

## Приборы и методы исследования используемые ЦКП НЦЧ ИФТТ РАН

### *Просвечивающий электронный микроскоп JEM-2100 производства японской компании «JEOL Ltd.»*



Электронный микроскоп JEM-2100 обеспечивает высокие электронно-оптические параметры, разнообразные методические возможности получения и вывода информации, эффективность и удобство работы. Микроскоп оборудован  $LaB_6$  катодом повышенной яркости, цифровым сканирующим устройством, устройством изменения угла сходимости электронного пучка для выполнения исследований методом сходящегося пучка, гониометром с пьезоконтролем положения объекта на атомном уровне. Конструкция микроскопа обладает повышенной виброустойчивостью. Вывод изображений осуществляется как на флуоресцентный экран, так и на монитор с помощью CCD камеры высокого разрешения и с увеличенным полем зрения. В управлении многофункциональной электронно-оптической системой прибора и вывода изображения используется операционная система WINDOWS.

#### **Виды выполняемых анализов**

- Светлопольные и темнопольные изображения тонких объектов “на просвет”;

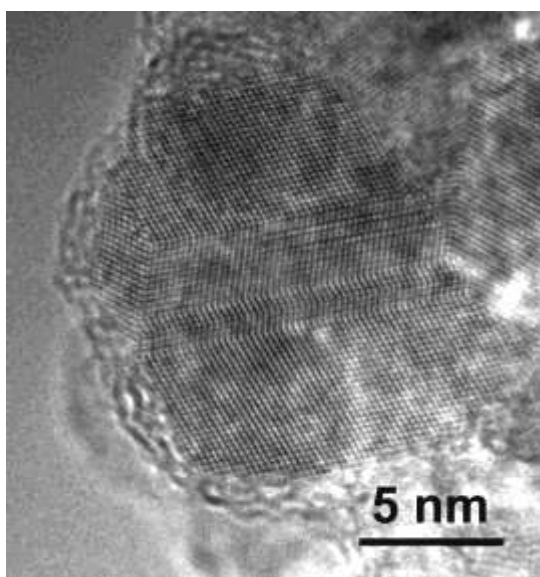
- Изображения прямого разрешения кристаллической решетки;
- Изображения в растровом режиме;
- Изображения в сходящемся пучке.

## Технические характеристики

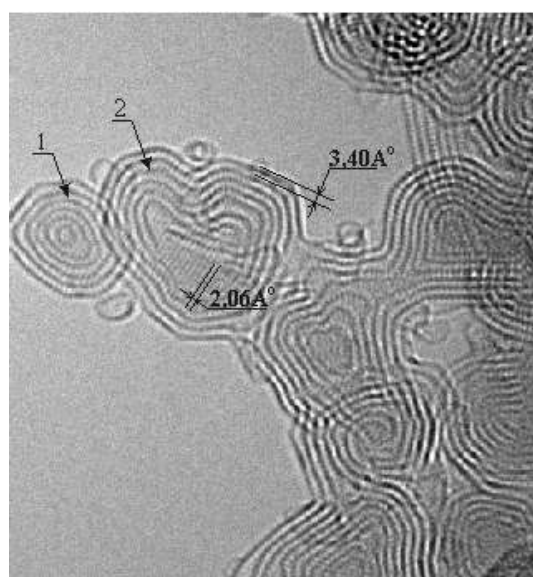
Ускоряющее напряжение		80, 100, 120, 160, 200 кВ
Разрешение по точкам		0.19 нм
Разрешение по решетке		0.14 нм
Коэффициент сферической аберрации		1,1 мм
Диаметр пятна	в просвечивающем режиме	20 – 200 нм
	в режиме сходящегося пучка	0,5 – 25 нм
Увеличение	в режиме низкого увеличения	×50 – 6 000
	в режиме увеличения	×2 000 – 1 500 000
	в растровом режиме	×8 000 – 800 000
Углы наклона образца X/Y		±25°/±25°
Размеры матрицы CCD камеры		24 мм × 36 мм (4032 × 2688 pixel)

