

**РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК**



**XXV** Российская конференция  
по электронной микроскопии  
*и*  
**2-я Школа молодых ученых**  
**«Современные методы электронной и зондовой микроскопии**  
**в исследованиях наноструктур и наноматериалов»**

**ТЕЗИСЫ ДОКЛАДОВ • ТОМ 2**

Черноголовка • 2014

При поддержке

Российского фонда  
фундаментальных исследований





# Interactive Corporation

## Электронные микроскопы JEOL Сверхвысокого разрешения

### Растровый электронный микроскоп с катодом Шоттки JSM-7800F



Разрешение 0,8 нм при 15 кВ  
1,2 нм при 1 кВ

Увеличение от 25 до 1 000 000 крат

Автоматические функции: фокус, стигматор, яркость, контраст

Полностью эвцентрический ганиометрический столик образцов с моторизацией по 5 осям.

Аналитические методы: EDX, WDX, EBSD, CL

### Автоматизированный

### Просвечивающий электронный микроскоп с катодом Шоттки JEM-2800



Разрешение ПЭМ 0,1 нм  
Разрешение ПРЭМ 0,2 нм

Увеличение в ПРЭМ  
от 100 до 150 000 000 крат

Увеличение в ПЭМ  
от 500 до 20 000 000 крат

Автоматические функции:  
яркость, контраст, ориентация образца,  
фокус, коррекция астигматизма

Аналитические методы:  
EDX, EELS, Нагрев и охлаждение  
образца, Томография

Официальное представительство в России:

Российская Федерация, 115191, Москва,  
ул. Большая Тульская, д. 10, стр. 2, офис 222

Тел/факс: (495) 748-2007

Моб. тел.: 8-916-626-2548

e-mail: iac@microanalysis.ru

<http://www.intactive.ru>

Главный офис в Японии

TT-1 building 14-8, 1-chome,  
Nihombashi-Ningyocho,  
Chuo-Ku, Tokyo 103-0013 Japan  
TEL 81-35-695-1035  
FAX 81-35-695-0665

# TIMA

Автоматический минералогический анализ  
на базе сканирующего электронного микроскопа TESCAN

- Анализ раскрытий и ассоциаций минералов
  - Массовые доли минералов
  - Автоматический поиск минералов, содержащих элементы платиновой группы, Au и Ag



ООО «ТЕСКАН»

Официальный представитель в РФ

и странах СНГ

[www.tescan.ru](http://www.tescan.ru)

info@tescan.ru

195220, Санкт-Петербург,

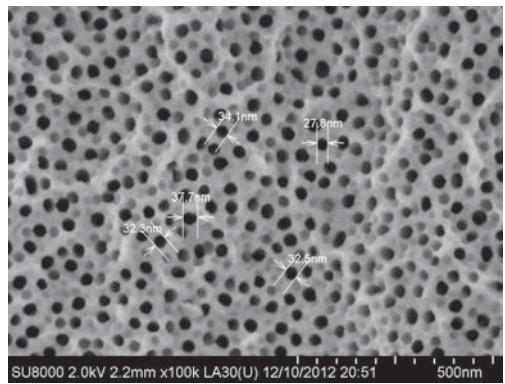
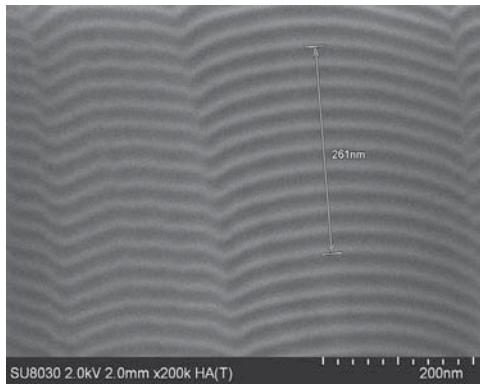
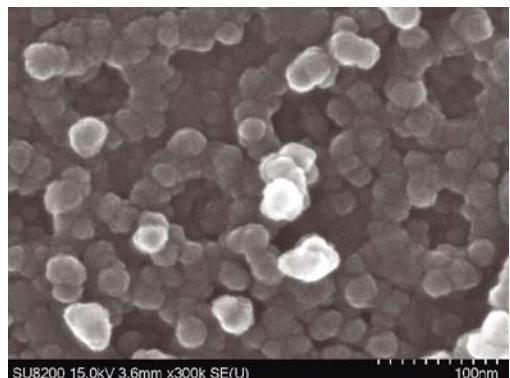
Гражданский пр. 11, а/я 24

Тел.: (812) 322-58-99

Тел./факс: (812) 322-58-98

## Сканирующий электронный микроскоп высокого разрешения

# SU8200



SU8030 2.0kV 2.0mm x200k HA(T)

### Технические характеристики

**Разрешение,**  
полученное во вторичных электронах  
(в режиме торможения электронов)

0,8 нм на 15 кВ  
1,1 нм на 1 кВ

#### Электронная оптика

Ускоряющее напряжение (обычный режим)  
(режим торможения электронов) 0,5 кВ - 30 кВ  
0,01 - 3,5 кВ  
Увеличение на плёнке x20 - x800 000  
x60 - x2 000 000

**Столик для камеры образцов**  
Перемещение, мм  
Наклон  
Вращение

X, Y:110, Z:1,5 - 40  
от -5° до 70°  
360°

#### Источник электронов

Тип источника  
Периодичность флэшинга

Холодный автоэмиссионный  
катод  
Не требуется

## Электронно-лучевое оборудование собственного производства

Под конкретного заказчика может быть изготовлен широкий спектр электронно-лучевого и вспомогательного оборудования

### Просвечивающий электронный микроскоп

Это новый 100 кВ электронный микроскоп . Имеет компьютерную систему управления, обеспечивающую гибкое управление всеми системами микроскопа. Высокие параметры, совмещенные с широким диапазоном функциональных возможностей и низкой ценой, обеспечивают успешное использование в различных отраслях науки от биотехнологий до материаловедения.



### Технологический кластер для микроэлектроники

Предлагается современное решение «под ключ» для микроэлектроники, удовлетворяющее требованием ITRS до 2020 года. Технологический кластер образует основу инновационных производств и новых пилотных линий.

При соответствующем оснащении необходимым стандартным технологическим оборудованием для обработки пластин.

Ядром кластера является пять электроннолучевых систем :

1. 3D нанолитограф.
2. Высокопроизводительная система поиска дефектов.
3. Высокопроизводительная система для CD, 2D, 2.5D и 3D измерений.
4. Сверхнизковольтный РЭМ (ULV SEM) с энергией падающих электронов до 1 ЭВ.
5. Эталонный РЭМ.



Прототип установлен  
для поиска дефектов

### Электронно-лучевой сварочный комплекс

Электронно-лучевой сварочный комплекс предназначен для однопроходной сварки в вакууме по траекториям различной конфигурации металлов толщиной до 80 мм, а также проведение локальной термообработки и наплавления.



## Анализаторы изображений и вспомогательное оборудование

### Цифровая система получения и анализа изображений для просвечивающих электронных микроскопов



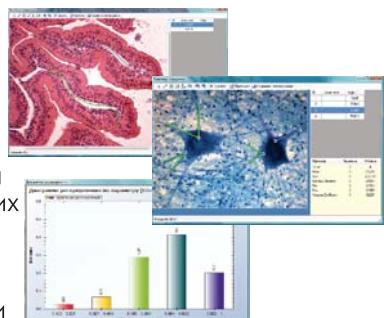
### Цифровая независимая система вывода и записи изображений для РЭМ – «вторая жизнь» Вашего микроскопа

Система подключается и эксплуатируется с растровыми электронными микроскопами и электронно-лучевыми микрозондами самых различных фирм-изготовителей. Внутренний растровый генератор отключается, и управление лучом передается аппаратно-программному комплексу. Встроенное меню РС включает микроскоп на внешнее управление лучом и регистрирует и анализирует изображение.

### ImageLab для световых микроскопов

#### Анализаторы изображений

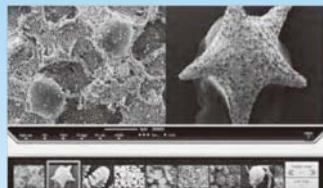
- для медико-биологических исследований на просвет и отражение
- для микро- и биохимических исследований
- для материаловедов и металлографических исследований
- для люминесцентных и «Patch Clamp» исследований
- для систем сканирования и гранулометрии



Представляем серию компактных растровых электронных микроскопов из широкой линейки научного и технологического оборудования.

### НАСТОЛЬНЫЙ РАСТРОВЫЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП JCM-6000

**JEOL** NeoScope



- ◆ Увеличение от  $\times 10$  до  $\times 60\,000$
- ◆ Автоматическая регулировка и масштабирование изображения
- ◆ Быстрая смена образцов, быстрая замена катодов
- ◆ Детектор вторичных и обратно-рассеянных электронов, режимы высокого и низкого вакуума в базовой комплектации
- ◆ Возможность установки ЭДС
- ◆ Свидетельство о внесении в Госреестр СИ

### КОМПАКТНЫЙ РАСТРОВЫЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП JSM-6010 PLUS

**JEOL** In TouchScope



- ◆ Увеличение от  $\times 5$  до  $\times 300\,000$
- ◆ Разрешение 4 нм при ускоряющем напряжении 20 кВ
- ◆ Интуитивно понятное программное обеспечение и сенсорный дисплей
- ◆ Возможность управления с планшетного компьютера по беспроводному интерфейсу
- ◆ Возможность установки ЭДС
- ◆ Свидетельство о внесении в Госреестр СИ

## ПРОФИЛЬ КОМПАНИИ

ООО «Мелитэк» 15 лет занимается поставкой и пусконаладкой оборудования для контроля качества материалов, является официальным дистрибутором ведущих зарубежных компаний: Struers A/S (Дания), Olympus (Япония), Emco-Test (Австрия), Nanovea (США), FEI (Нидерланды), Phenom-World (Нидерланды), ClaraVision (Франция), Bruker (Германия), Walter + Bai (Швейцария), RUMULAG (Швейцария). На базе ООО «Мелитэк» создан демонстрационный центр по внедрению и обслуживанию поставляемого оборудования, обучению пользователей.

## Настольный сканирующий электронный микроскоп для решения широкого круга задач

**PHENOMWORLD**

### PHENOM PROX – САМЫЙ БЫСТРЫЙ, ЭФФЕКТИВНЫЙ И УНИВЕРСАЛЬНЫЙ НАСТОЛЬНЫЙ СКАНИРУЮЩИЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП С ИНТЕГРИРОВАННОЙ СИСТЕМОЙ ЭДС



Все микроскопы Phenom\* интуитивно понятны в управлении, обеспечивают высокую скорость получения результата и соответствуют современным стандартам качества. Эти основные принципы были использованы для разработки и создания системы Phenom ProX с ЭДС. Используя микроскоп Phenom ProX, можно не только исследовать образцы при большом увеличении с высоким разрешением, но и определить их элементный состав.

- Интегрированная система ЭДС.
- Определение элементов от углерода до америция.
- Термоэлектрическое охлаждение детектора без жидкого азота.
- Увеличение до 100 000x.
- Время с момента загрузки образца до получения изображения в электронном режиме всего 30 секунд.
- Разрешение 17 нм.
- Ускоряющее напряжение до 15 кВ.
- Термоэлектронный источник с увеличенным временем жизни.
- Моторизованный предметный столик.
- Высокая скорость работы.
- Возможность исследования токопроводящих / непроводящих образцов.

### ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ (ПО)

ПО Phenom состоит из оболочки – программного пакета ProSuite, позволяющего проводить свивку изображений и получать удаленный доступ к микроскопу. Также могут быть установлены специализированные модули:

- 
- 3D Roughness Reconstruction – получение объемных изображений и проведить измерения шероховатости на субмикронном уровне.
  - Fibermetric – автоматический анализ толщины волокон и измерение пор.
  - ParticleMetric – автоматическое измерение и анализ частиц в образце.
  - Elemental Mapping – определение элементного состава по линии и площади образца (рентгеновское картирование).

## Электронные микроскопы FEI

Компания FEI – мировой лидер в области производства электронных микроскопов. Решения FEI обеспечивают точность визуализации двух- и трехмерных объектов, анализа и модификации материалов и конструкций с разрешением до уровня долей ангстремов.

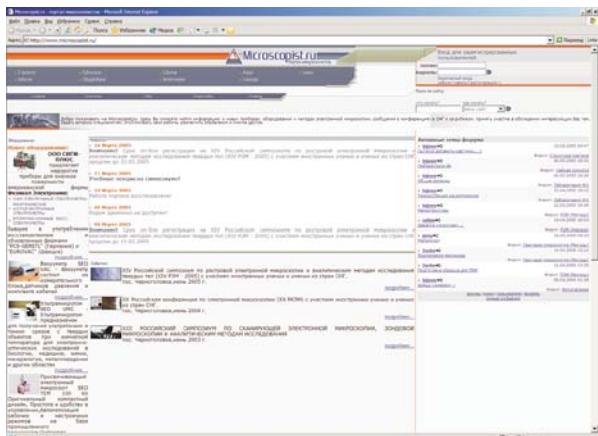
Электронные микроскопы FEI применяются в сферах материаловедения, электроники, медико-биологических и естественных наук.





# ПОРТАЛ МИКРОСКОПИСТОВ

Портал микроскопистов создан в январе 2002 г. по инициативе Института проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов Российской Академии наук (ИПТМ РАН, г. Черноголовка, РФ) и общественной организации Open Information Society (OIS, г. Кишинев, Республика Молдова) при поддержке Научного Совета Российской Академии наук



На портале действуют форумы по темам, представляющим интерес для сообщества микроскопистов.

Разработана и опробована (XIII и XIV Российской симпозиумы по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел) система on-line регистрации участников и размещения тезисов докладов.

По запросам фирм на портале размещается информация о предлагаемом оборудовании и услугах.

**По всем вопросам деятельности портала просьба обращаться к представителям администрации портала:**

Казьмирук Вячеслав Васильевич  
(ИПТМ РАН, г.Черноголовка)  
Адрес: 142432, Московская обл.,  
г. Черноголовка, ИПТМ РАН  
Тел/факс: +7(496 52)4 40 84  
GSM +7(903)259 04 14  
E-mail kazmiruk@iptm.ru

Салтановский Юрий Георгиевич  
(Open Information Society,  
г. Кишинев, Молдавия)  
Адрес: MD2028, г. Кишинев,  
Республика Молдова,  
ул. Академическая 3/3 оф.402  
Тел/факс: +373(2)73 74 59  
GSM +373(7)943 89 49  
E-mail: saltanovsky@microscopist.ru

**Российская академия наук**

Научный совет РАН по электронной микроскопии

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт  
проблем технологий микроэлектроники и особочистых материалов  
Российской академии наук

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт  
кристаллографии им. А.В. Шубникова Российской академии наук

**XXV**  
**Российская конференция**  
**по электронной микроскопии**  
***и***  
**2-я Школа молодых ученых**  
**«Современные методы электронной и**  
**зондовой микроскопии в исследованиях**  
**наноструктур и наноматериалов»**

**РКЭМ - 2014**

2 июня – 6 июня 2014 г.

