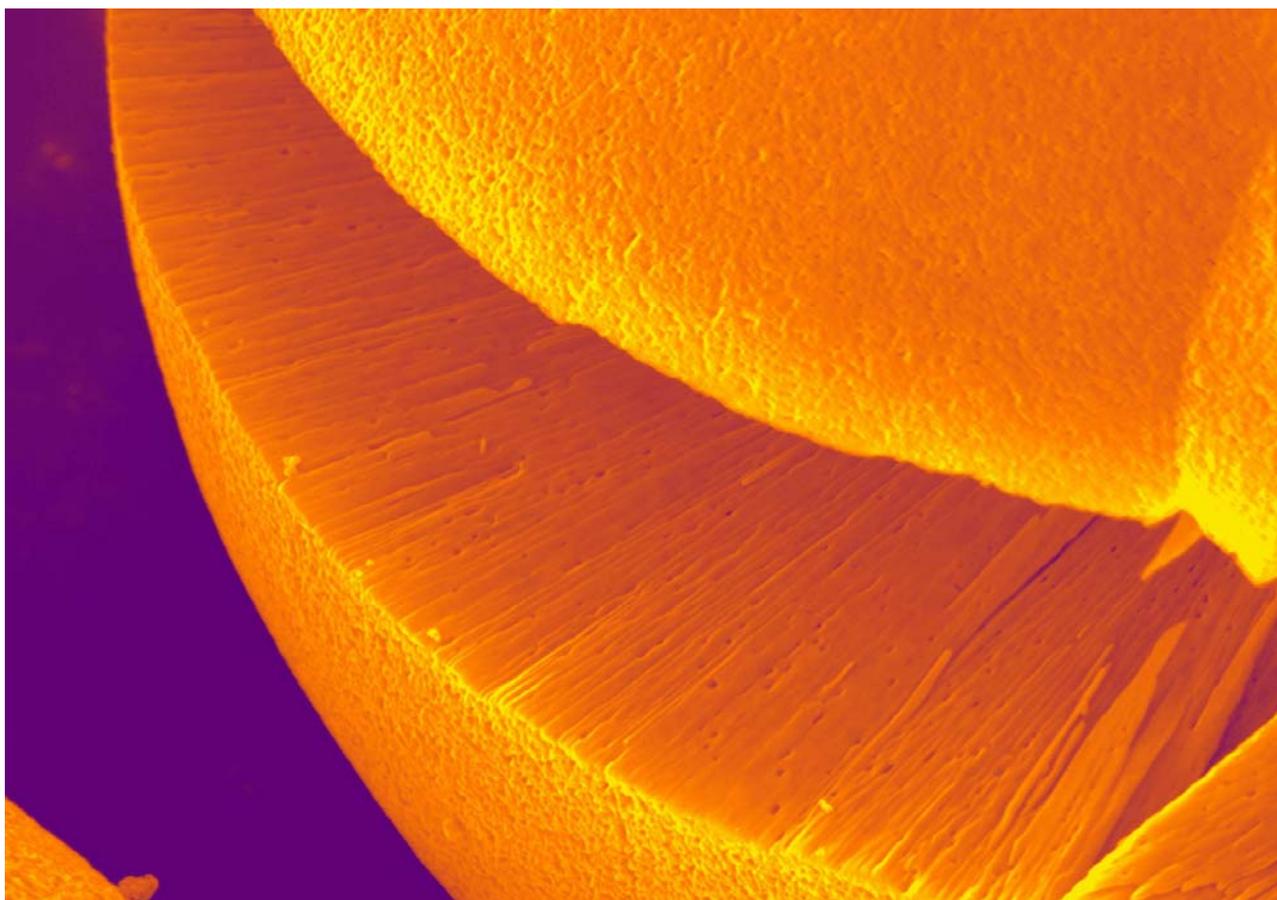


ЦЕНТР КОЛЛЕКТИВНОГО
ПОЛЬЗОВАНИЯ МГУ

“Технологии получения новых
наноструктурированных материалов и их
комплексное исследование”

Отделение факультета наук о материалах



Москва
2006

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	3
Люминесцентный спектрометр LS 55	6
Спектрофотометр Lambda 35	8
ИК-спектрофотометр Spectrum One	9
Атомно-эмиссионный спектрометр Optima 5300DV	11
Цифровой сканирующий электронный микроскоп высокого разрешения Leo Supra 50 VP с системой рентгеноспектрального микроанализа INCA Energy+ .	12
Металлографический микроскоп Eclipse 600pol.....	16
Сканирующий Зондовый Микроскоп NT-MDT NTEGRA Aura	18
Просвечивающий электронный микроскоп JEM 2000 FXII.....	20
Термоанализатор Pyris Diamond	22
Дифференциальный сканирующий калориметр Delta 7	23
Электрохимическая система: потенциостат Solartron EI 1287/ анализатор частот Solartron 1255B.....	24
Анализатор сорбции газов NOVA 4200e	26

Введение



Центр коллективного пользования Московского государственного университета им. М.В.Ломоносова «Технологии получения новых наноструктурированных материалов и их комплексное исследование» (ЦКП МГУ) создан весной 2003 г. на базе лабораторий физического, химического факультетов и факультета наук о материалах с целью объединения усилий ученых МГУ по разработке и совершенствованию нанотехнологий и для расширения возможностей использования имеющегося в МГУ аналитического и технологического оборудования. Анализ основных результатов деятельности ЦКП МГУ за эти годы свидетельствует об успешной реализации поставленной задачи, о значительном расширении возможностей коллективного использования имеющегося в ЦКП МГУ дорогостоящего аналитического и технологического оборудования учеными не только Московского университета, но и организаций Российской Федерации, проводящих исследования в рамках федеральной целевой научно-технической программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития науки и техники» на 2002-2006 годы, других федеральных целевых ведомственных и академических программ, а также в соответствии с тематическими планами организаций, финансируемых из федерального бюджета.



Деятельность ЦКП МГУ направлена на решение задач, выполняемых в рамках приоритетных направлений развития образования, науки, технологий и техники Российской Федерации. В основе концепции развития ЦКП МГУ на 2005-2010 гг. лежит совершенствование комплекса услуг по приборному и научно-методическому обеспечению прецизионных измерений основных физико-химических характеристик и получению наноструктурированных материалов. С этой целью внедряется принцип формирования полностью укомплектованных блоков аналитического сертифицированного оборудования, структуризации и аккредитации лабораторий, на базе которых создан ЦКП МГУ, дальнейшей разработки и аттестации методик исследований. Особое внимание будет уделяться приборному обеспечению проведения междисциплинарных исследований по приоритетным направлениям развития науки, технологий и техники Российской Федерации, определяемых интеграцией научных дисциплин, возникновением новых проблемно-ориентированных поисковых фундаментальных задач на стыке наук. Лидирующее положение Московского государственного университета в образовательной системе Российской Федерации определяет в качестве важнейшей составляющей деятельности ЦКП МГУ научно-методическое обеспечение подготовки и переподготовки специалистов, повышения квалификации научно-педагогических кадров, подготовки научных кадров - кандидатов и докторов наук, предоставление возможности молодым

специалистам и студентам работать и обучаться на современной приборной базе. Наличие уникального научно-исследовательского оборудования в ЦКП МГУ позволит российским ученым активно участвовать в крупных международных проектах на равных с зарубежными учеными из ведущих мировых научных центров.



ЦКП направлен на получение и исследование следующих типов наноматериалов и наноструктур:

- 1) полупроводниковые наноструктуры и композиты, люминесцентные наноматериалы;
- 2) магнитные наноструктуры и композиты, молекулярные магнетики;
- 3) магнитные наночастицы в стеклообразных матрицах;
- 4) многооболочечные наночастицы с «распознающими» способностями;
- 5) наноструктуры с нелинейными диэлектрическими свойствами;
- 6) супрамолекулярные (наноячеистые) материалы и клатраты;
- 7) молекулярная электроника;
- 8) кластерные материалы;
- 9) фуллереноподобные материалы;
- 10) нанобиоматериалы;
- 11) гибридные органо-неорганические и неоргано-органические наноматериалы;
- 12) тонкие пленки, гетероструктуры и сверхрешетки;
- 13) пленки Лэнгмюра-Блоджетт и самособирающиеся слои, послойная сборка сложных структур с квантовыми и туннельными эффектами;
- 14) частично упорядоченные гелевые покрытия, мезопористые структуры и аэрогели;
- 15) самоорганизующиеся структуры на поверхностях с анизотропным или нелинейным смачиванием;
- 16) искусственные иерархические структуры, полученные нанолитографией;
- 17) микроэлектромеханические системы;
- 18) конструкционные наноматериалы.
- 19)

Современная система университетского образования требует развития междисциплинарных естественно-научных связей, в первую очередь, разработки инновационных подходов преподавания в РФ науки о материалах, которая чрезвычайно популярна в силу высокой инновационной отдачи исследований в данной области.



Отделение ФНМ Центра коллективного пользования МГУ “Технологии получения новых наноструктурированных материалов и их комплексное исследование”. Отделение оснащено самым современным, в ряде случаев - уникальным

оборудованием, предназначенным для решения самого широкого спектра исследовательских задач.

Микроструктурные исследования:

сканирующий электронный микроскоп высокого разрешения Supra 50VP (LEO) с системой микроанализа INCA Energy+ (Oxford); металлографический микроскоп Eclipse 600pol (Nikon); Инверсионный оптический микроскоп МЕТАМ РВ-21 (ЛОМО), Атомно - Силовой Микроскоп «Интегра» (NT MDT).

Магнитные, электрофизические и электрохимические измерения:

установка для измерения температурной зависимости сопротивления материалов; установка для измерения комплексной магнитной восприимчивости SCC (APD Cryogenics); весы Фарадея; электрохимическая система потенциостат Solartron 1287/ анализатор частот Solartron 1255B (Solartron).

Термоаналитические исследования:

комплексный дифференциально-термический и термогравиметрический анализ - термоанализаторы (Perkin-Elmer TG7, DSC STA-409, Derivatograph Q-1500, PE Pyris Diamond).

Спектроскопические исследования:

УФ-вид. спектрофотометр Lambda 35 (Perkin-Elmer); ИК-спектрофотометр Spectrum One (Perkin-Elmer); люминесцентный спектрометр LS 55 (Perkin-Elmer), анализатор химического состава проб с использованием индуктивно-связанной плазмы с лазерной приставкой для анализа состава поверхности твердых веществ.

Масс – спектральный анализ:

масс - анализатор ионов и нейтральных частиц INA-3 (LEYBOLD-HERAUS); лазерный масс-спектрометр LAMMA-1000 (LEYBOLD-HERAUS).

