

РЕГИОНАЛЬНЫЙ ФОРУМ ДЛЯ ПРЕДПРИЯТИЙ РЕАЛЬНОГО СЕКТОРА ЭКОНОМИКИ
«НОВАЯ ИНДУСТРИАЛИЗАЦИЯ:
РАЗВИТИЕ ПЕРЕДОВЫХ ТЕХНОЛОГИЙ В ЭКОНОМИКЕ УДМУРТСКОЙ РЕСПУБЛИКИ»

*ФГБОУ ВО “Удмуртский государственный университет”
Учебно-научный институт экспериментального естествознания УдГУ*

Экспериментально-лабораторное сопровождение процесса разработки и внедрения наноматериалов и нанотехнологий на промышленных предприятиях

*•Крылов Петр Николаевич,
•зав.кафедрой ФТТ,
•директор УНИ ЭЕ*

Ижевск, 2018

План доклада

- Исследование структуры материалов
- Электронная микроскопия материалов
- Оптическая микроскопия, конфокальная микроскопия, спектроскопия рамановского рассеяния, атомно-силовая микроскопия
- Тонкопленочная технология

Рентгенофазовый анализ

Основные технические характеристики оборудования



Параметр	Значение	
	По ТУ	Фактически
Диапазон углов перемещения оси кронштейна блока детектирования	от -100 до $+168^\circ$	-100° $+168^\circ$
Диапазон углов перемещения оси столика образца	от 0 до 360°	от 0 до 360°
Минимальный шаг перемещения оси кронштейна блока детектирования	$0,002^\circ$	$0,002^\circ$
Основная аппаратная погрешность измерения скорости счёта импульсов рентгеновского излучения, не более	$0,4\%$	$0,25\%$
Задание исходных данных, автоматический сбор, автоматический вывод и обработка информации	есть	есть
Время установления рабочего режима, не более	1 час	50 сек
Мощность дозы рентгеновского излучения, измеренная в любом направлении на расстоянии 50 мм от поверхности рентгеновского излучателя при закрытой заслонке защитного кожуха, не более	$1,0 \text{ мкГр/ч}$ ($0,03 \text{ мкР/с}$)	$0,02 \text{ мкР/с}$

Дифрактометр рентгеновский ДРОН-6

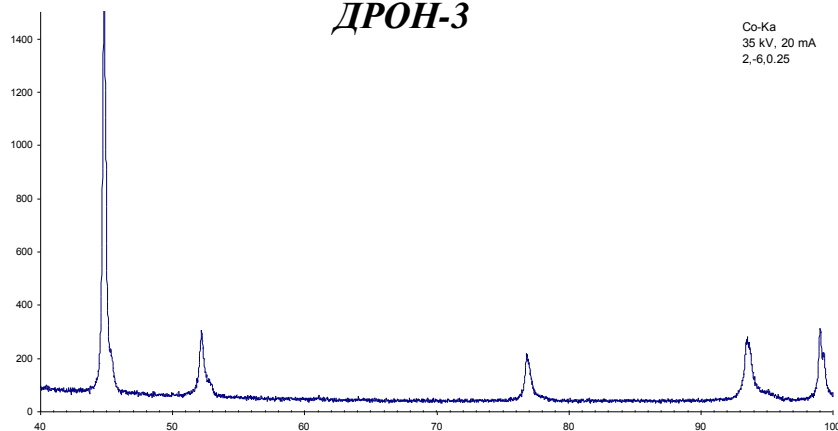
прецизионное определение параметров решетки кристаллических веществ;

- определение размеров кристаллитов;
- изучение напряженного состояния вещества (напряжения I и II рода);
- исследование текстур;
- качественный и количественный фазовый анализ;
- изучение структурных изменений, происходящих в деформированных металлах при нагреве;
- определение аморфности вещества.

Рентгенофазовый анализ



*Дифрактометр рентгеновский
ДРОН-3*



Аппарат имеет возможность управления от ЭВМ через дополнительный интерфейс..

Основные технические характеристики оборудования

- Обеспечивает работу с рентгеновскими трубками 1,2 БСВ 22-Мо; 1,5 БСВ 23-Си, 1,6 БСВ 24-Со, 2,0 БСВ 24-Си;*
- Номинальное значение высокого напряжения – 50 кВ;*
- Номинальное значение анодного тока – 60 мА;*
- Радиус гониометрического устройства – 192 мм;*
- Диапазон углов перемещения детектора (углов дифракции) от 1 до плюс 166° (против часовой стрелки) и от 0 до минус 100° (по часовой стрелке);*
- Шаги перемещения детектора при ступенчатом режиме: 0,01; 0,02; 0,05; 0,10; 0,20; 0,50; 1,00°;*
- Потери счёта квантов рентгеновского излучения не превышают 1,5% при скорости счёта 10000 с⁻¹;*
- Скорости вращения детектора 1/32, 1/16, 1/8, 1/4, 1/2, 1, 2, 4, 8, 16°/мин;*

Электронная микроскопия

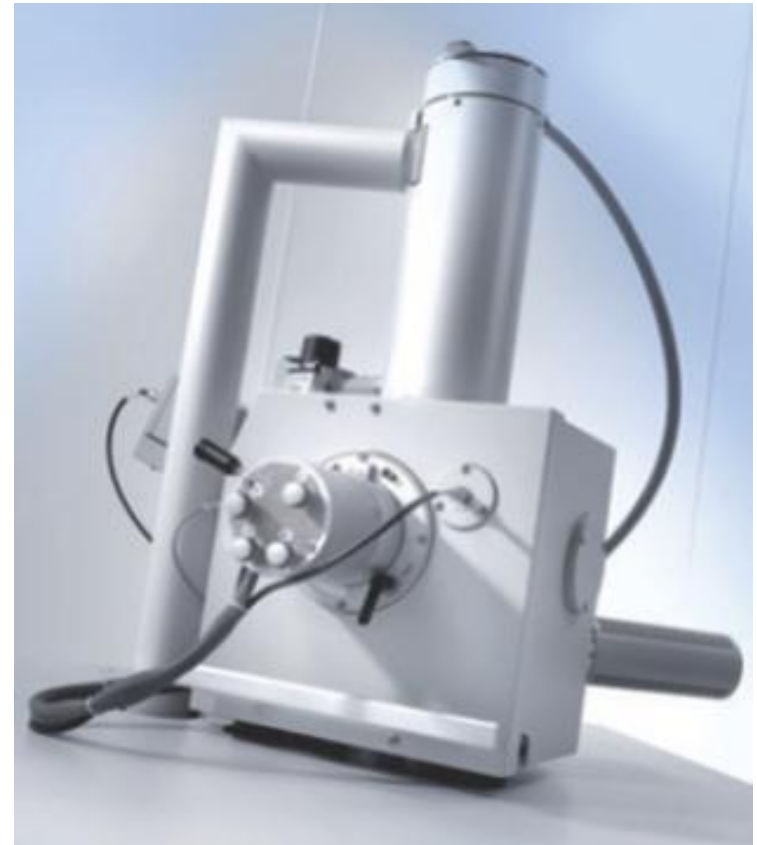


Растровый электронный микроскоп FEI Inspect S50 с приставкой энергодисперсионного анализа EDAX

Области применения: исследование наноматериалов

- Металлы и сплавы, окислы/коррозия, сломы, сварные швы, шлифы.
- Керамика, композитные материалы, пластмассы.
- Тонкие пленки/покрытия.
- Геологические породы и минералы.
- Полимеры, фармацевтические препараты, гели, ткани, растительное сырье.
- Частицы, пористые материалы, волокна.

Микроскоп разработан специально для решения важнейших задач в области исследования широкого спектра материалов, анализа их структуры и состава. Сканирующий электронный микроскоп Inspect S50 позволяет одновременно получать изображения поверхности и проводить качественный и количественный элементный анализ для определения свойств и состава материала.