**Тезисы докладов**

**ТОМ 2**

Черноголовка 2014

### **Организационный комитет**

М.В. Ковальчук – председатель, ИК РАН, НИЦ «Курчатовский институт»

В.А. Тулин – заместитель председателя, ИПТМ РАН

В.В. Казьмирук – заместитель председателя, ИПТМ РАН

Н.А. Киселев – заместитель председателя, ИК РАН

В.М. Каневский - заместитель председателя, ИК РАН

Н.Н. Гусарова – секретарь, ИК РАН

#### **Члены Оргкомитета**

А.Л. Асеев ИФП СО РАН

А.С. Аронин ИФТТ РАН

С.А. Дицман ИПТМ РАН

П.К. Кашкаров НИЦ «Курчатовский институт»

В.В. Кведер ИФТТ РАН

А.В. Латышев ИФП СО РАН

Н.А. Осипов ИПТМ РАН

А.А. Саранин ИАиПУ ДВО РАН

А.Л. Толстихина ИК РАН

Е.Б. Якимов ИПТМ РАН

### **Программный комитет**

Е.Б. Якимов – председатель, ИПТМ РАН

А.Л. Васильев - заместитель председателя, НИЦ «Курчатовский институт»

С.А. Дицман - заместитель председателя, ИПТМ РАН

В.И. Попенко - заместитель председателя, ИМБ РАН

#### **Члены программного комитета**

А.С. Авилов ИК РАН

В.В. Артемов ИК РАН

Р.В. Гайнутдинов ИК РАН

О.М. Жигалина ИК РАН

В.В. Клечковская ИК РАН

Э.И. Рай ИПТМ РАН

В.Н. Соколов МГУ

И.И. Ходос ИПТМ РАН

В.А. Штейн-Марголина ИНБИ РАН

## Оглавление

### **VII. Электронная и ионная литография**

---

#### **Контактирование к одиночному нитевидному нанокристаллу методом комбинированной ионно-лучевой литографии**

Д.В. Альбот, В.Ю. Михайловский, Ю.В. Петров,  
Е.В. Убыйковк, О.Ф. Вывенко ..... 342

#### **Исследование планарных сегнетоэлектрических доменов, сформированных электронным лучом в кристаллах $\text{LiNbO}_3$**

Р.В. Гайнутдинов, Л.С. Коханчик, Т.Р. Волк ..... 344

#### **ФИП – стимулированное переосаждение для создания микромеханических устройств**

А.В. Иржак, В. Диан, В.В. Коледов ..... 346

#### **Катодолюминесценция электронного резиста ПММА после экспонирования**

М.А. Князев, Е.Б. Якимов, А.А. Свинцов, С.И. Зайцев ..... 348

#### **Gallium free focused ion beam nanofabrication applications**

P. Mazarov, S. Bauerdrick, L. Bruchhaus, M. Kirchner, R. Jede ..... 350

#### **Особенности взаимодействия электронного пучка с поверхностью пленки $\text{AgI}$**

В.А. Полищук, В.В. Томаев, А.В. Баранов, В.П. Пронин ..... 352

#### **Ионная литография хиральных оптическихnanoструктур**

О.Ю. Рогов, В.В. Артемов, М.В. Горкунов ..... 354

---

### **VIII. Применение методов микроскопии в физике, материаловедении, микро- и нано-электронике**

---

#### **Исследование морфологии рельефа нанопокрытия хрома на стекле и измерение вольт-амперных характеристик**

А.С. Антонов, Е.А. Воронова, Н.Ю. Сдобняков, О.В. Михайлова, Н.В. Новожилов, Д.Н. Соколов ..... 358

#### **Влияние фуллеренов на фазовый состав и морфологию поверхности стеклокерамических покрытий на основе системы кремний-бор-борид циркония**

И.Б. Баньковская, К.Э. Пугачёв, Д.В. Коловертнов, К.С. Козырев ..... 360

#### **Формирование доменной структуры керамики ЦТС в процессе спекания**

Е.В. Барабанова, О.В. Малышкина, А.В. Дайнеко ..... 362

<b>Влияние температурной обработки на микроструктуру тонких пленок SnS</b>	
С.А. Башкиров, В.Ф. Гременок, А.Н. Петлицкий, А.С Турцевич, С.В. Шведов, Д.Е. Ещик, В.В. Цыбульский . . . . .	364
<b>Температурные наблюдения эволюции доменной структуры триглицинсульфата методами РЭМ</b>	
В.А. Беляков, Н.Н. Большаякова, А.И. Иванова, Р.М. Гречишкян . . . . .	366
<b>Методы анализа сплошности слоев, их эффективности как диффузионных барьеров в условиях наложения оже-сигналов при ионном профилировании</b>	
В.Г. Бешенков, А.Ф. Вяткин, В.В. Амеличев, Д.В. Костюк . . . . .	368
<b>Получение и исследование методом растровой электронной микроскопии двухслойных структур «композит на изоляторе» на основе пористого кремния</b>	
В.В. Болотов, К.Е. Ивлев, Е.В. Князев, В.Е. Росликов . . . . .	370
<b>Исследование слоев многостенных углеродных нанотрубок, подверженных воздействию мощного ионного пучка наносекундной длительности</b>	
В.В. Болотов, Е.В. Князев, Ю.А. Стенькин, Р.В. Шелягин . . . . .	372
<b>Связь проводимости и диэлектрических свойств со структурой алмазоподобного покрытия и материалом подложки</b>	
А.Н. Бродзинченко, Д.М. Долгинцев, Р.А. Кастро . . . . .	374
<b>Плотность межзеренных границ</b>	
Ю.С. Буранова, Х. Рёснер, С.В. Дивинский, Г. Вильде . . . . .	376
<b>Рентгеноспектральный анализ изменения элементного состава никельсодержащего нанодисперсного порошка-катализатора</b>	
В.В. Васильевский, Е.К. Куломзин, В.В. Рыбалко . . . . .	378
<b>Структура пленок на основе полиуретана, модифицированного кремнийорганическими диолами</b>	
И.О. Волков, Л.В. Филимонова, Л.И. Макарова, О.В. Синицына, А.А. Бурмистров, А.Г. Филатова, Б.Г. Завин, И.В. Яминский, Г.Г. Никифорова, Е.М. Белавцева . . . . .	380
<b>Применение фокусированного ионного пучка для приготовления ступенчатых тонких фольг поверхностныхnanoструктур</b>	
Р.Л. Волков, Я.С. Гришина . . . . .	382
<b>О выборе начального приближения в задаче катодолюминесцентной идентификации электрофизических параметров однородных прямозонных полупроводников при использовании модели, учитывающей наличие и линейной, и квадратичной рекомбинаций неосновных носителей заряда</b>	
Ю.Е. Гагарин, Н.Н. Михеев, Н.А. Никифорова, М.А. Степович. . . . .	384

<b>Растровый электронно-микроскопический контроль доменной структуры и полей рассеяния магнитных элементов МЭМС</b>	
О.В. Гасанов, А.И. Иванова, И.А.Резник, Э.Т.Калимуллина, Р.М. Гречишкін . . . . .	386
<b>Контроль морфологических параметров анодного оксида алюминия, сформированного в различных технологических режимах</b>	
И.В. Гасенкова, Е.В. Остапенко, Н.И. Мазуренко, И.М. Андрухович . . . . .	388
<b>Исследование влияния текстуры на эволюцию микроструктуры при растяжении сплава Zr-1%Nb</b>	
С.Л. Гирсова, Т.М. Полетика, А.Н. Щербина . . . . .	390
<b>Фазовый состав продуктов охлаждения расплава смеси MoSi и углеродной сажи в зависимости от скорости охлаждения</b>	
Б.А. Гнесин, И.Б. Гнесин, А.Н. Некрасов . . . . .	392
<b>Анализ включений, образовавшихся в пористом графите после обработки расплавом силицидной эвтектики (W, Mo)Si + (W, Mo)Si с эквивалентным содержанием молибдена и вольфрама</b>	
Б.А. Гнесин, И.Б. Гнесин, А.Н. Некрасов . . . . .	394
<b>Композиционные мембранны на основе поливинилового спирта с полиакриловой кислотой и поли-<i>n</i>, <i>n</i>-диметиламиноэтилметакрилатом</b>	
Г.Н. Губанова, Т.Е. Суханова, М.Э. Вылегжанина, С.В. Кононова . . . . .	396
<b>Применение методов микроскопии для изучения изменения формы и размера частиц в процессе синтеза EuLuCuS<sub>3</sub></b>	
Ж.А. Демчук, А.В. Русейкина . . . . .	398
<b>Электростатическое манипулирование микро- и наночастицами под действием электронного пучка</b>	
А.И. Денисюк, Ф.Э Комисаренко, И.С. Мухин . . . . .	400
<b>Структура нанокристаллических слоев NbSn в многоволоконных композитах Nb/Cu-Sn с кольцевыми волокнами</b>	
И.Л. Дерягина, Е.И. Патраков, Е.Н. Попова . . . . .	402
<b>Формирование текстурированных пленок Fe и Ni с различным микроструктурным строением методом магнетронного распыления на постоянном токе</b>	
А.С. Джумалиев, Ю.В. Никулин, Ю.А. Филимонов . . . . .	404
<b>Морфология и структурные особенности углеродного инвертированного опала</b>	
Г.А. Емельченко, В.М. Масалов, А.А. Жохов, И.И. Ходос . . . . .	406
<b>Гексагональный кремний. Изучение особенностей морфологии и электрических свойств методами АСМ и РЭМ</b>	
В.Г. Еременко, П.С. Вергелес . . . . .	408
<b>Моделирование процессов синтеза наночастиц и анализ результатов методами РЭМ и АСМ</b>	
В.А. Жабрев, В.И. Марголин, В.А. Тупик, Л.Ю. Аммон, Чу Чонг Шы . . . . .	410

<b>Формирование фаз и микроструктуры керамики на основе ZnO и TiO</b>	
Г.М. Зеер . . . . .	412
<b>Исследование процесса кристаллизации нанокомпозита</b>	
<b>Ag/полиакрилонитрил</b>	
В.А. Злобин, Ю.Г. Сорокин . . . . .	414
<b>Топография поверхности и электрофизические свойства полимерных</b>	
<b>пленок ППК+CdS в зависимости от их толщины и концентрации</b>	
<b>наночастиц</b>	
О.П. Иванова, Е.П. Криничная, С.А. Завьялов, И.А. Мисуркин,	
С.В. Титов, Е.И. Григорьев, Т.С. Журавлева . . . . .	416
<b>Структура гидроксиапатитовой керамики, подвергнутой интенсивной</b>	
<b>пластической деформации</b>	
В.М. Иевлев, С.М. Баринов, В.С. Комлев, А.Ю. Федотов,	
А.В. Костюченко, С.В. Добаткин, А.Р. Кильмаметов . . . . .	418
<b>Исследование активированных висмутом волоконных световодов и</b>	
<b>заготовок методами электронной микроскопии и микродифракции</b>	
Л.Д. Исхакова, Ф.О. Милович, С.Е. Борисовский, Р.П. Ермаков,	
В.В. Машинский, А.С. Зленко . . . . .	420
<b>Роль мультимасштабных исследований в разработке</b>	
<b>конструкционной нанокерамики на основе оксида алюминия</b>	
П.Р. Казанский, Т.Г. Дмитриева, С.А. Корнейчук,	
Ю.Г. Трифонов, А.Ю. Омаров . . . . .	422
<b>Формирование структур слоистых Ni/Al композитов, получаемых</b>	
<b>диффузионной сваркой</b>	
М.И. Карпов, В. М. Кийко, В.П. Коржов, Д.В. Прохоров . . . . .	424
<b>Микроструктура и механические свойства сплавов</b>	
<b>систем Nb-Al и Nb-Si</b>	
М.И. Карпов, В. М. Кийко, В.П. Коржов, В.И. Внуков, Т.С. Строганова,	
Д.В. Прохоров . . . . .	426
<b>Структура и механические свойства волокон на основе</b>	
<b>иттрий-алюминиевого граната</b>	
В.М. Кийко, В.Н. Курлов . . . . .	428
<b>Формирование структуры волокон иттрий-алюминиевого граната,</b>	
<b>получаемых методом внутренней кристаллизации</b>	
В.М. Кийко, И.В. Новиков, Н.И. Новохатская . . . . .	430
<b>Физико-химические свойства nanostructuredированных массивов</b>	
<b>микро- и наноразмерных порошков титана и кремния</b>	
А.А. Ковалевский, В.А. Лабунов, Д.А. Котов, О.М. Комар . . . . .	432
<b>Влияние магнитоимпульсной обработки на структуру и свойства</b>	
<b>материалов различной природы</b>	
В.В. Коровушкин, М.Н. Шипко, М.А. Степович . . . . .	434

<b>Исследование наноструктурированных пленок дисульфида молибдена, полученных методом монослоевого диспергирования</b>	
Е.П. Криничная, О.И. Иванова, А.С. Голубь,	
Н.Д. Лененко, Т.С. Журавлева . . . . .	436
<b>Лазерная модификация теплозащитного покрытия на основе оксида циркония</b>	
Е.В. Кузнецова, В.А. Лазарев, А.А. Трифонов, Е.В. Нуждин . . . . .	438
<b>Анализ условий сопряжения фаз в углеситалле с применением частотной фильтрации фурье-образов высокоразрешающих изображений</b>	
В.Н. Кукин, Н.И. Боргардт, А.А. Маляров . . . . .	440
<b>Микроскопия поверхности зон пластичной деформации металла при решении трехмерных задач механики трещин</b>	
Д.В. Лебедев, А.А. Бухараев, Н.М. Лядов, В.Н. Шлянников,	
Н.В. Бойченко, А.В. Туманов . . . . .	442
<b>Электронно-микроскопические исследования влияния разориентации подложки GaAs(001) на структуру тонкой пленки Al</b>	
М.В. Ловыгин, Н.И. Боргардт, И.П. Казаков . . . . .	444
<b>Исследование методом просвечивающей электронной микроскопии мезопористых композитных сорбентов с нанодисперсным магнетитом</b>	
К.И. Лубенцова, А.В. Пастухов, В.А. Даванков . . . . .	446
<b>Формирование структуры зерен керамики ЦТС</b>	
О.В. Малышкина, А.Ю. Елисеев, А.В. Дайнеко, А.И. Иванова . . . . .	448
<b>Влияние термического отжига на свойства системы <math>\text{SiO}_x:\text{SiO}_2</math>, сформированной на поверхности ВОПГ</b>	
А.И. Машин, А.В. Нежданов, А.В. Ершов, Е.А. Чевелева . . . . .	450
<b>Радиологическая микроскопия фаланги руки девочки из Денисовой пещеры</b>	
М.Б. Медникова, М.В. Добровольская, Б. Виола, А.В. Лавренюк,	
П.Р. Казанский, В.Я. Шкловер, М.В. Шуньков, А.П. Деревянко . . . . .	452
<b>Исследование и диагностика триметаллических вкладышей КАМАЗ</b>	
А.И. Мерзляков, А.И. Самохина, А.А. Трифонов, Е.В. Нуждин. . . . .	454
<b>Исследование морфологии и состава электролитически осажденных пленок CoNiW методами HAADF-STEM и AFM</b>	
Е.Б. Модин, А.В. Кириллов, М.Ю. Пресняков, Е.В. Пустовалов,	
Б.Н. Грудин, В.С. Плотников . . . . .	456
<b>Изучение особенностей сварных соединений методами электронной микроскопии и рентгеновского спектрального микроанализа</b>	
В.В. Мокрушин, И.А. Царёва, Д.А. Горькаев, А.Я. Малышев,	
А.М. Воронцов, М.В. Царёв, Е.В. Забавин, Р.М. Баикин. . . . .	458

<b>Сканирующая электронная микроскопия и рентгеновский спектральный микроанализ поверхности гидрируемых мишеней для нейтронных генераторов</b>	
В.В. Мокрушин, И.А. Царёва, А.Ю. Постников, Н.Т. Казаковский, М.В. Царёв, К.В. Коршунов, М.В. Волонин, В.Н. Голубева . . . . .	460
<b>Исследование морфологии поверхности оксидных пленок различных типов после трибологических испытаний</b>	
Т.И. Муравьева, А.В. Морозов, Б.Я. Сачек, А.М. Мезрин, Н.Н. Фролов . . . . .	462
<b>In-situ TEM studies of the electromigration process in a single InAs nanowire</b>	
М. Neklyudova, H.W. Zandbergen . . . . .	464
<b>Формирование высокопрочной структуры в поверхностном слое при насыщении быстрорежущей стали азотом</b>	
А.А. Никулина, Я.С. Лизункова, А.И. Смирнов, А.А. Чевакинская . . . . .	466
<b>Исследование процесса низкотемпературного спекания серебросодержащих паст методом РЭМ</b>	
К.Н. Нищев, М.И. Новопольцов, В.В. Елисеев, В.А. Мартыненко, А.В. Гришанин, В.П. Мишкин, К.В. Саврасов . . . . .	468
<b>Сравнительное исследование рекомбинационной активности протяженных дефектов в пластически деформированном кремнии методами EBIC и LBIC</b>	
В.И. Орлов, О.В. Феклисова, Е.Б. Якимов . . . . .	470
<b>Исследование методами EBIC и LBIC влияния меди на рекомбинационную активность дефектов, введенных при пластической деформации кремния</b>	
В.И. Орлов, О.В. Феклисова, Е.Б. Якимов . . . . .	472
<b>Визуализация наночастиц в Si, последовательно имплантированном ионами <math>^{64}\text{Zn}^+</math> и <math>^{16}\text{O}^+</math>, с помощью СПЭМ и карт ЭДС</b>	
В.В. Привезенцев, В.С. Куликаускас, О.В. Шемухин, А.Ю. Трифонов . . . . .	474
<b>Исследование пироуглеродной фазы углеситалла методом восстановления волновой функции электрона в ВРЭМ</b>	
А.С. Приходько, Н.И. Боргардт, М. Заййт, Х. Шумман . . . . .	476
<b>Влияние воздействия радиации на морфологию и механические свойства политетрафторэтилена: исходного и радиационно-модифицированного</b>	
Н.В. Садовская, Н.А. Чуков, Е.М. Конова, С.А. Хатипов . . . . .	478
<b>Исследование и диагностика планарных n-p-n транзисторов сфокусированным ионным пучком</b>	
А.И. Самохина, А.Р. Бадрутдинов, А.А. Трифонов, Е.В. Нуждин . . . . .	480
<b>Исследование светочувствительных наночастиц в многослойных фотопленках</b>	
И.Р. Сафина, А.А. Трифонов, Е.В. Нуждин . . . . .	482