## Объекты исследования

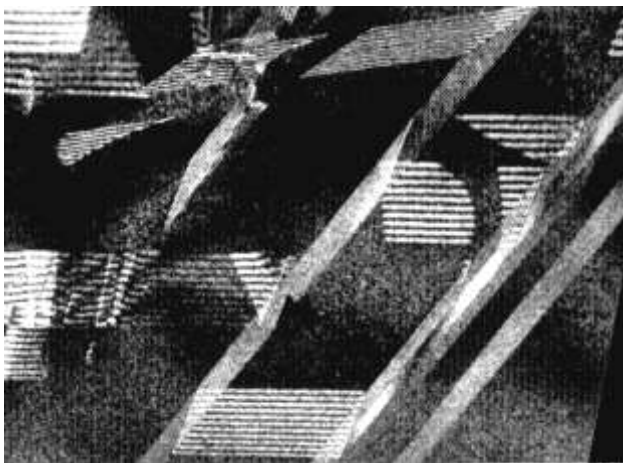
Микроскоп предназначен для исследования реальной структуры тонких сечений массивных объектов, порошкообразных, пленочных и других объектов, изучаемых в физике твердого тела, материаловедении, биологии. Среди них – углеродные наноматериалы (нанотрубки, фуллерены), неорганические нанопорошки и пленки, высокотемпературные сверхпроводники, материалы оптоэлектроники и др.



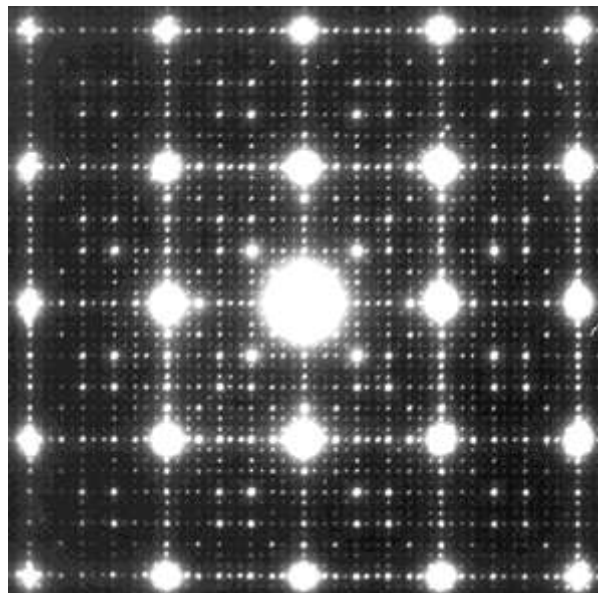
Двойники в кристаллической решетке наночастицы алмаза.



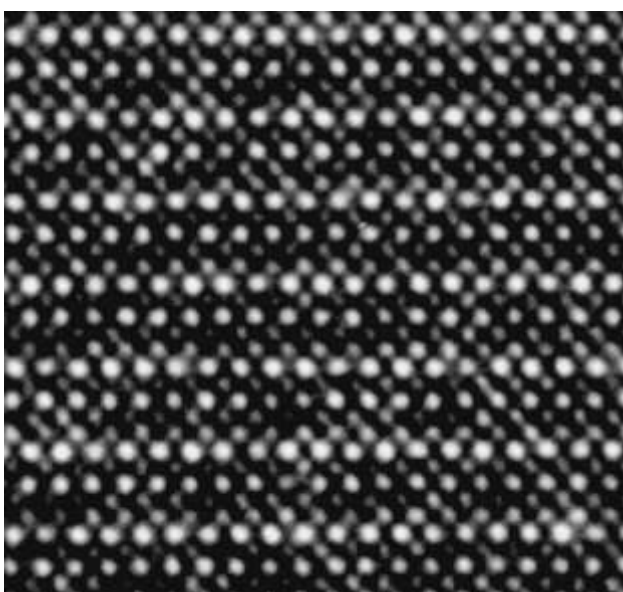
Структура onion-like наночастиц, полученных отжигом наночастиц алмаза.