Основная спецификация:

Электронная оптика:

- Высокопроизводительная колонная с термоэмиссионным вольфрамовым катодом (W)
- Ускоряющее напряжение: от 200В до 30 кВ
- Увеличение: 13 – 1000000 крат

Разрешение электронного пучка:

- Режим высокого вакуума
 - 3,0 нм при 30 кВ (SE)
 - 4,0 нм при 30 кВ (BSE)
 - 8,0 нм при 3 кВ (SE)
- Режим высокого вакуума с активным модулем замедления пучка электронов
 - 7,0 нм при 3 кВ (BD + vCD)
- Режим низкого вакуума
 - 3,0 нм при 30 кВ (SE)
 - 4,0 нм при 30 кВ (BSE)
 - 10 нм при 3 кВ (SE)

Детектирующие системы:

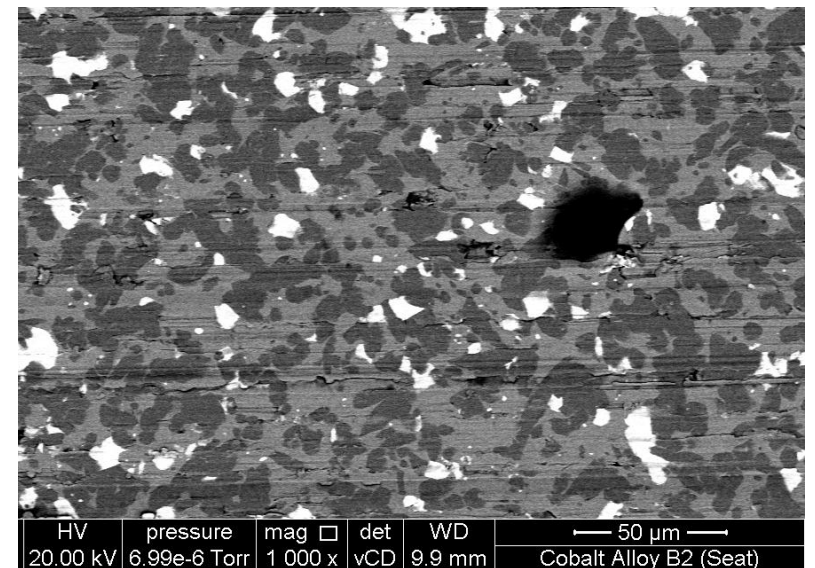
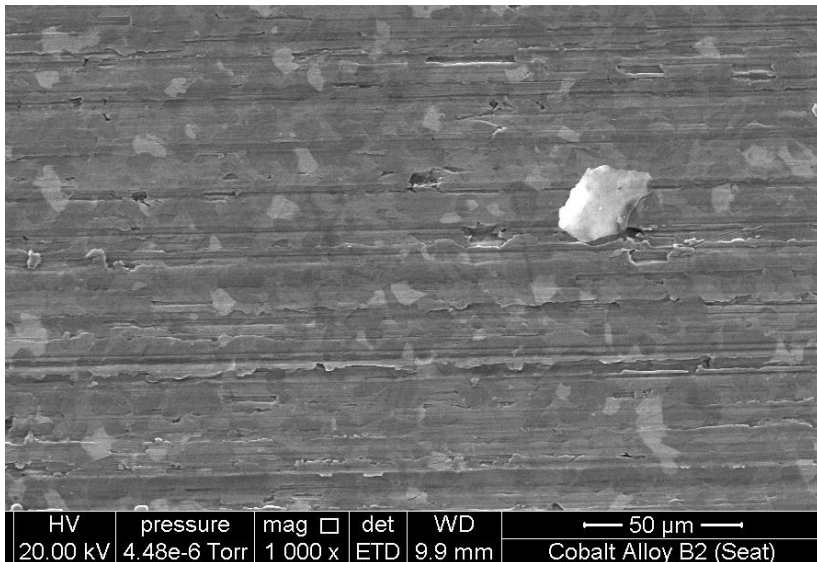
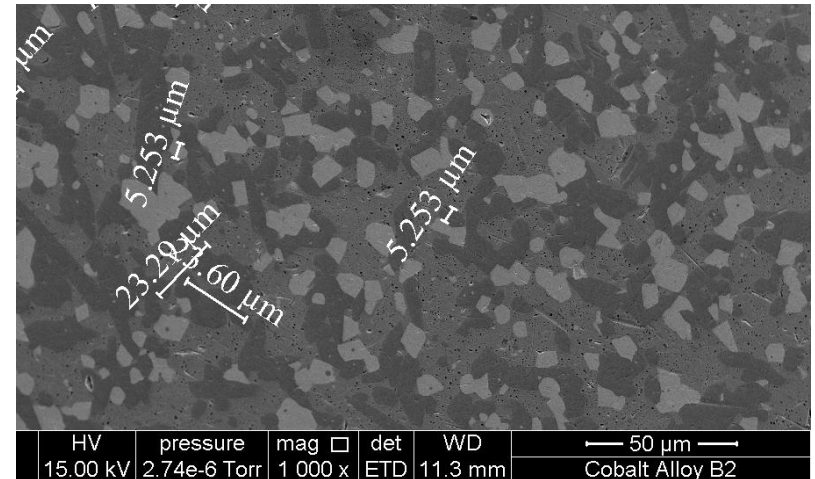
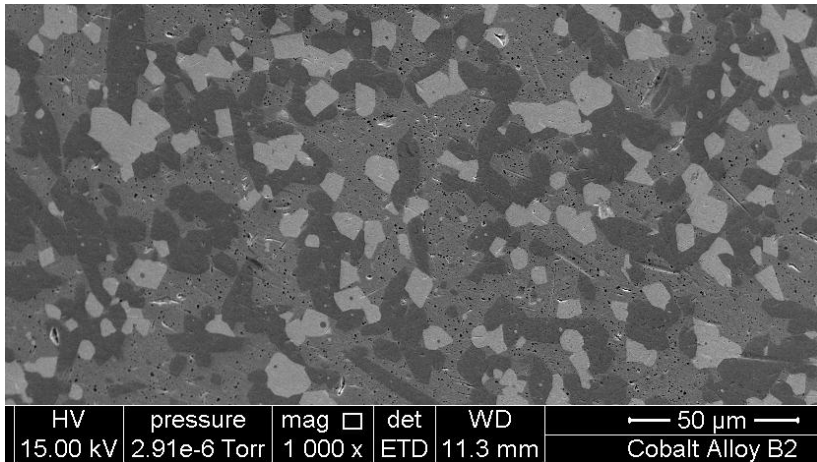
- Детектор вторичных электронов Эверхарта-Торнли для работы в режиме высокого вакуума
- Детектор вторичных электронов для работы в режиме низкого вакуума
- Выдвижной высококонтрастный детектор обратно-отраженных электронов

Аналитические системы:

- Энергодисперсионная спектроскопия рентгеновских лучей (EDAX)
 - Детектор: кремниевый, дрейфовый, безазотный
 - Энергетическое разрешение по К-альфа линии марганца: не более 131 эВ
 - Качественное детектирование элементов: начиная с бериллия (Be)
 - Количественное детектирование элементов начиная с бора (B)

Примеры:

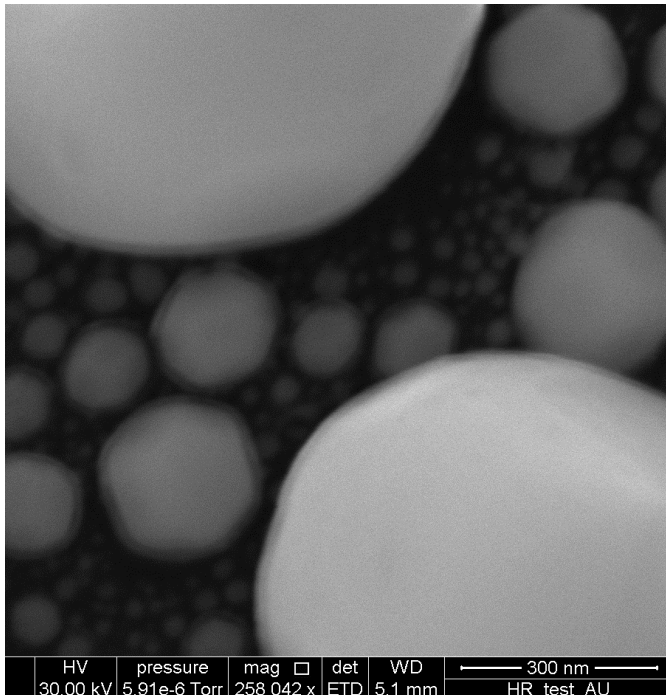
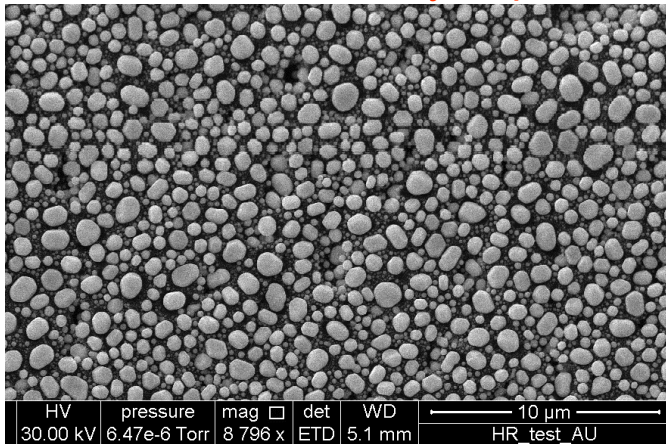
Топография поверхности: сплав Cobalt Alloy B2, определение размеров включений, поиск скрытых фаз на поверхности.