<b>Микроструктура и пьезоэлектрический отклик в тонких сегнетоэлектрических пленках ЦТС с аномально высокой диэлектрической проницаемостью</b>	
С.В. Сенкевич, И.П. Пронин, О.Н. Сергеева, Д.А. Киселев . . . . .	484
<b>Исследование процесса АХТ микропрофилирования кремния в КНИ гетероструктуре интегрального МЭМС-преобразователя давления мембранных типа с монолитной 3D тензорамкой</b>	
Л.В. Соколов, Н.М. Парфенов . . . . .	486
<b>Поверхность новых подшипниковых сплавов на основе алюминия после трибологических испытаний</b>	
О.О. Столярова, Т.И. Муравьева, Б.Я. Сачек, А.М. Мезрин, Н.А. Белов . . . . .	488
<b>Исследование структуры высокотемпературного жаропрочного сплава системы ниобий – кремний</b>	
Т.С. Строганова, М.И. Карпов, В.П. Коржов, В.И. Внуков, Д.В. Прохоров, И.С. Желтякова, А.Н. Некрасов . . . . .	490
<b>Гетеросегрегация на поверхности арсенида галлия с участием азота и аргона: ВРЭМ, РСМА, ОЦМ</b>	
Ю.Я. Томашпольский, В.М. Матюк, Н.В. Садовская . . . . .	492
<b>Изучение влияния фтора и состава электролита на морфологию оксида и границы раздела оксид/InAs(111)A</b>	
С.Е. Хандархаева, А.Г. Черков, А.К. Гутаковский, Н.А. Валишева . . . . .	494
<b>Применение атомно-силовой микроскопии для контроля качества и оптимизации параметров магнитореологического полирования</b>	
А.Л. Худолей, Л.К. Глеб, Г.Р. Городкин . . . . .	496
<b>Структура пленок платины на пористом кремнии</b>	
В. В. Цыбульский, А.С. Турцевич, А.Н. Петлицкий, К.И. Холостов, А.В. Бондаренко, В.П. Бондаренко . . . . .	498
<b>Формирование и характеризация тонких слоев гексагонального нитрида бора</b>	
А.Э. Штейнман, К.Л. Файерштайн, А.Т. Матвеев, Е.А. Образцова, Д.В. Штанский, Д.В. Гольберг . . . . .	500
<b>Атомно-силовая микроскопия наноразмерных диэлектрических поверхностей</b>	
А.А. Ясюнас, Д.А. Котов, О.М. Комар . . . . .	502
<hr/>	
<b>IX. Применение методов микроскопии в химии и геологии</b>	
<b>РЭМ диагностика деградации поверхности ионообменных мембран после термохимического воздействия</b>	
Э.М. Акберова, В.И. Васильева, А.Г. Корепанова . . . . .	506
<b>Изучение морфологии и фазового состава поверхности сульфидных минералов методами АСМ, РЭМ, РФЭС и ИК-спектроскопии</b>	
И.Ж. Бунин, Е.В. Копорулина, М.В. Рязанцева, И.А. Хабарова, Н.Е. Анашкина . . . . .	508

<b>Использование рентгеновской микротомографии и электронной микроскопии для получения трехмерных минералогических карт образцов горных пород</b>	
И.А. Варфоломеев, И.В. Якимчук, Д.А. Коробков . . . . .	510
<b>Структура микротрещин горных пород после взрывного воздействия по данным электронной микроскопии</b>	
С.Д. Викторов, А.Н. Кочанов, Е.В. Копорулина . . . . .	512
<b>Особенности применения сканирующей зондовой микроскопии в минералогических исследованиях</b>	
Е.А. Голубев, Н.Н. Пискунова . . . . .	514
<b>Изучение особенностей минералообразования в современных строматолитах щелочного озера Петуховское (Алтайский край) методами СЭМ и РСМА</b>	
Л.В. Зайцева, О.С. Самылина . . . . .	516
<b>РСМА исследование влияния химической модификации поверхности базальтового стекловолокна на состав контактирующих с ним продуктов гидратации фаз Ca<sub>3</sub>SiO<sub>5</sub> и Ca<sub>3</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>6</sub></b>	
А.В. Кнотько, В.В. Судьин, А.В. Ситанская, М.А. Сызганцева, В.К. Иванов . . . . .	518
<b>Исследования формы вхождения примесных атомов в кристаллическую структуру молибденита</b>	
И.М. Куликова, И.Е. Максимюк . . . . .	520
<b>Исследования минеральных фаз любого состава, содержащих редкоземельные элементы, с помощью рентгеноспектрального микроанализа (РСМА)</b>	
И.М. Куликова, О.А. Набелкин . . . . .	522
<b>Двойники и политипы в системе алмаз-лонсдейлит</b>	
Б.А. Кульницкий, И.А. Пережогин, В.Д. Бланк . . . . .	524
<b>Quantitative microanalysis at low voltage with a WDS electron microprobe equipped with a FE column</b>	
Е.Д. Norman, С. Hombourger, M. Outrequin . . . . .	526
<b>Нанокристаллы в челябинском метеорите</b>	
Д.А. Павлов, А.В. Пирогов, А.И. Бобров, Н.В. Малехонова . . . . .	528
<b>Исследование процессов самоорганизации полистирол-поли-2-винилпиридин на твердой поверхности методом АСМ</b>	
Е.А. Скопцов, Д.И. Егоров, В.Е. Агабеков . . . . .	530
<b>Особенности порового пространства глинистых осадков по данным количественного анализа РЭМ-изображений</b>	
В.Н. Соколов, О.В. Разгулина, Д.И. Юрковец . . . . .	532
<b>Электронно-микроскопическое исследование процесса пластификации глобуллярных и фибриллярных полимеров</b>	
В.Ф. Урьяш, Н.Ю. Кокурина . . . . .	534

<b>Особенности микро- и наноструктуры гидротермальных глин Южной Камчатки</b>	
М.С. Чернов, В.Н. Соколов, О.В. Разгулина, Л.Г. Булыгина, Д.И. Юрковец . . . . .	536
<b>ПЭМ в исследовании природного углерода</b>	
Т.А. Шабанова, В.А. Глаголев . . . . .	538
<hr/>	
<b>X. Применение электронной, зондовой и конфокальной сканирующей микроскопии в биологии и медицине</b>	
<b>Структурные и физико-химические исследования нанохитина и нанохитозана</b>	
Н.Ш. Ашурев, С.Ш. Шахобутдинов, Х.П. Пулатова, Р.Ю. Милушева, С.М. Югай, С.Ш. Раширова . . . . .	542
<b>Ультраструктура взаимодействия синтетических сеток с биотканями при лазерном облучении</b>	
И.М. Байбеков, Н.С. Садыков, С.Х. Йигиталиев, А.Х. Бутаев . . . . .	544
<b>Ультраструктура митохондрий мышечной ткани при старении</b>	
Л.Е. Бакеева, И.М. Вангели, В.Б. Вайс . . . . .	546
<b>Ультраструктурные изменения клеток дыхательных путей и легких в клинике и в эксперименте</b>	
Т.Г. Бархина, В.Е. Голованова, А.М. Расулова, М.Ю. Гущин, С.А. Польнер, С.А. Гуменюк, В.Е. Кондратьев . . . . .	548
<b>Капсула кариосферы – особый экстрахромосомный домен ядер ооцитов</b>	
Д.С. Боголюбов, А.М. Киселёв, Ф.М. Баталова, И.С. Степанова . . . . .	550
<b>Характеристика амилоидных фибрилл Sup35N<sup>MP</sup>, образованных мутантными белками</b>	
С.А. Бондарев, Г.А. Журавлева . . . . .	552
<b>Электронная микроскопия заживления дерматомных ран при их облучении светодиодами</b>	
А.Х. Бутаев, Д.Н. Марданов, А.И. Байбеков . . . . .	554
<b>Ультраструктурные и метаболические аспекты стресс-адаптивной перестройки миокарда детей раннего возраста в условиях интраоперационной активации процессов липопероксидации</b>	
А.М. Волков, Г.М. Казанская, Е.Э. Кливер, Л.Г. Князькова . . . . .	556
<b>Ультраструктура паренхимы байкальской планарии <i>Baikalobia guttata</i> (Turbellaria; Tricladida)</b>	
Г.Р. Газизова, Я.И. Заботин . . . . .	558
<b>Изменение ультраструктуры клеток <i>Mycobacterium leprae</i> в макрофагах экспериментальных животных под влиянием биологически активных веществ растений</b>	
Г.Н. Генатуллина, А.К. Маслов . . . . .	560

<b>Ультраструктура гематотестикулярного барьера семенников крыс при стрессе и действии электромагнитного излучения нетепловой интенсивности</b>	562
М.С. Гениатулина, Ю.Н. Королев, Л.А. Никулина . . . . .	
<b>Структурный и функциональный анализ межклеточных контактов культуры клеток Сасо2 при всасывании глюкозы</b>	564
Н.М. Грефнер, Л.В. Громова, Я.Ю. Комиссарчик . . . . .	
<b>Методы электронной микроскопии в оценке структуры слизистых оболочек дыхательных путей при бронхиальной астме с сочетанной патологией</b>	
С.А. Гуменюк, Т.Г. Бархина, С.А. Польнер, М.Ю. Гущин, В.Е. Голованова, А.М. Расулова, В.П. Черников . . . . .	566
<b>Применение методов световой и электронной микроскопии для оценки влияния препаратов магния на структурную организацию рыхлой волокнистой соединительной ткани у пациентов с ее дисплазиями</b>	
Л.В. Диденко, Т.Г. Боровая, К.М. Дзеранова, А.Г. Автандилов. . . . .	568
<b>Ультраструктурные изменения клеток врожденного иммунитета под воздействием <i>Yersinia pseudotuberculosis</i></b>	
Е.И. Дробот, Л.М. Сомова, Н.Г. Плехова, И.Н. Ляпун, Е.В. Пустовалов . . . . .	570
<b>Ультраструктурные особенности эпидермиса у турбеллярии поликлады (<i>Plathelminthes</i>)</b>	
И.М. Дробышева . . . . .	572
<b>Характеристика металлических наночастиц, полученных с помощью экстрактов растений</b>	
А.О. Дудник, О.В. Синицына, В.В. Макаров, С. Макарова, Н.О. Калинина, И.В. Яминский . . . . .	574
<b>Выживание при полном обезвоживании: ультраморфологические аспекты криптобиоза на примере эмбриональной культуры клеток комара-звонца <i>Polypedilum vanderplanki</i></b>	
В.Г. Евтюгин, С.А. Кондратьева, Д. Окада., Т. Кикавада, Т. Окуда, О.А. Гусев . . . . .	576
<b>Дифференциация капсулевых и бескапсулевых штаммов микроорганизмов методом сканирующей зондовой микроскопии</b>	
П.С. Ерохин, Д.В. Уткин, О.С. Кузнецов, Е.М. Кузнецова, О.А. Волох . . . . .	578
<b>Изучение динамических характеристик поверхностной структуры типичных штаммов <i>Vibrio cholerae</i> биовара Эль Тор и их геновариантов методом атомно-силовой микроскопии</b>	
П.С. Ерохин, С.П. Заднова, И.М. Крепостнова, Н.П. Коннов, Д.В. Уткин, О.С. Кузнецов . . . . .	580

<b>Исследования структурной организации хроматина методами корреляционной SIM-иммunoэлектронной микроскопии</b>	
О.А. Жиронкина, В.Д. Черепанинцев, О.С. Стрелкова, Ш. Дэнг, А. Бельмонт, И.И. Киреев . . . . .	582
<b>Морфологические особенности биопленок, формируемых спорообразующими бактериями</b>	
М.В. Зубашева, Т.А. Смирнова, Н.В. Шевлягина, А.И. Кузин, М.А. Nikolaенко, Р.Р. Азизбекян. . . . .	584
<b>Ультраструктурная оценка влияния светодиодного «душа» на репаративные процессы</b>	
А.Ф. Ибрагимов, А.И. Байбеков, А.Х. Бутаев, Д.Н. Марданов . . . . .	586
<b>Особенности ультраструктурной перестройки эндотелия коронарных микрососудов у детей разного возраста на этапах коррекции тетрады Фалло в условиях различной анестезиологической защиты</b>	
Г.М. Казанская, Е.Э. Кливер, А.М. Волков. . . . .	588
<b>Effects of low-energy laser irradiation on human blood lymphocytes studied by electron microscopy</b>	
Т.И. Кацу, В.М. Мантеифель . . . . .	590
<b>Влияние электромагнитного излучения нетепловой интенсивности на митохондрии клеток Сертоли в семенниках крыс при стрессе</b>	
Ю.Н. Королев, М.С. Гениатулина, Л.А. Никулина . . . . .	592
<b>Конфокальная микроскопия срезов мозга мыши после трансплантации клеток нервного гребня</b>	
А.В. Косых, К.К. Сухинич, Е.А. Воротеляк, М.А. Александрова. . . . .	594
<b>Морфология и структура полисахаридных и полисахарид-неоганических частиц</b>	
А.Н. Красковский, А.С. Егоров, К.С. Гилевская, В.И. Куликовская, В.Е. Агабеков. . . . .	596
<b>Морфологические изменения свойства эритроцитов при их инкубации в криопротекторных растворах</b>	
А.О. Красникова, А.В. Зинченко, И.Ф. Коваленко . . . . .	598
<b>Тест-система для поиска <i>in vivo</i> фармакологических агентов, способных влиять на экспрессию диоксинового рецептора человека</b>	
Б.А. Кузин, А.А. Акишина, Б.И. Мерцалов, Д.А. Куликова, О.Б. Симонова . . . . .	600
<b>Обработка и анализ АСМ-изображений микроорганизмов с помощью программного модуля Image Analysis (группа методов Grain Analysis)</b>	
О.С. Кузнецов, Д.В. Уткин, П.С. Ерохин, Н.П. Коннов, В.Е. Куклев . . . . .	602
<b>Особенности локализации белка TTH в эмбрионах дрозофилы и клеточной линии Шнейдер S2</b>	
Д.А. Куликова, И.Б. Мерцалов, О.Б. Симонова. . . . .	604

<b>Использование сканирующей электронной и конфокальной лазерной микроскопии для исследования ультраскульптуры и микробиоты поверхности плода <i>Malus Mill.</i> (<i>Rosaceae</i>)</b>	606
Т.Х. Кумахова, О.О. Белошапкина, А.В. Бабоша, А.С. Рябченко . . . . .	606
<b>3D электронномикроскопический анализ структур, формируемых структурным белком Gag ретровируса gypsy при экспрессии в бактериальной клетке</b>	608
О.Г. Леонова, Б.В. Сёмин, В.И. Попенко . . . . .	608
<b>Ультраструктура нейтрофилов, зараженных вирулентным и авирулентным штаммами хантавируса</b>	610
И.Н. Ляпун, Н.Г. Плехова, Е.В. Пустовалов, Е.И. Дробот, Л.М. Сомова, Г.Г. Компанец . . . . .	610
<b>Ультраструктурные исследования структуры вируса гриппа в зависимости от pH-перестройки</b>	612
А.А. Маныкин, О.П. Жирнов . . . . .	612
<b>Ультраструктурные изменения микобактерий лепры под влиянием препаратов растительного происхождения</b>	614
А.К. Маслов . . . . .	614
<b>On processing field samples of the desmids (Desmidiales, Viridiplantae) for scanning electron microscopy</b>	616
А.Н. Неретина, О.Г. Грішуткін, А.Н. Севертsov . . . . .	616
<b>Трехмерная структура вируса штриховатой мозаики ячменя с разрешением 0,55 нм</b>	618
Е.В. Печникова, Д. Clare, Е.В. Скурат, А.Г. Соловьев, О.С. Соколова, Е.В. Орлова . . . . .	618
<b>Электронная микроскопия в диагностике бактериоспермии</b>	620
С.В. Пичугова, Л.Г. Тулакина, Я.Б. Бейкин . . . . .	620
<b>Сравнительная оценка действия равноразмерных наночастиц серебра и золота на фагоцитирующие клетки глубоких дыхательных путей</b>	622
С.В. Пичугова, Л.Г. Тулакина, Б.А. Кацельсон, Л.И. Привалова, М.П. Сутункова, Я.Б. Бейкин, В.Я.Шур, Н.В. Логинова, Е.В. Шишкина . . . . .	622
<b>Особенности структурной организации ядра и его компартментов в соматических ядрах с «неканонической» организацией генома</b>	624
В.И. Попенко, Б.П. Караджян, Ю.Л. Иванова, Ю.Ф. Ивлев, О.Г. Леонова . . . . .	624
<b>Идентификация наночастиц TiO<sub>2</sub> в тканях слизистой оболочки тонкой кишки, пейкеровой бляшки, печени, селезенки, головного мозга и легкого крыс методом просвечивающей электронной микроскопии</b>	626
С.М. Придворова, Т.А. Платонова, А.В. Жердев, Б.Б. Дзантиев . . . . .	626
<b>Высокое разрешение в атомно-силовой микроскопии белков на примере белков системы свертывания крови</b>	628
А.Д. Протопопова, Н.А. Баринов, Е.Г. Завьялова, А.М. Копылов, Д.В. Клинов . . . . .	628

<b>Электронно-микроскопические особенности рака из клеток Меркеля</b>	
Е.А. Смирнова, В.В. Делекторская . . . . .	630
<b>Электронно-микроскопическая дифференциальная диагностика</b>	
<b>солидных псевдопапиллярных и нейроэндокринных опухолей</b>	
<b>поджелудочной железы</b>	
Е.А. Смирнова, И.Н. Соколова, Н.Т. Райхлин,	
О.В. Чистякова, А.Д. Гахраманов . . . . .	632
<b>Исследование морфологических свойств надмолекулярных структур,</b>	
<b>образуемых при агрегации белков, с помощью трансмиссионной</b>	
<b>электронной микроскопии</b>	
Е.Ю. Смирнова, В.А. Штейн-Марголина, Б.Я. Гурвиц . . . . .	634
<b>Структурное и иммуноцитохимическое выявление протеасом</b>	
<b>в апоптозных клетках U937 <i>in situ</i></b>	
Е.С. Снигиревская, А.В. Мошков, Я.Ю. Комиссарчик . . . . .	636
<b>Различное влияние эмбриональных стволовых клеток двух линий на</b>	
<b>ультраструктурную организацию ранних химерных эмбрионов мыши</b>	
Л.А. Сульдина, Е.А. Кизилова, А.И. Железова, А.Н. Голубица, А.Г. Мензоров,	
Н.М. Матвеева, Е.В. Киселева . . . . .	638
<b>Кальций фосфатная минерализация в органах кровообращения</b>	
А.Т. Титов, П.М. Ларионов, А.С. Иванова,	
В.И. Зайковский, М.А. Чернявский . . . . .	640
<b>Электронно-микроскопические исследования поверхности слизистой</b>	
<b>оболочки рубца жвачных</b>	
Р.М. Хашаева . . . . .	642
<b>Применение атомно-силовой микроскопии для исследования</b>	
<b>молекулярной структуры тонких пленок на основе природных</b>	
<b>полисахаридов</b>	
Ю.В. Чудинова, Д.В. Курек . . . . .	644
<b>Морфология шелковых нитей – биологических нанотрубок, –</b>	
<b>продуцируемых водяными клещами (Acariformes, Hydrachnidia)</b>	
А.Б. Шатров . . . . .	646
<b>Особенности строения яичников морских свинок</b>	
<b>при рецидивирующем генитальном герпесе</b>	
Н.В. Шевлягина, Л.В. Диценко, Т.Г. Боровая,	
А.М. Иванова, А.Н. Наровлянский . . . . .	648
<b>Взаимодействие кремниевых нанонитей с вирусом гриппа</b>	
С.Н. Шевченко, В.Ю. Тимошенко, А.А. Маныкин . . . . .	650
<b>Исследование папиллообразования в ходе морфогенеза листа <i>Alnus incana</i> (Betulaceae) с помощью методов сканирующей электронной</b>	
<b>микроскопии</b>	
К.А. Шибзухова, А.С. Рябченко . . . . .	652