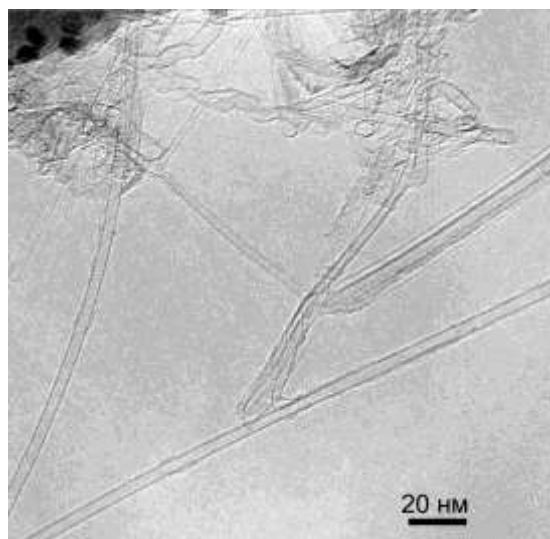
Дефекты упаковки в кубическом SiC.



Электроннограмма оксида  $\text{Ba}_4\text{V}_{11}\text{O}_y$ , показывающая сложный характер упорядочения атомов бария и висмута.



Изображение решетки оксида  $\text{BaV}_2\text{O}_y$ , показывающее наличие в структуре перовскитовых ячеек.



Углеродные нанотрубки, выращенные локальным CVD методом на каталитических наночастицах Fe.

***Зондовая нанолaborатория Интегра Аура производства  
ЗАО «Инструменты нанотехнологии », Россия***



*Функциональные возможности сканирующей зондовой лаборатории (СЗЛ) Интегра Аура позволяют анализировать физические (в т.ч.электрические, магнитные, оптические) и химические свойства объекта в диапазоне характерных размеров от миллиметров до ангстрем.*

<b><i>Методики измерения</i></b>
<b><i>На воздухе:</i></b>
• сканирующая туннельная микроскопия (СТМ)
• туннельная спектроскопия (ТМ)
• контактная АСМ:
○ топология
○ метод модуляции силы
○ метод постоянной высоты
○ метод постоянной силы
○ контактный метод рассогласования
○ метод латеральных сил
○ метод отображения сопротивления растекания
○ контактная емкостная микроскопия
• резонансная АСМ (полуконтактная + бесконтактная)
○ топология
○ метод отображения фазы
○ полуконтактный метод рассогласования

○ сканирующая емкостная микроскопия
○ метод зонда Кельвина
○ статическая магнитно-силовая микроскопия
○ электросиловая микроскопия
● СЕМ и РМ литографии
● АС спектроскопия (ВАХ, силы адгезии)
<b><i>В жидкости:</i></b>
● контактная АСМ:
○ топология
○ микроскопия боковых сил
○ метод модуляции силы
○ изображение силы адгезии
● полуконтактная (scanner-driven) АСМ
● АСМ (силовая) литография

### ***Типовые объекты исследования:***

Твердые и пластичные нанообъекты, микрообъекты, тонкие пленки, полимеры, композиционные материалы.

