплинарных исследовательских проектов по приоритетным направлениям развития науки и технологий Российской Федерации и перспективных научных задач, в том числе в кооперации с ведущими мировыми научными и исследовательскими центрами.
2. Реализация Программы развития ЦКП "НАНОСТРУКТУРЫ" на 2014-2015 годы для повышения уровня сложности и расширение перечня выполняемых научно-технических услуг за счет обновления и модернизации материально-технической базы ЦКП, развития нормативно-методической, метрологической и информационной составляющих

деятельности ЦКП. Реализация Программы развития ЦКП на 2014-2015 годы включает в себя проведение следующего комплекса мероприятий:

- дооснащение приборно-аналитической базы ЦКП современным дорогостоящим научным и метрологическим оборудованием (стоимостью свыше 1 млн. рублей) в объеме не менее 80 процентов стоимости проекта;
- обеспечение доступности и востребованности оборудования ЦКП для проведения научно-исследовательских работ коллективами исследователей, в том числе внешними по отношению к базовой организации;
- развитие системы нормативно-методического, метрологического и информационного обеспечения деятельности ЦКП;
- развитие кадрового потенциала ЦКП;
- обеспечение достижения значений индикаторов и показателей выполнения работ.

Часть этих мероприятий была выполнена на предыдущих этапах проекта, в частности, закуплена и введена в эксплуатацию установка COMPACT-21 фирмы RIBER (Франция) для проведения *in situ* измерений физико-химических параметров наноструктур на основе полупроводниковых нитридов в условиях сверхвысокого вакуума стоимостью 48 000 000 руб. и дополнительный модуль откачки стоимостью 2 238 645 руб.; выполнены работы по модернизации, содержанию и ремонту научного оборудования ЦКП; разработана методика измерений линейных размеров углеродных нанотрубок с применением атомно-силового микроскопа; обновлен состав исполнителей проекта за счет обучения и привлечения к НИР студентов и аспирантов ВУЗов; расширен перечень услуг повышенной сложности за счет использования новых аналитических и технологических возможностей закупаемого/модернизированного оборудования ЦКП; установлены контакты с зарубежными исследователями и технологами для развития внутренней и международной кооперации ЦКП в научной и инновационной сферах; выполнены совместные исследования с использованием оборудования ЦКП «Наноструктуры» при ИФП СО РАН для 18-ти сторонних организаций, включая две зарубежные.

На третьем этапе проекта (заключительном) планировалось решение следующих задач за счет средств Субсидии:

- закупка современного дорогостоящего научного оборудования стоимостью свыше 1 млн. рублей. (п.3.1 Программы развития ЦКП);
- модернизация, содержание и ремонт научного оборудования ЦКП (п.3.3 Программы развития ЦКП);
- монтаж и ввод в эксплуатацию нового закупленного оборудования.

- проведение мероприятий, направленных на достижение заданных значений индикаторов и показателей выполнения работ.

За счет внебюджетных средств:

- модернизация, содержание и ремонт научного оборудования ЦКП (п.3.3 Программы развития ЦКП);

- разработка новых методик выполнения измерений (п.3.4 Программы развития ЦКП);

- метрологическое обеспечение деятельности ЦКП (п.3.6 Программы развития ЦКП);

- повышение доступности приборной базы ЦКП для внешних и внутренних пользователей ЦКП (п.3.7 Программы развития ЦКП);

- проведение научно-исследовательских работ коллективами исследователей, в том числе внешними по отношению к базовой организации.

В настоящем отчете представлены основные результаты, полученные на третьем этапе проекта.

Все работы проводились согласно Плану-графику исполнения обязательств по Соглашению о предоставлении субсидии № 14.621.21.0004 от 22 августа 2014 г, в том числе заданию на выполнение работ с учетом требований, предусмотренных нормативными и законодательными актами Российской Федерации.

ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ

1 Работы, выполненные за счет средств субсидии на третьем этапе проекта

1.1. Закупка современного дорогостоящего научного оборудования стоимостью свыше 1 млн. рублей (п.3.1 Программы развития ЦКП)

На третьем этапе проекта согласно договору № 0351100006015000044-0001422-01 от 16 ноября 2015 года закуплен лазерный комплекс для компарирования размеров в микрометровом и нанометровом диапазонах общей стоимостью 44 000 000 рублей в составе:

- лазерный блок высокого разрешения на базе микроскопа Axio Imager, Carl Zeiss, Германия;
- сенсорный блок высокого разрешения на базе атомно-силового микроскопа MultiMode8, Bruker, США,

Основные технические сведения и характеристики представлены в таблице 1.

Таблица 1. Технические сведения и характеристики

№ п/п	Наименование параметра
1.	Лазерный блок высокого разрешения
1.1.	Блок позволяет наблюдение непрозрачных образцов, находящихся на предметном столе и освещённых внешним источником света.
1.2.	Для визуализации образца используются масштабирующие оптические модули: Масштаб 1:5, разрешающая сила 0.13 Масштаб 1:10, разрешающая сила 0.25 Масштаб 1:20, разрешающая сила 0.6 Масштаб 1:50, разрешающая сила 0.7 Масштаб 1:100, разрешающая сила 0.95
1.3.	Масштабирующие оптические модули закреплены в моторизованное карусельное устройство, позволяющее быстрое переключение между разными модулями. Количество посадочных мест для масштабирующих оптических модулей 6.
1.4.	Оптическая высота масштабирующих оптических модулей: 45 мм, одинаковая у всех модулей, входящих в комплект.
1.5.	Освещение образца производится сверху через те же самые масштабирующие оптические модули, которые используются для визуализации с помощью блока отклонения луча со светоделительными элементами.
1.6.	Осветительная система имеет рабочий диапазон длин волн: 340 – 1100 нм.
1.7.	Светопропускание осветительной системы на длинах волн 340 нм и 1100 нм: 40%.
1.8.	Светоделительные элементы закреплены в моторизованное карусельное устройство, позволяющее быстрое переключение между разными элементами. Количество посадочных мест для светоделительных элементов: 6.
1.9.	Осветительная система встроенная в станину прибора и имеет источник света с галогенной лампой мощностью 100 Вт.
1.10.	Блок питания галогенной лампы: внешний, стабилизированный к перепадам напряжения в сети питания.
1.11.	Управление моторизованными функциями прибора осуществляется с помощью встроенного в штатив ЖК-экрана, а также программно от компьютерной станции.
1.12.	ЖК-экран сенсорного типа, цветной, закреплён эргономично с правой стороны станины прибора на уровне расположения образца.
1.13.	Моторизованная фокусировка объективов: минимальный шаг 10 нм.
1.14.	Предметный стол имеет моторизованный привод и диапазон хода в плоскости XY 130x85 мм.
1.15.	Предметный столик имеет твердосплавное покрытие устойчивое к механическим воздействиям, кислотам и щелочам.
1.16.	Блок имеет компьютерные интерфейсы USB, RS 232 и TCP/IP.