## VII.

# Электронная и ионная литография



# **Контактирование к одиночному нитевидному нанокристаллу методом комбинированной ионно-лучевой литографии**

Д.В. Альбот, В.Ю. Михайловский, Ю.В. Петров, Е.В. Убыивовк,  
О.Ф. Вывенко

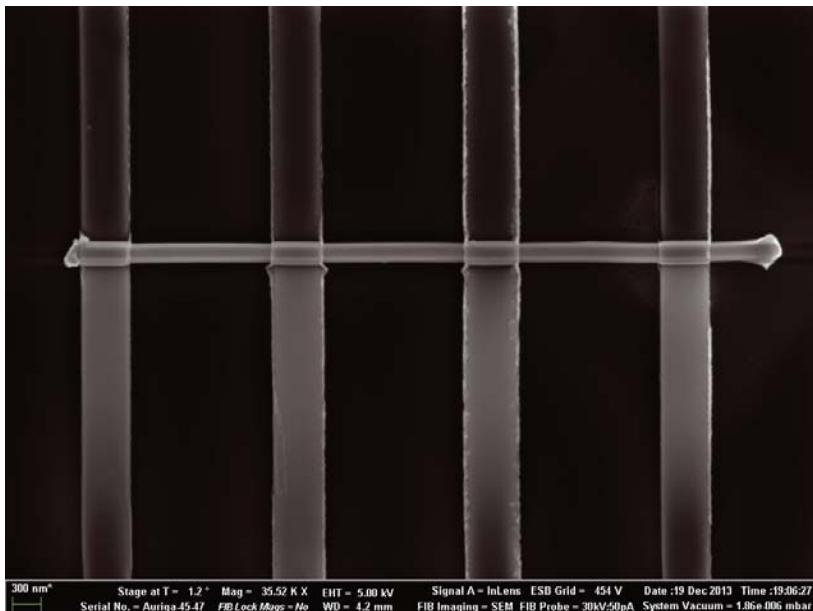
*СПбГУ, физический факультет, Санкт-Петербург, г. Петергоф, ул. Ульяновская 1*

В настоящее время получение и исследование нитевидных нанокристаллов (ННК) является одним из актуальных направлений исследований физики конденсированного состояния. Одним из важных свойств таких объектов является их электропроводность и подвижность носителей заряда. Для определения данных параметров необходимо изготовление омических контактов к одиночным ННК. Ранее применялись методы, основанные на применении дизэлектрофореза [1], создания металлических контактов электронно-ионно индуцированным разложением металлоорганических прекурсоров [2], непосредственного выращивания ННК между измерительными электродами[3,4], а также вакуумного напыления металлов с использованием электронно-лучевой литографии [5]. Последний метод на сегодняшний день является наиболее перспективным и широко используемым, так как позволяет изготавливать произвольное количество контактов к структуре. Вместе с тем, этот метод технологически весьма сложен, так как требует проведение двухступенчатой литографии с нанесением фоторезиста, состоящей на первой стадии в создании первичных маркеров на исходную подложку, которые используются на второй стадии после нанесения ННК как реперы для разводки контактов.

В данной работе мы разработали метод, в котором используется однократное нанесение фоторезиста только на второй стадии эксперимента, а реперы создаются травлением галлиевым ионным пучком в непосредственной близости от ННК, уже нанесенных на подложку. Для изготовления литографического рисунка мы использовали гелиевую ионную литографию, которая, как было продемонстрировано ранее [6], позволяет получать меньшие размеры контактов, чем в случае использования электронной литографии, что играет важную роль в изготовлении контактов к ННК малых размеров.

Для проведения эксперимента, основанного на данной методике, использовались гелиевый ионный микроскоп ZEISS ORION, а также двухлучевая станция ZEISS AURIGA. Напыление контактов производилось методом ионного распыления в установке Gatan PECS.

На стенде приводится подробное описание всех стадий эксперимента, включая результаты исследований оптимизации параметров эксперимента (выбор резиста, его толщина, токи и ускоряющие напряжения пучка и т.п.). На рисунке 1 представлено СЭМ изображение ННК GaAs с титановыми контактами, приготовленными по описываемой методике.



**Рис. 1.** СЭМ изображение ННК GaAs с титановыми контактами, приготовленными по описываемой методике.

1. Sarbajit Banerjee, Brian E. White, Limin Huang, Blake J. Rego, Stephen O'Brien, Irving P. Herman. J. Vac. Sci. Technol. B, Vol. 24, No. 6, Nov/Dec 2006, 3173-3178.
2. Yunze Long, Zhaojia Chen, Wenlong Wang, Fenglian Bai, Aizi Jin, Changzhi Gu. Appl. Phys. Lett. 86, 153102 (2005).
3. Y S Zhou, W Xiong, Y Gao, M Mahjouri-Samani, M Mitchell, L Jiang, Y F Lu. Nanotechnology 21 (2010) 315601 (8pp).
4. Joondong Kim, Wayne A. Anderson. Nano Lett., Vol. 6, No. 7, 2006, 1356-1359.
5. А.Д. Буравлев, Н.В. Сибирев, Е.П. Гильштейн и др. Физика и техника полупроводников, 2014, том 48, вып. 3.
6. Vadim Sidorkin, Emile van Veldhoven, Emile van der Drift et all. J. Vac. Sci. Technol. B, 27, No. 4, Jul/Aug 2009, 18-20.

# Исследование планарных сегнетоэлектрических доменов, сформированных электронным лучом в кристаллах $\text{LiNbO}_3$

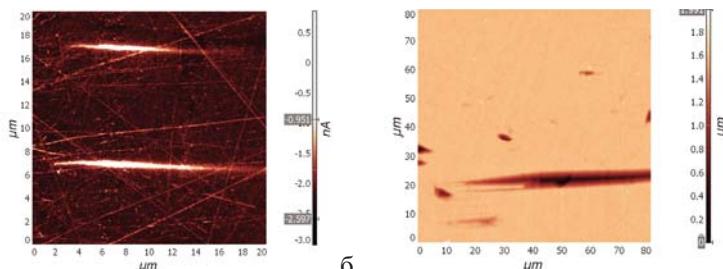
Р.В.Гайнутдинов<sup>1</sup>, Л.С.Коханчик<sup>2</sup>, Т.Р.Волк<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН, 119333, г.Москва

<sup>2</sup> Институт проблем проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, 142432, г. Черноголовка, Московская обл.

С помощью электронного луча возможна запись планарных сегнетоэлектрических доменов на неполярных X или Y-срезах кристаллов ниобата лития ( $\text{LiNbO}_3$ ) [1]. Домены возникают в точке облучения неполярной поверхности, после чего разрастаются вдоль полярной оси Z в поверхностном слое. Созданные на этой основе планарные микродоменные структуры заданных конфигураций могут быть использованы для преобразования лазерного излучения в оптических волноводах. Для управления процессами создания планарных доменных структур требуется изучение закономерностей формирования доменов под действием электронного луча. Одним из актуальных вопросов является управление глубиной поверхностного слоя, переполяризованного электронным лучом. В данной работе представлены результаты изучения планарных доменов, сформированных при локальном облучении поверхности Y-среза  $\text{LiNbO}_3$  в растровом электронном микроскопе JSM-840A при разных ускоряющих напряжениях  $U_0$ . Изменение  $U_0$  определяет глубину проникновения электронов [2]. Следовательно, варьирование параметров облучения может быть одним из способов управления толщиной планарных доменов и доменных структур.

Одиночные планарные домены были записаны при площади облучаемой поверхности  $S_{\text{irr}} = 0,5 \text{ мкм}^2$  с интервалом между областями облучения  $\sim 10\text{--}30 \text{ мкм}$  при величинах  $U_0 = 5, 10, 15$  и  $25 \text{ кВ}$ . Измерения проводились в различных режимах атомно-силовой микроскопии (АСМ) с помощью атомно-силового микроскопа НтЕГРА PRIMA (НТ-МДТ, Москва). Исследование доменов выполнялись методом микроскопии пьезоэлектрического отклика (МПО). В данном режиме измеряется сигнал электромеханического отклика, пропорциональный пьезоэлектрическому коэффициенту ( $d_{ij}$ ). В случае экспериментов, проводимых на полярной поверхности, задействован коэффициент  $d_{ij} = d_{33}$  (режим вертикальной МПО), при исследовании неполярной поверхности задействован коэффициент  $d_{ij} = d_{15}$  (режим латеральной МПО). На рис. 1а представлено МПО-изображение доменов, сформированных при  $U_0 = 25 \text{ кВ}$  на неполярной поверхности кристалла  $\text{LiNbO}_3$ .



**Рис. 1.** а – изображение доменов сформированных на неполярной поверхности кристалла  $\text{LiNbO}_3$ . Изображение получено методом латеральной микроскопии пьезоотклика. б – топографическое изображение протравленного домена, сформированного на неполярной поверхности кристалла  $\text{LiNbO}_3$  при  $U_0 = 15\text{kV}$ .

На основе измерений методом МПО получены экспозиционные зависимости длины сформированных доменов.

Путем послойного химического травления поверхности образца в кипящем растворе ( $\text{HF}+2\text{HNO}_3$ ) проводилась оценка глубины формирования доменов с использованием контактного режима АСМ в совокупности с оптической интерференционной микроскопией высокого разрешения. Скорость травления  $-Y$  поверхности значительно превышает скорость травления  $+Y$  [3]. При электронном облучении  $+Y$  поверхности переключенные домены (имеющие  $-Y$  ориентацию) после травления имели вид узких длинных канавок с меняющейся вдоль домена глубиной и шириной (рис. 1б). Экспериментально обнаружено, что домены, записанные лучом при  $U_0=5\text{kV}$ , находятся непосредственно у поверхности; они выявляются после первого короткого травления. С увеличением времени травления после удаления верхнего слоя  $+Y$  поверхности последовательно выявлялись  $-Y$  домены, созданные, соответственно, при 10, 15 и 25 кВ. Домены, записанные при сопоставимых значениях тока луча и дозы внедренного заряда, но при более высоких  $U_0$ , сформировались под поверхностью образца.

Таким образом, исследование морфологии доменов, созданных электронным лучом на неполярном срезе кристалла  $\text{LiNbO}_3$ , с использованием МПО и АСМ позволило построить их 3D-изображения и экспериментально установить возможность управления толщиной формируемых доменов путем варьирования энергии электронного луча. Результаты обсуждаются.

1. Л. С. Коханчик, М. В. Бородин, С. М. Шандаров, Н. И. Буриков, В. В. Щербина, Т. Р. Волк. ФТТ, 2010 , **52**, 1602 – 1610.
2. F. A. Lukyanov, E. I. Rau, and R. A. Sennov, Bull. of RAS: Physics, 2009, **73**, No. 4, 441–449.
3. Norio Ohnishi and Takashi Iizuka, J. Appl.Phys., 1975, **46**, 1063

# ФИП – стимулированное переосаждение для создания микромеханических устройств

А.В. Иржак<sup>1,2</sup>, В. Дикан<sup>2</sup>, В.В. Коледов<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Институт проблем технологий микроэлектроники и особочистых материалов РАН,  
г. Черноголовка, Московская обл., Россия

<sup>2</sup> Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,  
г. Москва, Россия

<sup>3</sup> Институт радиотехники и электроники им. В.А.Котельникова РАН,  
г. Москва, Россия

Метод прецизионной обработки поверхности при помощи фокусированного пучка (ФИП) распространен как в исследовательских приложениях, так и при производстве. Некоторые из применений ФИП:

- наблюдение поверхности и 3D анализ структуры материалов;
- пробоподготовка для просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ);
- создание приборов микро- и наноэлектроники;
- изготовление МЭМС, устройств фотоники и микрофлюидики.

ФИП имеет ряд серьезных ограничений, одно из которых – повреждение обрабатываемого материала. При облучении приповерхностная область аморфизуется, происходит имплантация ионов и атомов с поверхности, перемешивание слоев переосаждение. Все это может негативно сказаться на конечном результате, и исследователи стремятся различными способами уменьшить влияние этих воздействий. Однако, нами предложен способ, в котором эти негативные факторы используются для создания функциональных слоев микромеханических устройств. Этот способ был апробирован при создании устройства, аналогичного устройству, описанному в [1]. Схема эксперимента приведена на рисунке 1. Функциональный слой получается в процессе переосаждения распыляемого вблизи материала. Изображение переосажденного слоя и микроактюатора приведено на рисунку 2.

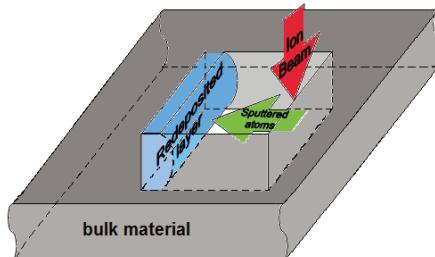
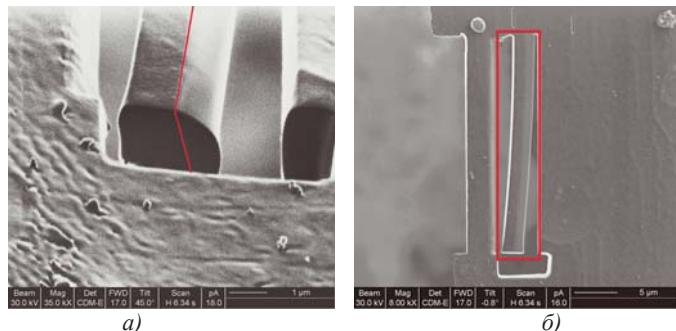


Рис. 1. Схема ФИП-стимулированного осаждения функционального слоя.



**Рис. 2.** Изображения СЭМ а) переосажденного функционального слоя и б) микроактуатора на основе двуслойного композита.

Толщина переосажденного слоя зависит от расстояния до распыляемой поверхности, времени распыления и плотности ионного тока первичного пучка. Толщина слоя, приведенного на изображении 2, составляет ~0,5 мкм. При помощи метода ПЭМ было показано, что слой однородный по толщине и является аморфным.

Двухслойный композит, состоящий из кристаллического материала с ЭПФ и переосажденного слоя ведет себя аналогично композиту, описанному в [1], т.е. при нагреве до 60°C начинает изгибаться. При длине актиоатора ~20 мкм и толщине переосажденного слоя ~0,5 мкм перемещение незакрепленного конца составляет 0,5 – 1 мкм.

1. D. Zakharov, G. Lebedev, V. Koledov, P. Lega, D. Kuchin, A. Irzhak, V. Afonina, E. Perov, A. Shelyakov, V. Pushin, V. Shavrov, Physics Procedia (2010), 10, 58–64.

# Катодолюминесценция электронного резиста ПММА после экспонирования

М.А. Князев, Е.Б. Якимов, А.А. Свинцов, С.И. Зайцев

Институт проблем проблем технологий микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Электронные резисты на основе ПММА являются одними из самых распространенных для использования в электронной литографии. При экспонировании резистов происходит разрыв связей в молекулах полимера, образование межмолекулярных связей, т.е. структура резиста меняется. Полезно было бы иметь метод диагностики, который, помимо проявления, позволял определить, насколько изменилась структура полимера, т.е. какую дозу экспонирования он получил. В работе показано, что таким методом может быть катодолюминесценция.

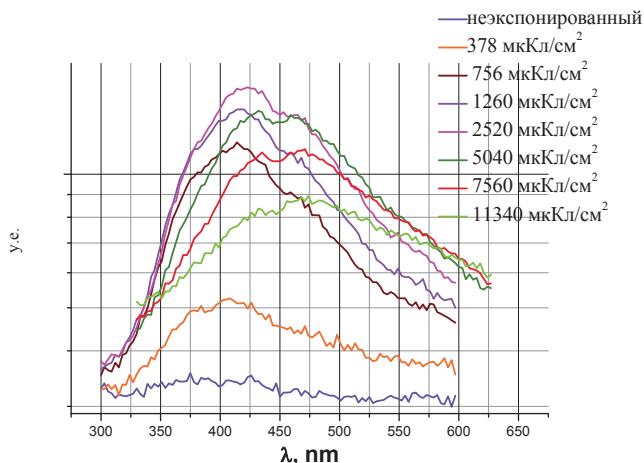


Рис. 1. Спектры катодолюминесценции электронного резиста ПММА при различных дозах экспонирования.

Для исследования был подготовлен образец, который представлял собой кремниевую подложку с нанесенным на нее слоем электронного резиста ПММА 950К. На образце были проэкспонированы с разными дозами области размерами 128x96 мкм. Экспонирования осуществлялось электронами с энергией 20 КэВ. Затем, с экспонированных областей были сняты спектры катодолюминесценции, а также был получен спектр катодолюминесценции с необлученного участка (рис.1).