### ***Технические характеристики прибора***

		Сканирование образцом	Сканирование зондом
Размер образца		до Ø40 мм, до 15 мм в высоту	до Ø100 мм, до 15 мм в высоту
Вес образца		до 100 г	до 300 г
XY диапазон позиционирования		5x5 мм	
Разрешение позиционирования		5 мкм	
Диапазон сканирования		100x100x10 мкм 1x1x1 мкм	100x100x10 мкм
Нелинейность, XY с датчиками		≤0.1%	≤0.15%
Уровень шума, Z (среднеквадратичный в полосе 1000 Гц)	С датчиками	0.04 нм (типичное значение), ≤ 0.06 нм	0.06 нм (типичное значение), ≤0.07 нм
	Без датчиков	0.03 нм	0.05 нм
Уровень шума, XY (среднеквадратичный в полосе 200 Гц)	С датчиками	0.2 нм (типичное значение), ≤0.3 нм (XY 100 мкм)	0.1 нм (типичное значение), ≤0.2 нм
	Без датчиков	0.02 нм (XY 100 мкм) 0.001 нм (XY 3 мкм)	0.01 нм
Closed-Loop Equivalent™ (Эквивалентный сканер – система обратной связи)	Уровень шума, XY (Среднеквадратичный в полосе 200 Гц)	4 ppm	

	Уровень шума, Z (Среднеквадратичный в полосе 1000 Гц)	8 ppm
	Точность приближения	5% типичное значение
Оптическая видео система	Оптическое разрешение	3 мкм
	Поле зрения	2.0-0.4 мм
	Непрерывное увеличение	Доступно
Вакуумная система	Давление	$10^{-2}$ Торр
Виброизоляционная система	Активная	0.7-1000 Гц
	Пассивная	выше 1 КГц

### **Методы обработки:**

#### **Программа визуализации изображения *Image Analysis*.**

#### **2D Методы:**

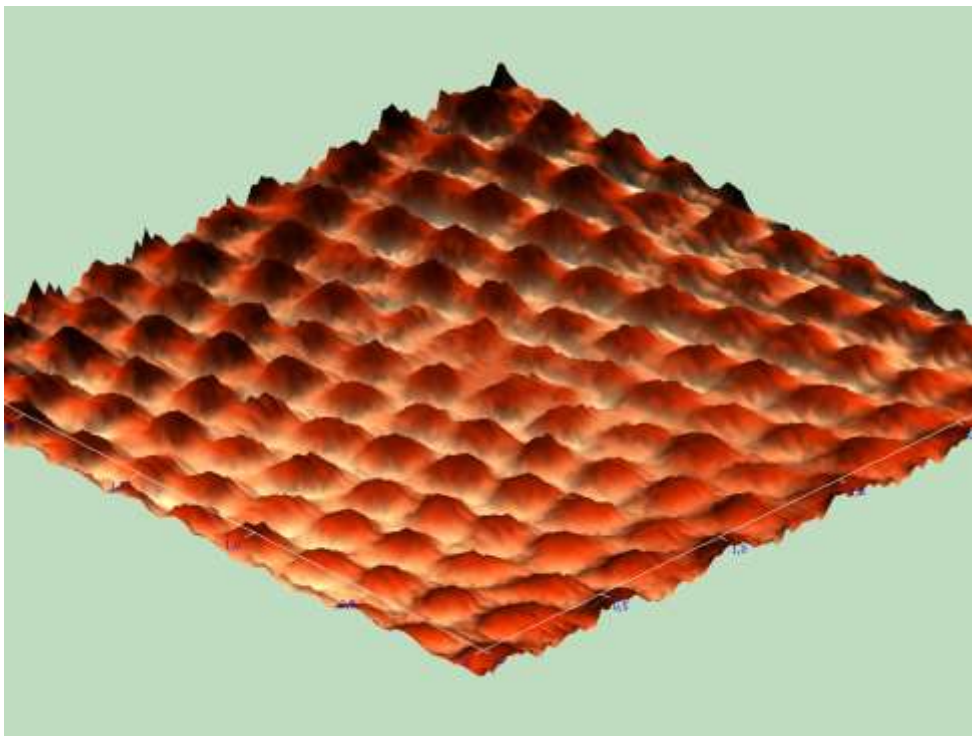
Автокорреляционная функция  
 Усреднённое построчное преобразование Фурье  
 Усреднённый профиль  
 Интерполяция  
 Инверсия  
 Повороты/отражения  
 Деконволюция  
 Набор методов для редактирования изображения  
 Одномерная подгонка  
 Двумерная подгонка  
 Фурье-анализ и фильтрация  
 Статистический анализ  
 Сечения  
 Анализ зёрен