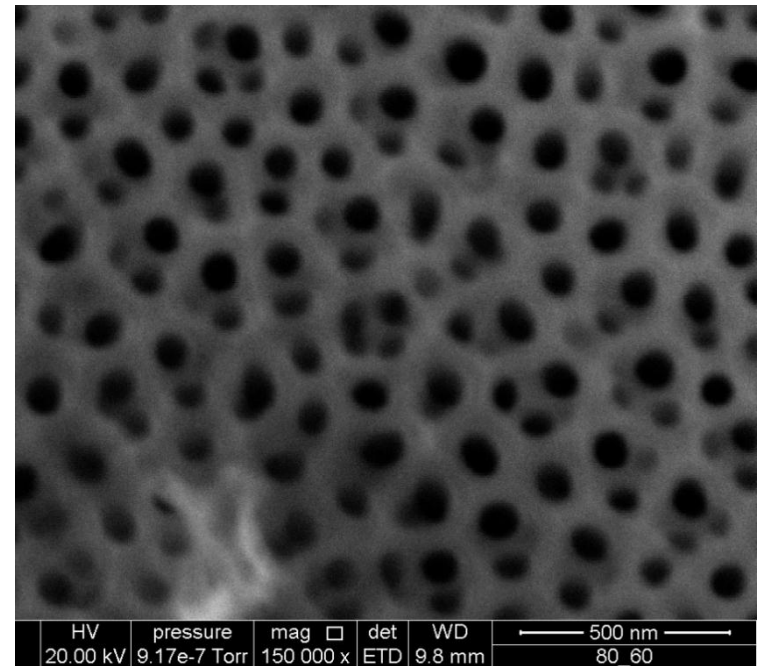
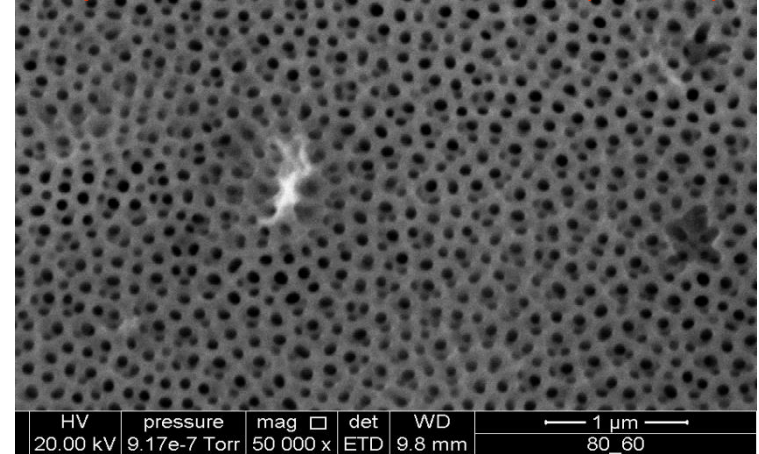
Примеры:

Топография поверхности с наноразмерными объектами

Частицы золота на углероде

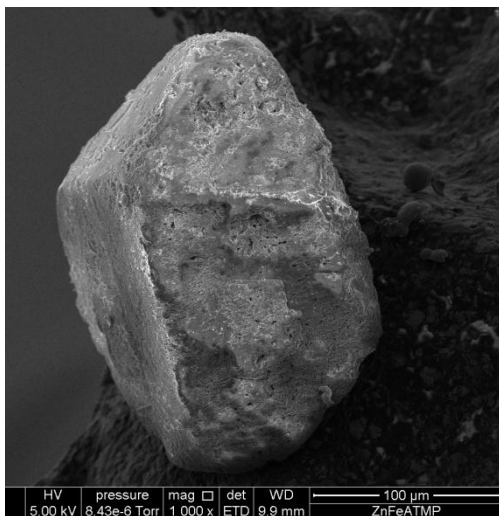


пористый оксид алюминия (Al₂O₃)



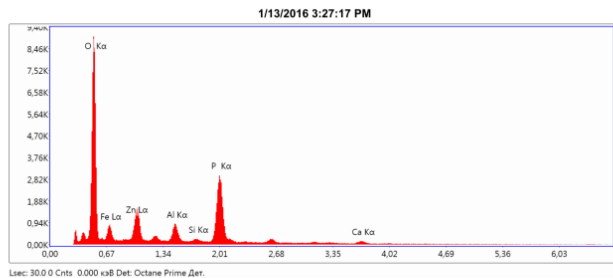
Энергодисперсионный элементный анализ (EDAX)

Элементный анализ частиц (ZnFeATMP)



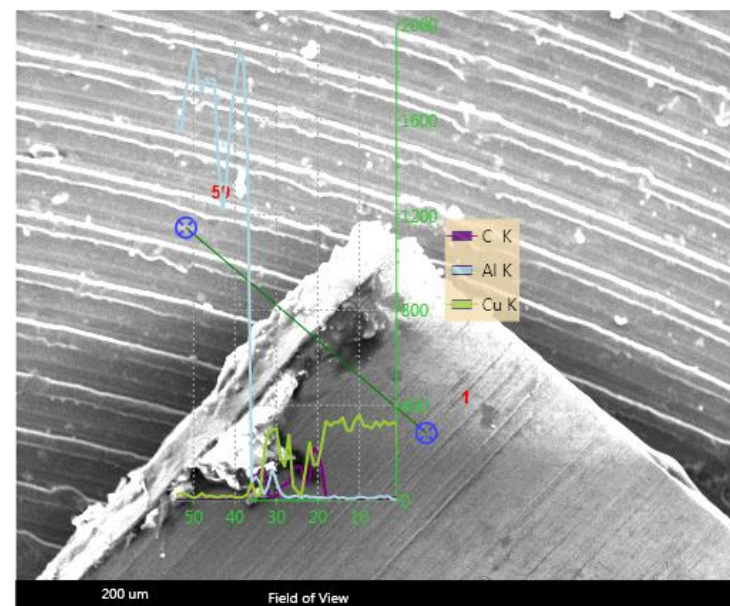
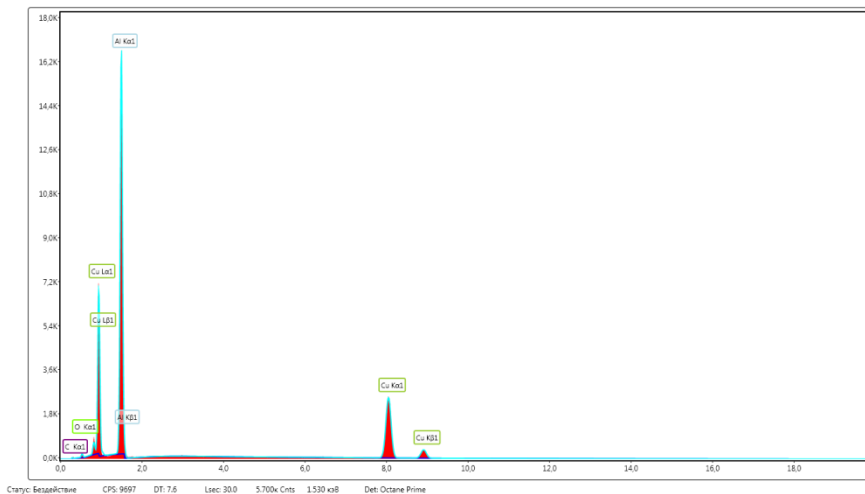
1/13/2016 3:27:17 PM