Из рис.1 видно, что интенсивность катодолюминесценции сначала расстает и достигает максимума при дозе облучения дозой  $2520\text{мкКл}/\text{см}^2$ . Следует отметить, что пик интенсивности катодолюминесценции смещается с увеличением дозы в область более длинных волн, так для дозы экспонирования  $378\text{мкКл}/\text{см}^2$  максимум находится в районе 410нм, а для  $11340\text{мкКл}/\text{см}^2$  максимум в районе 485нм.

Как уже говорилось, при экспонировании электронного резиста ПММА происходит разрыв связей молекул полимера, образование межмолекулярных связей, т.е. структура резиста меняется, что может объяснить изменение спектров люминесценции в зависимости от дозы экспонирования. В работе [1], авторы исследовали фотолюминесценцию прозэкспонированного ПММА, и выдвинули предположение, что она связана с образованием олефиновых цепей.

Таким образом, в работе показано, что спектры катодолюминесценции электронного резиста ПММА 950К зависят от дозы экспонирования, причем интенсивность люминесценции облученных областей заметно выше, чем в неэкспонированной области. Это открывает возможности оценивать величину поглощенной дозы при экспонировании по спектрам катодолюминесценции.

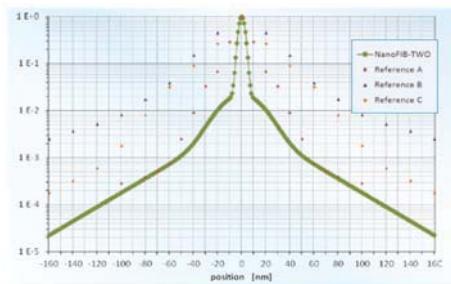
1. C.A. Barrios, S.Carrasco, V.Canalejas-Tejero, D.Lo. pez-Romero, F.Navarro-Villoslada, M.C. Moreno-Bondi, J.L.G.Fierro, M.C.Capel-Sa.nchez. Materials Letters, (2012), 88, 93–96.

# Gallium free focused ion beam nanofabrication applications

P. Mazarov, S. Bauerick, L. Bruchhaus, M. Kirchner, R. Jede

Raith GmbH, Konrad-Adenauer-Allee 8, 44263 Dortmund, Germany

Focused Ion Beam Lithography (IBL) is able to have significant advantages over electron beam lithography (EBL), like direct, resistless, and three-dimensional patterning, while at the same time delivering the *in-situ* process control by cross-sectioning and inspection that a focused ion beam (FIB) instrument typically affords. We have improved the IBL instrumentation specifically for nanometer scale patterning over large areas. The beam current distribution for Raith *ionLiNE* shows a narrow and large central spot and low tails with relevance for different methods and compared to different data of conventional FIB technology (Fig.1).

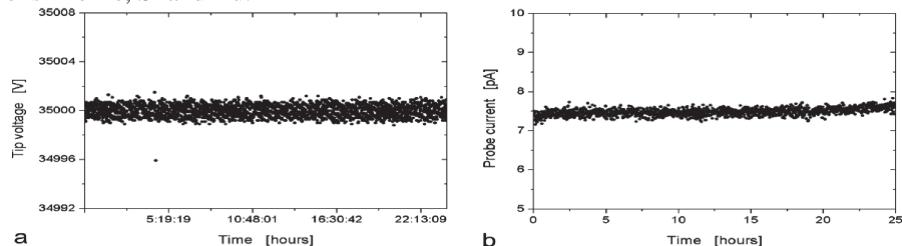


**Fig. 1.** Beam current distribution for Raith ionLiNE. Reference results A to C can be found in [1-3], respectively.

These system features enable high resolution, large area patterning over long times for IBL applications such as X-ray zone plates [4], large area gratings [5], and wafer-level nanopore devices, tasks which are impossible with an analytical FIB-SEM microscope platform.

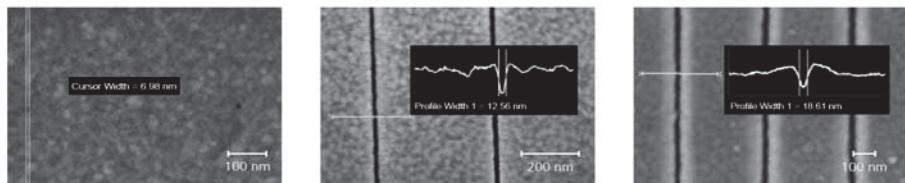
With the appreciation that the ion type has dramatic consequences on the physical and chemical nature of the resulting nanostructures, we have extended the Gallium IBL tool's unique ion column and source towards the long-term stable delivery of multiple species for a nanometer-scale focused ion beam employing a liquid metal alloy ion source (LMAIS). The IBL system is equipped with an ExB filter capable of selecting single and multiple charged ion species [6, 7]. Nearly half of the elements of the Periodic Table are in principle available in FIB technology [8]. We present a progress report demonstrating the capabilities and applications of the multiple-species IBL instrument including excellent

long term current stability (Fig.2) and sub-10 nm beam resolution for various ions like Be, Si and Au.



**Fig. 2.** Results on the stability measurements of a AuGe liquid metal alloy ion source over 25h, (a) high voltage at tip including 1V compensation at 35 kV and (b) probe current with settings for  $\text{Au}^{++}$  ion beam of 7 pA.

Employing the multi-species IBL system nanostructures with dimensions below 20 nm can be achieved with Si and other ion species. In addition to the motivation for potentially minimizing chemical contamination by using a Si focused ion beam, we also work towards 10 nm feature sizes with Si and Be (Fig. 3).



**Fig. 3.** Minimum feature size results for milling of a gold layer on a bulk sample: 7 nm features with the Be ion beam (left), 13 nm features with the Si ion beam (middle), and 19 nm features with the Au ion beam (right).

1. *S. Tan et al.*, JVST B 30, 06F606 (2012)
2. *M. Hillmann*, PhD thesis, Bochum (2001)
3. *J. W. Ward et al.*, JVST B 6, 2090 (1988)
4. *A. Nadzeyka et al.*, Microelectr. Engineering 98, 198-201 (2012).
5. *S. K. Tripathi et al.*, J. Micromech. Microeng. 22, 055005 (2012).
6. *B. R. Appleton et al.*, Nucl. Instrum. Methods B 272, 153 (2012).
7. *S. Tongay et al.*, Appl. Phys. Lett. 100, 073501 (2012).
8. *A. D. Wieck*, <http://www.rub.de/afp/>, link: “Ausstattung” → “FIB” → “Ionensorten”

# **Особенности взаимодействия электронного пучка с поверхностью пленки AgI**

**В.А.Полищук<sup>1,2</sup>, В.В.Томаев<sup>2,3</sup>, А.В.Баранов<sup>1</sup>, В.П.Пронин<sup>4</sup>**

<sup>1</sup> *Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики,  
197101, Санкт-Петербург, Россия*

<sup>2</sup> *Санкт-Петербургский государственный университет, 198504, Петергоф  
Санкт-Петербург, Россия*

<sup>3</sup> *Санкт-Петербургский Национальный минерально-сырьевой университет  
«Горный», 199106, Санкт-Петербург, Россия.*

<sup>4</sup> *Санкт-Петербургский государственный педагогический университет  
им.А.А.Герцена, 191186,г. Санкт-Петербург, Россия.*

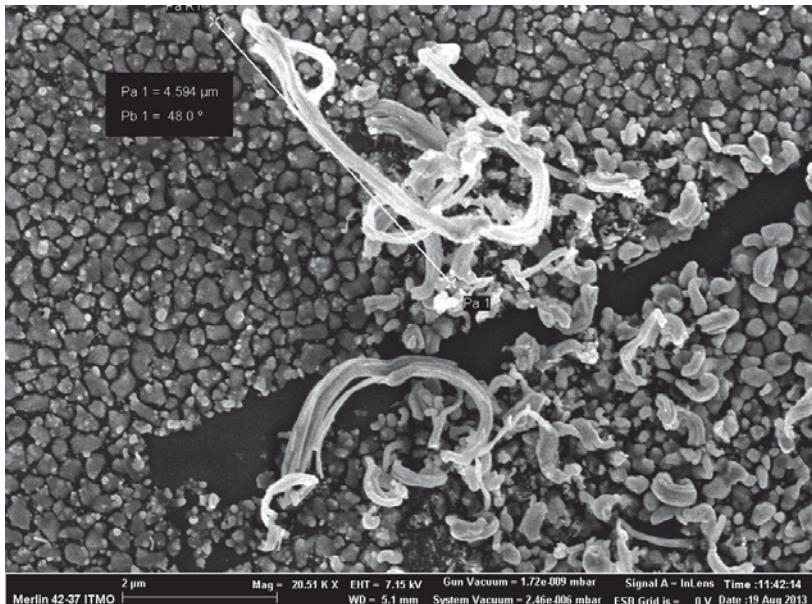
Известно [1-3], что стабильность физико-химических и структурных свойств галогенидов серебра ( $\text{AgBr}$ ,  $\text{AgCl}$ ,  $\text{AgI}$ ) теряется под влиянием внешних энергетических воздействий (температурное, электромагнитное, механическое и т.п.) на материал.

Нестабильность затрудняет получение надежных результатов о свойствах этих материалов. Однако некоторая нестабильность свойств галогенидов серебра оказалась весьма полезной. Например, открытие фотографии было обязано именно наличию необычных светочувствительных свойств в материалах на основе галогенидов серебра. Обнаружение, исследование и применение твердых электролитов с суперионной проводимостью по ионам серебра  $\text{Ag}^+$  в галогенидах серебра при комнатных температурах также было связано с заметным влиянием механических, температурных и других видов энергетического воздействия [4] на эти материалы.

В настоящей работе описан процесс формирования в поликристаллической пленке  $\text{AgI}$  нитевидных нанокристаллов (ННК) серебра под действием электронного пучка и предложено объяснение полученных результатов.

Интерес к механизмам роста и обнаружению новых свойств ННК обусловлен, прежде всего, интересами их применения. Возможности и перспективы применения ННК прекрасно показаны в работе [5]. Теоретические и экспериментальные работы по широкому кругу объектов.

В работе [6] был описан эксперимент по фотостимулированному росту ННК в суперионных кристаллах типа  $\text{AgI}$  при облучении их светом азотного и Не-Cd лазеров. Авторы подчеркивают, что формируются нити солевого состава и металлических нитей не наблюдается. Авторы наблюдали возникновение нитевидных кристаллов  $\text{AgI}$  черного цвета, связывая их окраску с сильным нарушением стехиометрического состава в сторону повышения содержания серебра. Однако подтверждения этому методом рентгеновского микроанализа не проводилось.



**Рис.1.** Рост нитевидных нанокристаллов AgI на пленках AgI

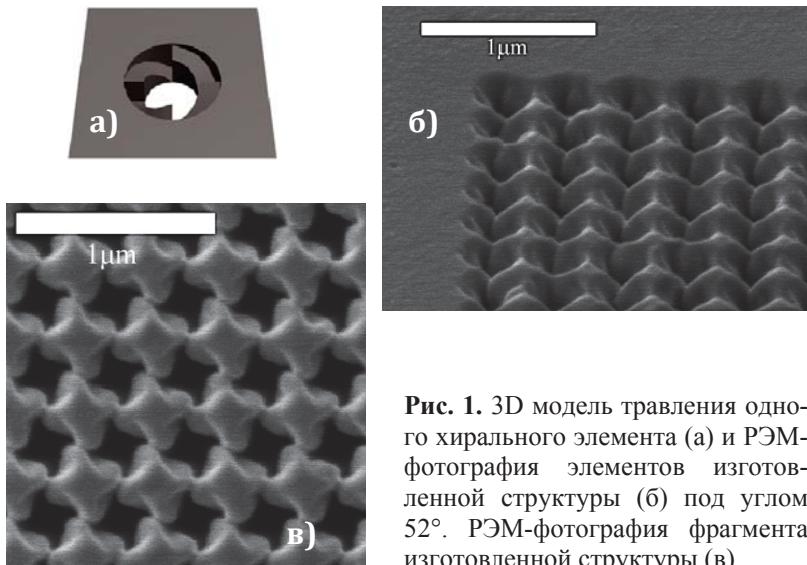
1. G.Burley Polimorfism of Silver Iodide // The American Mineralogist. 1963. V. 48. № 6. P.1266-1276.
2. A.B.Yaroslavtsev // Russian Chemical Reviews, 2009, V. 78. № 11. C. 1013-1029.
3. Е.А.Укие ,Н.Г. Букун Твёрдые электролиты, М.«Наука»,1977.175 с.
4. N.F.Uvarov ,P. Vanek ,M. Savinov,V. Zelezny ,V. Studnicka ,J. Petzelt // Solid State Ionics. 2000. V. 127. № 3-4. P.253-267.
5. В.Г.Дубровский,Г.Э.Цырлин, В.М.Устинов // ФТП, 2009, Т.43, В.12, с.1585-1628.
- 6 И.Х.Акопян ,М.Э. Лабзовская, Б.В.Новиков,Д.А. Цаган-Манджисеева // ЖТФ, 2012, Т.82, № 2, С.63-67.

# Ионная литография хиральных оптических наноструктур

О.Ю. Рогов, В.В. Артемов, М.В. Горкунов

Институт кристаллографии РАН, г. Москва

Одним из перспективных современных направлений в растровой микроскопии является создание наноразмерных элементов для фотоники путем ионного травления [1]. Ранее нами рассматривалось изготовление линейных периодических наноструктур – субволновых решеток щелей в металлических пленках на подложке [2]. В данной работе представлено изготовление и исследование наноразмерных периодических 3D хиральных структур в тонкой свободноподвешенной серебряной пленке.



**Рис. 1.** 3D модель травления одного хирального элемента (а) и РЭМ-фотография элементов изготовленной структуры (б) под углом 52°. РЭМ-фотография фрагмента изготовленной структуры (в).

В ходе работы была разработана программа, позволяющая создавать требуемые цифровые шаблоны для ионной литографии, так называемые стрим-файлы. Такой шаблон содержит всю информацию о координатах точек и времени их травления (dwell time). Таким образом, зная требуемые параметры структуры, можно задавать все характеристики изготавливаемыхnanoобъектов: форму, размеры и глубину травления отдельных элементов. Используя соответствующие цифровые шаблоны были изготовлены

ны периодические структуры 3D хиральных отверстий в тонкой свободно-подвешенной серебряной пленке толщиной 250 нм. Общая площадь структур достигала  $30 \times 30 \text{ мкм}^2$ , при размере одного элемента 300 нм. На Рис. 1а представлена трехмерная модель травления одного хирального элемента структуры. Координаты X,Y в этой модели соответствуют координатам точек шаблона, а координата Z – соответствует параметру dwell time. На Рис. 1б представлена микрофотография под углом 52° отдельных элементов структуры, а на Рис. 1в – РЭМ фотография всей изготовленной структуры сверху. Данные структуры обладают существенной оптической активностью и значительным круговым оптическим дихроизмом.

Проект выполнен при финансовой поддержке проекта РФФИ №13- 02-12151 офи\_м и Программы Президиума РАН №24. Авторы выражают благодарность А.Л. Васильеву за микрофотографии, полученные при помощи микроскопа FEI Helios

- 1 *C. Enkrich, F. Perez-Williard, D. Gerthsen, J. Zhou, T. Koschny, C.M. Soukoulis, M. Wegener, S. Linden, Focused-ion-beam nanofabrication of near-infrared magnetic metamaterials, Adv. Mater. 17 (2005) 2547.*
- 2 *M.V. Gorkunov, V.V. Artemov, S.G. Yudin, S.P. Palto, Tarnishing of silver subwavelength slit gratings and its effect on extraordinary optical transmission, Phot. Nanostr. Fund. Appl. (2013) <http://dx.doi.org/10.1016/j.photonics.2013.10.001>.*



## **VIII.**

# **Применение методов микроскопии в физике, материаловедении, микро- и нано-электронике**

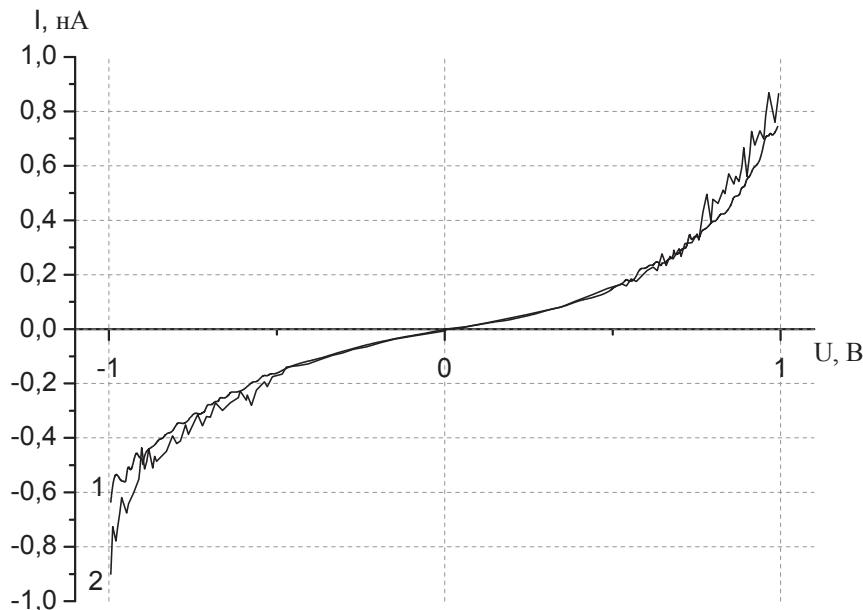


# **Исследование морфологии рельефа нанопокрытия хрома на стекле и измерение вольт-амперных характеристик**

А.С. Антонов, Е.А. Воронова, Н.Ю. Сдобняков, О.В. Михайлова,  
Н.В. Новожилов, Д.Н. Соколов

*Тверской государственный университет, 170024 Тверь, Садовый пер., 35*

В данной работе на нанотехнологическом комплексе «УМКА-02G» были получены 3-д изображения нанопокрытий хрома на диэлектрической подложке (стекло). Нами было установлено, что наnanoуровне структурные образования нанопокрытия хрома на диэлектрической подложке (стекло) могут быть расположены равномерно и иметь размеры, значительно меньшие нанотехнологической границы 100 нм во всех направлениях, т.е. относятся кnanoструктурным образованиям (характерный размер порядка 40-60 нм). При этом также отметим существующую неоднородность толщины пленки: на поверхности имеются структуры, отличающиеся по размерам. По нашей оценке, глубина впадин лежит в пределах 30 нм, а высота пиков не превышает 15 нм. Очевидно, что исследование именно таких структурных элементов нанопокрытия представляет интерес с точки зрения обнаружения фрактальной структуры [3], изучения размерных эффектов отдельных структурных элементов нанопокрытия при изменении внешних факторов (способность к коалесценции, поверхностные свойства, температура плавления и т.д.), а также имеет ярко выраженный технологический интерес [5]. Сканирующий тунNELьный микроскоп позволяет получать вольт-амперные характеристики (ВАХ) тунNELьного контакта зонд–поверхность в любой точке поверхности и исследовать локальные электрические свойства образца. Нами было изучено влияния параметров тунNELьной системы на вид ВАХ на примере модельной системы острье (вольфрам) – образец (хром на стекле). На рис. 1 приведены результаты серии измерений ВАХ, сделанных без замены острья. Кривая, соответствующая одному из первых сканов (см. рис. 1 кривая 1), оказалась асимметричной относительно знака напряжения, что свидетельствует о влиянии электронной структуры острья. При проведении многократных измерений с одним и тем же острием зависимость становится более симметричной относительно знака напряжения (см. рис. 1 кривая 2). Из этого можно сделать вывод, что электронная структура острья изменилась, что может быть объяснено частичным массопереносом с образца на острье.