1.17.	Визуализирующая насадка имеет 2-а канала визуализации с полем зрения 25 мм. Угол наклона визуализирующих каналов эргономичный и составляет 15% по отношению к горизонту.																												
1.18.	Визуализирующие линзы масштабируют изображение 1:10, имеют поле зрения 25 мм и возможность диоптрийной коррекции +5 дптр и -5 дптр от нулевого положения.																												
1.19.	Блок оснащён оптическим портом для установки устройства оцифровки изображения и позволяет переключение 100% светового потока на визуализирующие каналы, и 100% на модуль оцифровки изображений.																												
1.20.	Лазерный сканирующий блок, работающий по принципу точечного сканирования, оснащён всеми необходимыми адаптерами для крепления.																												
1.21.	Блок оснащён портами для лазеров. Всего лазерных портов: 4.																												
1.22.	Лазерный сканирующий блок для регистрации сигнала использует высокочувствительный фотоумножитель.																												
1.23.	Сканирующий модуль имеет вторичный делитель луча, обеспечивающий прецизионное спектральное сканирование с произвольным выбором спектрального диапазона регистрации сигнала одновременно в двух каналах с шагом 1 нм.																												
1.24.	Сканирующая система оснащается лазером с длиной волны 405 нм с мощностью 5 мВт																												
1.25.	Характеристики лазерного сканирующего блока: а) сканирующее разрешение от 4 x 1 до 2048x2048 пикселей б) скорость сканирования – 5 с ⁻¹ при разрешении 512x512 пикселей в) сканирующее увеличение от 0.5 x до 40 x с шагом 0.1 г) свободное вращение скана на 360° с шагом 1°																												
1.26.	Максимальный диапазон спектральной детекции от 420 до 620 нм																												
1.27.	Вся сканирующая система полностью моторизована и управляется компьютерной рабочей станцией в режиме реального времени.																												
1.28.	В комплекте с лазерным сканирующим блоком поставляется рабочая станция с характеристиками: <table border="1" data-bbox="263 862 1540 1590"> <tr> <td rowspan="4">Материнская плата</td> <td>Максимальный поддерживаемый объем ОЗУ –16 Гб</td> </tr> <tr> <td>Слоты PCI: 1xPCI Express 16x, 2x PCI Express x1</td> </tr> <tr> <td>Порты: 6x USB 2.0, LAN 10/100/1000</td> </tr> <tr> <td>Разъёмы подключения жёстких дисков SATA - 4</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">Процессор</td> <td>Количество ядер – 4</td> </tr> <tr> <td>Тактовая частота 3,2 ГГц</td> </tr> <tr> <td>ОЗУ</td> <td>Объём 4096 Мб</td> </tr> <tr> <td rowspan="3">Видеоадаптер</td> <td>Максимальное разрешение 2D/3D 2560x1600 точек</td> </tr> <tr> <td>Видеопамять 1024 Мб</td> </tr> <tr> <td>Порты - DVI-I и HDMI</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">Устройства хранения данных</td> <td>Жесткий диск с характеристиками: интерфейс SATA-III, объём 500 Гб, скорость вращения шпинделя 7200 мин⁻¹, кэш 32 Мб</td> </tr> <tr> <td>Привод, совместимый со стандартами DVD+RW и DVD-RW</td> </tr> <tr> <td rowspan="4">Монитор ЖК</td> <td>Диагональ 30”</td> </tr> <tr> <td>Соотношение сторон 16:10</td> </tr> <tr> <td>Разрешение 2560x1600</td> </tr> <tr> <td>Интерфейсы: DVI</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">Устройства ввода</td> <td>Тип матрицы – IPS</td> </tr> <tr> <td>Проводная клавиатура</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">Операционная система</td> <td>Проводная оптическая мышь</td> </tr> <tr> <td>Microsoft Windows 7 64-bit - рекомендованная производителем ПО для системы документирования и анализа изображений и совместимая с операционной системой семейства Windows, используемой заказчиком</td> </tr> </table>	Материнская плата	Максимальный поддерживаемый объем ОЗУ –16 Гб	Слоты PCI: 1xPCI Express 16x, 2x PCI Express x1	Порты: 6x USB 2.0, LAN 10/100/1000	Разъёмы подключения жёстких дисков SATA - 4	Процессор	Количество ядер – 4	Тактовая частота 3,2 ГГц	ОЗУ	Объём 4096 Мб	Видеоадаптер	Максимальное разрешение 2D/3D 2560x1600 точек	Видеопамять 1024 Мб	Порты - DVI-I и HDMI	Устройства хранения данных	Жесткий диск с характеристиками: интерфейс SATA-III, объём 500 Гб, скорость вращения шпинделя 7200 мин ⁻¹ , кэш 32 Мб	Привод, совместимый со стандартами DVD+RW и DVD-RW	Монитор ЖК	Диагональ 30”	Соотношение сторон 16:10	Разрешение 2560x1600	Интерфейсы: DVI	Устройства ввода	Тип матрицы – IPS	Проводная клавиатура	Операционная система	Проводная оптическая мышь	Microsoft Windows 7 64-bit - рекомендованная производителем ПО для системы документирования и анализа изображений и совместимая с операционной системой семейства Windows, используемой заказчиком
Материнская плата	Максимальный поддерживаемый объем ОЗУ –16 Гб																												
	Слоты PCI: 1xPCI Express 16x, 2x PCI Express x1																												
	Порты: 6x USB 2.0, LAN 10/100/1000																												
	Разъёмы подключения жёстких дисков SATA - 4																												
Процессор	Количество ядер – 4																												
	Тактовая частота 3,2 ГГц																												
ОЗУ	Объём 4096 Мб																												
Видеоадаптер	Максимальное разрешение 2D/3D 2560x1600 точек																												
	Видеопамять 1024 Мб																												
	Порты - DVI-I и HDMI																												
Устройства хранения данных	Жесткий диск с характеристиками: интерфейс SATA-III, объём 500 Гб, скорость вращения шпинделя 7200 мин ⁻¹ , кэш 32 Мб																												
	Привод, совместимый со стандартами DVD+RW и DVD-RW																												
Монитор ЖК	Диагональ 30”																												
	Соотношение сторон 16:10																												
	Разрешение 2560x1600																												
	Интерфейсы: DVI																												
Устройства ввода	Тип матрицы – IPS																												
	Проводная клавиатура																												
Операционная система	Проводная оптическая мышь																												
	Microsoft Windows 7 64-bit - рекомендованная производителем ПО для системы документирования и анализа изображений и совместимая с операционной системой семейства Windows, используемой заказчиком																												
1.29.	Для установки компонентов лазерной сканирующей системы в состав поставки включен специальный антивибрационный стол с пассивной вибрационно-абсорбирующей подвеской. Габариты стола 900x750 мм.																												
1.30.	Базовая конфигурация программного обеспечения обеспечивает сканирование, захват изображения, трехмерную реконструкцию, получения изображений с расширенным фокусом, автофокусировку, проведение автоматических измерений и количественную оценку соотношения интенсивности сигнала, цифровое спектральное разделение каналов.																												
1.31.	Дополнительное программное обеспечение обеспечивает возможность анализа топографии поверхностей, а также расширенную работу с панорамными изображениями, полученными с помощью моторизованного столика.																												
2. 2	Сенсорный блок высокого разрешения																												
2.1.	Обеспечение сканирования объектов в режиме постоянного и прерывистого контакта путем перемещения тонкого пирамидального щупа относительно образца под действием напряжений, формируемых цифро-аналоговыми преобразователями, подаваемых непосредственно на сканирующую головку.																												
2.2.	С блоком поставляется 150 щупов.																												