кВ: 10 Увелич.: 4531 Угол отрыва: 34.8 Живое время(с): 30 Постоянная времени(µс): 3.84 Разрешение:(eV) 123.0



Элемент	Весовой %	Атомный %	Полн. инт.	% ошибок	Kratio	Z	R	A	F
O K	49.01	69.87	1510.56	6.17	1.1111	0.3338	1.0000	0.9561	0.6129
Fe L	9.92	4.05	96.48	7.59	0.8283	0.0480	0.9979	1.0993	0.5853
Zn L	11.03	3.85	213.61	5.07	0.7969	0.0716	1.0003	1.1236	0.8138
Al K	4.32	3.65	207.69	5.96	0.9710	0.0337	1.0071	0.9967	0.7980
Si K	1.06	0.86	50.29	9.29	0.9896	0.0091	1.0119	1.0031	0.8555
P K	22.09	16.26	803.86	3.84	0.9479	0.1903	1.0046	1.0090	0.9050
Ca K	2.57	1.46	41.36	11.96	0.9187	0.0236	1.0216	1.0298	0.9792

Элементный анализ по поверхности и профилю (Al-Cu)



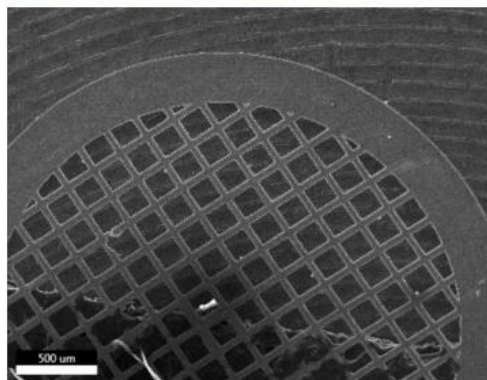
Картирование элементов по поверхности

EDAX TEAM

Эталоны

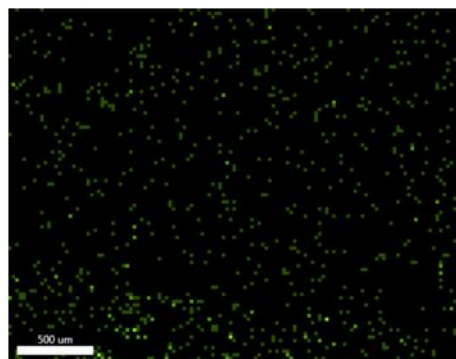
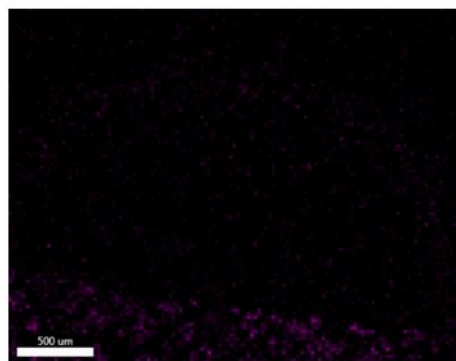
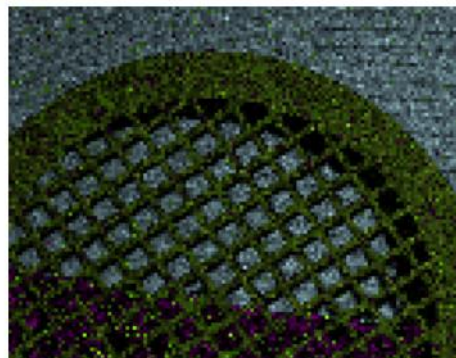
Автор:
Создание:
Название образца: Cu-grid-Al-C
Area 1

ROI 3

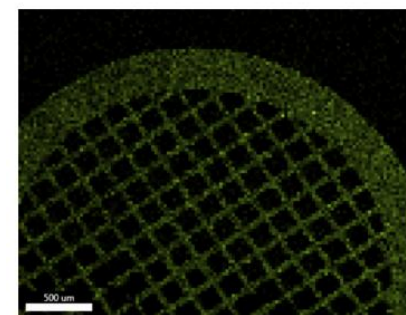
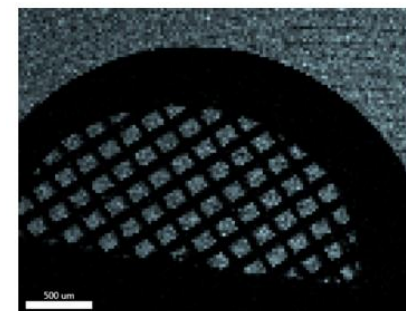


EDAX TEAM

ElementOverlay



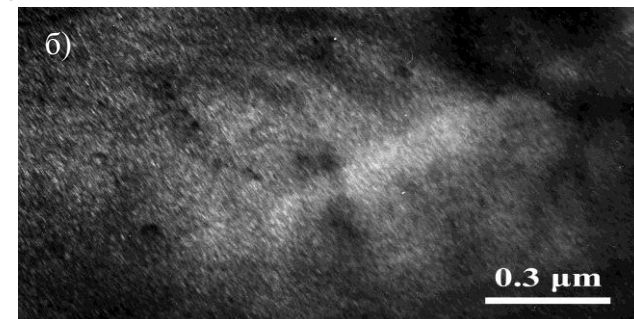
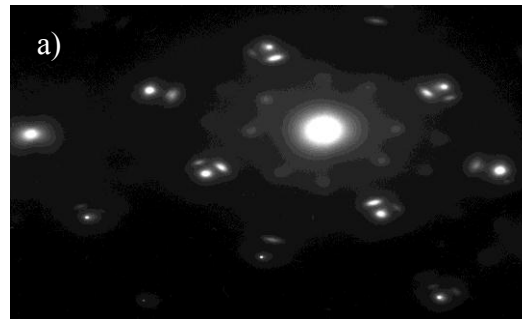
EDAX TEAM



Электронная микроскопия



Сведения о **кристаллической структуре** могут быть получены при использовании рентгеновского дифракционного анализа или просвечивающей электронной микроскопии с использованием электроннодифракционного анализа. Последний метод обладает тем преимуществом перед рентгенодифракционным анализом, что позволяет получать дифракционные картины при размере кристаллов порядка 10 нм, в то время как при рентгенодифракционном анализе вещества с такими кристаллами выглядят как аморфные. С другой стороны, для получения изображения структуры в просвечивающем микроскопе необходимо, чтобы толщина объекта не превышала 100—400 нм, иначе объект не будет прозрачен для электронов

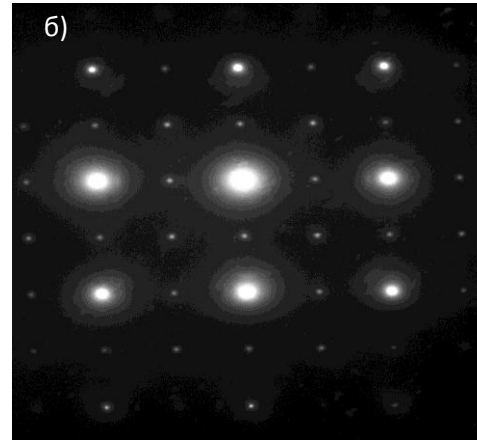
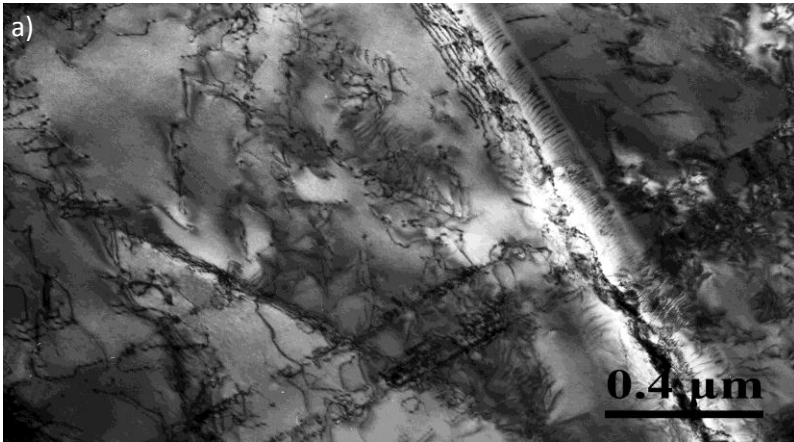