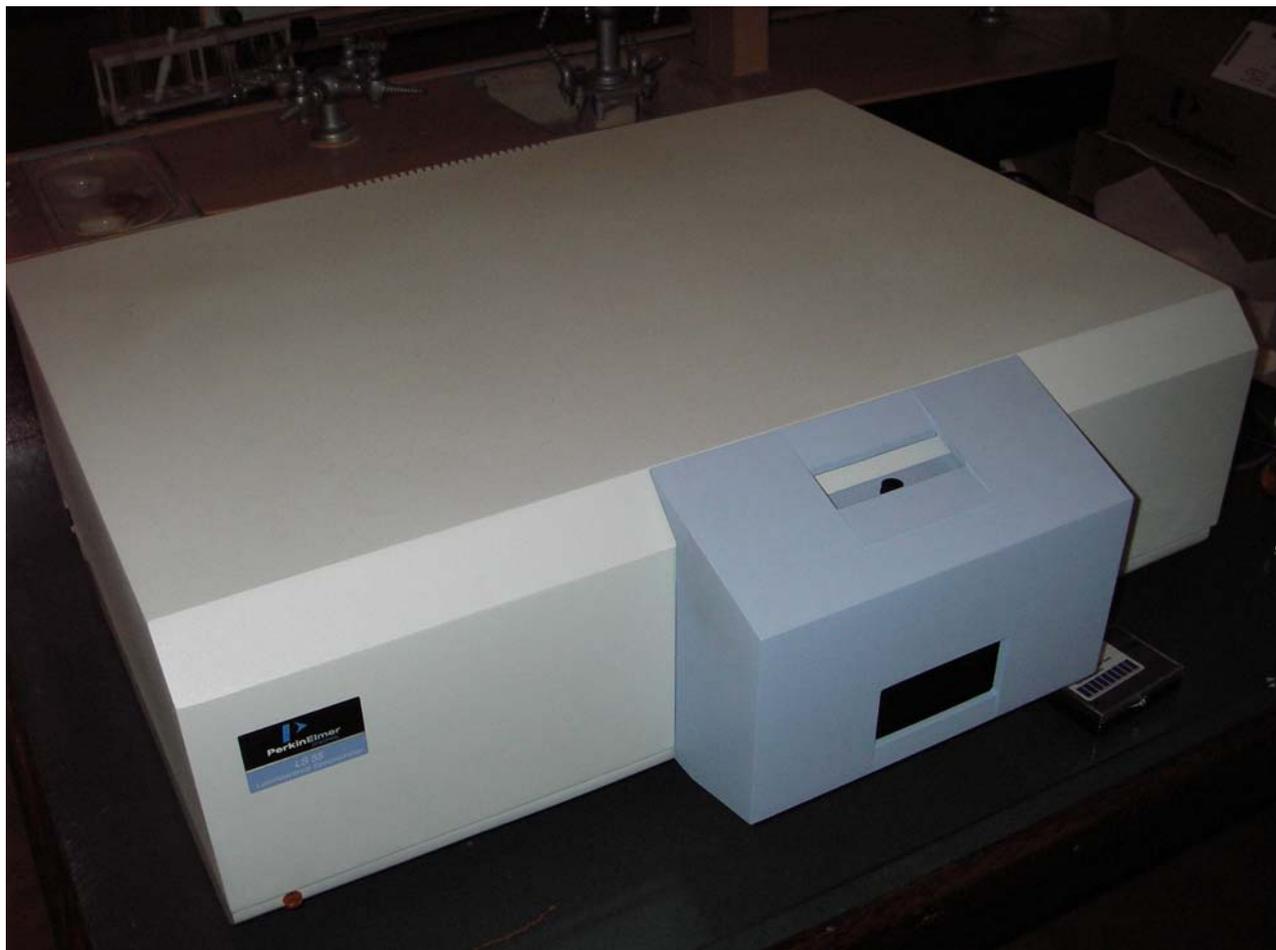
Анализ площади поверхности и пористости:

NOVA 4200e (QUANTACHROME INSTR., USA, метод капиллярной адсорбции азота).

Прочее оборудование:

лазерный анализатор частиц Analyzitte 22 (FRITCH); сублиматоры (USIFROID SMH-15); шаровые мельницы планетарного типа (FRITCH Pulverizette Series); прессы для холодного/теплого (до 250-500 °С) прессования (CARVER); трубчатые и камерные печи различных конструкций до 1200-1650°С, аналитические весы Sartorius.

Люминесцентный спектрометр LS 55



(Perkin-Elmer, США - 2004)

Однолучевой люминесцентный спектрометр, работающий в режимах флуоресценции, фосфоресценции, хеми- и биолюминесценции.

Источник: ксеноновая лампа, работающая в пульсирующем режиме с частотой 50-60 Гц.

Монохроматоры: типа Монка-Джиллисона

Область длин волн: возбуждение 200-800 нм, эмиссия 200-900 нм

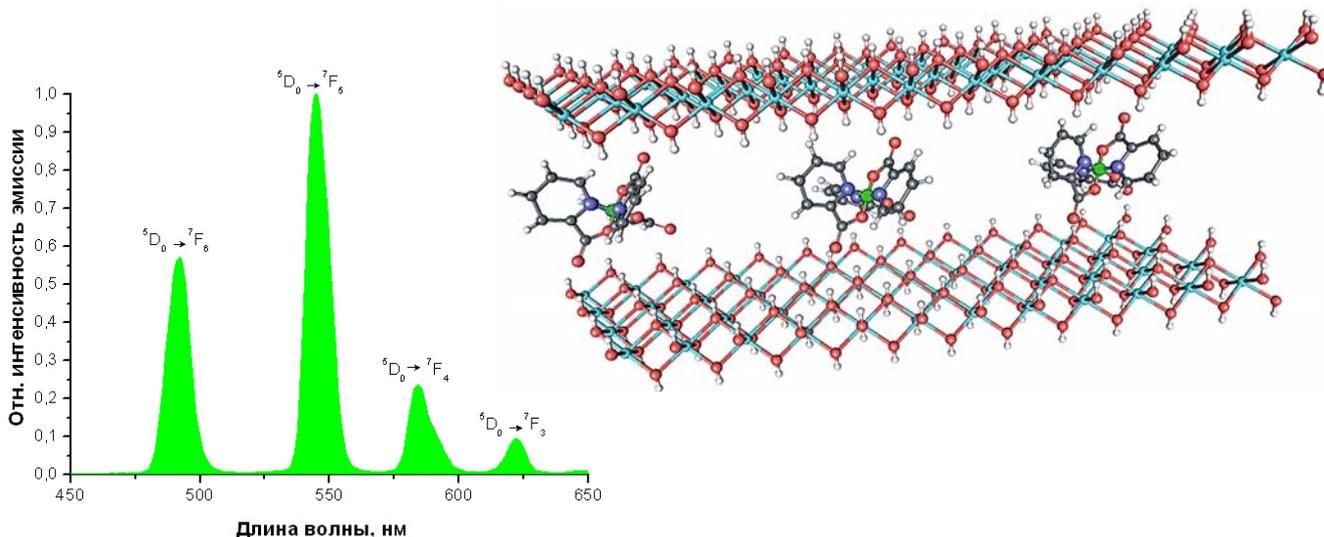
Спектральная ширина щели: возбуждение 2.5-15 нм, эмиссия 2.5-20 нм, инкремент 0.1 нм

Точность установки длины волны: 1 нм

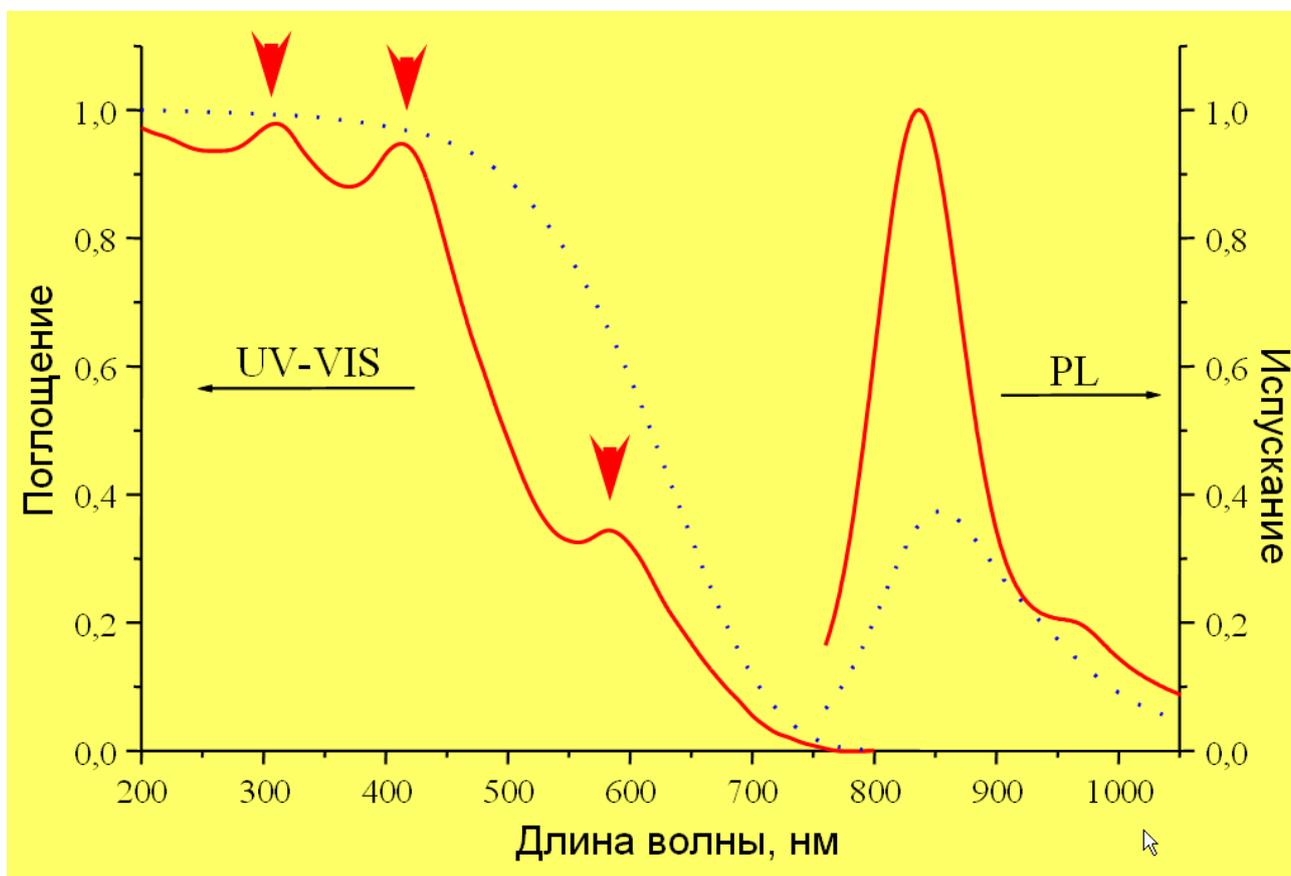
Отношение сигнал/шум: 2000:1 (RMS) при измерении базовой линии, не хуже 500:1 для полосы комбинационного рассеяния воды при длине волны возбуждающего излучения 350 нм.

Скорость сканирования: 10-1500 нм/мин

Управлением прибором осуществляется с ПК под управлением ПО FL WinLab



Спект люминесценции гибридного соединения «слоистый двойной гидроксид – пикрат тербия»



Спектры поглощения и люминесценции нанокompозита PbS/СДГ, полученного УФ-облучением $[Pb(S_2O_3)_2]^{2-}$ при $T = 77K$

Спектрофотометр Lambda 35



(Perkin-Elmer, США - 2002)

Двухлучевой спектрометр с вогнутой голографической решеткой. Предназначен для проведения различных аналитических исследований оптических спектров в УФ и видимой областях, для измерения концентрации различных веществ в водных растворах, продуктах питания, почвах и т.д.

- Дейтериевая и вольфрамо-галогеновая лампы с автоматизированным переключением светового пучка.
- Интегрирующая сфера для съемки спектров диффузного отражения
- Приставка для регулирования угла падения

Спектральный диапазон: 190-1100 нм

Спектральная ширина щели: 0.5-4 нм

Диапазон измерения спектральных коэффициентов направленного пропускания (%Т): 0.0001 - 1000

Погрешность установки длины волны: 0.1 нм

Скорость сканирования: 7.5-2880 нм/мин

Уровень шума, Б (от пика к пику при 0Б, 500 нм): 0.0003

Соотношение Сигнал/Шум: 12500:1

Управление и обработка данных:

с ПС под управлением программы UV WinLab

ИК-спектрофотометр Spectrum One



(Perkin-Elmer, США, 2003)

Фурье-спектрометр предназначен для регистрации и исследования оптических спектров в инфракрасной области, для количественного анализа и контроля качества в химической, нефтехимической, полупроводниковой, фармацевтической, пищевой и парфюмерной промышленности, осуществления экологического контроля, криминалистической и др. видов экспертиз.