2.3.	Система определения положения щупа в пространстве использует лазер с длиной волны 600 нм.	
2.4.	Длина волны фиксированная и перестройка лазера не допускается.	
2.5.	Возможность детектирования свойств материалов, как на воздухе, так и в жидкости.	
2.6.	Наличие защиты сканирующей головки от протечки при работе в жидкости.	
2.7.	Сканирующая головка съёмная и позволяет детектировать верхний слой объекта в области 0,11 мм x 0,11 мм	
2.8.	Сенсорный блок включает оптическую систему, позволяющую осуществлять инспекцию поверхности исследуемых объектов по схеме «сверху вниз».	
2.9.	Оптическая система обеспечивает поле зрения 300x450 мкм	
2.10.	Сенсорный блок обладает функцией дистанционного (с компьютера) захвата изображения с модуля оцифровки изображений.	
2.11.	Модуль оцифровки изображений подсоединяется к основному блоку сканирования с помощью адаптера и позволяет получать изображения с разрешением 24 миллионов точек.	
2.12.	Сенсорный блок обеспечивает детектирование изменения значения поверхностного потенциала в пространстве на масштабах 10 нм.	
2.13.	Сенсорный блок обеспечивает силовое картирование поверхности с количественным картированием наномеханических свойств в наномасштабе.	
2.14.	Программное обеспечение сенсорного сканирующего блока позволяет получение многоканальных изображений в автоматическом режиме. Максимальное число каналов 7.	
2.15.	Получаемые изображения сохраняются в виде отдельных файлов, содержащих данные по всем задействованным каналам.	
2.16.	Работа с изображениями с использованием галереи.	
2.17.	Программное обеспечение осуществляет контроль силы воздействия щупа на объект в каждой точке и поддержание силы воздействия постоянной вне зависимости от изменений условий окружающей атмосферы.	
2.18.	Программное обеспечение позволяет трёхмерное представление объекта с возможностью его свободного вращения, возможностью изменения угла и интенсивности подсветки, а также наложения двумерных оболочек других каналов.	
2.19.	Возможность работы с периферийными устройствами, поддерживающими TWAIN-технологии.	
2.20.	Возможность сохранения изображений в специальный формат, который позволяет хранить также дополнительную информацию (настройки прибора, настройки изображения, масштабные линейки, текстовые аннотации, результаты измерений) отдельно от изображения, но в одном файле.	
2.21.	Поддержка изображений с глубиной цвета 16 бит/канал	
2.22.	Сенсорный блок комплектуется двумя независимыми пакетами ПО: один для управления блоком, другой - для анализа получаемых результатов.	
2.23.	Возможность дополнения ПО специальными модулями с расширенными функциями.	
2.24.	Импорт результатов работы в виде BMP, TIFF JPEG, PNG с предустановленными алгоритмами подготовки изображений к публикации.	
2.25.	Создание настраиваемых пользователем отчетов, включающих в себя статистику, таблицы и изображение объекта. Вывод готовых отчётов на принтер и в файл.	
2.26.	Сенсорный блок устанавливается на специальный стол, обеспечивающий защиту блока от вибрации.	
2.27.	Сенсорный и лазерный блоки имеют возможность автономной работы	
2.28.	В комплекте с сенсорным сканирующим блоком поставляется рабочая станция с характеристиками:	
	Материнская плата	Максимальный поддерживаемый объем ОЗУ – 16 Гб
		Слоты PCI: 1xPCI Express 16x, 2x PCI Express x1
		Порты: 6x USB 2.0, LAN 10/100/1000
		Разъёмы подключения жёстких дисков SATA - 4
	Процессор	Количество ядер – 4
		тактовая частота 3,2 ГГц
	ОЗУ	Объём 4096 Мб
	Видеоадаптер	Максимальное разрешение 2D/3D 2560x1600 точек
		Видеопамять 1024 Мб
		Порты - DVI-I и HDMI
	Устройства хранения данных	Жесткий диск с характеристиками: интерфейс SATA-III, объём 500 Гб, скорость вращения шпинделя 7200 мин ⁻¹ , кэш 32 Мб
		Привод, совместимый со стандартами DVD+RW и DVD-RW
	Монитор ЖК	Диагональ 30"
		Соотношение сторон 16:10
		Разрешение 2560x1600
		Интерфейсы: DVI
		Тип матрицы – IPS
	Устройства ввода	Проводная клавиатура

	Проводная оптическая мышь
Операционная система	Microsoft Windows 7 64-bit - Рекомендованная производителем ПО для системы документирования и анализа изображений и совместимая с операционной системой семейства Windows, используемой заказчиком

Комплектация и характеристики соответствуют комплектации и характеристикам, заявленным в коммерческом предложении. Составлен и подписан акт ввода установки в эксплуатацию.

1.2. Модернизация, содержание и ремонт научного оборудования ЦКП (п.3.3 Программы развития ЦКП)

В рамках модернизации, содержания и ремонта научного оборудования ЦКП (п.3.3 Программы развития ЦКП) выполнены ремонтные и профилактические работы на электронных микроскопах JEOL -4000EX и Titan 80-300 и установке электронной литографии RAITH-150. Проведены работы по модернизации сверхвысоковакуумного отражательного электронного микроскопа. Для экспериментов с помощью сверхвысоковакуумного отражательного электронного микроскопа закуплены васокоориентированные гетероструктуры КНИ. На электронном микроскопе Titan 80-300 произведена замена системы формирования пучка электронов полевой эмиссии (FEG). Стоимость работ с материалами и комплектующими изделиями составила 3 000 000 рублей.

1.3. Монтаж и ввод в эксплуатацию нового закупленного оборудования

Составлен и подписан акт ввода установки в эксплуатацию, согласно которому недостатки и дефекты оборудования не выявлены (см. Приложение 1).

1.4. Проведение мероприятий, направленных на достижение заданных значений индикаторов и показателей выполнения работ

Проведены мероприятия, направленные на достижение заданных значений индикаторов и показателей выполнения работ. Для достижения заданных значений индикаторов и показателей выполнения работ обновлен состав исполнителей проекта за счет обучения и привлечения к НИР студентов и аспирантов, готовятся к публикации научные статьи, проводятся исследования для сторонних организаций на оборудовании ЦКП. Доля исследователей в возрасте до 39 лет в общей численности исследователей, выполняющих работы в ЦКП составляет к настоящему моменту 41,3% что выше запланированного значения на 6,3%. Опубликовано 5 статей в научных журналах, индексируемых в базе данных Scopus и в базе данных «Сеть науки». Выполнены работы для 16-ти сторонних организаций, включая две зарубежные. Суммарный объем привлеченных внебюджетных средств на третьем этапе составил 3,5 млн. руб. Результаты

этих мероприятий представлены в соответствующих отчетах о выполнении требований по достижению значений показателей результативности предоставления субсидии. Все требования Задания по достижению значений показателей результативности предоставления субсидии выполнены в полном объеме и в установленные сроки.

2 Работы, выполненные за счет внебюджетных средств на третьем этапе проекта

2.1. Модернизация, содержание и ремонт научного оборудования (п.3.3 Программы развития ЦКП)

Проведена модернизация комплекса по препарированию объектов для электронной микроскопии:

- запущено новое оборудование по предварительной шлифовке и полировке полупроводниковых пленок нитридов (GaN, AlN) на сапфировых подложках;

- модернизирована методика препарирования тонких фольг из пластин кристаллического алмаза с ориентацией (111) и (100) методом фокусированных ионных пучков на установке FIB 1540-XB, Crossbeam. Определены оптимальные параметры процесса резки пластины ионным пучком для создания тонких поперечных срезов и установлены артефакты, вносимые препарированием.