#### **1D Методы:**

Анализ нелинейностей  
 Производные  
 Подгонка  
 Фурье-преобразование  
 Статистический анализ  
 Интерполяция/прореживание  
 Аппроксимация полиномом

#### **Фильтры:**

Низких частот  
 Высоких частот  
 Сглаживающие  
 Медианные  
 Лапласа  
 Собеля  
 Первитта  
 Гаусса



СТМ изображение высоко-ориентированного пиролитического графита (ВОПГ) атомарного разрешения.

***Фурье ЯМР спектрометр Bruker AVANCE III TM 400 MHz WB,  
производства компании «Bruker» (Германия)***



**Спектрометр ЯМР Avance III 400** является прибором последнего поколения, оснащен современной электроникой, активноэкранированным сверхпроводящим магнитом с отверстием диаметром 89 мм и тремя датчиками, укомплектован приставкой для проведения диффузионных измерений методом ЯМР с импульсным градиентом магнитного поля.

***В комплект спектрометра входит:***

Датчик широких линий с расширенным температурным диапазоном  
Твердотельный датчик с вращением под магическим углом CP/MAS  
Диффузионный датчик

***Функциональные возможности спектрометра:***



ЯМР -спектрометр предназначен для проведения структурных и динамических исследований в наномасштабах в твердом теле, включая как неорганические, так и органические материалы, а также для исследования жидкофазных систем. Спектрометр позволяет регистрировать спектры ЯМР практически всех элементов периодической таблицы Менделеева в диапазоне температур. Имеется возможность, применяя технику MAS (magic angle spinning-вращение под магическим углом), получать спектры ЯМР высокого разрешения в твердом теле, что принципиально повышает информативность метода.

### **Основные характеристики спектрометра**

Разрешение по частоте, Гц	0.005
Разрешение по фазе, градусы	0.01
Время переключения (установления) произвольных частоты, фазы, амплитуды	25 нс
Шаг изменения длительности импульса	12.5 нс
Линейный усилитель 6-405 МГц	1000 Вт
Широкополосный линейный усилитель, 6-405 МГц	1000 Вт

### **Характеристики высокотемпературного датчика широких линий**

Диаметр катушки	5 мм
Температурный диапазон датчика	-150..+800°C
Диапазон наблюдаемых ядер на датчике	2H,31P,19F,1H

### **Характеристики датчика CP/MAS**

Диаметр ротора	3.2 мм
Температурный диапазон датчика (не хуже)	-120..+160°C
Диапазон наблюдаемых ядер (не хуже)	1H,31P-15N

### **Характеристики датчика предназначенного для проведения экспериментов по диффузии**

Диаметр ЯМР ампулы	5 мм
Температурный диапазон датчика	-40..+80°C
Мощность градиента	60 Гаусс/см/А
Максимальный ток градиента	60 А
Максимальная сила градиента	3000 Гаусс/см
Датчик укомплектован специальными сменными вставками для проведения экспериментов на ядрах 1H, 13C, 31P, 23Na, 7Li, 19F, 2H, 133Cs. Для ядер 1H температурный диапазон составляет -100 - +200 °C	

### **Виды выполняемых анализов**

#### **Датчик широких линий с расширенным температурным диапазоном**

Датчик широких линий с расширенным температурным диапазоном позволяет наблюдать широкополосные спектры разнообразных твердых тел, а также особенности фазовых превращений вещества на различных ядрах. Такие спектры позволяют изучать строение и особенности многих соединений, в частности, на основе анализа анизотропии химического сдвига и спектров квадрупольных ядер. Возможные области применения:

исследование металлов, их сплавов, катализаторов, нефтепродуктов, полимеров, керамики, других твердых материалов. Данный датчик также позволяет снимать спектры высокого разрешения на жидкостных образцах.