Спектральный диапазон: $350 - 7800 \text{ см}^{-1}$

Разрешение: 4 см^{-1}

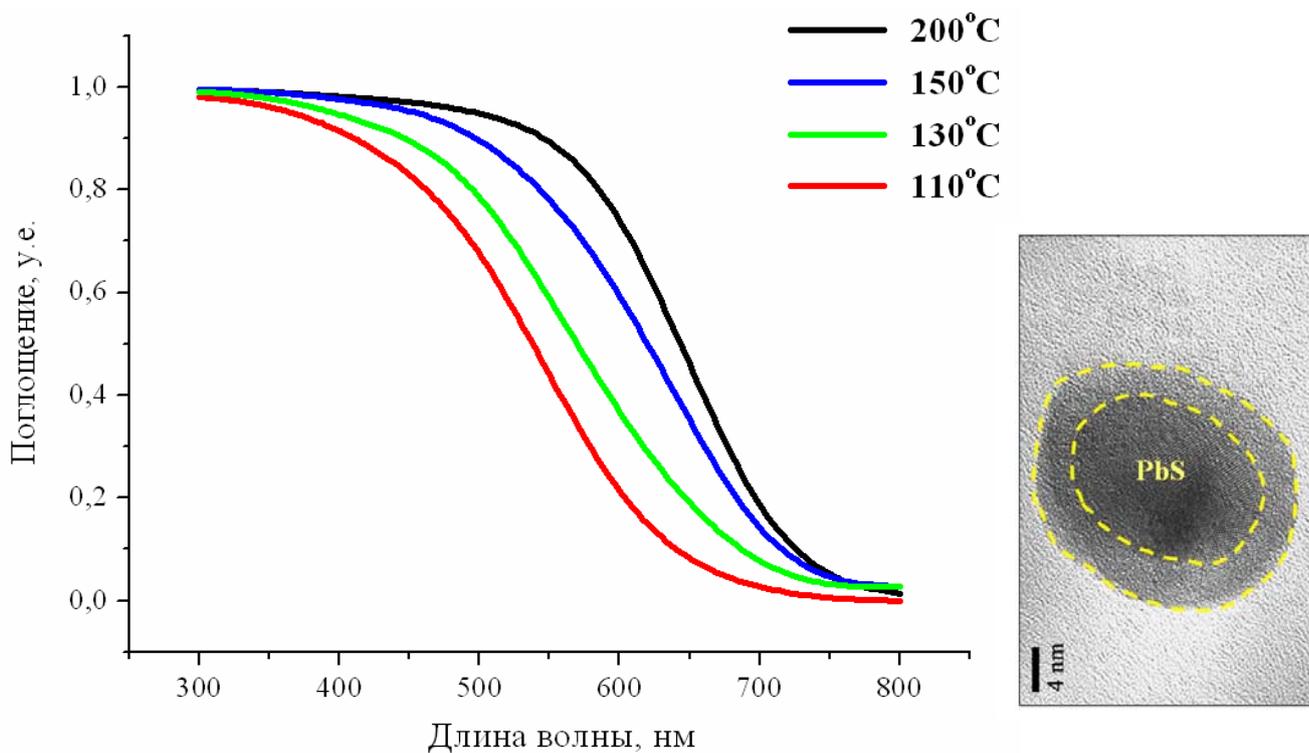
Отношение сигнал/шум: 24000:1

Абсолютное отклонение линии 100% пропускания: 0.5%

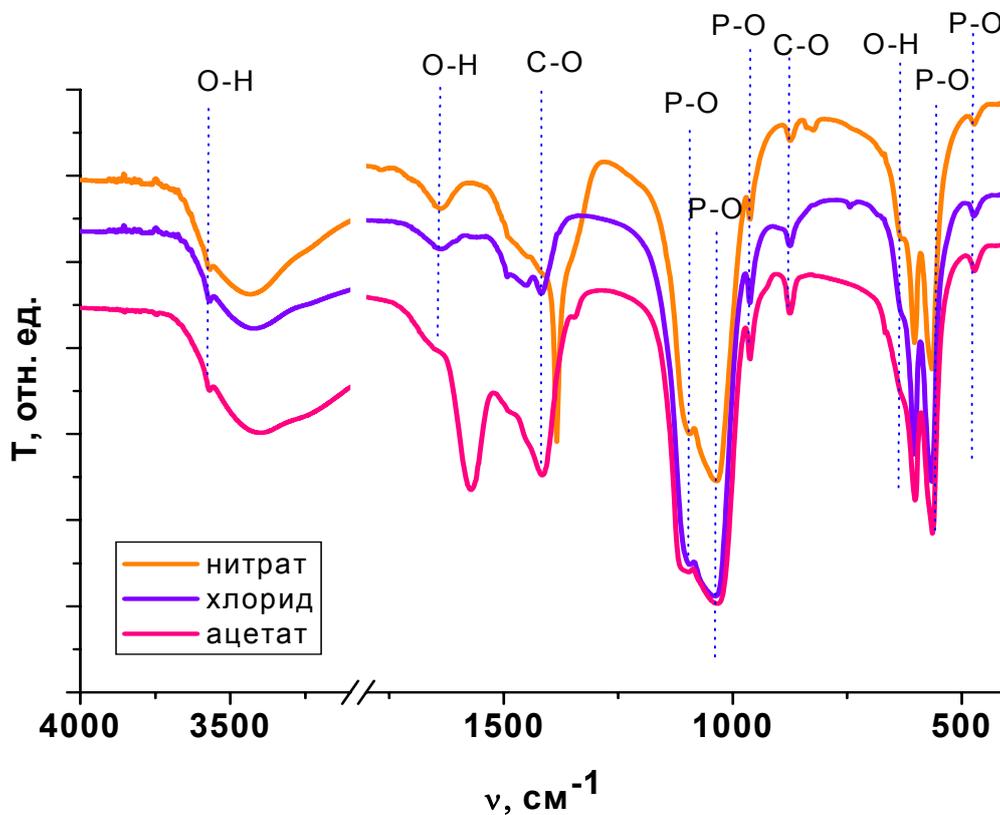
Абсолютная погрешность градуировки волновых чисел: 0.5 см^{-1}

Держатель для твердых проб диаметром 13 мм.

Программное обеспечение Spectrum for Windows



Спектры поглощения нанокompозитов PbS/СДГ, полученных термическим разложением $[Pb(S_2O_3)_2]^{2-}$ при различных температурах $T = 110 - 200^\circ C$



ИК-спектры образцов гидроксилапатита кальция

Атомно-эмиссионный спектрометр Optima 5300DV



(Perkin-Elmer, США 2006)

Используется для прецизионного определения элементного состава жидких и твердых проб (все элементы, кроме H, N, O и 8a группы), для анализа состава металлов и сплавов, пищевых продуктов, почв и т.п., область применения - геология, металлургия, химическая промышленность, экологический контроль, пищевая промышленность, лаборатории промышленных предприятий и научно-исследовательских институтов.

- Патентованные SCD твердотельные детекторы нового поколения, обеспечивающие прекрасное разрешение и высокую скорость анализа.
- Изолированная термостатируемая оптическая система, обеспечивающая повышенную надежность.
- Двойное наблюдение плазмы, улучшенные пределы обнаружения и расширенный динамический диапазон.
- Детальная обработка данных после проведения анализа, что способствует ускорению разработки методик анализа.
- Быстросъемный настраиваемый узел горелки и ввода образца, что дает простота обслуживания.
- Твердотельный RF-генератор, приводящий к меньшему расходу энергии и комплектующих.
- Настольная конструкция, приводящая к экономии места в лаборатории.

Цифровой сканирующий электронный микроскоп высокого разрешения Leo Supra 50 VP с системой рентгеноспектрального микроанализа INCA Energy+



(Германия, 2003)

Прибор предназначен для проведения исследований в любых областях материаловедения, в области нано- и биотехнологий. Прибор позволяет работать с образцами большого размера. Вес образцов – до 0.5 кг. Микроскоп поддерживает режим работы в условиях переменного давления для исследования непроводящих образцов без подготовки. Имеется широкий выбор держателей образцов. Большинство операций по подготовке микроскопа к работе, перемещению образцов и настройке оптики выполняется с помощью компьютера.

Параметры:

Катод: автоэмиссионный, типа Шотки

рабочее расстояние от 1 до 50 мм

апертуры 7.5-120 мкм

ускоряющее напряжение 100 В - 30 кВ (катод с полевой эмиссией)

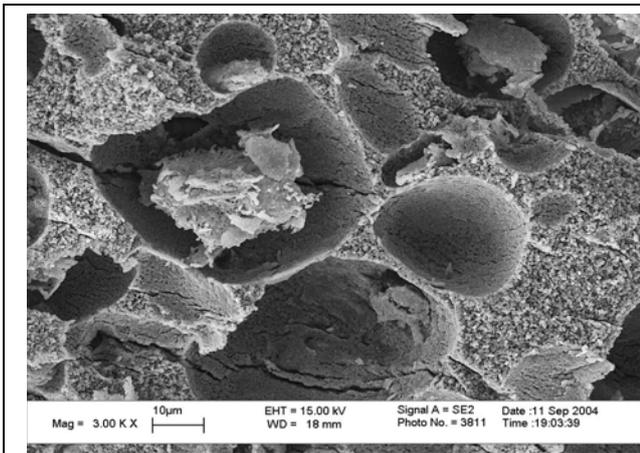
макс. увеличение от x20 до x 900000

сверхвысокое разрешение - до 1 нм (при 20 кВ и рабочем расстоянии 2 мм)

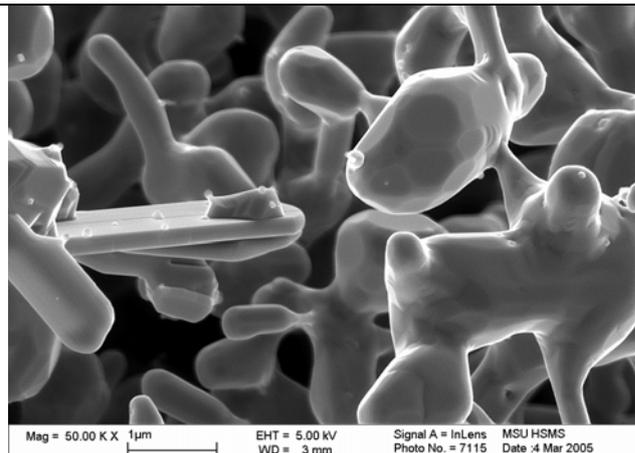
вакуумный режим с переменным давлением от 2 до 133 Па

моторизованный столик картезианского типа с пятью степенями свободы

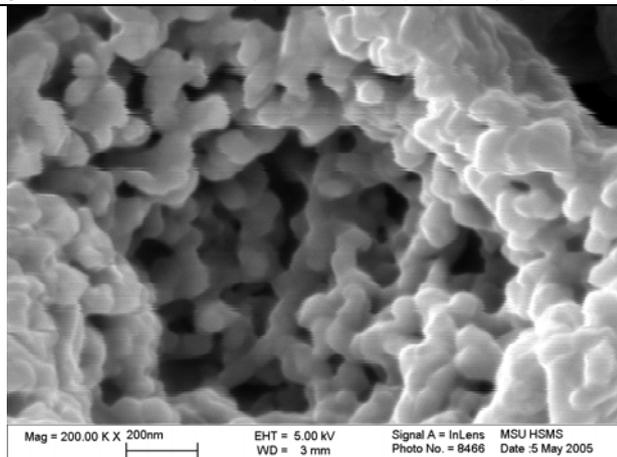
разрешение EDX детектора 129 эВ на линии $K_{\alpha}(Mn)$, скорость счета до 100000 имп/с