2.2. Разработка новых методик выполнения измерений (п.3.4 Программы развития ЦКП)

Разработана методика измерений линейных размеров и количества слоев углеродных нанотрубок с применением высокоразрешающего просвечивающего электронного микроскопа обеспечивает измерения линейных размеров нанотрубок на прозрачных для электронного пучка углеродных подложках в диапазоне размеров 0,31-31 нм по диаметру и 0.31-1000нм по длине. Кроме этого, она позволяет измерять количество слоев углеродных нанотрубок от 1 до 15 и определять хиральность этих слоев (угол скручивания) в диапазоне 0-10 градусов. Методика, акт и протокол испытаний методики размещены в ПРИЛОЖЕНИИ 2.

В настоящий момент готовятся документы для сертификации данной методики.

2.3. Метрологическое обеспечение деятельности ЦКП (п.3.6 Программы развития ЦКП)

В рамках развития системы нормативно-методического, метрологического и информационного обеспечения деятельности ЦКП проведена сертификация и аттестация научного оборудования, закупленного в рамках проекта и оборудования, срок действия сертификатов которого заканчивается. Кроме этого, проведены работы по калибровке

увеличения электронных и атомно-силовых микроскопов с использованием эталонных стандартов. Получено 8 новых сертификатов калибровки электронных и атомно-силовых микроскопов, 4 свидетельства о поверке и 4 аттестата на оборудование ЦКП «Наноструктуры». Работы проведены в рамках договора ЕП - 92/2015 от 10 декабря 2015 года с Федеральным государственным унитарным предприятием «Сибирский государственный ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт метрологии».

2.4. Повышение доступности приборной базы ЦКП для внешних и внутренних пользователей ЦКП (п.3.7 Программы развития ЦКП)

Для обеспечения доступности и востребованности оборудования ЦКП для проведения научно-исследовательских работ коллективами исследователей, в том числе внешним по отношению к базовой организации проводилась регулярная актуализация информации на сайте ЦКП «Наноструктуры» (<http://www.isp.nsc.ru/ckp>) и на сайте www.ckp-rf.ru, направленная на оптимизацию процедуры доступа к оборудованию ЦКП, в том числе обеспечение возможности подачи заявки в электронном виде, сокращение сроков рассмотрения заявок и заключения договоров с заинтересованными пользователями и совершенствование регламента. На сайте ЦКП «Наноструктуры» приведена следующая информация:

- имеющееся оборудование и его характеристики и возможности;
- оказываемые услуги для каждого типа оборудования;
- порядок доступа к оборудованию;
- как подать заявку на услуги;
- порядок расчета стоимости услуг;
- типовая форма договора на оказание услуг

2.5. Проведение научно-исследовательских работ коллективами исследователей, в том числе внешними по отношению к базовой организации

На заключительном этапе проекта проведены научно-исследовательские работы коллективом ЦКП для подразделений базовой организации и для сторонних пользователей (16 сторонних организаций, включая две зарубежные) и получены следующие научные результаты.

1. С использованием твердофазной эпитаксии тонких пленок железа и молекулярно-пучковой эпитаксии кремния изготовлены и исследованы диодные структуры Si- β -FeSi₂ нанокристаллы -Si(111) для оптоэлектроники. Данные

просвечивающей электронной микроскопии подтвердили наличие многослойной структуры нанокристаллитов с характерными размерами 3-4 и 15-20 нм. Впервые детально интерпретирована бэтта фаза дисилицида железа и установлены её ориентационные соотношения относительно кристаллической решетки кремния. Квантовая эффективность диодов при нулевом смещении составила около 0.2%, а удельная обнаружительная способность - 1.2×10^9 см \times Гц $^{1/2}$ /Вт на длине волны 1300 Нм при комнатной температуре. В режиме лавинного пробоя чувствительность доходила до 20 мА/Вт (2 % в плане эффективности) за счет пятикратного лавинного усиления. Полученные данные указывают на то, что встроенные в обедненную область p-N перехода нанокристаллы β -FeSi $_2$ расширяют спектральную чувствительность вплоть до 1700 нм и увеличивают ток фотопроводимости более, чем на два порядка величины по сравнению с обычным кремниевым p-n переходом. Это является мировым достижением в области кремниевых фотодетекторов на данную область спектра. По результатам этих опубликована статья в журнале Scientific Reports of Nature journals [1]. Работа выполнена совместно с Институтом Автоматики и процессов управления ДВО РАН.

2. С помощью высокоразрешающей электронной микроскопии исследованы структурно-химические особенности композиционных катодных материалов на основе соединений LiNi $_{0.475}$ Mn $_{1.475}$ Cr $_{0.05}$ O $_4$ -800 °C и LiNi $_{0.475}$ Mn $_{1.475}$ Cr $_{0.05}$ O $_4$ -700 °C. Установлено, что размер кристаллов, синтезированных при 800 °C варьируется в диапазоне 200-400 нм, а при 700 °C - 100-300 нм. Характерной особенностью всех нанокристаллов является наличие выраженной огранки. Кристаллографические направления огранки совпадают с линиями пересечения плоскостей {111} с поверхностью кристалла. Форму нанокристаллов в этом случае можно характеризовать, как octahedron-shaped morphology. Впервые обнаружена интересная особенность структуры некоторых кристаллов LiNi $_{0.475}$ Mn $_{1.475}$ Cr $_{0.05}$ O $_4$, полученных механо-химическим синтезом и отожженных при 700 °C. По периметру этих кристаллов наблюдается кристаллическая фаза, когерентно сопряженная с объемной частью кристалла. По результатам этих исследований опубликована статья в журнале J Solid State Electrochem [2]. Работа выполнена совместно с Институтом химии твердого тела и механохимии СО РАН.

3. Для выяснения механизмов формирования МДП-структур с низкой плотностью поверхностных состояний проведены ВРЭМ исследования морфологии переходного слоя и атомной структуры модифицированной границы раздела диэлектрик (анодный оксид)/A III B V -полупроводник (InAs, GaAs). Изучены структурно-морфологические особенности фторсодержащих слоев, выращенных на InAs в щелочном и кислотном электролитах, а также в низкотемпературной плазме газового разряда.

Впервые обнаружено изменение межплоскостных расстояний в переходном слое анодный оксид – полупроводник и установлено влияние концентрации фторирующего реагента в окислительной смеси на этот эффект и плотность поверхностных состояний в МДП – структурах, сформированных на этих материалах [3].

4. Детально исследована структура слоев диоксида гафния и пассивирующих слоев ультратонкого кремния в гетеросистеме $\text{HfO}_2/\text{Si}/\text{GaAs}(001)$ в зависимости от условий осаждения и постростовых термообработок. Обнаружено влияние степени упорядоченности кристаллической структуры HfO_2 на электрофизические параметры МДП-структур на основе этих материалов [4].

Все полученные результаты являются новыми, актуальными и соответствуют мировому уровню.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Третий заключительный этап работы проводился с 1 июля по 31 декабря 2015 года.