Просвечивающий электронный
микроскоп
ЭМ-125К

Основная спецификация:

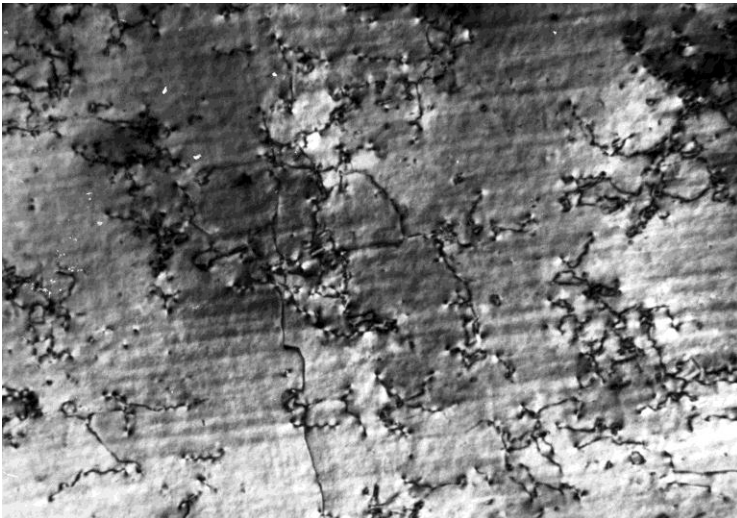
- Ускоряющее напряжение, 125 кВ
- Диапазон электронно-оптического увеличения, при работе с гониометром, крат: 100-380000
- Угол наклона объекта, град. +/-60
- Разрешающая способность, при работе с гониометром, не более 0,7 нм
- Режим высокого разрешения по точкам 0,3 нм
- Режим высокого разрешения по кристаллической решетке 0,2 нм
- Давление в колонне, не более, Па $1,33 \times 10^{-4}$

Примеры:

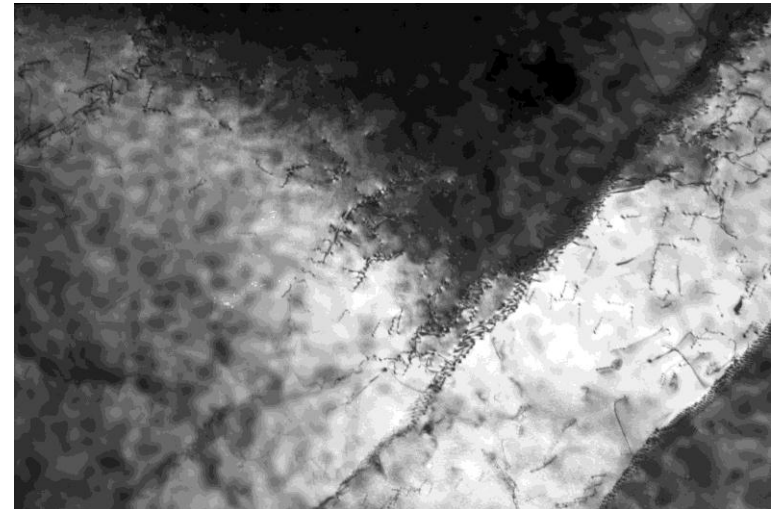


Сплав Ni-7.5 вес.% Al после закалки в воду от 1200 °С 1 час:

- а) – светлопольное изображение структуры,
- б) – электронограмма, ось зоны [001]

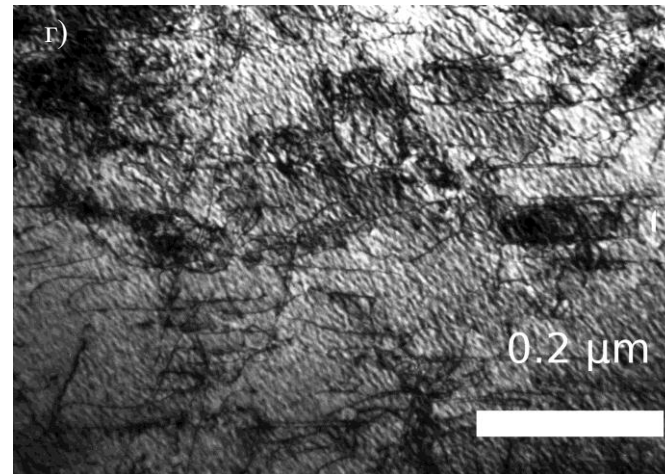
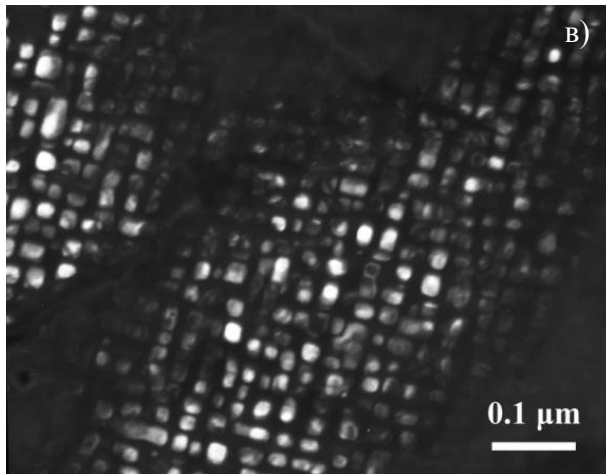
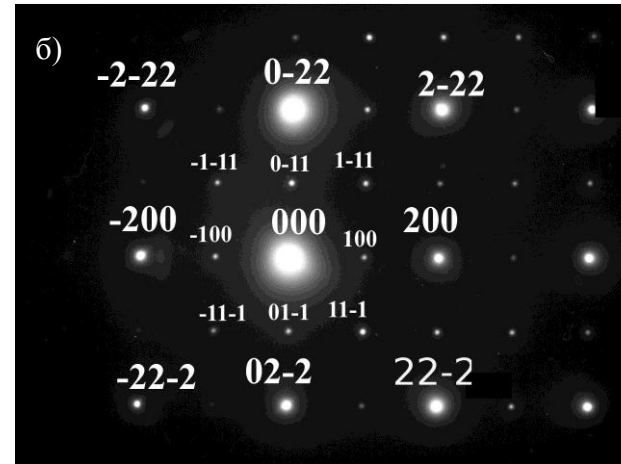
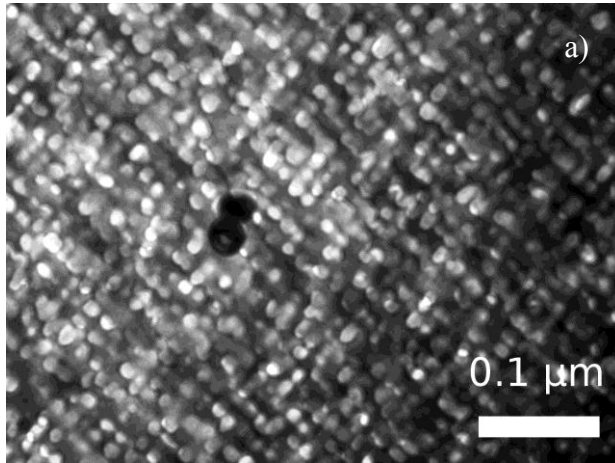