**Рис. 1.** Кривая 1 ВАХ контакта вольфрам – хром. Кривая 2 отвечает долговременному использованию зонда и наличию эффекта термического расширения.

Кроме того, при изменении напряжения между острием и образцом может происходить термический разогрев острия, вызванный энергией, выделяющейся в приповерхностной области острия в процессе туннелирования электронов (термическое расширение острия, связанное с выделением энергии Джоуля–Ленца и термическое расширение острия, связанное с выделением энергии Ноттинггама) [6]. Этот эффект также оказывает влияние на ВАХ туннельного барьера, т.к. ширина зазора зависит от приложенного напряжения.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 13-03-00119-а).

1. Зыков Т.Ю. и др. КСМГ, 2009, 11 (4), 309-313.
2. Патент 2253704 Российской Федерации, МПК<sup>7</sup> C25D 3/04. Способ получения гальванических фрактальный покрытий хрома / Л.А. Битюцкая, Ю.В. Соколов; заявитель и патентообладатель ВорГУ. – № 2003129754/02; опубл. 10.06.2005.
3. Рабинович Р.М. ВНКСФ-7. Тезисы докладов, Санкт-Петербург, 5-10 апреля 2001, с. 242.

# **Влияние фуллеренов на фазовый состав и морфологию поверхности стеклокерамических покрытий на основе системы кремний–бор–борид циркония**

И.Б. Баньковская, К.Э. Пугачёв, Д.В. Коловертнов, К.С. Козырев

*Институт химии силикатов им. И. В. Гребеницкова РАН, Россия  
199034, Санкт-Петербург, наб. Макарова, д. 2, Россия*

Ранее получены защитные покрытия на графите на основе композиции кремний – бор – диборид циркония [1, 2]. Покрытия получены в воздушной среде по шликерно-обжиговой технологии по специально разработанному режиму.

С целью выявления влияния состава подложки, толщины покрытия, а также наличия фуллеренов в покрытии на фазовый состав и морфологию поверхностного слоя были получены одно-, двух- и трёхслойные покрытия без фуллеренов и с фуллеренами на поверхности пластинок из графита и оксида алюминия.

С помощью рентгенофазового анализа установлено, что после термообработки на воздухе при температуре 1300 °C в течение 15 мин на поверхности покрытий, не содержащих фуллеренов, независимо от их толщины и состава подложки фиксируются кремний, диборид циркония, диоксид циркония и  $\alpha$ -кристобалит. В покрытиях, содержащих фуллерены, в данных условиях  $\alpha$ -кристобалит не фиксируется.

Все покрытия имеют остеклованную поверхность чёрного цвета.

Учитывая возможность самопроизвольного роста монокристаллов различной формы в плёнках, содержащих фуллерены [3], было проведено изучение морфологии поверхности исследуемых покрытий на пластинках из кремния. Установлено формирование дендритных кристаллов, вероятно из диоксида циркония. Диагностика материалов проведена на атомно-силовом микроскопе NTEGRA (фирма НТ-МДТ).

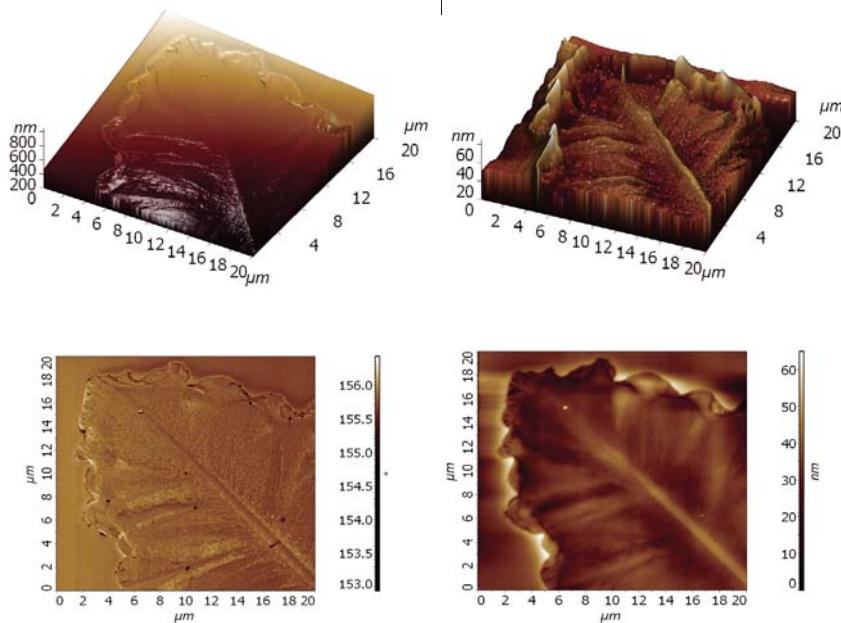


Рис. ACM - изображение образцов. Верхний ряд 3D изображение.  
Нижний ряд: слева – в режиме фазового контраста, справа – 2D изображение.

1. Патент на изобретение № 2471751 «Способ получения защитного покрытия и состав шихты для защитного покрытия». Приоритет изобретения 06 июля 2011г. зарег. 10 января 2013 г. Авторы: И.Б. Баньковская, Д.В. Коловертнов, И.А. Васильева
2. И.Б.Баньковская, И.А.Васильева, Д.В.Коловертнов Процессы окисления композиций Si — B— ZrB<sub>2</sub> в интервале температур 1000—1300 °C. Физика и химия стекла. 2012. Т. 38. №3. С. 409-416.
3. Л.В. Баран Самопроизвольный рост монокристаллов различной формы в плёнках олово-фуллерит. Кристаллография. 2006. Том. 51. № 4. С. 733-738.

Работа выполнена при поддержке Научной программы ОХНМ РАН № 02-ОХ.

# Формирование доменной структуры керамики ЦТС в процессе спекания

Е.В. Барабанова<sup>1</sup>, О.В. Малышкина<sup>1</sup>, А.В. Дайнеко<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Тверской государственный университет, г. Тверь, Россия

<sup>2</sup> ОАО "НИИ «Элла», г. Зеленоград, Московская обл., Россия

Материалы на основе системы цирконата-титаната свинца (ЦТС) обладают уникальными пьезоэлектрическими свойствами. Данная работа посвящена изучению образования доменной структуры керамики ЦТС в процессе ее спекания. Исследовались образцы, полученные при различных температурах спекания. Заготовки образцов были изготовлены в ОАО «НИИ «Элла» и представляют собой керамические пленки толщиной 70 мкм и 500 мкм, а также многослойные керамические образцы, состоящие из 50 слоев пленок толщиной 20 мкм. Пленки изготавливались по специальной технологии литья тонких пленок, путем «раскатывания» исходного сырья, используемого при производстве «объемной» керамики, с добавлением органической связки, выгорающей в процессе спекания.

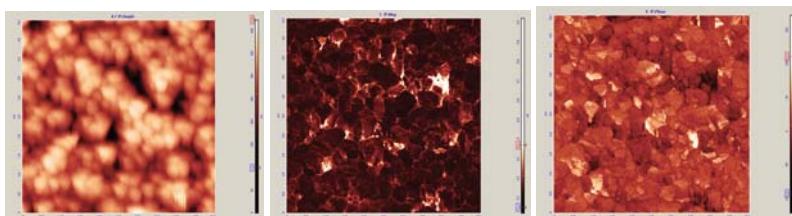
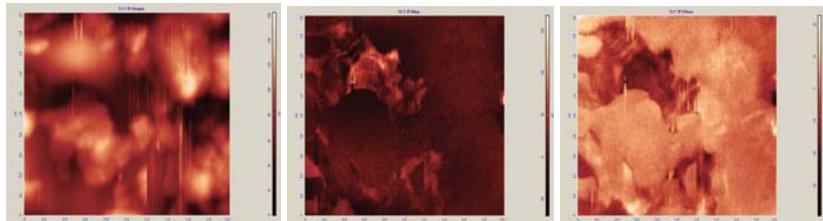


Рис. 1. СМП изображения сырых пленок керамики ЦТС толщиной 70 мкм: сигнал Height, сигнал Mag, сигнал Phase (слева направо) для нормальных колебаний кантилевера (DFL). Размер изображения 2Х2 мкм

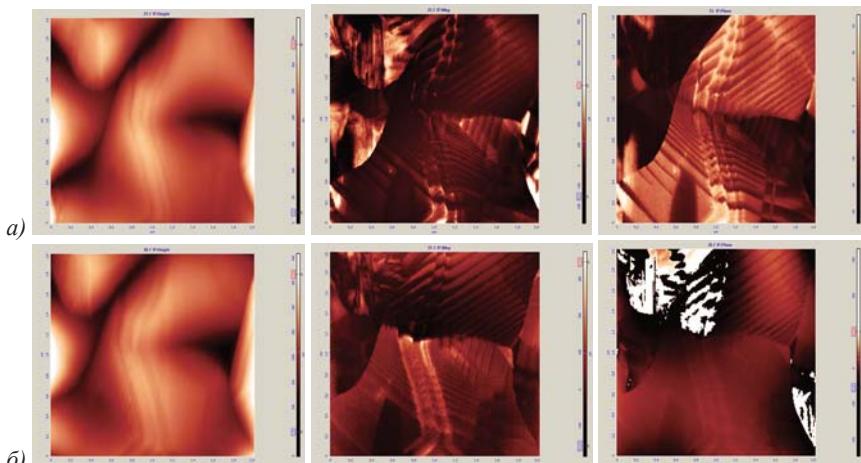
Изучение доменной структуры проводилось на атомно-силовом микроскопе фирмы NT-MDT методом силовой микроскопии пьезоотклика (СМП). Сначала были получены СМП изображения сырых пленок ЦТС. Наблюдаемая структура для пленок обоих толщин и многослойных образцов состоит из частичек одинакового размера порядка 0,3-0,6 мкм. Как и следовало ожидать, доменная структура у них отсутствовала (рис. 1).

Кристаллизация начинает происходить в образцах, подвергнутых спеканию при температуре 860°C и выше. Отдельные зерна можно разглядеть уже у образцов, нагретых до 860°C (рис.2): их размер больше исходных частиц, границы более четко выделены и они более твердые, чем частицы исходного сырья. В тоже время регулярная доменная структура отсутствует.

Полностью образовавшиеся кристаллиты по всему объему керамики можно наблюдать при спекании при температуре 960°C. В этом случае была обнаружена четкая доменная структура внутри зерен пленок керамики ЦТС всех исследовавшихся толщин. Полученные нами изображения представлены на рисунке 3 и согласуются с литературными данными [1,2].



**Рис. 2.** СМП изображения многослойных образцов керамики ЦТС, спеченных при температуре 860°C: сигнал Height, сигнал Mag, сигнал Phase (слева направо) для нормальных колебаний кантилевера (DFL). Размер изображения 2Х2 мкм.



**Рис. 3.** СМП изображения пленок керамики ЦТС толщиной 500 мкм, спеченных при температуре 960°C : сигнал Height, сигнал Mag, сигнал Phase (слева направо) а) для нормальных колебаний кантилевера (DFL); б) для латеральных колебаний кантилевера (LF). Размер снимка 2Х2 мкм.

Также в работе исследовались пленки промежуточных (между 860 и 960°C) температур спекания.

1. A. Garcia-Melendrez and C. Durkana. J Appl. Phys. Lett., 2013, 103, 092904.
2. E. Simon, F. Borodavka, I. Gregora, D. Nuzhnyy, S. Kamba et al. J. Appl. Phys., 2011, 110, 084115.

# Влияние температурной обработки на микроструктуру тонких пленок SnS

С.А. Башкиров<sup>1</sup>, В.Ф. Гременок<sup>1</sup>, А.Н. Петлицкий<sup>2</sup>, А.С Турцевич<sup>2</sup>,  
С.В. Шведов<sup>2</sup>, Д.Е. Ещик<sup>2</sup>, В.В. Цыбульский<sup>2</sup>

<sup>1</sup> «Научно-практический центр НАН Беларусь по материаловедению,  
220072, г. Минск, П. Бровки 19, Беларусь

<sup>2</sup> «Белмикросистемы», НПО «Интеграл»,  
220108, Минск, ул. Корженевского, 12, Беларусь

Моносульфид олова SnS – полупроводник  $A^{IV}B^{VI}$  с высоким коэффициентом поглощения в видимой и ближней инфракрасной области спектра, применяющийся в фотодетекторах соответствующего спектрального диапазона. На протяжении последних лет активно ведутся работы по исследованию возможности применения SnS в качестве поглощающего слоя в тонкопленочных солнечных элементах, что должно существенно снизить стоимость данных приборов и, в перспективе, сделать солнечную энергетику конкурентной на рынке энергоресурсов [1-4].

В настоящей работе исследуется влияние температурной обработки на микроструктуру пленок SnS, полученных методом «горячей стенки» на стеклянных подложках. Влияние температурной обработки на структуру и свойства пленок SnS существенно зависит как от условий обработки, так и от метода получения пленок.

Тонкие пленки SnS получены методом «горячей стенки» путем испарения поликристаллического порошка SnS в нагретой трубке в вакууме при давлении  $2 \times 10^{-4}$  Па, температуре стенок трубы 600°C и температуре подложек 330°C [5,6]. Температурная обработка пленок проводилась в откаченных ампулах в течение 1 часа при температуре 400°C.

Кристаллическая структура и фазовый состав пленок исследовались методом дифракции рентгеновских лучей с использованием дифрактометра Siemens D-5000 на излучении CuK $\alpha$  ( $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$ ) с измерением  $2\theta$  в диапазоне от 10 до 100° и шагом 0.01°. Анализ фазового состава производился с использованием базы Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS). Анализ элементного состава проводился EDX-методом на рентгеновском спектрометре Avalon-8000 ф. «PGT». Исследование морфологии поверхности пленок было выполнено на РЭМ S-4800 ф. «Hitachi» и методом ACM с использованием многофункционального сканирующего атомно-силового микроскопа NT 206 в контактном режиме.

Согласно данным рентгеновской дифракции, пленки являются однофазными и характеризуются ярко выраженной преимущественной ориентацией в направлении [010]. Температурная обработка не приводит к образованию посторонних фаз. Влияние температурной обработки на кристалличес-

скую структуру пленок SnS проявляется в уменьшении параметра элементарной ячейки  $b$  со значения 11.210 Å до обработки до значения 11.178 Å после обработки, о чём свидетельствует сдвиг положения дифракционных рефлексов (040) и (080) в направлении увеличения угла дифракции на 0.12–0.13 градусов. Уменьшение параметра решетки  $b$  у пленок после температурной обработки может объясняться снятием микронапряжений, возникающих в процессе роста пленки, а также удалением растворенной в SnS селы, адсорбированной при формировании пленок.

Анализ элементного состава показал, что количественное соотношение элементов в пленке в целом соответствует их соотношению в составе мишени. По данным АСМ, на поверхности пленок SnS присутствуют образования конической формы высотой до 50 nm, разделенные протяженными областями низкой шероховатости. Средняя шероховатость пленок до температурной обработки составляет 10 nm, среднеквадратичная шероховатость составляет 14 nm. Температурная обработка приводит к дальнейшему сглаживанию поверхности областей с низкой шероховатостью, однако, за счёт увеличения высоты образований до 100 nm, значения средней и среднеквадратичной шероховатости пленок после термообработки увеличиваются до 20 nm и 32 nm соответственно. Сглаживание отдельных областей поверхности пленок может объясняться минимизацией поверхностной энергии в процессе реиспарения или уменьшением размера зерна при температурной обработке, аналогично тому, что наблюдалось для пленок SnS, полученных методом термического испарения. Увеличение размеров образований на поверхности пленок, по-видимому, связано с тем, что данные высокодефектные области являются центрами конденсации пара SnS в процессе охлаждения пленок после термообработки.