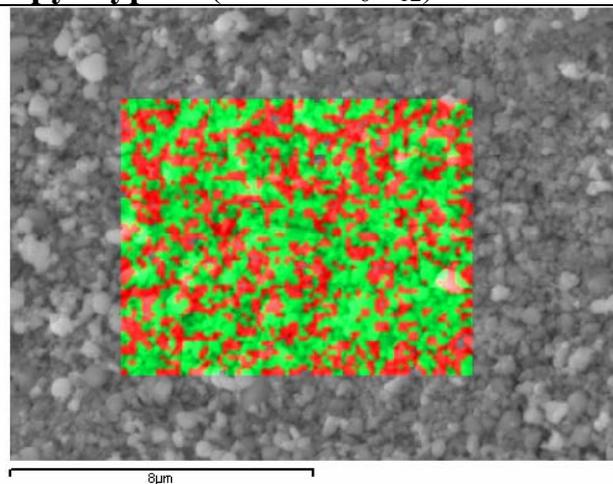
Непроводящая керамика при малых увеличениях. ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$)



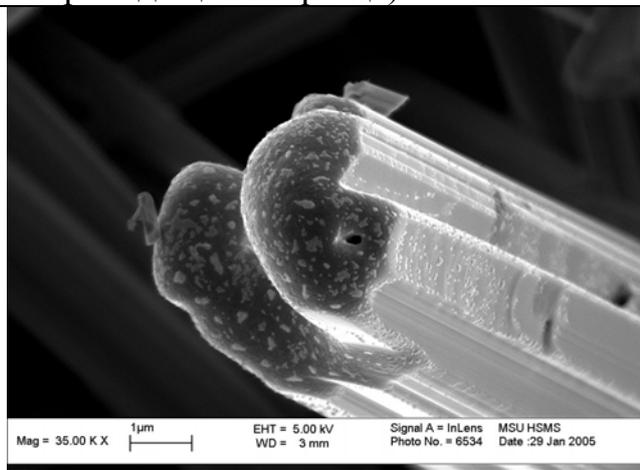
Непроводящая керамика с ажурной структурой. ($\text{CaCuMn}_6\text{O}_{12}$)



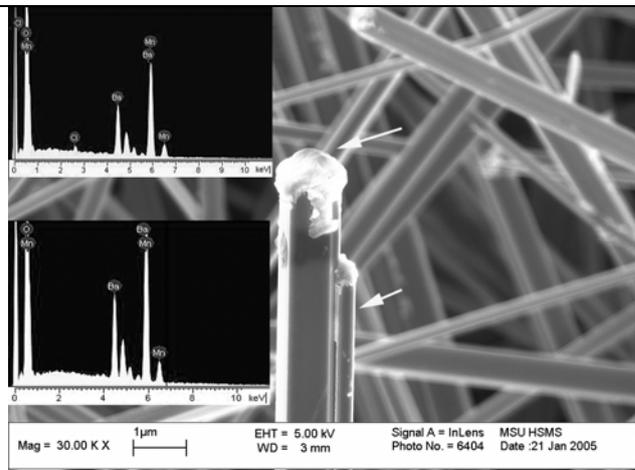
Съемка порошкообразных образцов при больших увеличениях. (Гранулы манганита меди и кальция, полученные с помощью перолиза ультразвукового аэрозоля. Частичное искажение изображения связано с зарядкой непроводящего образца)



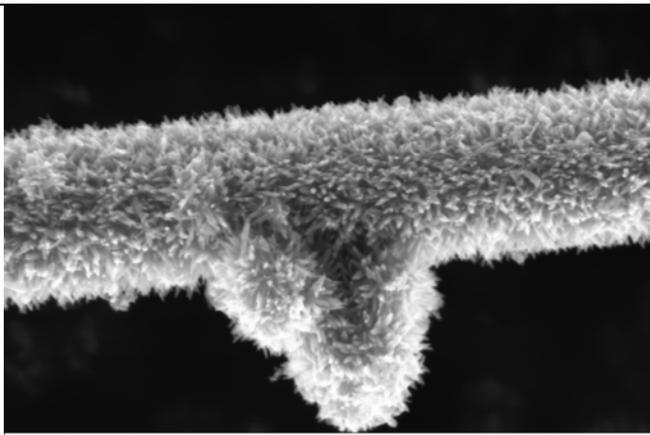
Съемка образца купроманганитной керамики в характеристических лучах.



Микроморфология нитевидных кристаллов (одномерный ионный проводник $\text{Ba}_6\text{Mn}_{24}\text{O}_{48}$)

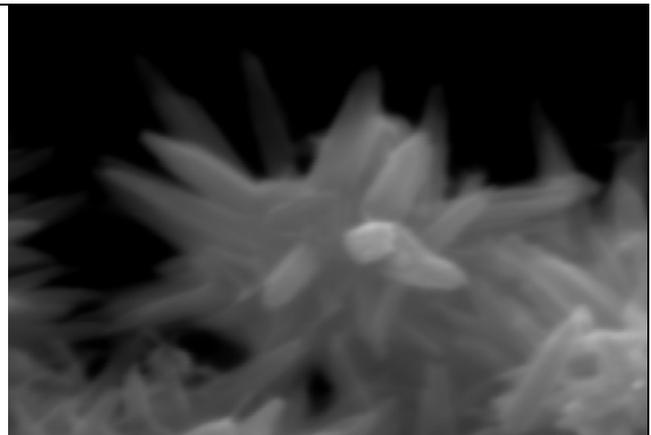


Локальный химический анализ вискероов



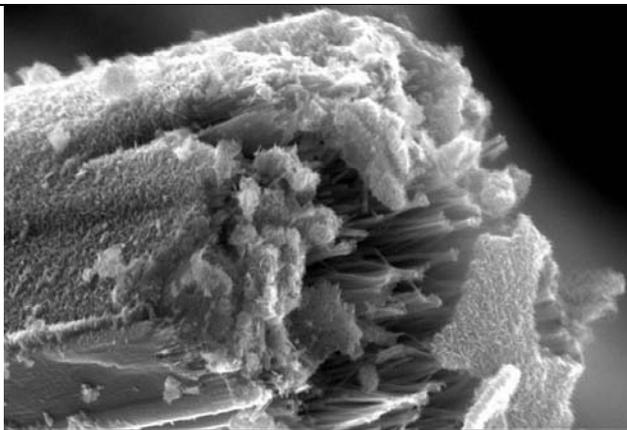
Mag = 50.00 K X 1µm EHT = 10.00 kV Signal A = InLens MSU HSMS
WD = 3 mm Photo No. = 1546 Date :22 Oct 2005

Наноструктурированные вискеры манганитов.



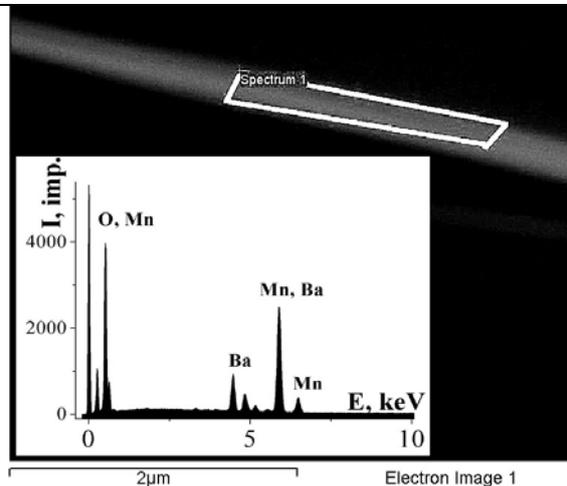
Mag = 350.00 K X 100nm EHT = 10.00 kV Signal A = InLens MSU HSMS
WD = 3 mm Photo No. = 1548 Date :22 Oct 2005

Наноструктурированные вискеры при большом увеличении

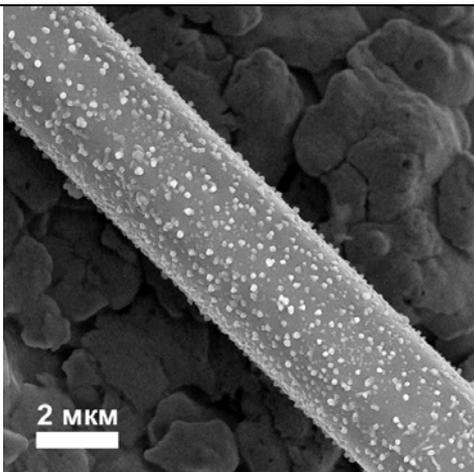


Mag = 100.00 K X 200nm EHT = 10.00 kV Signal A = InLens MSU HSMS
WD = 3 mm Photo No. = 1482 Date :19 Oct 2005

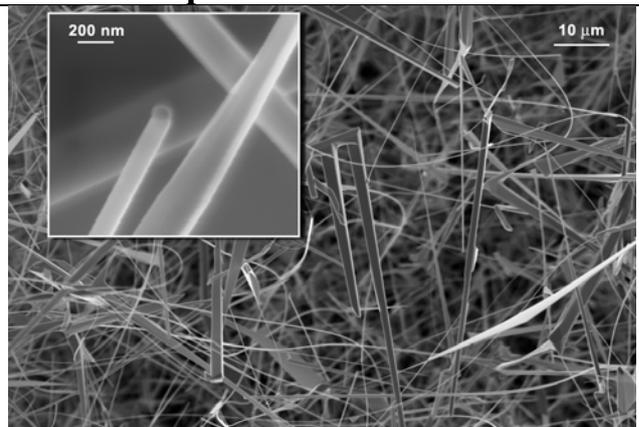
Изображение протонированной формы вискеров при большом увеличении.