Fe-32Ni увеличение 60000x



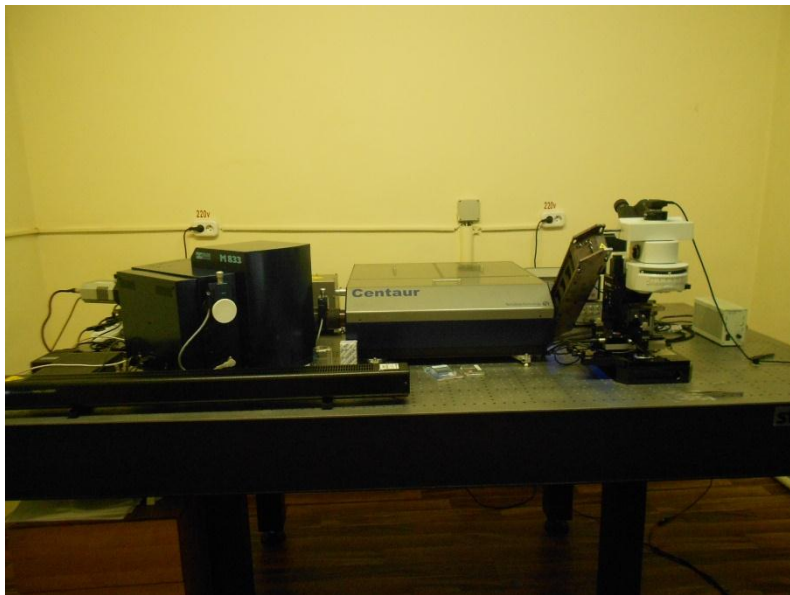
Fe-75Ni закалка 1000 градусов 30000x

Примеры:



Старение закаленного сплава при 700 °С, выдержка 24 часа:
а) – светлопольное изображение структуры, б) – электронограмма, ось зоны [001], в) - темнопольное изображение в свете дополнительного рефлекса (-100) на электронограмме б), г) – выдержка 6 часов, светлопольное изображение

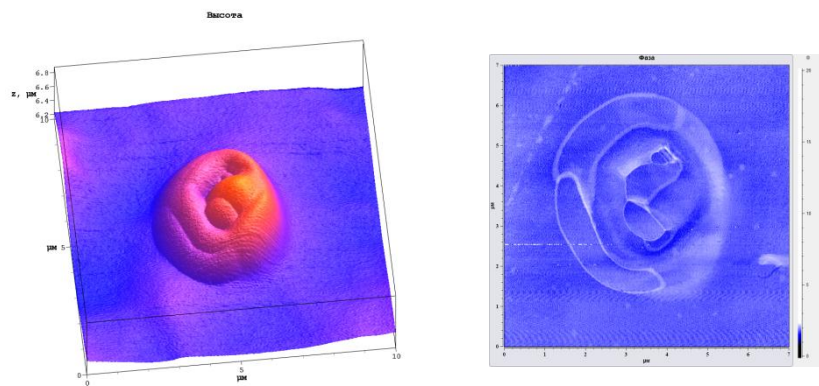
Оптическая микроскопия, конфокальная микроскопия, спектроскопия рамановского рассеяния, атомно-силовая микроскопия



Комплекс Centaur UHR

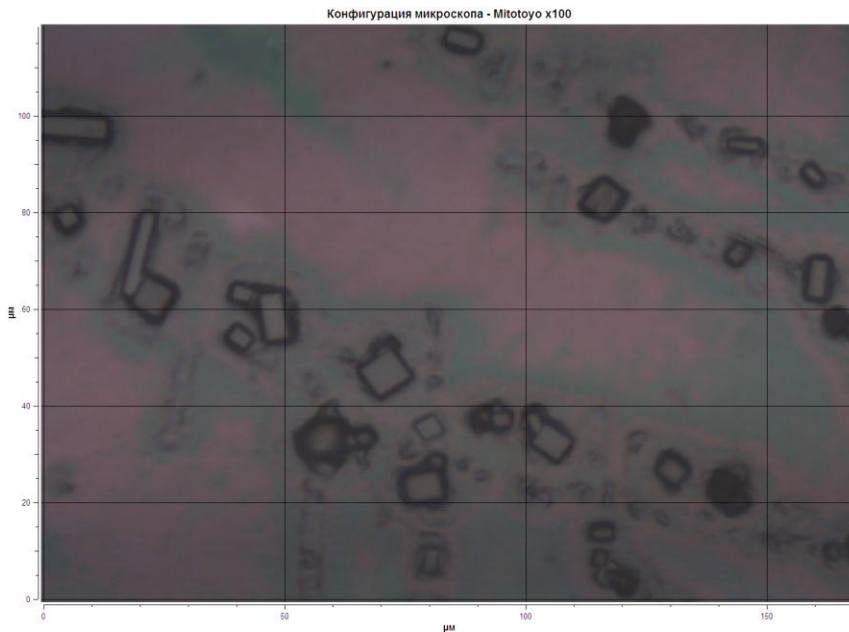
Centaur U HR совмещает в себе:

- Сканирующий зондовый микроскоп (атомно-силовой микроскоп в базовой комплектации) для получения топографии поверхности и других её характеристик;
- Традиционный прямой оптический микроскоп исследовательского класса для визуализации поверхности объекта исследований и совмещения методик исследования;
- Конфокальный лазерный микроскоп (конфокальная сканирующая лазерная микроскопия в отраженном свете, в качестве детектора используется ФЭУ);
- Конфокальный микроскоп комбинационного (рамановского) рассеяния с высоким спектральным разрешением (конфокальная спектральная микроскопия) за счет использования монохроматора с двойной дисперсией;
- Конфокальный флуоресцентный микроскоп с высоким спектральным разрешением (конфокальная спектральная микроскопия) за счет использования монохроматора с двойной дисперсией;
- Спектрометр комбинационного (рамановского) рассеяния (спектроскопия в точке) с высоким спектральным разрешением за счет использования монохроматора с двойной дисперсией;
- Спектрометр флуоресценции (спектроскопия в точке) с высоким спектральным разрешением за счет использования монохроматора с двойной дисперсией;



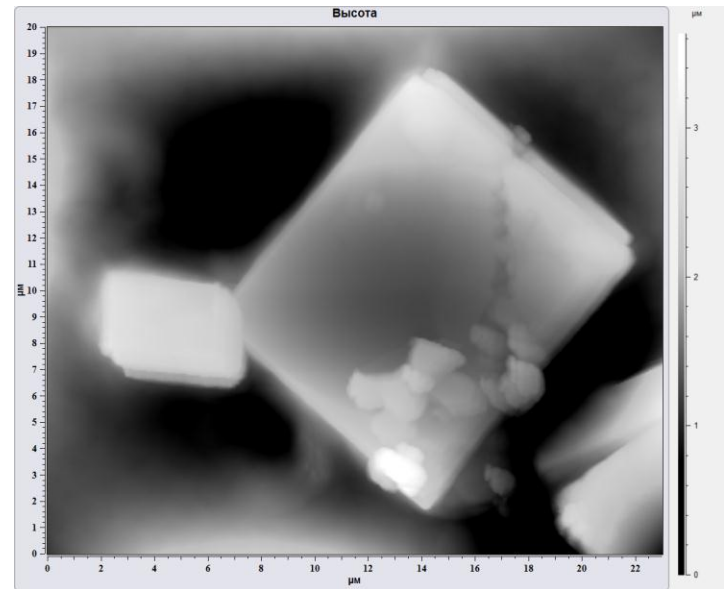
3D ACM и фазовое изображение молекулы альбумина

Примеры:

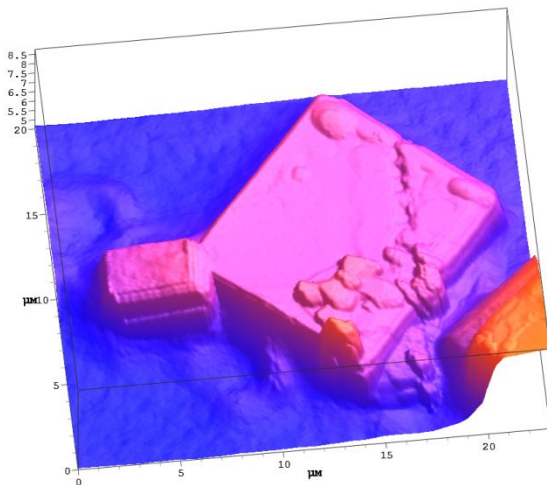


а)

Высота



б)