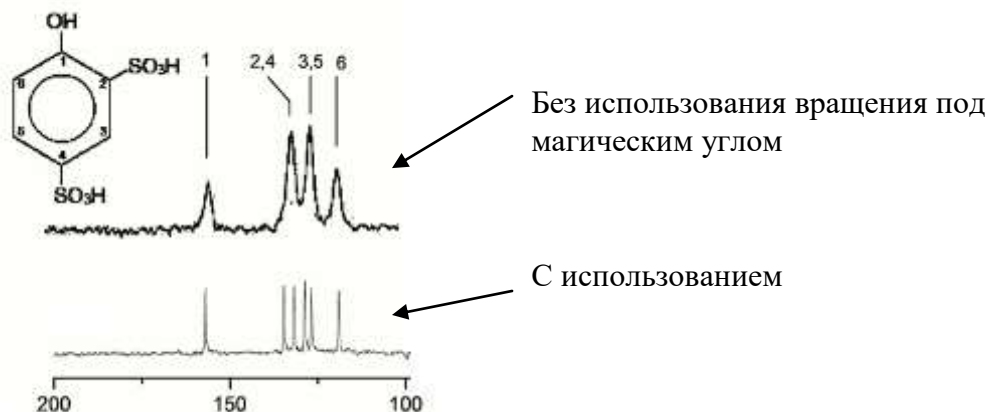
### Твердотельный датчик CP/MAS

Твердотельный датчик с вращением под магическим углом и широкополосным каналом предназначен для получения спектров на ядрах от  $^{15}\text{N}$  до  $^{31}\text{P}$  с развязкой от протонов, а также на протонах и фторе-19. Этот датчик дает возможность исследовать объекты в твердом состоянии, получая спектры с улучшенным разрешением, что предполагает точное измерение химических сдвигов. Позволяет установить строение и физико-химические свойства твердых веществ и материалов. Датчик может быть использован в материаловедении, органической, биоорганической, физической, неорганической химии, а также в различных отраслях промышленности.

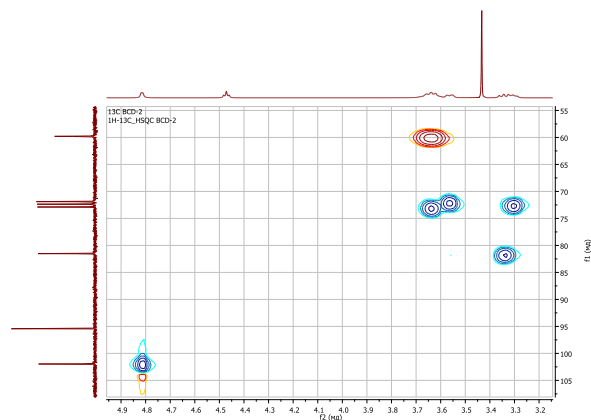
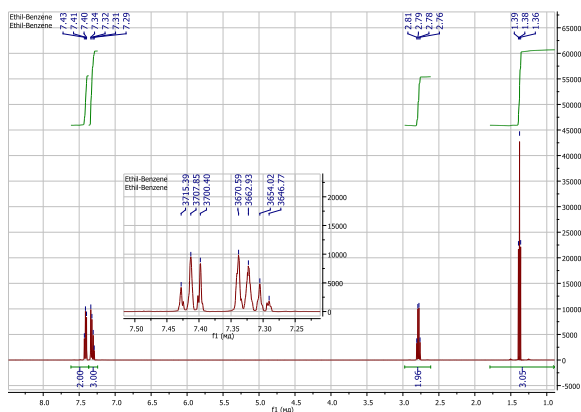
### Диффузионный датчик