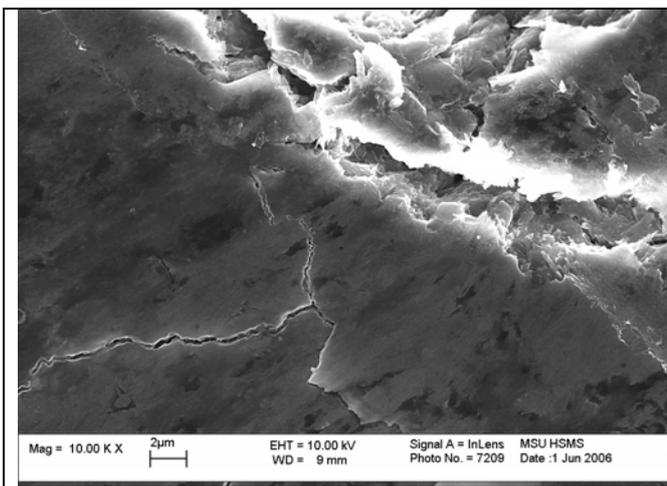
Локальный химический анализ выделенного участка отдельного нановискера



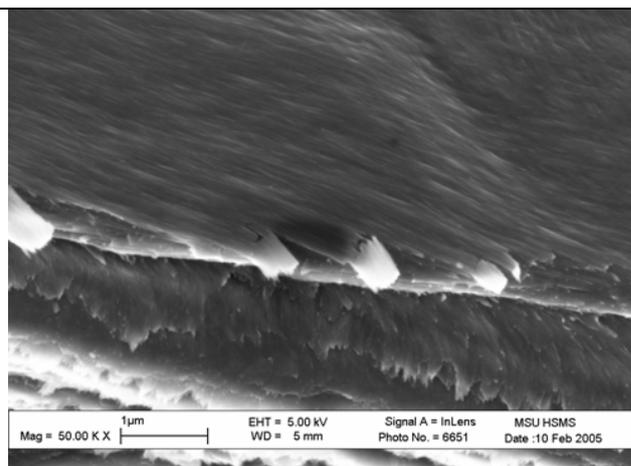
Изображение поверхностного слоя базальтового стекловолокна после деградации



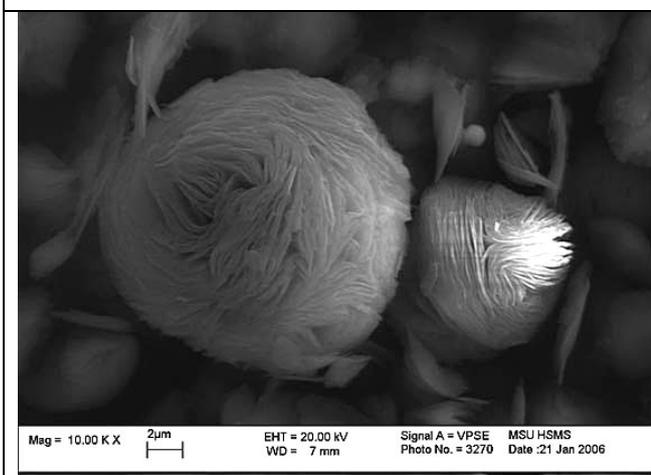
Сенсорные вискеры SnO₂



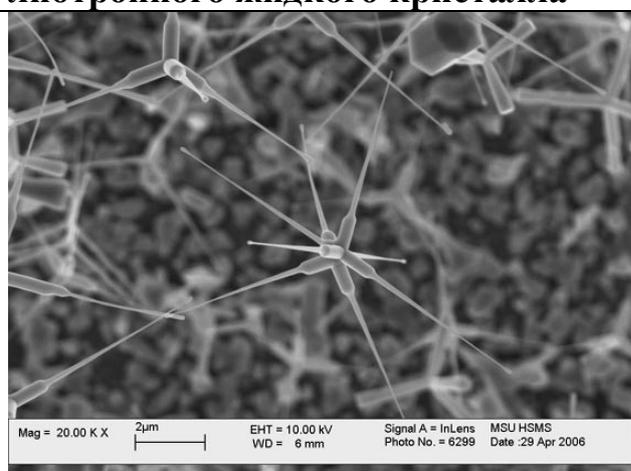
Фольга из нанотрубок оксида ванадия



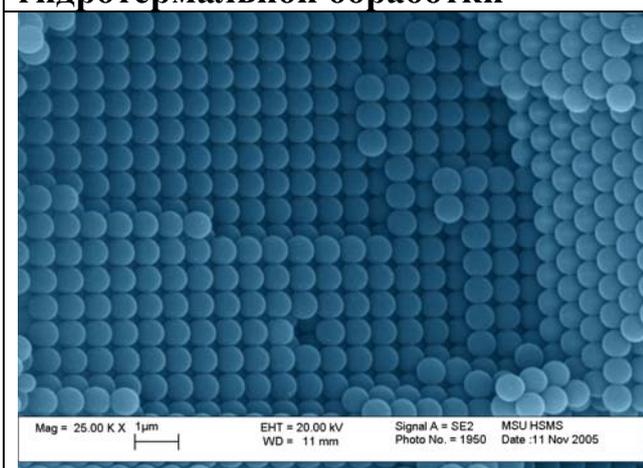
Ксерогель пентоксида ванадия, видны отдельные «волокна» лиотропного жидкого кристалла



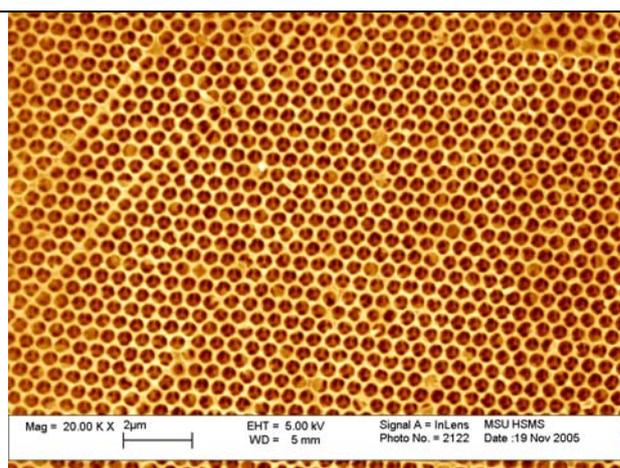
Гидроксид магния - продукт гидротермальной обработки



Тетраподы ZnO



Непроводящие моноразмерные микросферы из полистирола, упакованные в ГЦК решетку фотонного кристалла



Оксидный фотонный кристалл со структурой обращенной опаловой матрицы

Металлографический микроскоп Eclipse 600pol



(Nikon, Япония 2004 г.)

Микроскопия в темном и светлом поле. Коноскопическая и ортоскопическая проекция. Изучение анизотропных кристаллов.

Параметры:

Режимы: просвет + отражение

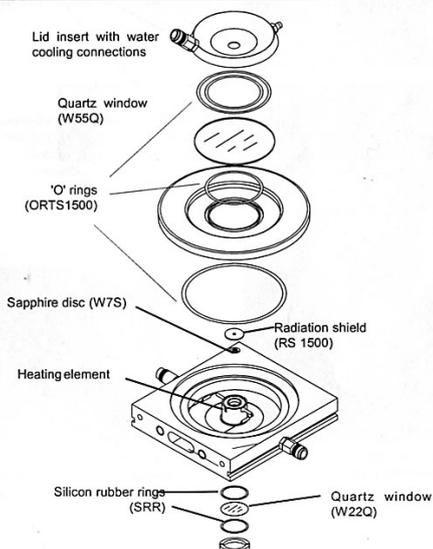
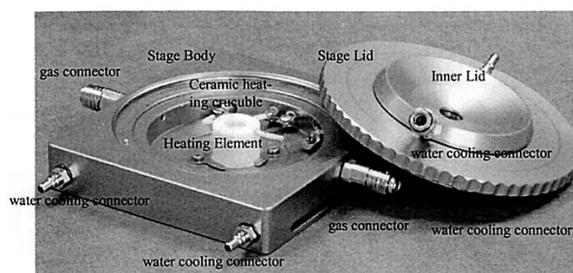
Типы освещения: диаскопическое, эпископическое

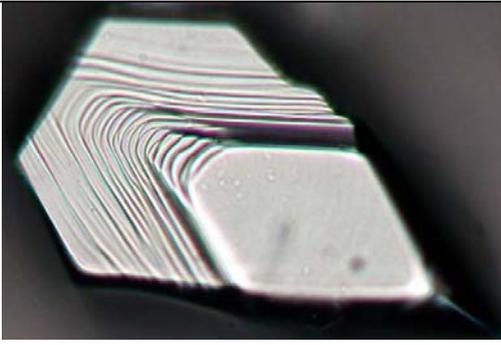
макс. увеличение 1000 крат

разрешение до 0,5 мкм

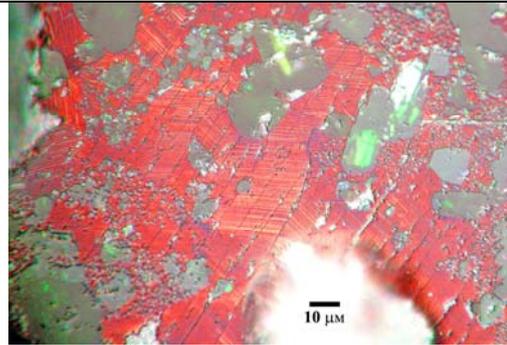
светофильтры для коррекции гаммы и яркости, монохроматизации, независимые поляризаторы

Микроскоп оснащен термостолком, позволяющим анализировать образцы при нагревании до 1500 °С.

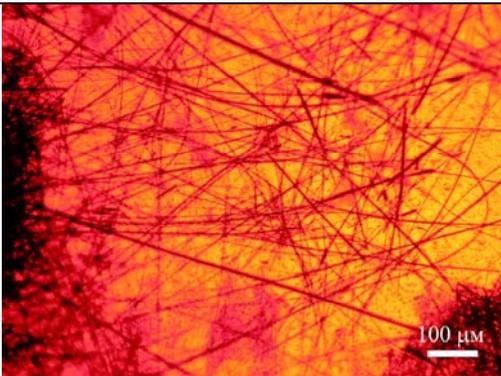




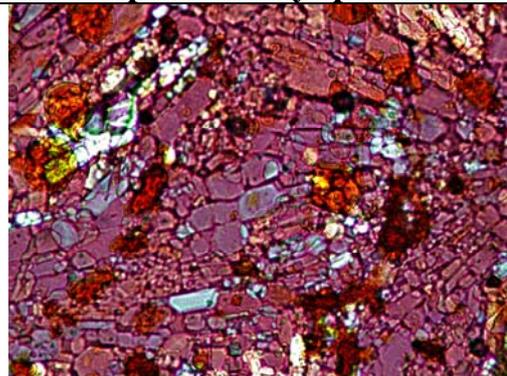
Ростовая морфология кристаллита Na_xCoO_2 (1000x)



Шлиф крупнокристаллической пенокерамики сверхпроводящего РЗЭ-бариевого купрата



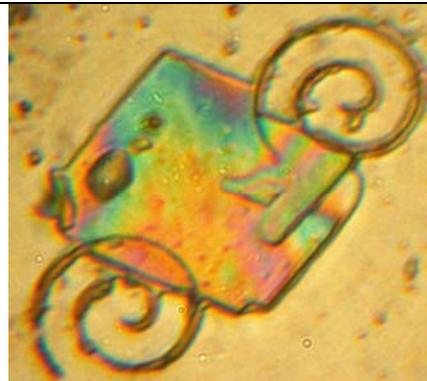
Ксерогель пентоксида ванадия, армированного нитевидными кристаллами (просвет)



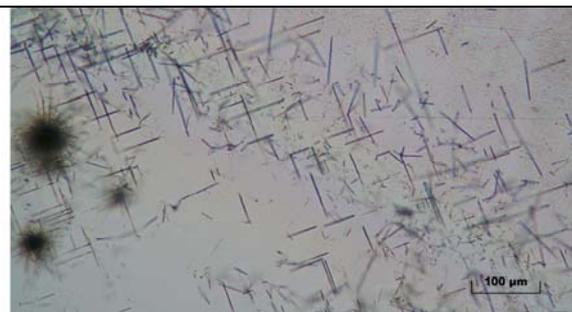
Продукт частичного гидролиза изопрропилата ванадила на воздухе



Перьевидные вискеры SiO_2



Биокристаллизация аминокислот на кремниевых подложках с хиральным рельефом поверхности



Оптическая микрофотография вискероов, выращенных на сапфире при (1100⁰С, ВТ столик).



Кристаллы иодида свинца в полимерном геле

Сканирующий Зондовый Микроскоп NT-MDT NTEGRA Aura



(NT-MDT, Россия 2005)

Универсальный СЗМ комплекс, сочетающий в себе возможности сканирующего туннельного и атомно-силового микроскопа. Позволяет производить исследования как топологии поверхности, так и электрофизических свойств наночастиц и материалов.