Полученные в настоящей работе данные о влиянии температурной обработки на микроструктуру пленок SnS будут использованы для дальнейшего совершенствования технологии получения слоев с требуемыми физическими свойствами при создании тонкопленочных приборов на их основе.

1. K.T. Ramakrishna Reddy, N. Koteswara Reddy, R.W. Miles. Solar Energy Materials & Solar Cells, 2006, 90, 3041–3046.
2. M. Gunasekaran, M. Ichimura. Sol. Energy Mater. Sol. Cells, 2007, 91, 774-779.
3. D. Avellaneda, M.T.S. Nair, P.K. Nair. Thin Solid Films, 2009, 517, 2500-2506.
4. S.A. Bashkirov, V. F. Gremenok, V.A. Ivanov, V.V. Lazenka, K. Bente. Thin Solid Films, 2012, 520, 5807-5810.
5. С.А. Башкиров, В.Ф. Гременок, В.А. Иванов. ФТП, 2011, 45, 765-769.
6. S.A. Bashkirov, V.V. Lazenka, V.F. Gremenok, and K. Bente. J. Adv. Microsc. Res., 2011, 6, 153-158.

# Температурные наблюдения эволюции доменной структуры триглицинсульфата методами РЭМ

В.А. Беляков, Н.Н. Большакова, А.И. Иванова, Р.М. Гречишкін

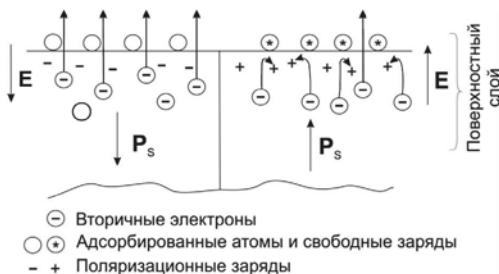
*Тверской государственный университет, 170100, г. Тверь, ул. Желябова, 33*

Триглицинсульфат (ТГС) – одноосный сегнетоэлектрик с водородными связями, является удобным модельным объектом, исследованиям которого посвящено большое количество работ [1]. Вид и поведение доменной структуры кристаллов ТГС сильно зависят от большого количества различных факторов, к числу которых относятся скорость охлаждения при фазовом переходе через точку Кюри, характер температурных изменений при наблюдениях (монотонный, импульсный, периодический), режим изменений внешнего поля, условия выращивания кристалла и подготовки его поверхности, метод выявления ДС и др. [2]. Среди методов выявления доменной структуры ТГС наиболее часто применяются травление, декорирование жидкими кристаллами, растровая электронная микроскопия (РЭМ) [3,4]. Отличительной особенностью метода РЭМ состоит в том, что с его помощью можно при определённых условиях изучать образцы без особых требований к предварительной подготовке поверхности. С другой стороны, при использовании РЭМ воздействие электронного пучка приводит к накоплению заряда на образцах, что затрудняет наблюдения ДС и может приводить к её перестройке. Это накладывает особые требования к выбору режима работы РЭМ.

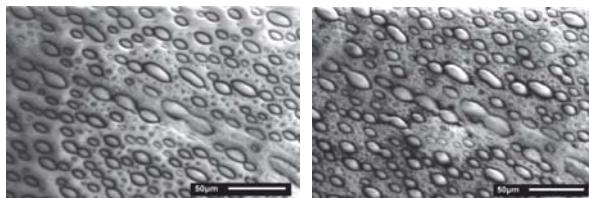
Целью данной работы явилось непосредственное наблюдение временной эволюции доменной структуры монокристаллов ТГС под воздействием электронного пучка и при различных температурных режимах. Наблюдения ДС проводились на растровом электронном микроскопе JEOL JSM 6610 LV в режиме вторичных электронов с ускоряющим напряжением ~2 кВ при минимальных токах пучка. Температурная приставка фирмы Deben (Великобритания) (диапазон температур образца -20...+60°C) встраивалась в колонну РЭМ на держателе предметного столика. Направление  $\mathbf{P}_s$  доменов определялось на основе упрощённой модели эмиссии вторичных электронов ДС ТГС, предложенной в работе [5] (рис. 1).

На рис.2 представлен процесс образования и последующего разрастания зародышей обратной фазы на свежем сколе кристалла ТГС в различные моменты времени после включения электронной пушки РЭМ. Спустя ~40 с в матрице основных доменов появляются точечные зародыши диаметром 1..3 мкм, что более чем на порядок меньше характерных размеров исход-

ных доменов. При более длительном воздействии размеры доменов увеличиваются, начинается слияние находящихся близко друг от друга доменов.



**Рис. 1.** Схема эмиссии вторичных электронов на доменах ТГС



**Рис. 2.** Изображения РЭМ: начальная стадия образования зародышей обратной фазы в исходной матрице основных доменов свежего скола ТГС через ~40 с после включения высокого напряжения (левый кадр) и их разрастание через промежуток времени 3 минуты (правый кадр).

В работе проделаны детальные наблюдения эволюции ДС ТГС при различных сочетаниях значений температуры и времени, включая область перехода через точку Кюри, охлаждение до отрицательных температур и импульсные тепловые воздействия. Результаты работы показывают, что динамика временных изменений ДС ТГС после перехода через точку Кюри существенно зависит как от скорости изменения температуры, так и от времени выдержки при фиксированной температуре.

1. М.Е. Лайнс, А.М Гласс. Сегнетоэлектрики и родственные им материалы. 1981, 360-368.
2. S.N. Drodzhin, O.M. Golitsyna. Solid State Physics, 2012, 54, 905-910.
3. A.K. Tagantsev, L.E. Cross, J. Fousek. Domains in Ferroic Crystals and Thin Films. Springer Science+Business Media, 2010, 813 pp.
4. P.R. Potnis, N.T. Tsou, J.E. Huber. A Review of Domain Modelling and Domain Imaging Techniques in Ferroelectric Crystals. Materials. 2011, 4, 417-447.
5. R. Le. Bihan. Ferroelectrics. 1988, 97, 19-46.

# **Методы анализа сплошности слоев, их эффективности как диффузионных барьеров в условиях наложения оже-сигналов при ионном профилировании**

В.Г. Бешенков<sup>1</sup>, А.Ф. Вяткин<sup>1</sup>, В.В. Амеличев<sup>2</sup>, Д.В. Костюк<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт проблем технологий микроэлектроники и особочистых материалов РАН,  
г. Черноголовка, Московская обл., Россия

<sup>2</sup> НПК «Технологический Центр», г. Зеленоград, Россия

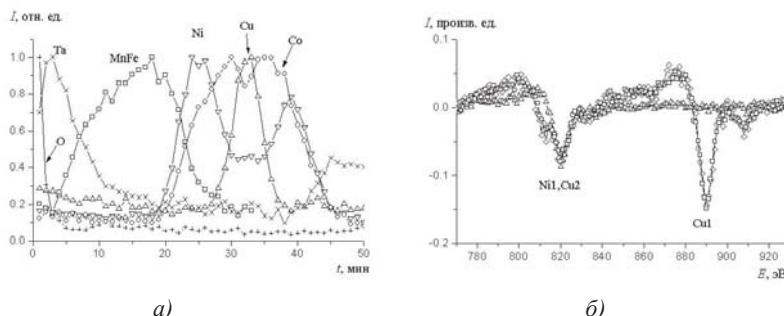
Задача анализа сплошности слоев, их эффективности как диффузионных барьеров сводится к регистрации наличия (отсутствия) материала соседнего слоя в области концентрационного максимума (плато) в профиле распределения элементов по глубине. Решение этой задачи существенно усложняется при перекрывании оже-пиков элементов, входящих в состав различных слоев.

На электронном оже-спектрометре JAMP-10S (JEOL) при послойном распылении ионами  $\text{Ar}^+$  были исследованы перспективные в качестве датчиков магнитного поля многослойные тонкопленочные системы, такие как Ta(4нм)/ Fe50Mn50%(9нм)/ FeNiCo20%(4нм)/ Co95Fe5%(1.5нм)/ Cu(2нм)/ Co95Fe5(1.5нм)/ FeNiCo20%(4нм)/ Ta(4нм)/ SiO<sub>2</sub>/Si. Полученные профили распределения интенсивностей оже-пиков элементов по глубине в общих чертах отражают слоевую структуру образцов (см. рис. 1a). Однако, особенности роста отдельных слоев, межслоевая диффузия элементов не получают правильного отображения вследствие перекрываний оже-пиков Си, Ni, Co, Fe, Mn на границах раздела.

Перекрывающиеся оже-пики в профиле их распределения по глубине могут быть представлены в виде точек в многомерных векторных пространствах. Количественный элементный анализ в условиях наложения двух оже-пиков проводится в пространстве главных компонент, основываясь на наблюдаемом упорядочении точек [1,2]. Однако, для тонких слоев пространства первых двух главных компонент могут быть «искажены» характеристическими потерями энергии оже-электронов или наложением других оже-пиков. В настоящей работе предложен альтернативный метод диагностики, позволяющий использовать пространства главных компонент большей размерности, не требующий расчета концентраций элементов.

Поставим задачу анализа эффективности слоя кобальта как диффузионного барьера для предотвращения взаимной диффузии меди и никеля (слои FeNiCo20%(4нм)/ Co95Fe5%(1.5нм)/ Cu(2нм)). Проверим статистическую гипотезу о наличии (отсутствии) включений (диффузионного переноса)

меди в никеле. Рассмотрим спектральный интервал, соответствующий пепрекрывающимся оже-пикам Ni1,Cu2 и оже-пiku Cu1 (по пику Cu1, выбранному для самопроверки, известно, что с 19-й по 32-ю минуту распыления содержание меди растет от нуля до своего максимального значения и, наоборот, с 11-й по 24-ю минуту в профиле вовсе не содержится медь, но наблюдается рост никеля от нуля до своего максимального значения). Опираясь на оже-спектры построим линейные операторы – ортогональные проекторы. Первый – для проецирования в подпространство оже-спектров смесей меди и никеля, второй – в подпространство оже-спектров только никеля.



**Рис. 1.** Профили распределения интенсивностей оже-пиков элементов в зависимости от времени ионного распыления – а), оже-спектр меди и его проекции в подпространства оже-спектров никеля и смесей никеля и меди – б).

Результат применения этих операторов к оже-спектру меди показан на рис. 1б. Оже-спектр меди (*ромбы*) и его проекция в подпространство оже-спектров никеля (*треугольники*) существенно различаются. Напротив, оже-спектр меди (*ромбы*) и его проекция в подпространство оже-спектров смесей никеля и меди (*квадраты*) совпадают. Таким образом, поставленная задача сводится к использованию записываемых для распределения Пирсона пороговых критериев проверки статистических гипотез [3].

1. Бешенков В.Г., Вяткин А.Ф., Амеличев В.В., Костюк Д.В. Известия вузов. Электроника, 2013, №4(102), 89-92.
2. Айвазян С.А., Бухштабер В.М., Енюков И.С., Мешалкин Л.Д. Прикладная статистика: классификация и снижение размерности. М.: Финансы и статистика, 1989. 607 с.
3. Бешенков В.Г., Вяткин А.Ф., Знаменский А.Г., Марченко В.А. Поверхность, 2008, №1, 28-37.

# **Получение и исследование методом растровой электронной микроскопии двухслойных структур «композит на изоляторе» на основе пористого кремния**

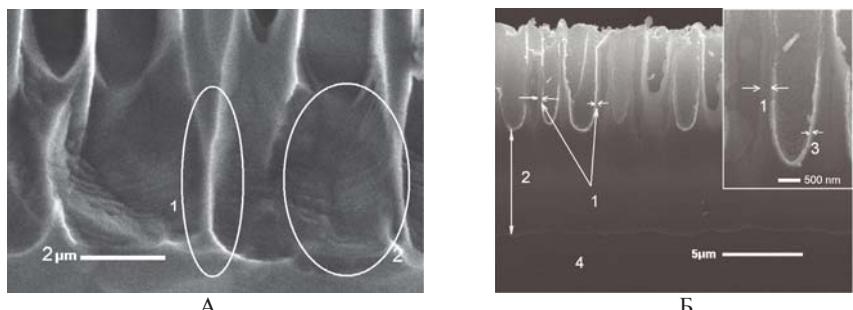
В.В. Болотов, К.Е. Ивлев, Е.В. Князев, В.Е. Росликов

*Омский научный центр СО РАН. 644024, г. Омск, проспект Маркса, 15*

При миниатюризации газовых сенсоров возникает необходимость увеличения эффективной площади чувствительного элемента при уменьшении общих линейных размеров, что может быть достигнуто при использовании структур с развитой поверхностью таких, как пористый кремний. В качестве чувствительных элементов широко используются оксидные материалы  $\text{SnO}_x$ ,  $\text{In/Ga}_2\text{O}_3$  и др. [1]. В связи с этим перспективным направлением является получение композитов на основе пористого кремния и нестехиометрического диоксида олова  $\text{Pb-Si/SnO}_x$ . Для использования непосредственно оксида олова в качестве чувствительного материала и увеличения его рабочей поверхности, необходимо было получить изолированную от проводящей подложки (пластины кремния) структуру с развитой поверхностью. Целью данной работы было создание многослойной сенсорной структуры на основе окисленного пористого кремния.

Многослойная пористая структура была получена методом анодного травления в две стадии. Первоначально получен слой макропористого кремния, затем с изменением режимов анодного травления получен захороненный мезопористый слой. При этом мезопористый кремний начинает формироваться в области донышек макропор, образуя столбы мезопористого кремния разделенные монокристаллическими «шипами» (Рис.1-А). С увеличением длительности процесса, столбы углубляются и расширяются в монокристаллическую подложку, формирует сплошной слой.

Структура «композит на изоляторе» была получена путем осаждения из парогазовой фазы на окисленную поверхность многослойного пористого кремния нестехиометрического оксида олова. Окисление структуры проводилось в атмосфере влажного кислорода при температуре 1000 °С. Исследование морфологии структуры «композит на изоляторе» выполнялось на растровом электронном микроскопе JEOL JSM-6610-LV с энергодисперсионным анализатором Inca-350.



**Рис. 1** РЭМ изображение: А - начального этапа формирования структуры с захороненным мезопористым слоем. 1-монокристалический шип, 2- столб мезопористого кремния; Б - композита на основе двухслойного  $\text{Pd-SiO}_2/\text{SnO}_x$ . 1-  $\text{SiO}_2$  толщиной 200 нм на поверхности поры; 2- слой  $\text{SiO}_2$  полученный после окисления мезопористого слоя; 3-пленка  $\text{SnO}_x$  толщиной 100 нм; 4- монокристаллическая кремниевая подложка.

По данным электронной микроскопии диаметр пор макропористого слоя (рис. 1-Б) составляет от 1 до 1,5 мкм, толщина макропористого слоя - 6,5 мкм. Слой мезопористого кремния в результате температурной обработки проокисляется на всю глубину, что подтверждается данными энергодисперсионного анализа. Толщина захороненного слоя оксида кремния составляет 6,5 мкм. Пленка оксида олова толщиной 100 нм распределяется равномерно по поверхности пор (рис.1-Б), что подтверждается незначительным изменением концентрации элементов по поверхности образца. Концентрация элементов по данным ЭДА составляет: O-49,16±3%; Sn-4,77±1%; Si-45,9±4%; Cl-0,17±0,05% атомных процентов.

Электрофизические следования показали, что полученная композитная многослойная структура обладает достаточной чувствительностью к химическим реагентам для использования ее в газовой сенсорике.

1. V.V. Bolotov, P.M. Korusenko, S.N. Nesov, S.N. Povoroznyuk, V.E. Roslikov, E.A. Kurdyukova, Yu.A. Sten'kin, R.V. Shelyagin, E.V. Knyazev, V.E. Kan, I.V. Ponomareva. Materials Science and Engineering, Volume 177, Issue 1, 25 January 2012, Pages 1-7.

# Исследование слоев многостенных углеродных нанотрубок, подверженных воздействию мощного ионного пучка наносекундной длительности

В.В. Болотов, Е.В. Князев, Ю.А. Стенькин, Р.В. Шелягин

Омский научный центр СО РАН, 644024, г. Омск, проспект Маркса, 15

Использование углеродных нанотрубок в наносенсорике имеет определенные перспективы благодаря свойствам, как отдельных МУНТ, так и их слоев[1]. Так слои МУНТ выращенные на кремниевой подложке можно использовать как развитую поверхность для чувствительного элемента, в частности SnOx. Однако выращиваемые методом CVD слои МУНТ обладают высокой долей трубок с металлической проводимостью, что негативно сказывается на чувствительных свойствах сенсорной структуры[2]. Следует ожидать, что введение структурных дефектов в МУНТ позволит управлять фракционным составом слоев и увеличить долю МУНТ с полупроводниковым механизмом проводимости. В работе структурные дефекты вводились в слои МУНТ с помощью мощных ионных пучков наносекундной длительности (МИП).

В данной работе рассматриваются структурные изменения как слоев углеродных нанотрубок, так и отдельных МУНТ после воздействия мощных ионных пучков, с различным количеством импульсов. Слои МУНТ выращивались методом CVD при пиролизе ацетонитрила на подложках SiO<sub>2</sub>/Si, после чего облучались мощным ионным протон-углеродным (p-C) пучком с энергией 300 кэВ, плотностью 0,5-0,6 Дж/см<sup>2</sup> (состав пучка 30%-H<sup>+</sup>, 70%-C). Морфология и структура слоев УНТ исследовалась с помощь просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) Jeol JEM-2100 и растрового электронного микроскопа(РЭМ) Jeol JSM-6610 LV.