За счет средств субсидии выполнены следующие работы:

1. Проведена закупка дорогостоящего импортного оборудования на сумму 44 000 000 руб. Был закуплен лазерный комплекс для компарирования размеров в микрометровом и нанометровом диапазонах в составе:

- лазерный блок высокого разрешения на базе микроскопа Axio Imager, Carl Zeiss, Германия;

- сенсорный блок высокого разрешения на базе атомно-силового микроскопа MultiMode8, Bruker, США.

2. Выполнены монтаж и ввод в эксплуатацию закупленного оборудования на 3-ем этапе проекта (акт ввода в эксплуатацию от 29.12.2015 года).

3. Проведена модернизация комплекса по препарированию объектов для электронной микроскопии.

4. Проведены мероприятия, направленные на достижение заданных значений индикаторов и показателей выполнения работ, при этом удельный вес лабораторного и аналитического оборудования в возрасте до 5 лет составил 90,2%, число организаций-пользователей - 16, доля исследователей в возрасте до 39 лет – 41,3%, объем привлеченных внебюджетных средств -3,5 млн.руб.

За счет внебюджетных средств выполнены следующие работы:

1. Выполнены работы по модернизации, содержанию и ремонту научного оборудования ЦКП.

2. Разработана новая методика выполнения измерений.
3. Проведены работы по метрологическому обеспечению деятельности ЦКП.
4. Выполнены мероприятия для повышения доступности приборной базы ЦКП для внешних и внутренних пользователей ЦКП.
5. Проведены научно-исследовательские работы коллективами исследователей, в том числе внешними по отношению к базовой организации.

По результатам выполнения всего проекта в целом можно заключить следующее.

Общая сумма Субсидии составила 114 660 000 рублей. За счет средств Субсидии:

1. Выполнены закупки дорогостоящего оборудования на сумму 94238645, что составляет 82.2% от стоимости проекта. Закуплено следующее оборудование:

- Установка для проведения *in situ* измерений физико-химических параметров наноструктур на основе полупроводниковых нитридов в условиях сверхвысокого вакуума стоимостью 48 000 000 рублей.
- Модуль откачки стоимостью 2238645 рублей.
- Лазерный комплекс для компарирования размеров в микрометровом и нанометровом диапазонах стоимостью 44 000 000 рублей.

2. Выполнен монтаж и введено в эксплуатацию закупленное оборудование.

3. Выполнены мероприятия по модернизации, содержанию и ремонту научного оборудования ЦКП. Сумма затрат составила 11 194 000 руб (статьи расходов материалы, комплектующие и прочие прямые расходы).

4. Накладные расходы составили 9 227 355 рублей, что составляет 17,8% от стоимости проекта (включая внебюджетное финансирование) и 14 % от суммы Субсидии.

Общая сумма внебюджетного финансирования составила 14 000 000 рублей что составляет 10,9% от общего объема финансирования проекта. Все работы за счет внебюджетных средств выполнены согласно заданию на выполнение проекта и Плану-графику.

При выполнении НИР на оборудовании ЦКП «Наноструктуры» для подразделений базовой организации и для сторонних пользователей (20 пользователей в 2015 году) получены научные результаты, которые опубликованы или приняты к печати в журналах, цитируемых в SCOPUS и Web of Science. Полученные результаты будут востребованы научным сообществом, научно-исследовательскими организациями и высшими учебными заведениями, выполняющими исследования и разработки по приоритетным направлениям развития науки и технологий в интересах создания научно-технического задела для обеспечения инновационного развития экономики Российской Федерации.

По результатам выполнения третьего этапа проекта и проекта в целом можно заключить, что работы по Соглашению о предоставлении субсидии от «22» августа 2014 г. № 14.621.21.0004 на этапе № 3 и всего проекта выполнены в установленный срок и удовлетворяют условиям данного Соглашения, в том числе заданию на выполнение работ и Плану-графику исполнения обязательств.

Список литературы

1. A.V. Shevlyagin, D.L. Goroshko, E.A. Chusovitin, K.N. Galkin, N.G. Galkin & A.K. Gutakovskii. Enhancement of the Si p-n diode NIR photoresponse by embedding β -FeSi₂ nanocrystallites. Scientific Reports 10/2015; 5:14795. DOI:10.1038/srep14795 (5.58 Impact Factor).
2. N. V. Kosova, I. A. Bobrikov, O. A. Podgornova, A. M. Balagurov, A. K. Gutakovskii. Peculiarities of structure, morphology, and electrochemistry of the doped 5-V spinel cathode materials LiNi_{0.5-x} Mn_{1.5-y} M_{x+y} O₄ (M = Co, Cr, Ti; x+y = 0.05) prepared by mechanochemical way. Journal of Solid State Electrochemistry, 09, 2015; DOI:10.1007/s10008-015-3015-4 · (2.45 Impact Factor).
3. M. S. Aksenov, A. Yu. Kokhanovskii, P. A. Polovodov, S. F. Devyatova, V. A. Golyashov, A. S. Kozhukhov, I. P. Prosvirin, S. E. Khandarkhaeva, A. K. Gutakovskii, N. A. Valisheva, and O. E. Tereshchenko. InAs-based metal-oxide-semiconductor structure formation in low-energy Townsend discharge. APPLIED PHYSICS LETTERS 107, 173501 (2015). (3.302 Impact Factor).
4. Tereshchenko, O.E., Golyashov, V.A., Eremeev, S.V., (...), Bukhtiyarov, V.I., Latyshev, A.V. Ferromagnetic HfO₂/Si/GaAs interface for spin-polarimetry applications. Applied Physics Letters, 107, 123506 (2015) (3.302 Impact Factor).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Приложение № 3

к договору

№ 0351100006015000044-0001422-01

от « _____ » _____ 2015 г.

**УТВЕРЖДАЮ
ПОСТАВЩИК**

Генеральный директор ООО «ЭКотрейд»

[Подпись] С.Л. Гречухин

« _____ » 201 ____ г.



**УТВЕРЖДАЮ
ЗАКАЗЧИК**

Зам. директора ИФП СО РАН

[Подпись] П.Т. Девяткин

« 29 » декабря 201 5 г.

М.П.

АКТ № 1/044

ВВОДА ОБОРУДОВАНИЯ В ЭКСПЛУАТАЦИЮ

по договору № 0351100006015000044-0001422-01 от «16» ноября 2015 г.

Составлен в городе Новосибирске

« 29 » декабря 201 5 года

Заказчик: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова Сибирского отделения Российской академии наук (ИФП СО РАН), в лице заместителя директора Девяткина Петра Тихоновича, действующего на основании доверенности от 31.12.2014 № 15307.61, с одной стороны, и

Поставщик: Общество с ограниченной ответственностью «ЭКОТРЕЙД» (ООО «ЭКОТРЕЙД»), в лице генерального директора Гречухина Сергея Львовича, действующего на основании Устава, с другой стороны, составили настоящий Акт о нижеследующем:

В соответствии с договором № 0351100006015000044-0001422-01 от «16» ноября 2015 года Поставщик выполнил обязательства по поставке оборудования. Поставщиком произведен ввод в эксплуатацию оборудования:

№ п/п	Наименование оборудования, комплектующих/наименование компании-производителя, страны происхождения	Количество, шт.	Цена (включая НДС), руб.	Стоимость (включая НДС), руб.
1.	Лазерный комплекс для компарирования размеров в микрометровом и нанометровом диапазонах в составе:	1	44 000 000,00	44 000 000,00
1.1	Лазерный блок высокого разрешения: микроскоп Axio Imager, Carl Zeiss, Германия	1	22 000 000,00	22 000 000,00
1.2	Сенсорный блок высокого разрешения: атомно-силовой микроскоп MultiMode8, Bruker, США	1	22 000 000,00	22 000 000,00

1. Количество, комплектность и качество оборудования проверены Заказчиком и соответствуют /не соответствуют условиям договора (Приложение № 1 к договору «Спецификация» и Приложению № 2 к договору «Технические характеристики»).