Режимы работы: СТМ/ АСМ (контактная + полуконтактная + бесконтактная) / Латерально-Силовая Микроскопия / Отображение Фазы / Модуляция Силы / Отображение Адгезионных Сил / МСМ/ ЭСМ/ Сканирующая Емкостная Микроскопия/ Метод Зонда Кельвина / Отображение Сопротивления Растекания / Литография: АСМ (Силовая и Токовая), СТМ

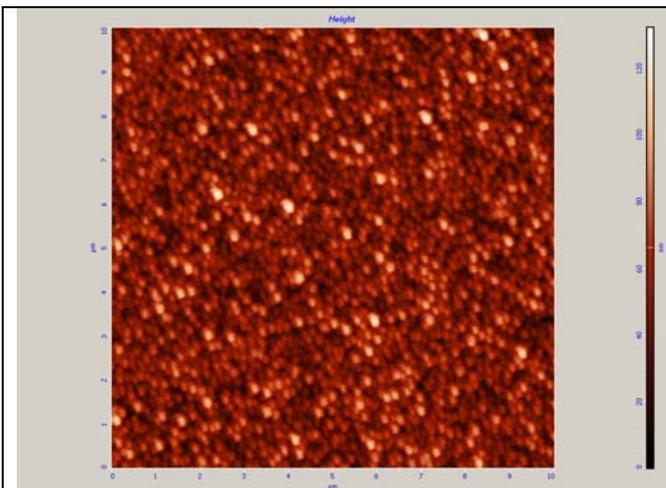
Атмосфера: съемка на воздухе или в вакууме до 10^{-2} Торр

Температура съемки: от комнатной до 150°C

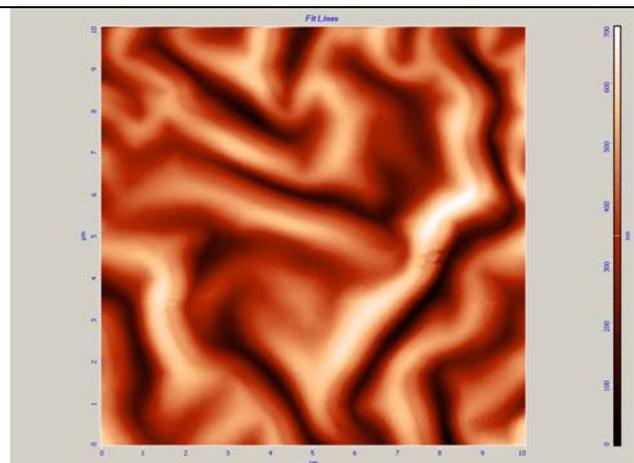
Внешнее магнитное поле: до 0.2 Тл

Максимальное поле сканирования: 110 x 110 мкм

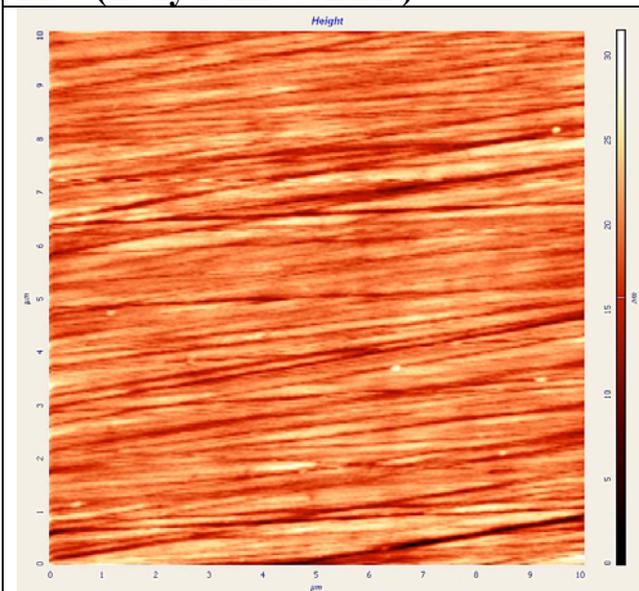
Минимальные достижимые шумы: менее 1 Å



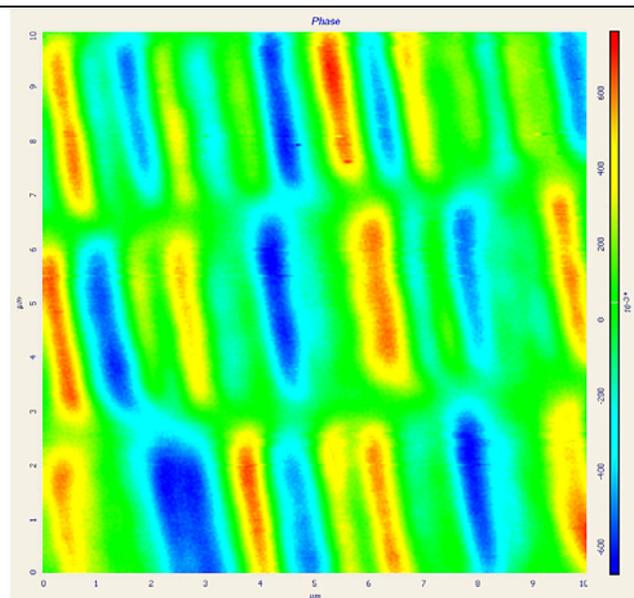
Тонкая пленка люминесцентного комплекса на проводящей подложке ITO (получение OLED)



Толстая пленка люминесцентного комплекса на проводящей подложке ITO (получение OLED)

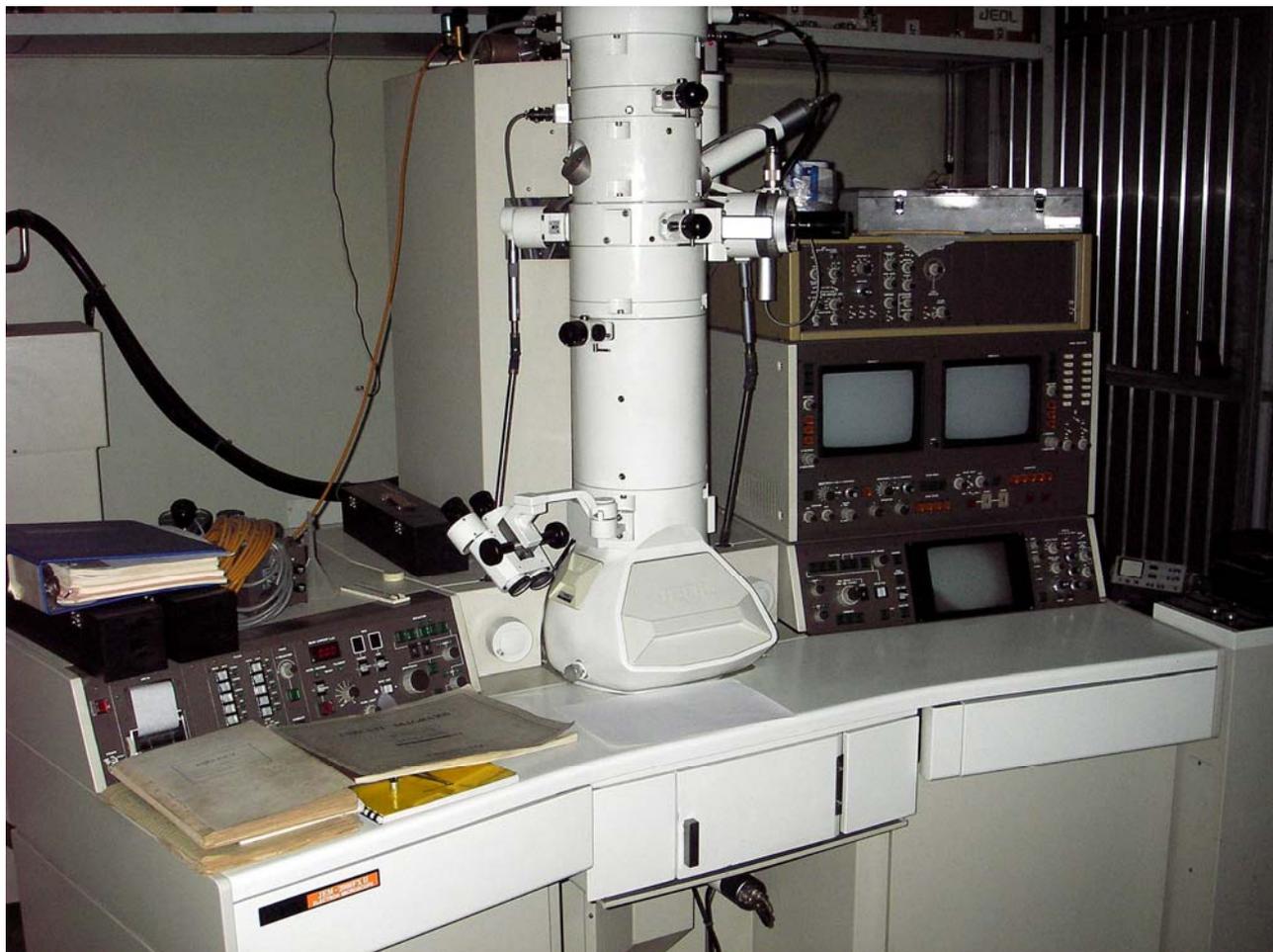


Поверхность магнитного носителя (жесткого диска) компьютера в контактной моде



Поверхность магнитного носителя (жесткого диска) компьютера магнито-силовой моде

Просвечивающий электронный микроскоп JEM 200 FXII



(Jeol Япония 1989 г.)

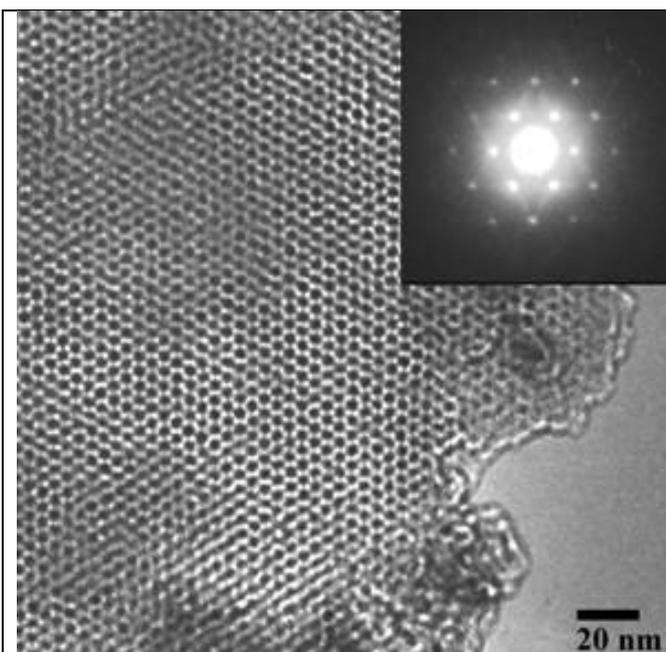
Стандартный просвечивающий электронный микроскоп с системой позиционирования образцов и возможностью получения картин электронной дифракции.