Диффузионный датчик основан на принципе зависимости магнитных свойств вещества от размера молекулы и их трансляционной подвижности. Он оснащен градиентной катушкой с мощностью до 1800 Гаусс/метр. Датчик позволяет измерять коэффициенты самодиффузии молекул и ионов в многокомпонентных жидкостях, в гетерогенных средах, в биологических объектах. Задачи, решаемые с помощью датчика - исследования свойств коллоидных систем, строения и свойств полимеров, также для анализа смесей веществ, многокомпонентных и агрегирующих систем, исследование механизмов ионного и молекулярного транспорта в полиэлектролитах, неорганических ион проводящих системах, синтетических и биологических мембранах.

Результаты применения датчика MAS (вращения под магическим углом)



Протонный эксперимент на этилбензоле в режиме высокого разрешения



Двумерный эксперимент HSQC

*Электронный спектрометр для химического анализа PHOIBOS 150 MCD, производства компании «SPECS» (Германия)*



### *Назначение прибора*

Прибор предназначен для исследования состава и состояния элементов в приповерхностном (5-40 Å) слое твердого тела.

### *Технические характеристики прибора:*

Прибор состоит из:

- аналитической камеры сверхвысокого вакуума,
- полусферического анализатора энергии электронов Phoibos 150MCD,
- рентгеновских источников (немонохроматизированный и монохроматизированный), ультрафиолетового источника,
- моноэнергетической электронной пушки,
- низковольтной электронной пушки для снятия заряда,
- ионной пушки для очистки образцов и глубинного профилирования,
- вторично-электронного детектора,
- прецезионного манипулятора образца,
- предкамеры для быстрого ввода образца,
- вакуумных насосов системы

Характеристики электронной пушки:

- диапазон энергии 20 эВ-5 кэВ
- разброс по энергии < 1эВ
- диаметр пучка 100 мкм при энергии 5 кэВ и токе 10 мкА
- максимальный ток пучка 100 мкА

Характеристики ионной пушки:

- минимальный диаметр пучка не более 100 мкм
- размер раstra до 10x10 мм
- минимальный ионный ток больше 8 мкА
- диапазон энергии ионов от 0,2 до 5 кэВ

Вакуум в аналитической камере:

- не хуже  $5 \times 10^{-10}$  торр

Скорости счета для пика серебра  $Ag3d_{5/2}$  при мощности рентгеновского источника с магниевым анодом 300 Вт и расстояния между анодом и образцом <15мм:

>3Mcps @ 0,85 eV

>9Mcps @ 1.00 eV

>26Mcps @ 1.40 eV FWHM

Скорость счета для пика серебра  $Ag3d_{5/2}$  при мощности монохроматического рентгеновского источника с алюминиевым анодом 400 Вт и расстояния между анодом и образцом <15мм:

>400 kcps @ 0,6 eV FWHM

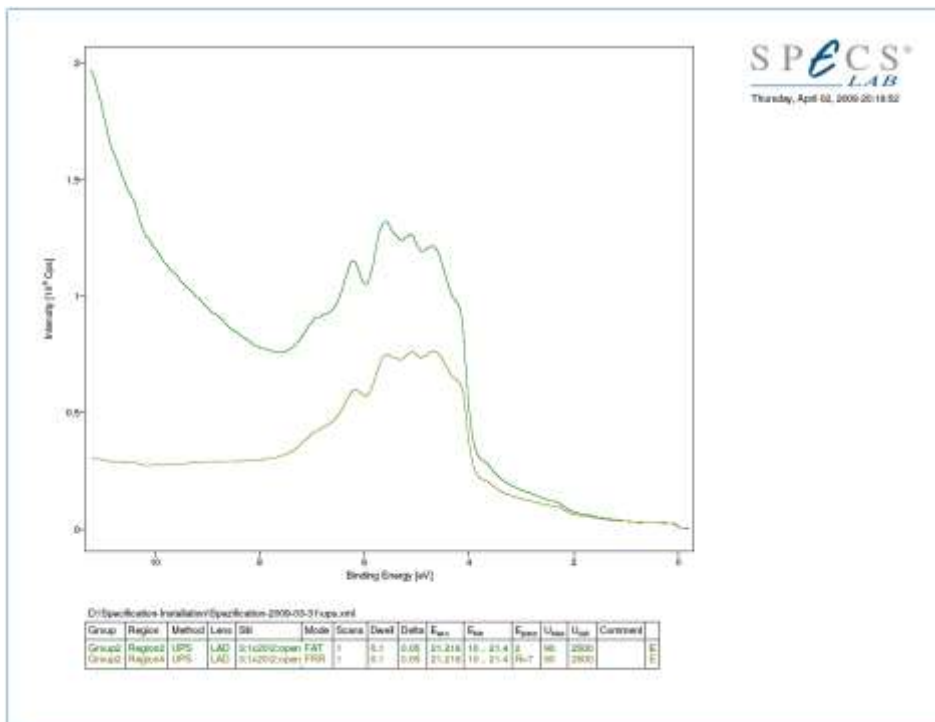
*Виды выполняемых анализов:*

Получение рентгеновских фотоэлектронных спектров, ультрафиолетовых фотоэлектронных спектров, оже-электронных спектров, а также спектров характеристических потерь энергии электронов.

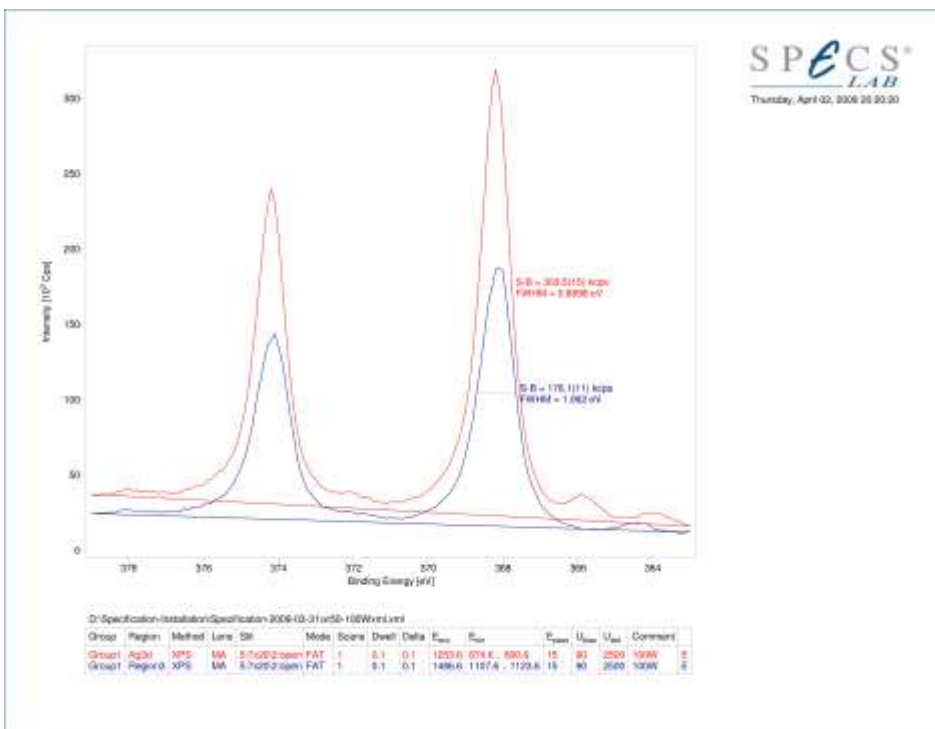
*Типовые объекты исследования:*

Углеродные нанотрубки, нанопорошки, тонкие пленки, комплексы переходных металлов, полимеры, композиционные материалы.

*Примеры спектров:*



Спектр валентной полосы серебра



Спектр Ag4f металлического серебра