2. Недостатки, дефекты оборудования не выявлены/ выявлены:

3. Выявленные дефекты устранены Поставщиком:

4. Поставщиком проведены монтаж, пуско-наладка оборудования, обучение специалистов Заказчика.

5. Вместе с оборудованием переданы следующие документы/ перечень документации по объекту закупки/

1) инструкция по применению

2) _____

3) _____

6. Гарантийный срок 12 (двенадцать) месяцев отсчитывается со дня подписания настоящего Акта.

7. Дата выпуска (изготовления) оборудования октябрь 2015г.

8. К настоящему Акту прилагаются следующие документы, подтверждающие поставку оборудования:

товарная накладная от 7.12.2015 г № 1 (2 экз.);

счет-фактура от 7.12.2015 г № 1;

счет от 7.12. 2015 г № 1.

9. Стоимость поставленного оборудования, подлежащая оплате Заказчиком, составляет: **44 000 000(сорок четыре миллиона) рублей 00 копеек**, в том числе НДС 18% - 6 711 864,41 (Шесть миллионов семьсот одиннадцать тысяч восемьсот шестьдесят четыре) рубля 41 копейка.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

УТВЕРЖДАЮ

Директор ИФП СО РАН,
член.-корр. РАН

А.В. Латышев

«16» декабря 2015 г.

АКТ

Испытаний методики измерений линейных размеров и количества слоев
углеродных нанотрубок с применением высокоразрешающего
просвечивающего электронного микроскопа

Соглашение № 14.621.21.0004 от «22» августа 2014 г.

16 декабря 2015г., г. Новосибирск

Комиссия по испытанию методики измерений линейных размеров и количества слоев углеродных нанотрубок с применением высокоразрешающего просвечивающего электронного микроскопа, в составе:

председатель	<i>В.н.с., к.ф.-м.н.</i>	<i>Гутаковский Антон Константинович</i>
членов комиссии	<i>Н.с., к.ф.-м.н.</i>	<i>Щеглов Дмитрий Владимирович</i>
	<i>В.н.с., к.ф.-м.н.</i>	<i>Федина Людмила Ивановна</i>
секретарь комиссии	<i>Н.с., к.ф.-м.н.</i>	<i>Косолобов Сергей Сергеевич</i>

назначенная приказом ИФП СО РАН от от 30 сентября 2014 г. № 39, провела государственные приемочные испытания методики измерений линейных размеров и количества слоев углеродных нанотрубок с применением высокоразрешающего просвечивающего электронного микроскопа (далее – объект испытаний). Место проведение испытаний - лаборатория нанодиагностики и нанолитографии ИФП СО РАН.

1. Комиссией установлено

- 1.1. Программа приемочных испытаний выполнена полностью.
- 1.2. Состав и комплектность объекта испытаний соответствует документации.
- 1.3. Объект испытаний и его документация выдержали приемочные испытания по ГОСТу.

2. Выводы

- 2.1. Объект испытаний соответствует всем требованиям, приведенным в задании.

Приложения

Методики измерений линейных размеров и количества слоев углеродных нанотрубок с применением высокоразрешающего просвечивающего электронного микроскопа

Протокол испытаний методики.

Приказ о назначении комиссии.

Члены комиссии

А.К. Гутаковский

Д.В. Щеглов

Л.И. Федина

Секретарь комиссии

С.С. Косолобов

Методика измерений линейных размеров и количества слоев углеродных нанотрубок с применением высокоразрешающего просвечивающего электронного микроскопа.

ИФП3315МИ

Соглашение № 14.621.21.0004, от «22» августа 2014 г.

1. Область применения

Настоящая методика предназначена для измерения линейных размеров и количества слоев углеродных нанотрубок, нанесенных на поддерживающие предметные сеточки. Измерения проводятся с помощью высокоразрешающего просвечивающего электронного микроскопа (ВРЭМ) в режиме многолучевой интерференции дифрагированных пучков. Методика применяется для определения линейных размеров в диапазоне 0.01-100 мкм и количества слоев от 1 до 50.

1. Нормативные ссылки

В настоящей методике использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:
ГОСТ 12.2.061—81 Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности к рабочим местам
ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
ГОСТ 12.2.045—84 Система стандартов безопасности труда. Электростатические поля. Допустимые уровни на рабочих местах и требования к проведению контроля

1. Термины и определения

В настоящей методике применены термины по РМГ 29 [1], а также следующие термины с соответствующими определениями:

межплоскостное расстояние – минимальное расстояние между атомными плоскостями в кристаллическом объекте.

дифракционный рефлекс – круглое яркое пятно на электронограмме, возникающее в результате фокусировки на экран электронов, дифрагированных в кристаллическом объекте на атомных плоскостях одного типа;

фольга – тонкий участок образца толщиной от 0,1 до 1000 нм, прозрачный для проходящих электронов с энергией 200-400 кэВ;

продольный срез – тонкая пластина материала, ориентированная параллельно поверхности образца;

поперечный срез – тонкая пластина материала, ориентированная перпендикулярно поверхности образца;

ионное травление – распыление материала при бомбардировке его поверхности ионами инертного газа из направленного пучка;

перфорация – образование дырки в образце при протравливании его насквозь;

погрешность измерения – отклонение результата измерения от истинного значения измеряемой величины [1].

относительная погрешность измерения – погрешность измерения, выраженная отношением абсолютной погрешности измерения к измеренному значению измеряемой величины [1].

1. Требования к погрешности измерений

Пределы допускаемой относительной погрешности результатов измерений линейных размеров должны быть не более $\pm 5\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$. Количество слоев должно определяться с точностью 1 монослой графита.

1. Средства измерений и вспомогательные устройства

Просвечивающий электронный микроскоп (JEOL JEM4000EX, FEI Titan 80-300):

- разрешающая способность микроскопа по точкам 0,17 нм (JEM4000EX) и 0,07 нм (Titan 80-300 с корректором сферической аберрации);
- ускоряющее напряжение 200-400 кВ;
- относительное отклонение ускоряющего напряжения высоковольтного источника электронов должно быть не более $10 \times 10^{-3}\%$ в течение 30 мин;
- гониометр с двухосевым держателем с углами наклона $\pm 25^\circ$ и более;
- оснащение цифровой CCD камерой для регистрации изображений с разрешением 4k x 4k;
- оснащение компьютером с программным обеспечением Gatan Digital Micrograph для визуального контроля, сохранения и обработки изображений.

Ультразвуковой диспергатор с вертикальным вибратором (GATAN);

Оптический микроскоп исследовательский (Unimet):

- диапазон увеличений от 50 до 1000 крат;
- светлопольный режим работы в отраженном и проходящем свете.

Предметные поддерживающие сеточки диаметром 3 мм с нанесенными углеродными пленками с отверстиями 50 мкм (AGAR).