Ускоряющее напряжение: 200 кВ

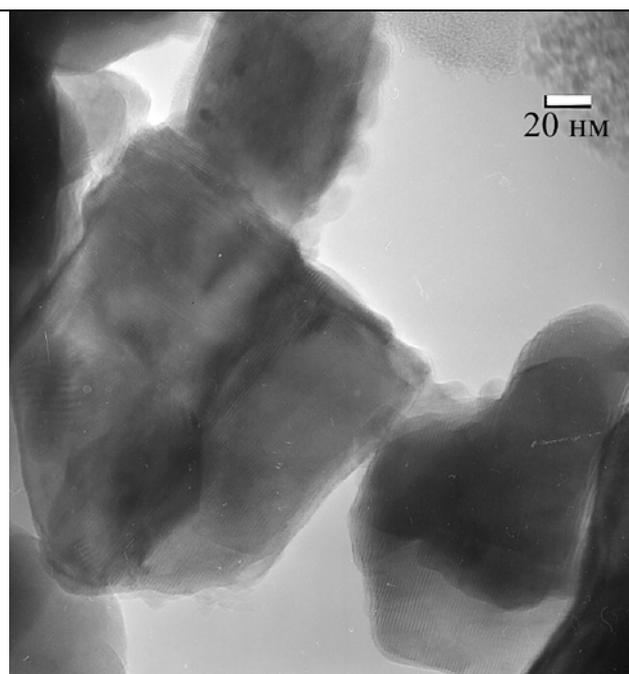
Максимальное увеличение: 800000

Разрешение: 0,3 нм

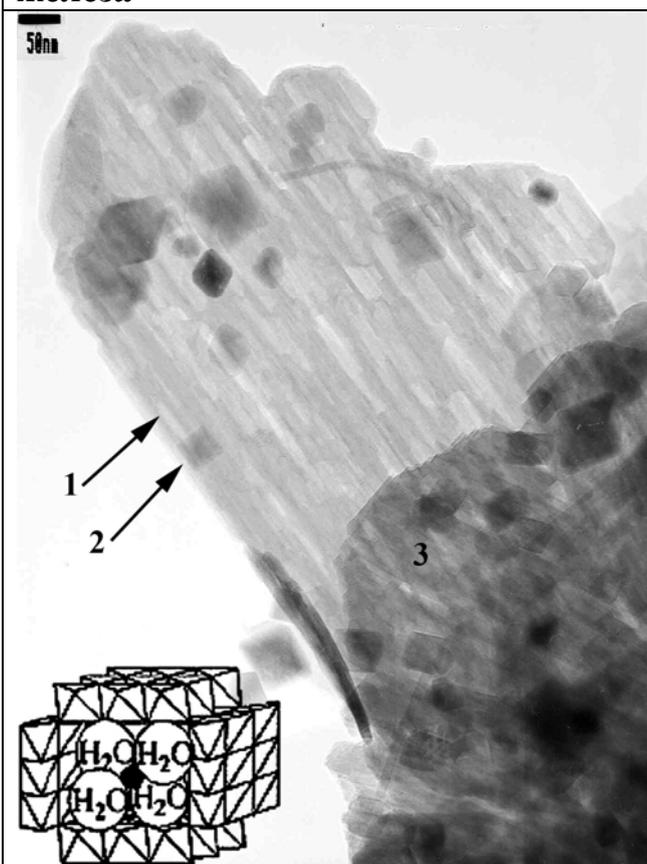
Тип катода: LaB₆



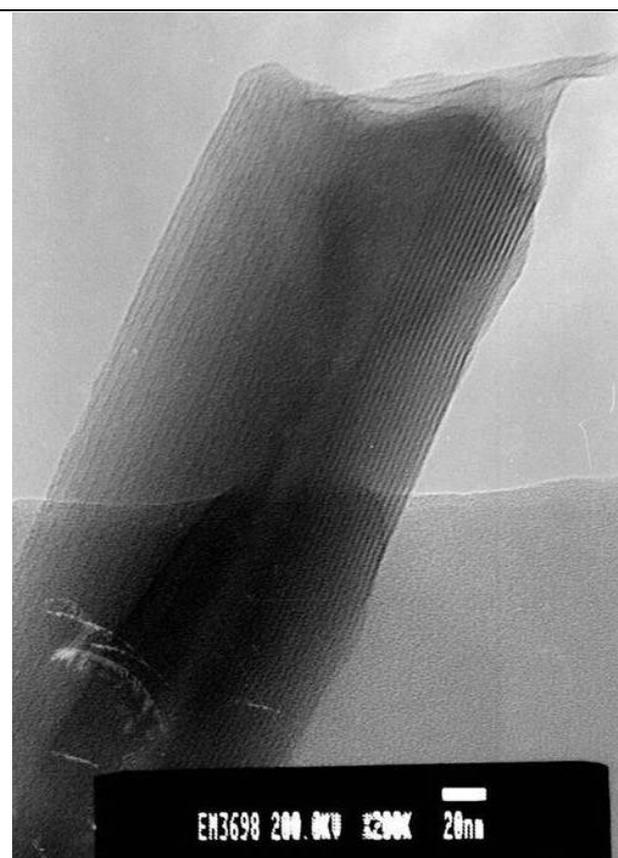
Магнитный наноккомпозит на основе матрицы мезопористого диоксида кремния и нанопроволоки оксида железа



Продукт спиnodального распада сверхпроводящего неодим-бариевого купрата



Микрочешуйки минерала тодорокита с туннельной кристаллической структурой, полученного гидротермальным методом



Нанотрубка (наносвиток) гибридного неорганo-органического материала на основе оксида ванадия и гексадециламина

Термоанализатор Pyris Diamond



(Perkin Elmer США, 2002)

Позволяет проводить термический анализ (TG, DTA) образцов в широком интервале температур.

Параметры:

Диапазон температур - от комнатной до 1300 °С

Скорость нагрева - от 0.01 до 100 °С/мин

Масса навески - до 200 мг

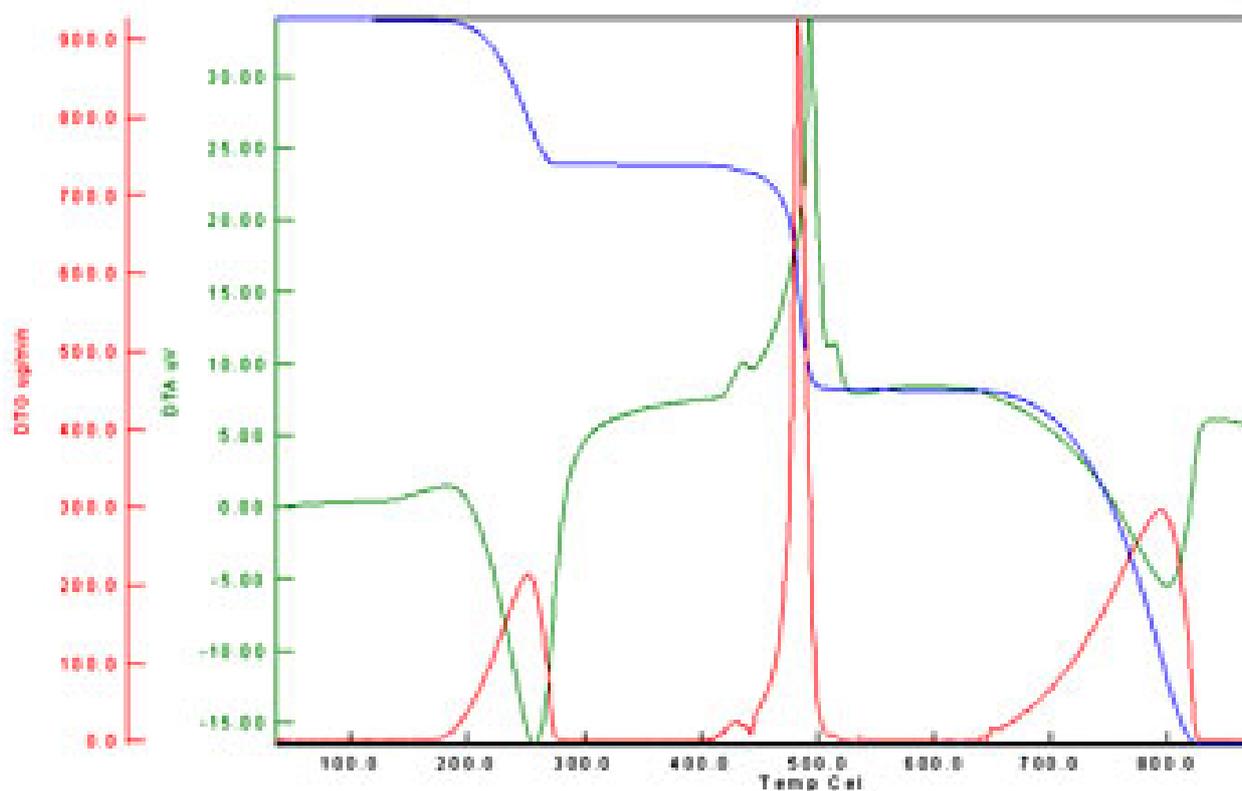
Материал тиглей - Pt

Чувствительность - 0.2 мкг, 0.06 мкВ

Атмосфера: воздух, инертный газ или вакуум (до 2 Торр)

Скорость потока газа - до 1000 мл/мин

Формат вывода: Excel файл



Термический анализ CaC_2O_4
 (красная - DTG, синяя - TG, зеленая - DTA)

Дифференциальный сканирующий калориметр Delta 7



(Perkin Elmer, 1990 г.)

Электрохимическая система: потенциостат Solartron EI 1287/ анализатор частот Solartron 1255B



(Solartron, Великобритания 1999 г.)

Параметры: 2х, 3х или 4х электродная ячейка

Рабочий электрод: Интервал внутр. сопротивлений 0.1 Ом - 1 МОм, интервал по току 2А - 200 нА, точность 0.1%±0.05%R (зав. от резистора)

Контрэлектрод: макс. ток 2А, интервал по напряжению ±30В, макс. изменение потенциала > 10 В/мкс

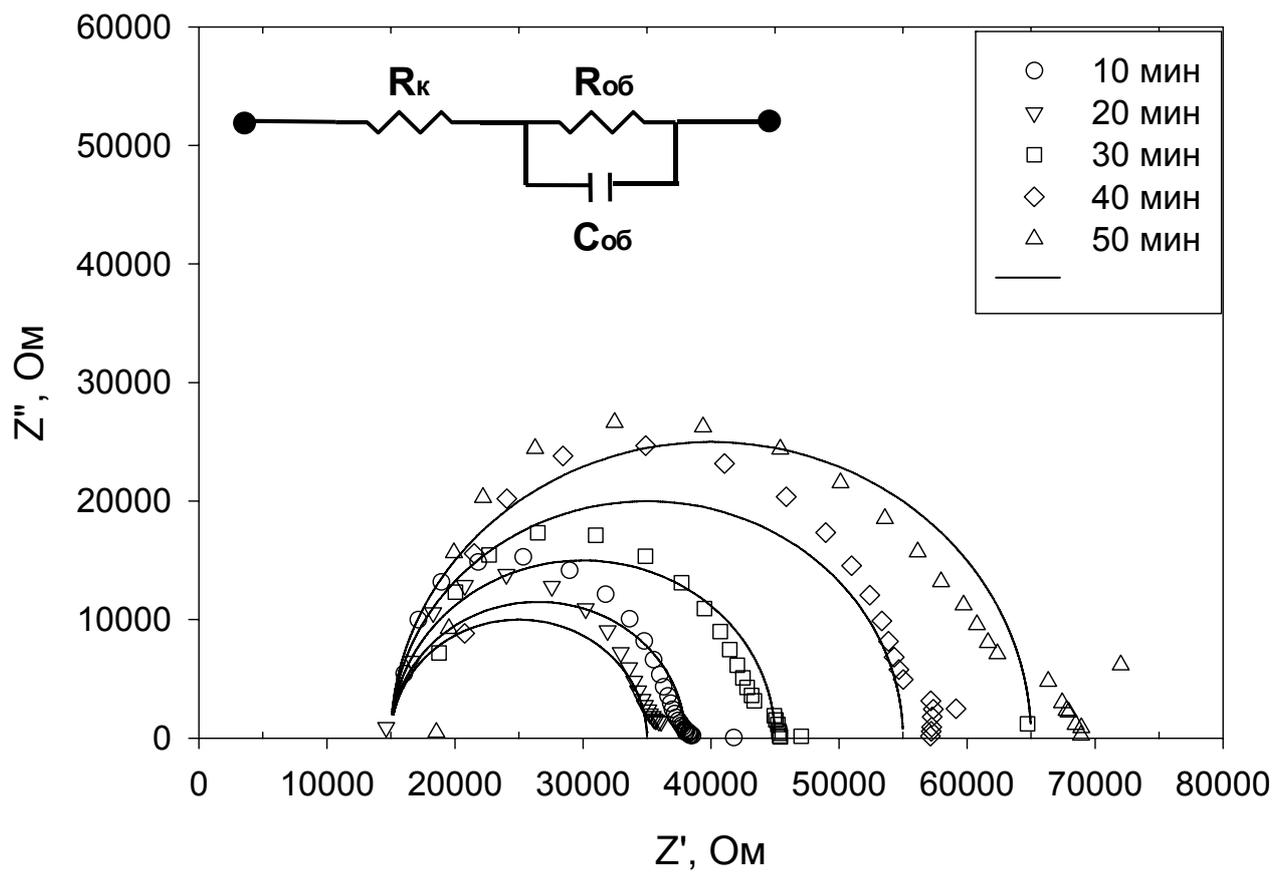
Электрод сравнения: предел ошибки 0.1% ±100μV