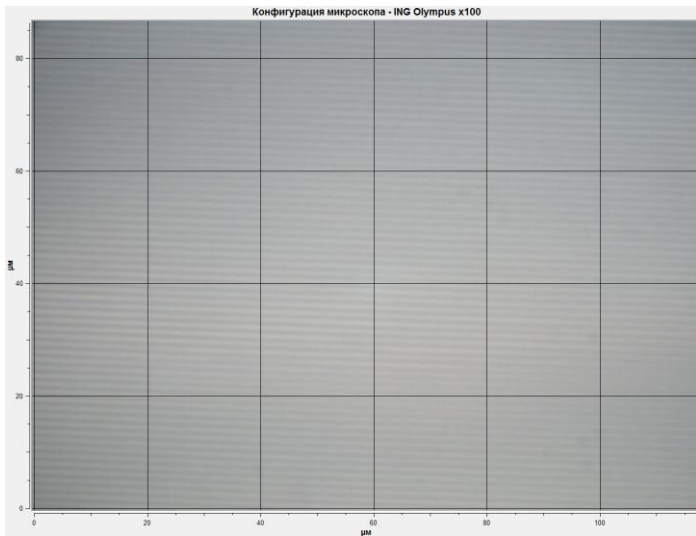


в)

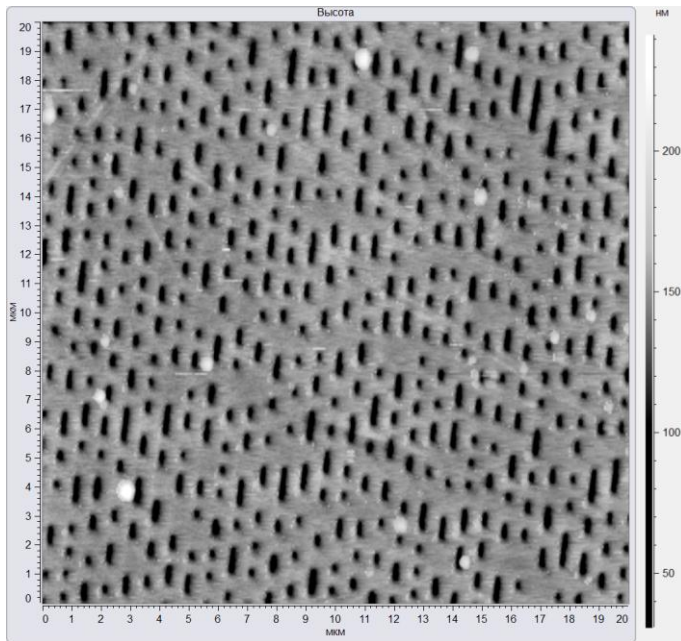
Кристаллизация физиологического раствора:
а) Оптическое изображение 100х,
б) 2D АСМ изображение,
в) 3D АСМ изображение.

Примеры:

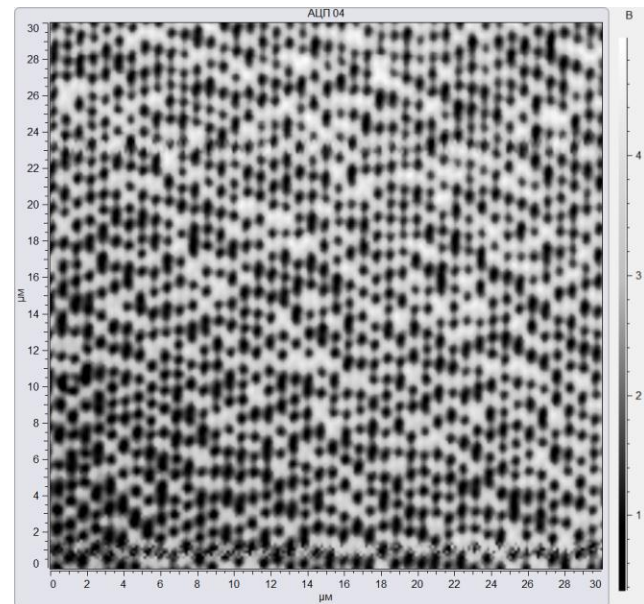
Топология поверхности DVD диска:
а) Оптическое изображение 100x,
б) 2D АСМ изображение,
в) Конфокальное изображение.



а)

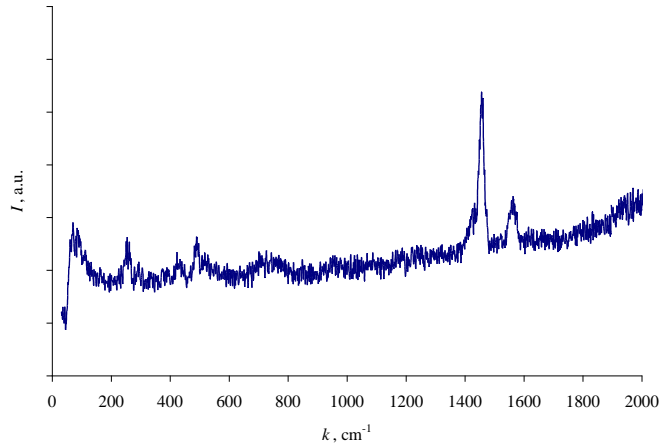


б)

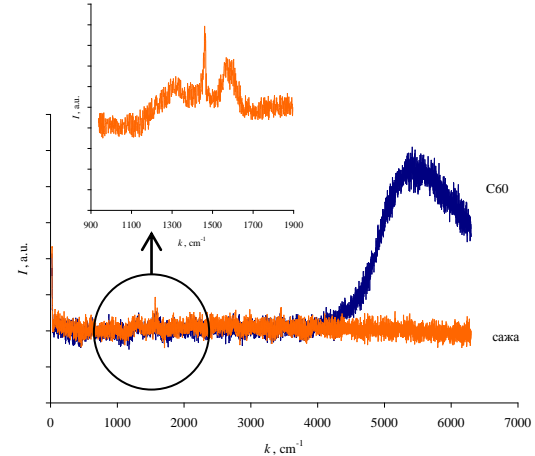


в)

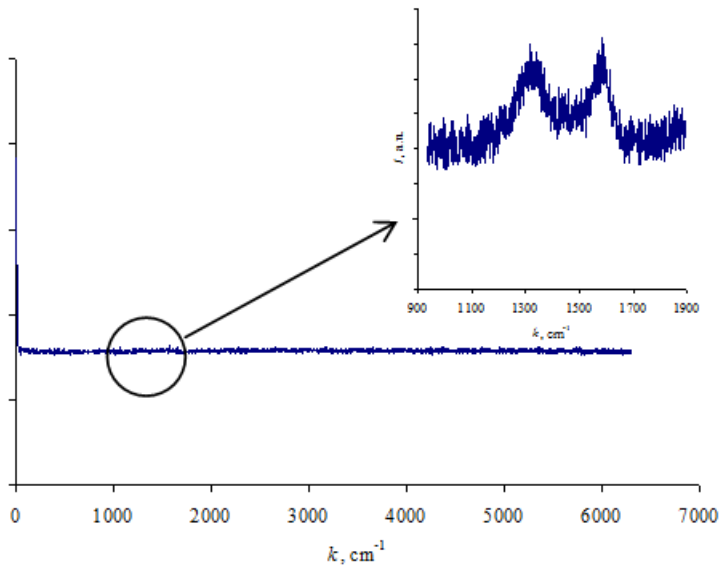
Примеры:



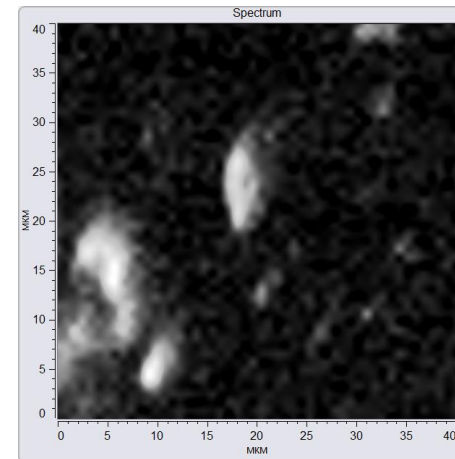
Спектр комбинационного рассеяния света фуллерена C60 ($\lambda_{\text{возб.}} = 532 \text{ нм}$)



Спектры комбинационного рассеяния света и фотолюминесценции фуллереновой сажи с содержанием фуллеренов ~45%



Спектр комбинационного рассеяния света фуллереновой сажи



Распределение фуллерена C60 в фуллереновой сажи с содержанием фуллеренов ~45%

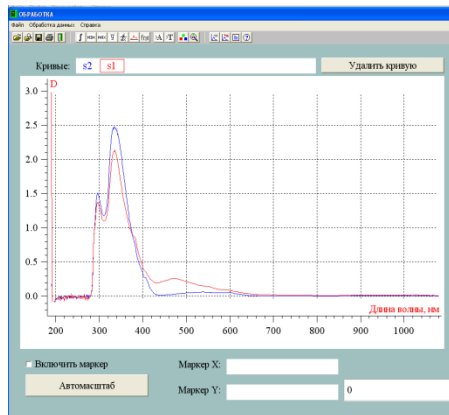
Спектрофотометрия

Основная спецификация



Спектрофотометр СФ-56

Предназначен для измерения коэффициента пропускания жидких и твёрдых веществ в спектральном диапазоне от 190 до 1100 нм.