1. Метод измерений

При измерении линейных размеров для увеличения контраста на изображении используется темнопольный режим работы с отсечением прямого пучка. Режим высокоразрешающей электронной микроскопии используется в случае визуализации атомного строения углеродных нанотрубок для определения количества слоев. Измерения линейных размеров и количества слоев проводятся на электронномикроскопических изображениях с помощью компьютерной программы Gatan Digital Micrograph.

1. Требования безопасности

При проведении работ по данной методике необходимо соблюдать правила электробезопасности по [2], [3], требования по обеспечению безопасности на рабочих местах по ГОСТ 12.1.005, ГОСТ 12.1.045, [4], [5], [6], а также требования, установленные в эксплуатационной документации на используемое оборудование.

Рабочие места операторов, проводящих измерения, должны быть аттестованы по условиям труда в соответствии с требованиями трудового законодательства.

1. Требования к квалификации оператора

Измерения должны проводить штатные сотрудники предприятия, имеющие высшее или среднее специальное образование, соответствующую профессиональную подготовку, прошедшие инструктаж по электро- и радиационной безопасности и изучившие требования настоящей методики.

К работе с устройствами для подготовки образцов, включающей диспергирование и нанесение углеродных нанотрубок на предметные поддерживающие сеточки, допускаются лица, прошедшие инструктаж по данной методике.

1. Условия измерений

Работа на просвечивающем электронном микроскопе выполняется в условиях стабильного температурного режима, $22 \pm 1^\circ\text{C}$.

1. Подготовка и проведение измерений

10.1 Подготовка образца к измерению

10.1.1. Готовится взвесь нанотрубок в растворе этилового спирта, капля взвеси (2-5 мл) с помощью пипетки наносится на поверхность вертикального вибратора ультразвукового диспергатора. Предметные поддерживающие сеточки диаметром 3 мм фиксируются на расстоянии 10-15 см от поверхности вибратора, включается ультразвуковой диспергатор на 1-2 минуты и происходит процесс нанесения нанотрубок на поверхность поддерживающих сеточек.

10.1.2. Качество приготовленных образцов контролируется с помощью оптического микроскопа в режимах отраженного и проходящего света. Контролируется однородность нанесения и отсутствие крупных (более 100 мкм) конгломератов из нанотрубок.

10.1.3. Поддерживающие сеточки с нанотрубками загружаются в держатели электронного микроскопа.

10.2 Подготовка просвечивающего электронного микроскопа к измерению

10.2.1. Проводится контроль температуры в микроскопном зале, уровень рабочего вакуума в электронном микроскопе (в условиях круглосуточной работы микроскопа).

10.2.2. Включается рабочее ускоряющее напряжение в соответствии с инструкцией по эксплуатации микроскопа.

10.2.3. Образец, закрепленный в держатель электронного микроскопа, вводится в колонну микроскопа.

10.2.4. Микроскоп выводится в рабочий режим в соответствии с инструкцией по эксплуатации микроскопа: создается оптимальная эмиссия электронов с катода и проводится юстировка электронно-оптической системы микроскопа.

10.3 Проведение измерений

В режиме дифракции прошедших электронов

10.3.1. Просмотр образца, выбор участка измерений и оптимального увеличения, а также фокусировка изображения проводятся в светлопольном режиме.

10.3.2. На выбранном участке образца с помощью селективной диафрагмы выделяется микрообласть, с которой получается дифракционная картина прошедших электронов. Выбирается оптимальная величина длины рабочей камеры для регистрации точечной (монокристаллический слой) или кольцевой (микрористаллический слой) дифракционной картины.

10.3.3. Дифракционная картина регистрируется с помощью цифровой (CCD) камеры и сохраняется в графическом формате JPG или TIFF.

10.3.4. Изображение дифракционной картины анализируется с помощью компьютерной программы Digital Micrographs: задается положение периодических рефлексов и определяется центр рефлексов. Линейные измерения проводятся между центрами рефлекса проходящего (нулевого) пучка и рефлексов дифрагированных пучков электронов (\mathbf{r}) в миллиметрах.

10.3.5. Расчет межплоскостных расстояний проводится с использованием измеренных значений \mathbf{r} по формуле:

$$rd = L\lambda,$$

где r [мм] – расстояние в обратном пространстве между проходящим и дифрагированным пучками; d [нм] – межплоскостное расстояние в кристаллической решетке; L [мм] – расстояние от образца до плоскости наблюдения изображения; λ [нм] – длина волны электронов. Величина $L\lambda$ является постоянной для каждого из фиксированных значений длины рабочей камеры и рассчитывается с учетом используемого ускоряющего напряжения либо калибруется с помощью тест-объекта.

В режиме высокого разрешения

10.3.6. Просмотр образца, выбор участка фольги с нанокристаллами и оптимального увеличения, а также фокусировка изображения проводятся в светлопольном режиме в условиях двухлучевой дифракции.

10.3.7. На выбранном участке образца с помощью селективной диафрагмы выделяется микрообласть, с которой получается дифракционная картина прошедших электронов.

10.3.8. Для анализа количества слоев в нанотрубке микроскоп переводится в режим изображения, устанавливается необходимое увеличение в диапазоне от 250000 до 500000 крат, корректируется фокусировка изображения. На изображении должна наблюдаться периодическая картина атомных плоскостей кристаллической решетки нанотрубки. Изображение регистрируется с помощью цифровой (CCD) камеры и сохраняется в формате JPG или TIFF.

10.3.9. Электронномикроскопическое изображение анализируется с помощью компьютерной программы Digital Micrographs: оптимизируется контраст изображения, проводится калибровка увеличения с использованием быстрого Фурье-преобразования. Линейные измерения проводят вдоль линии перпендикулярной полосам контраста, соответствующим определенным атомным плоскостям. Точки, между которыми делается замер длины, выбираются с однотипным контрастом и с учетом периодичности изображения. Если на объекте наблюдается несколько атомных плоскостей, то делается возможное количество измерений единичных межплоскостных расстояний и определяется среднее значение. Если наблюдается более 10 атомных плоскостей, то замеряется общая длина выделенного отрезка и межплоскостное расстояние определяется делением величины этого отрезка на количество атомных плоскостей, что также дает среднее значение.

10.3.10. Для измерения линейных размеров нанотрубок микроскоп переводится в режим темнопольного изображения с отсечением центрального пучка, устанавливается необходимое увеличение в диапазоне от 2000 до 50000 крат, корректируется фокусировка изображения. На изображении должны наблюдаться отдельные нанотрубки. Изображение регистрируется с помощью цифровой (CCD) камеры и сохраняется в формате JPG или TIFF.

10.3.11. Электронномикроскопическое изображение анализируется с помощью компьютерной программы Digital Micrographs: оптимизируется контраст изображения, проводится калибровка увеличения с использованием быстрого Фурье-преобразования. Линейные измерения проводят вдоль линий перпендикулярных и параллельных осям нанотрубок. Измерения проводятся для всех видимых на изображении нанотрубок и затем вычисляются средние значения и дисперсия по размерам.

11. Технические возможности измерений

Методика измерений линейных размеров и количества слоев углеродных нанотрубок с применением высокоразрешающего просвечивающего электронного

микроскопа обеспечивает измерения линейных размеров нанотрубок на прозрачных для электронного пучка углеродных подложках в диапазоне размеров 0,31-31 нм по диаметру и 0.31-1000 нм по длине. Кроме этого, данная методика позволяет измерять количество слоев в углеродных нанотрубках от 1 до 15 и определять хиральность этих слоев (угол скручивания) в диапазоне 0-10 градусов.