Постоянный ток (измерение, стабилизация тока/напряжения): максимальный потенциал - 14.5 В, минимальный ток - 10 пА (реально 10 нА), развертка потенциала 6 мВ/мин - 6 кВ/мин

Режимы работы: потенциостатический, потенциодинамический, гальваностатический, гальванодинамический, циклические вольтамперограммы

Переменный ток (измерение частотного отклика): частотный диапазон 10 мкГц - 1МГц (синусоидальный сигнал), максимальный потенциал - 46 В (постоянное смещение), амплитуда переменного сигнала 1-3000 мВ

Режимы работы: импеданс-спектроскопия, вольтфарадные характеристики, временные зависимости, гальванодинамический



Импедансный спектр, полученный при изучении керамики SnO₂

Анализатор сорбции газов NOVA 4200e



(Quantachrome, США, 2005)

Прибор предназначен для анализа порошковых и пористых материалов

Измеряемая площадь поверхности (m^2/g):

минимальная: 0.01

максимальная: $>2,000$

Диаметр пор: 3.5 - 2,000Å

Количество станций дегазации (до 450 °C): 4

Количество станций измерений: 4

Изотермы адсорбции-десорбции

Одноточечный метод BET

Многоточечный метод BET

Площадь микропор

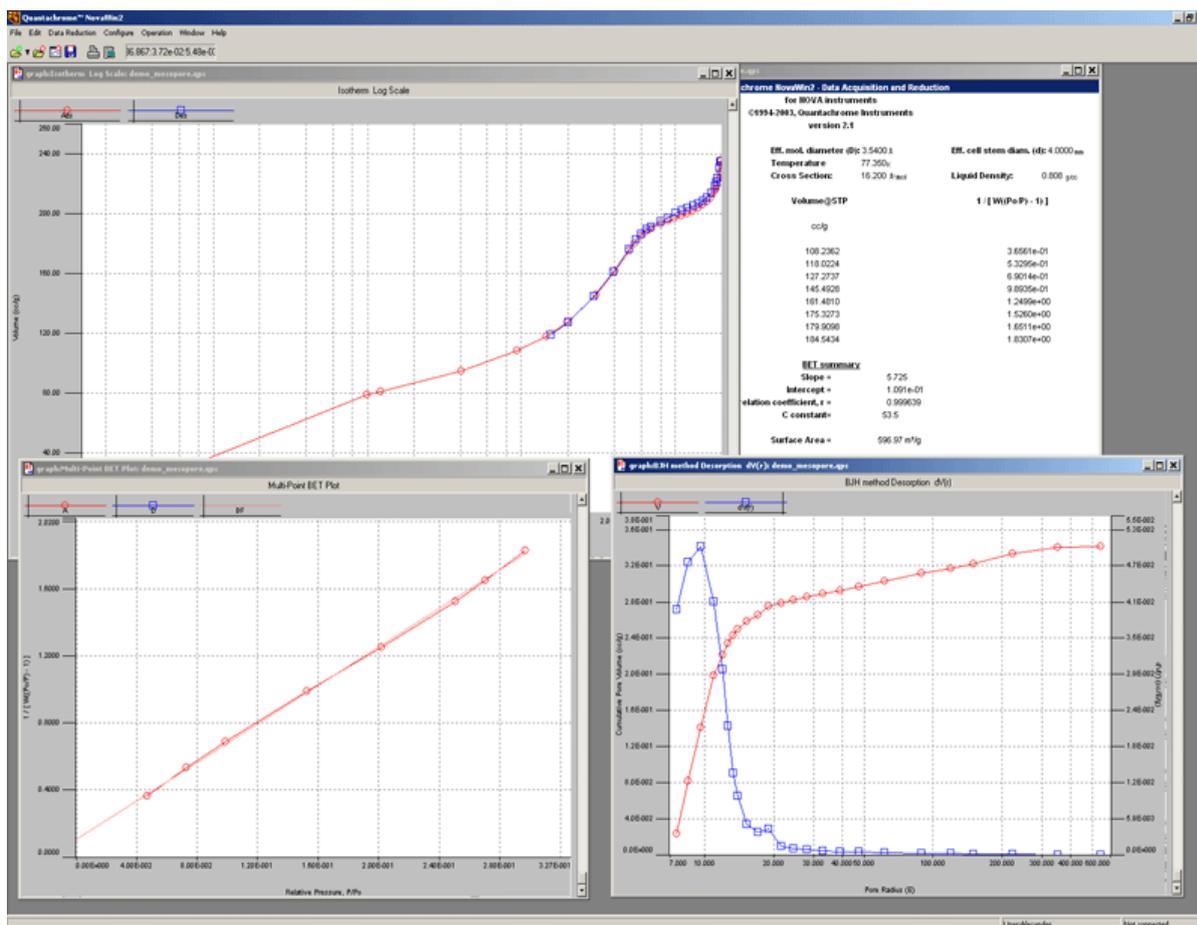
Объем микропор

Распределение пор по размерам

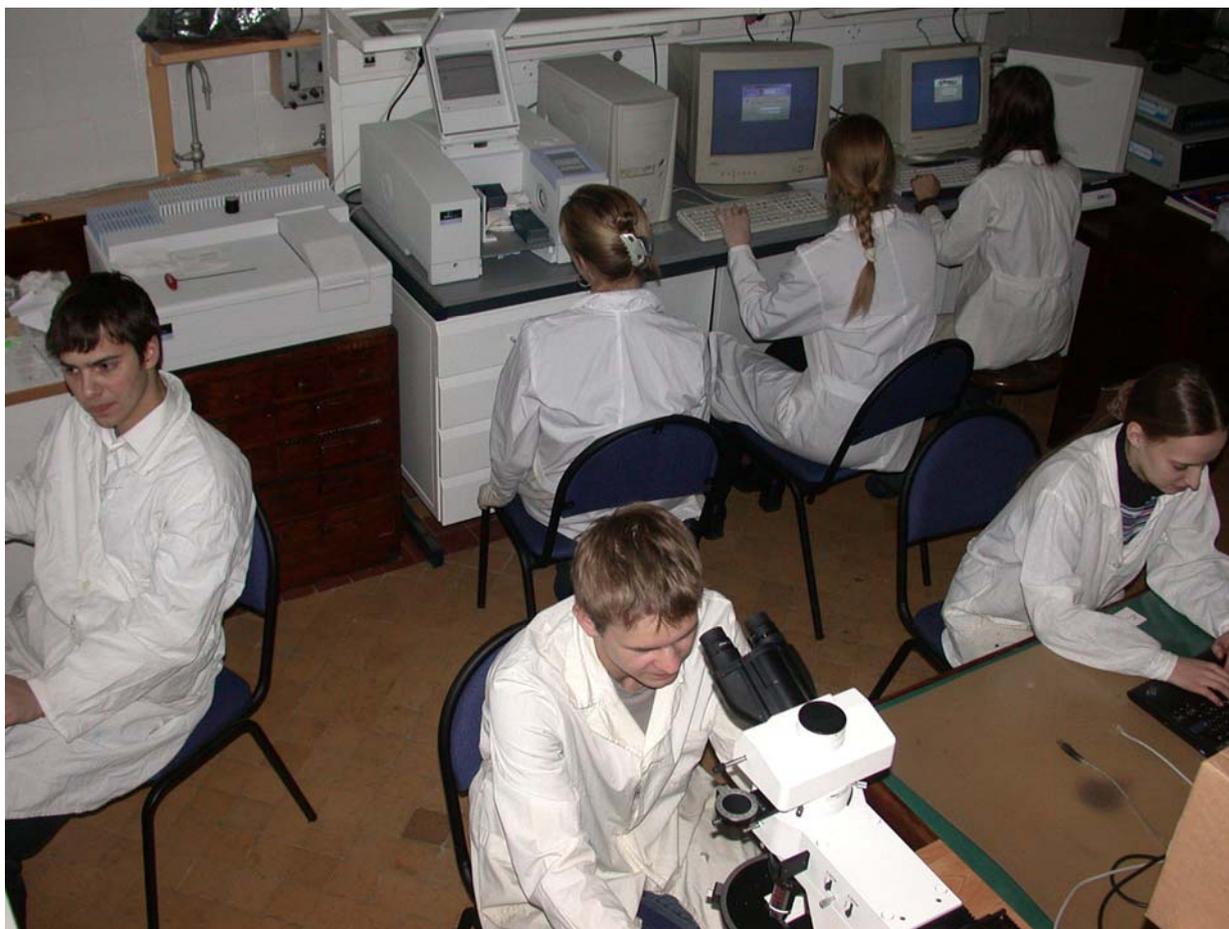
Фрактальная размерность

Основные модели расчета, используемые для обработки результатов

Методы, модели	Применение	Ограничения
Метод Лэнгмюра	Площадь микропористых образцов (изотермы I типа)	Отсутствие микро- и мезопор
Метод ВЕТ	Площадь поверхности	Не учитывает вклад микропор
Метод ВЈН	Распределение мезо- и макропор по размерам	Максимальный определяемый размер пор зависит от точности прибора
t-метод Хэлси	Объем микропор в присутствии пор большего диаметра	
Метод Дубинина-Радускевича (DR)	площади поверхности микропор	
Alpha-S метод	Объем микропор	
Метод Дубинина-Астахова (DA)	распределение микропор по размерам	
DFT (Density Functional Theory)	определять распределение пор по размерам	Диапазон зависит от пары сорбент-адсорбат
Измерение фрактальной размерности (НК, FHH)	Измерение фрактальной размерности	



Изотермы адсорбции и десорбции, данные ВЕТ и ВЈН для мезопористых материалов (мезопористый оксид титана)



**Отделение Факультета Наук о Материалах ЦКП МГУ
им.М.В.Ломоносова**

*119992, Москва, Ленинские Горы, Факультет Наук о
Материалах, Московский Государственный Университет
им.М.В.Ломоносова*

К.х.н., асс. Александр Генрихович Вересов

*Тел. (495)-939-46-09
Факс. (495)-939-09-98*

*Электронная почта: veres@inorg.chem.msu.ru
www.hsms.msu.ru
www.fnm.msu.ru
www.nanometer.ru*