<i>Параметр</i>	<i>Значение</i>
<i>Спектральный диапазон измерений, нм</i>	<i>190-1100</i>
<i>Диапазон измерения</i>	
<i>коэффициентов пропускания, %</i>	<i>0,01 - 200</i>
<i>оптической плотности, ед. ОП</i>	<i>-0,3 – 4,0</i>
<i>Фотометрическая точность при измерении коэффициентов пропускания, %</i>	<i>В диапазоне 400-750 нм: ±0,5% для 30% - 100%; ±0,25 для 1% - 30%; ±1,0 в остальном спектральном диапазоне</i>
<i>Фотометрическая воспроизводимость при измерении коэффициентов пропускания, %</i>	<i>0,01</i>
<i>Погрешность установки длин волн, нм</i>	<i>±1,0</i>
<i>Наименьший разрешаемый спектральный интервал, нм</i>	<i>0,3</i>
<i>Интервал изменения спектральной ширины щели, нм</i>	<i>0,3-6 (0,3/0,6/1/3/6)</i>
<i>Режимы измерения</i>	<i>пропускание оптическое плотность, концентрация кинетические параметры</i>
<i>Число образцов в кюветном отделении</i>	<i>6</i>
<i>Смена образцов</i>	<i>автоматическая</i>

Спектрофотометрия

Основная спецификация



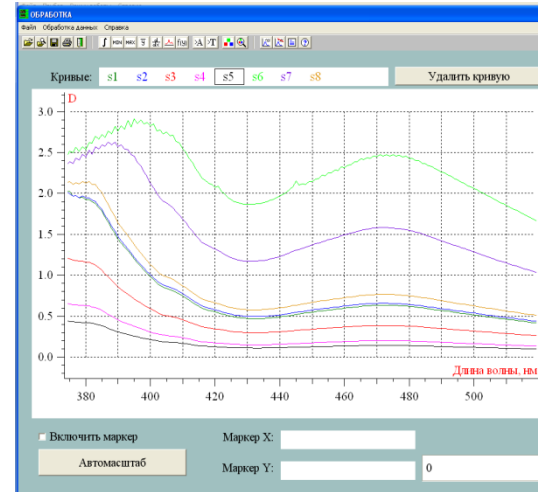
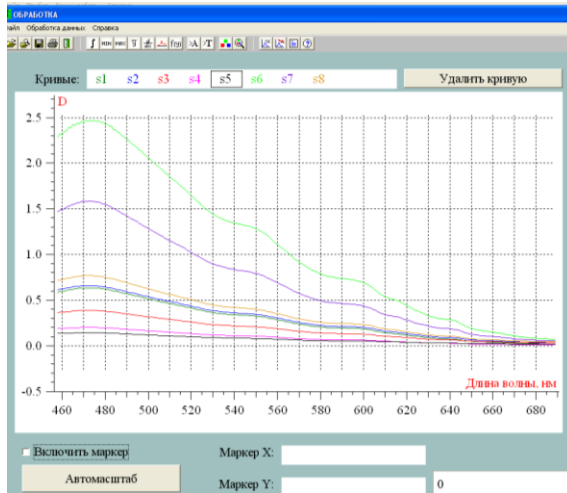
ИК-Фурье спектрометр ФСМ-1201

Спектрометры используются для количественного анализа и контроля качества продукции в химической, нефтехимической, топливной, фармацевтической, пищевой и парфюмерной промышленности, для осуществления экологического контроля, криминалистической и других видов экспертиз.

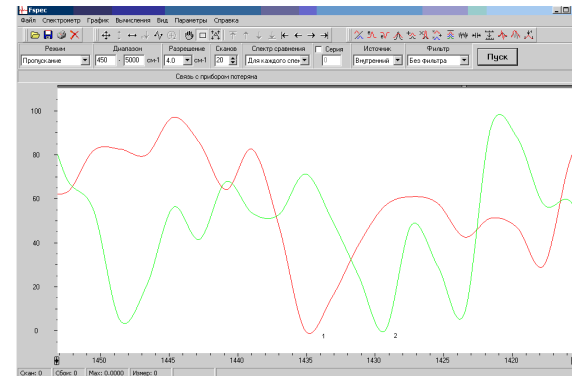
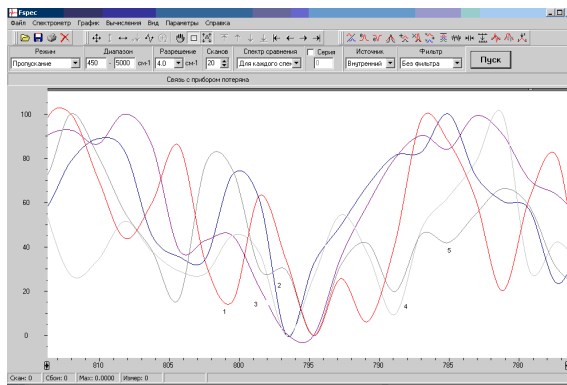
В основе спектрометров ФСМ 1201 — интерферометр типа Майкельсона, с самокомпенсацией, не требующий динамической юстировки.

Характеристика	Значение
Принцип действия	Фурье-спектрометр на базе интерферометра
Спектральный диапазон, см ⁻¹ :	400-7800
Фотометрический диапазон, %	1-100
Минимальное время получения одного полного спектра, с	< 2
Отношение сигнал/шум (разрешение 4 см ⁻¹ , время регистрации 1 мин.)	20000
Чувствительность измерений по фотометрической шкале, %	< 0,1
Погрешность калибровочной шкалы волновых чисел, см ⁻¹	0,1
Локальность зоны контроля, мм	6
Спектральное разрешение, см ⁻¹ :	1.0
Абсолютная погрешность шкалы волновых чисел, см ⁻¹	±0.1
Отклонение линии 100% пропускания от номинального значения (1950&-2050 см ⁻¹ , разрешение 4 см ⁻¹ , 20 сканов), %	±0.5
Среднее квадратичное отклонение линии 100% пропускания (1950-2050 см ⁻¹ , разрешение 4 см ⁻¹ , 20 сканов), %	0.025
Уровень положительного и отрицательного псевдорассеянного света, не более, %	0.25
Габаритные размеры, мм	520x340x250
Размеры кюветного отделения, не менее, мм	150x190x170
Масса, кг	28
Потребляемая мощность (без ПК), не более, Вт	80
Электрическое питание	220 В, 50 Гц
Компьютер	IBM совместимый
Операционная система	Windows 95/98/ME
Стандартные приспособления и приставки	Зеркальное отражение, МНПВО, КВг-техника
Производимый уровень шума	< 45 дБ
Программное обеспечение для количественного анализа	Имеется

Примеры:



Фрагменты спектров поглощения в видимой области раствора смеси фуллеренов C_{60} и C_{70} в ортоксилоле (разные концентрации).



ИК спектры образцов смеси C_{60}/C_{70} в таблетках KBr с разными концентрациями смеси по отношению к KBr

ИК спектры образцов для частоты $1434,8 \text{ см}^{-1}$: 1- чистого C_{60} (99,9%) и 2 – экстракта C_{60}/C_{70} в таблетках KBr

Установка магнетронного напыления мультислойных наноразмерных структур



Установка магнетронного напыления с сопутствующей ионно-лучевой обработкой



Сверхвысоковакуумная установка лазерного напыления пленок



Презентацию и
коммерческое предложение
на проведение ИССЛЕДОВАНИЙ
МОЖНО ПОЛУЧИТЬ , отправив запрос на
почту

ftt@udsu.ru

р.т.916-133

Спасибо за внимание