1. Точность получаемых результатов измерений

При выполнении настоящей методики учитываются следующие инструментальные и вносимые оператором погрешности измерений:

- отклонение реального увеличения в просвечивающем электронном микроскопе от номинального значения, которое может возникать при изменении токов в электромагнитных линзах;
- неоднородность диаметра нанотрубки вдоль направления падающего пучка электронов может привести к изменению контраста вдоль линий атомных плоскостей;
- погрешность визуального определения положения точек с однотипным контрастом, между которыми измеряется линейный размер, может составлять несколько пикселей при фиксации их оператором.

Погрешность, связанная с увеличением электронного микроскопа, устраняется путем уточнения увеличения с использованием тест-объектов, которое проводится один раз в год, либо непосредственно при обработке изображений с помощью быстрого Фурье-преобразования, если точно известен материал матрицы, в которой исследуются нанокристаллы.

Точность измерений межплоскостных расстояний по данной методике составляет 0,01 нм, что позволяет измерять количество слоев нанотрубок в диапазоне 1-15.

Точность измерений длины нанотрубок по данной методике составляет 1 нм.

Точность измерений диаметра нанотрубок по данной методике составляет 0.1 нм.

1. Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляются в виде протокола по форме, принятой на предприятии, проводившем измерения.

В протоколе должны быть отмечены следующие сведения:

- полное и сокращенное наименование института;
- дата проведения измерений;
- основание и цель проведения измерений;
- измеренные значения толщины слоев и относительная погрешность измерений;
- должность, фамилии, инициалы и подписи всех сотрудников, проводивших измерения и обработку результатов.

Библиография

- [1] РМГ 29—99 ГСИ. Метрология. Метрология. Основные термины и определения
- [2] ПТЭЭП Правила технической эксплуатации электроустановок потребителей (утверждены приказом Минэнерго России от 13.01.2003 г. № 6; зарегистрированы Минюстом России 22.01.2003 г., рег. № 4145)
- [3] ПОТ РМ-016-2001 РД 153-34.0-03.150-00 **Межотраслевые правила** по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок (утв. постановлением Минтруда РФ от 5 января 2001 г. N 3 и приказом Минэнерго РФ от 27 декабря 2000 г. N 163) (с изменениями от 18 февраля 2003 г.)
- [5] СанПин 2.2.2/2.4.1340-03 Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы
- [6] СП 2.6.1.799-99 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

методики измерений линейных размеров и количества слоев углеродных нанотрубок с применением высокоразрешающего просвечивающего электронного микроскопа.

Соглашение № 14.621.21.0004 от «22» августа 2014 г.

15 декабря 2015г., г. Новосибирск

1. Определение линейных размеров и количества слоев углеродных нанотрубок

1.1. Готовилась взвесь нанотрубок в растворе этилового спирта, капля взвеси (2-5 мл) с помощью пипетки наносилась на поверхность вертикального вибратора ультразвукового диспергатора. Предметные поддерживающие сеточки диаметром 3 мм фиксировались на расстоянии 10 см от поверхности вибратора, включался ультразвуковой диспергатор на 2 минуты и проводился процесс нанесения нанотрубок на поверхность поддерживающих сеточек.

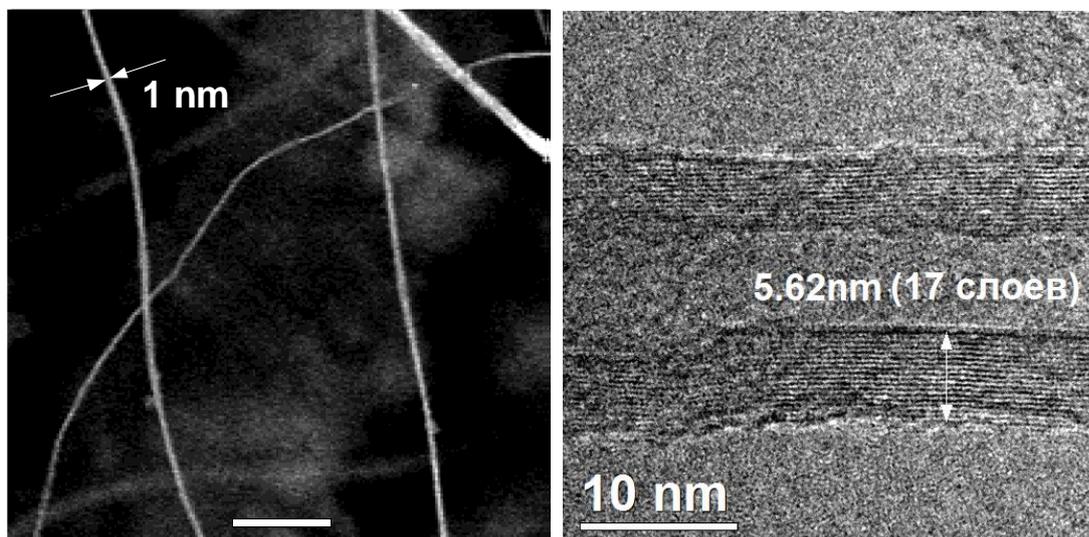
1.2. Контролировалась однородность нанесения и отсутствие крупных (более 100 мкм) конгломератов из нанотрубок с помощью оптического микроскопа в режимах отраженного и проходящего света.

1.3. Поддерживающие сеточки с нанотрубками загружались в держатель электронного микроскопа JEOL-4000EX, работающего при ускоряющем напряжении 400 кВ.

1.4. При измерении линейных размеров для увеличения контраста на изображении использовался темнопольный режим работы с отсечением прямого пучка. Режим высокоразрешающей электронной микроскопии использовался в случае визуализации атомного строения углеродных нанотрубок для определения количества слоев. Измерения линейных размеров и количества слоев проводились на электронномикроскопических изображениях с помощью компьютерной программы Gatan Digital Micrograph.

Измерения линейных размеров нанотрубок показали следующие значения: длина от 100 до 500 нм, диаметр от 6 нм (для двухслойных) до 30 нм (для 17-ти слойных).

Ниже приведены типичные примеры электронно-микроскопических изображений для измерения линейных размеров (слева) и количества слоев углеродных нанотрубок (справа).



2. Исследование воспроизводимости измерений линейных размеров в зависимости от параметров используемого микроскопа

Те же самые образцы были исследованы по данной методике на электронном микроскопе JEOL 2200 FS при ускоряющем напряжении 200 кВ. Измерения линейных размеров нанотрубок показали следующие значения: длина от 100 до 500 нм, диаметр от 6 нм (для двухслойных) до 30 нм (для 17-ти слойных).

4. Выводы

Методика измерений линейных размеров и количества слоев углеродных нанотрубок с применением высокоразрешающего просвечивающего электронного микроскопа отвечает заявленным требованиям к измерениям линейных размеров и количества слоев углеродных нанотрубок. Данная методика обеспечивает измерения линейных размеров нанотрубок на прозрачных для электронного пучка углеродных подложках в диапазоне размеров 0,31-31 нм по диаметру и 0,31-1000 нм по длине. Кроме этого, данная методика позволяет измерять количество слоев в углеродных нанотрубках от 1 до 15 и определять хиральность этих слоев (угол скручивания) в диапазоне 0-10 градусов.

Руководитель темы, чл.-корр. РАН

Латышев А.В.