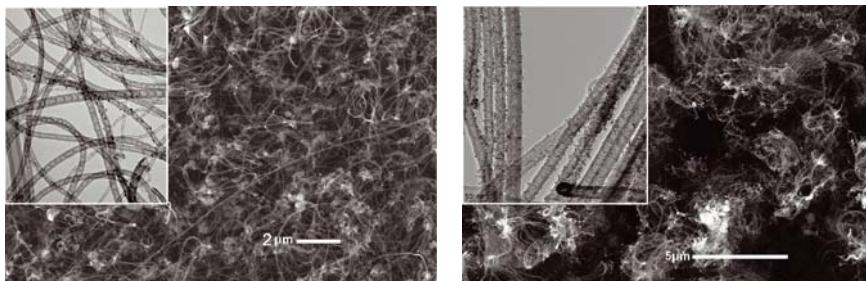


Рис.1 Изображение РЭМ (JSM 6610-LV) и ПЭМ (JEM 2100)(на вставке) слоя МУНТ  
а) до облучения, б) после 10 импульсов.

По данным РЭМ после облучения МИП на поверхности образца наблюдается образование « спонов» нанотрубок отделенных друг от друга. Так же наблюдается уменьшение внешнего диаметра МУНТ. Так, если до облучения внешние диаметры нанотрубок равномерно распределялись в диапазоне от 35 нм до 67 нм (порядка 75%), то после облучения внешние диаметры половины всех трубок (47%) лежат в диапазоне от 24 нм до 35 нм. Данные ПЭМ высокого разрешения свидетельствуют о том, что обработка слоев 10 импульсами МИП приводит к термо-механическим напряжениям в слоях и индивидуальных МУНТ, вызывающих образование кластеров графеновых слоев, нанокластеров углерода и формированию новых фаз на поверхности МУНТ. Указанные значительные изменения структуры МУНТ, в свою очередь, определяют изменение электрофизических характеристик.

1. Болотов В.В., Кан В.Е., Давлеткильдеев Н.А. и др. Перспективные материалы 2009 №3.
2. Болотов В.В., Кан В.Е., Корусенко П.М., Несов С.Н., Поворознюк С.Н., Пономарева И.В., Росликов В.Е., Стенькин Ю.А., Шелягин Р.В., Князев Е.В. Механизмы формирования слоев нанокомпозитов на основе многостенных углеродных нанотрубок и нестехеометрического оксида олова. ФТТ. 2012. Т. 54. Вып. 1. С. 154-161.

# **Связь проводимости и диэлектрических свойств со структурой алмазоподобного покрытия и материалом подложки**

А.Н. Бродниченко, Д.М. Долгинцев, Р.А. Кастро

*Российский государственный педагогический университет им. А.И. Герцена  
191186, Санкт-Петербург, Мойка, 48*

Углерод играет большую роль как в живой, так и в неживой природе. Благодаря свойствам этого элемента, он может быть представлен в виде различных соединений, которые существенно отличаются по своим физико-химическим свойствам. В твердом состоянии можно выделить несколько структурных модификаций углерода, например графит, алмаз, нанотрубки, фуллерены и графен. Уникальные физико-химические свойства материалов на основе углерода способствуют широкому применению их в промышленности.

Одним из перспективных материалов на основе углерода являются алмазоподобные пленки, которые обладают набором свойств, подобных монокристаллическому алмазу: высокая твердость и теплопроводность, низкая электропроводность, оптическая прозрачность, радиационная и термическая стойкость. Перечисленные свойства монокристаллов и пленок могут варьироваться в широком диапазоне в зависимости от процентного состава и природы примесей.

Целью работы является изучение методами электронной растровой и атомно-силовой микроскопии, а также дизэлектрической спектроскопии структуры поверхности, морфологии, проводимости и дизэлектрических свойств алмазоподобных покрытий на основе углерода, полученных импульсным ионно-плазменным методом.

В качестве подложки для алмазоподобной пленки использовалась tantalовая фольга толщиной 0.1 мм [1]. Определение толщины ( $d$ ) наносимых пленок проводилось в растровом электронном микроскопе (РЭМ) Zeiss EVO 40 с датчиком для рентгеновского микроанализа INCA Energy SEM от компании Oxford Instruments. Если пленка и подложка отличаются по составу, то фиксируя энергию электронного пучка, при котором исчезает рентгеновский рефлекс подложки можно определить толщину пленки.

Морфология поверхности изучалась на атомно-силовом микроскопе (АСМ) "Смена", выпущенном компанией "НТ-МДТ" города Зеленограда (НИИФТ) и на РЭМ. Диэлектрические параметры образцов исследовались

на диэлектрическом спектрометре "Novocontrol concept 41" в температурном диапазоне от  $-50^{\circ}\text{C}$  до  $+50^{\circ}\text{C}$  и диапазоне частот  $0\text{--}10^6$  Гц.

Из полученных результатов следует, что структура, проводимость и диэлектрические свойства наноразмерных алмазоподобных пленок существенно зависят от материала подложки, на которую они наносятся. С ростом толщины пленки растёт количество и размеры неоднородностей, которые вероятно имеют алмазоподобное происхождение (рис. 1). Кроме того, в ходе исследования была обнаружена частотная дисперсия удельной проводимости, которая соответствует прыжковому механизму переноса заряда с показателем степени  $s = 0.65\ldots 0.95$ . Оценка длины прыжка носителей заряда в пределах одного кристаллита даёт значение  $r = 9.43 \text{ \AA}$ . По температурной зависимости  $\sigma'$  проведен расчет энергии активации для областей примесной и собственной проводимости [2]. Диэлектрические свойства пленок показывают, что относительная диэлектрическая проницаемость образцов составляет  $\mathcal{E} \sim 11$ .

В докладе обсуждается связь проводимости, диэлектрических свойств со структурой покрытия и материалом подложки.

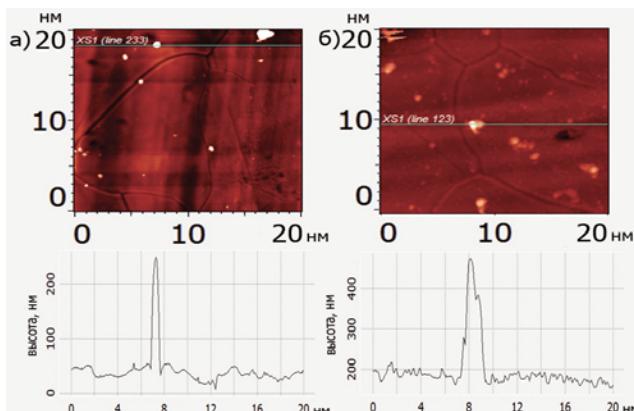


Рис. 1. АСМ-изображения поверхности алмазоподобной пленки и их профили при разных толщинах: а)  $d = 0.7 \mu\text{m}$ ; б)  $d = 3.7 \mu\text{m}$ .

1. А.Н. Бродниченко, Д.М. Долгинцев, В.М. Стожаров. Алмазоподобные пленки, выращенные ионно-плазменным методом: структура, свойства // Известия РГПУ им. А.И. Герцена, 2012, №147, 81–86.
2. А.Н. Бродниченко, Д. М. Долгинцев, Р. А. Кастро. Диэлектрические свойства алмазоподобных пленок, выращенных ионно-плазменным методом // Тезисы докладов Российской молодежной конференции по физике и астрономии «ФИЗИКА.СПБ», Санкт-Петербург, 23-24 октября 2013. СПб: Издательство политехнического университета. С. 87-88.

# Плотность межзеренных границ

Ю.С. Буранова, Х. Рёснер, С.В. Дивинский, Г. Вильде

*Институт физики материалов, Вестфальский Университет г. Мюнстера,  
Wilhelm-Klemm-Str. 10, 48149, Мюнстер, Германия*

Дефекты кристаллической структуры, такие как межзеренные границы, являются факторами, которые сильно влияют на механические и физические свойства материалов и их коррозионную стойкость. Одним из ключевых параметров здесь является скорость переноса атомов по таким областям. Таким образом, необходимо подробное изучение плотности (или свободного объема) межзеренных границ. Предполагается, что разные межзеренные границы имеют разный свободный объем, т.е. различное изменение плотности границ по отношению к объемному кристаллу.

В данной работе представлены результаты атомного моделирования различных межзеренных границ и расчеты соответствующих им свободных объемов. Для экспериментального исследования этих свойств был предложен алгоритм анализа изображений (смоделированных или полученных с помощью высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии), который позволяет определять относительное изменение локальной плотности. Измеренные интенсивности в области межзеренных границ сравнивались с интенсивностями в объемном идеальном кристалле, после чего их разница определялась как изменение плотности.

Были смоделированы различные симметричные границы наклона. Показано, что изменение плотности в границах достигает максимума в 5-6% для высокоугловых границ. Для эксперимента использовался алюминий. Исследования показали, что данный метод работает с чистыми образцами толщиной до 15 нм, включая слои оксидов алюминия. Точность метода была определена различными синтетическими тестами, такими как введение вакансий или примесных атомов в кристаллическую решетку. Обсуждены метод и результаты исследования.



# Рентгеноспектральный анализ изменения элементного состава никельсодержащего нанодисперсного порошка-катализатора

В.В. Васильевский<sup>1</sup>, Е.К. Куломзин<sup>1</sup>, В.В. Рыбалко<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Московский институт электроники и математики НИУ ВШЭ,  
109028, Москва, Б.Трехсвятительский пер. д1-3/12.

<sup>2</sup> ООО «НТЦ прикладных нанотехнологий»,  
119311, Москва, Ломоносовский просп. 23.

Применение никеля и в чистом виде, и в составе смесей в качестве катализатора различных процессов широко известно [1]. В данной ипостаси нанодисперсный никель привлек внимание специалистов, занимающихся разработкой термических газоразрядных процессов. Одной из основных причин снижения срока службы катализатора в этом случае является изменение исходного состава катализитической смеси.

В докладе приведены результаты исследования закономерностей изменения состава никельсодержащего катализатора, подвергающегося протонной бомбардировке. Катализатор представлял собой спрессованные таблетки, состоящие из карбонильного никелевого порошка, смешанного с наполнителем в массовом соотношении от 1:1 до 5,5:1. Исходный состав примесей в никелевой составляющей таблетированных образцов включал в себя:

Ni	Fe	Co	Cu	C
99,7%	0,01%	0,001	0,003	0,28%

Газоразрядная обработка образцов проводилась на экспериментальной установке, обеспечивающей форвакуумную откачку рабочего объема для выполнения процедуры обезгаживания, а также дозированную подачу водорода для создания давления с погрешностью не выше 0,05 Па. Разряд в атмосфере водорода поддерживался при постоянном напряжении. Диапазон изменения напряжения 25-800 В. Анализ элементного состава проводился методом рентгеноспектрального анализа с помощью растрового электронного микроскопа Carl Zeiss EVO 40, любезно предоставленного Институтом перспективных материалов и технологий (г. Москва).

Установлено, что при продолжительном воздействии разряда в водородной среде, в приповерхностном слое таблетки монотонно возрастает концентрация меди. При этом концентрация иных примесных элементов (Co, Fe и др.) оставалась практически неизменной. Установлена взаимо-

связь между изменением содержания в образцах меди и мощностью разряда.

1. *B.C. Ткач, Д.С. Суслов.* Катализаторы на основе комплексов переходных металлов: актуальные проблемы и примеры их решения. Иркутск, ИГУ 2011

# **Структура пленок на основе полиуретана, модифицированного кремнийорганическими диолами**

**И.О. Волков<sup>1</sup>, Л.В. Филимонова<sup>1</sup>, Л.И. Макарова<sup>1</sup>, О.В. Синицына<sup>1</sup>,  
А.А. Бурмистров<sup>1</sup>, А.Г. Филатова<sup>2</sup>, Б.Г. Завин<sup>1</sup>, И.В. Яминский<sup>1</sup>,  
Г.Г. Никифорова<sup>1</sup>, Е.М. Белавцева<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН,  
Москва, Россия

<sup>2</sup> Институт химической физики им. Н.Н. Семёнова РАН, Москва, Россия

Известно, что физические свойства полимерных материалов определяются их химическим строением и надмолекулярной структурой, которые, в свою очередь, зависят от природы полимера и условий получения [1, 2]. В теоретической работе [3] авторами было отмечено, что предложенная ими модель строения аморфных и кристаллических полимеров должна быть уточнена структурными исследованиями и анализом их физических свойств.

Ранее [4] мы исследовали структуру пленок кристаллизующихся силоксан-уретановых блок-сополимеров на основе олигоэтиленоксидов. Было установлено, что эти полимеры имеют фибриллярную структуру. В зависимости от длины олигоэтиленоксидного блока и степени кристалличности сополимера, фибриллы могут образовывать снопы, агломераты снопов, сферолиты.

В данной работе мы изучили структуру аморфных пленок полиуретана на основе олигобутиленоксида, модифицированного олигомерными кремнийорганическими диолами (ОКД). Пленки готовили из раствора в хлороформе; толщина образцов составляла 100 мкм.

Методом рентгеновской дифракции было установлено, что исследованные нами полимеры являются аморфными.

В эксперименте использовали методы просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии (ПЭМ, СЭМ), а также метод атомно-силовой микроскопии (АСМ).

Исследование сополимеров методом ПЭМ проводили на электронном микроскопе ЭМ-125 (Сумы, Украина). Препарирование образцов проводили стандартными методами.

Исследование морфологии полимеров методом СЭМ проводили на сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения Tescan Mira LMU (Чехия). Топографию поверхности полимера, закрепленного на токопроводящем скотче, изучали в режиме высокого вакуума с помощью стан-

дартного детектора вторичных электронов Эверхарта-Торнли. Для предотвращения зарядки образца и сохранения тонкой поверхностной структуры, ненапыленный образец исследовали в режиме низких ускоряющих напряжений и малых токов электронного зонда (1 кВ и 20 пА соответственно).

Исследование образцов методом АСМ проводили в полуконтактном режиме на воздухе при комнатной температуре. Сканирование проводилось на сканирующем зондовом микроскопе "ФемтоСкан" производства "Центр перспективных технологий", Россия. Использовались кантилеверы производства Mikromasch со средней резонансной частотой 325 кГц и радиусом скругления острия зонда около 10 нм. Полученные изображения обрабатывались в программе "ФемтоСкан Онлайн".

Результаты исследования свидетельствуют о наличии в образцах глобулярных структур, характерных для аморфных полимеров. Методами микроскопии наблюдаются два типа структур – мелкие глобулярные частицы и крупные агломераты. Получены данные о распределении структурных элементов по размерам. Изучено влияние массовой доли и молекулярной массы ОКД на структуру модифицированного полиуретана. Имеет место корреляция результатов ПЭМ, СЭМ и АСМ.

1. С Р. Тюдзе, Т. Кабаи. Физическая химия полимеров. М.: «Химия». 1977. С. 179.
2. И.Ю. Сапурина, Н. Стейская. Успехи химии. 2010. Т. 79. № 12. С. 1219.
3. В.А. Каргин, А.И. Китайгородский, Г.Л. Слонимский. Коллоидный журнал. 1957. Т. 19 . С. 141.
4. И.О. Волков, Л.В. Филимонова, А.А. Анисимов, О.В. Синицына, О.А. Белякова, А.А. Воронина, Я.В. Зубовичус, А.Г. Филатова, Л.И. Макарова, И.В. Яминский, Б.Г. Завин, Е.М. Белавцева. Известия РАН, Сер. физическая. 2013. т. 77. № 8. С. 1088.

# **Применение фокусированного ионного пучка для приготовления ступенчатых тонких фольг поверхностных наноструктур**

Р.Л. Волков, Я.С. Гришина

*Национальный исследовательский университет «МИЭТ»,  
124498, Москва, Зеленоград, пр. 4806, д. 5*

Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) является современным высокоточным методом анализа и позволяет исследовать структуру материалов с атомарным разрешением. Область ее применения ограничена образцами с малой толщиной (около 100 нм), которые получают утонением объемных материалов. Для прецизионного приготовления образцов для ПЭМ в настоящее время широко используется фокусированный ионный пучок (ФИП). Однако обычно применяемые методы [1] позволяют получать только плоские тонкие фольги, хотя в ряде случаев существует необходимость исследования строения поверхностных наноструктур на их различной высоте. Целью настоящей работы являлась разработка метода приготовления из поверхностных наноструктур образцов планарного сечения, имеющих ступенчатый профиль поверхности, для последующего послойного исследования их структуры методами высокоразрешающей электронной микроскопии (ВРЭМ) и электронографии.

Препарируемые образцы представляли собой углеродные наностолбики высотой несколько сотен нанометров, выращенные на поверхности кремниевой пластины методом PECVD [2]. Работа выполнялась с применением электронно-ионного микроскопа Helios NanoLab 650, оснащенного In-Situ микроманипулятором Kleindick MM3A-EM, и просвечивающего электронного микроскопа Philips CM30.

Первый этап приготовления ступенчатой тонкой фольги планарного сечения осуществлялся обычным способом [1]. В результате него получилась закрепленная на держателе пластинка с размерами около  $1 \times 5 \times 10$  мкм<sup>3</sup>, в которой расположены исследуемыеnanoобъекты. На следующем этапе приготовления при ускоряющем напряжении 5 кВ и токе пучка ионов 41 пА выполнялось утонение сначала одной, а затем другой стороны образца. Схематическое изображение области формирования тонкой фольги показано на рис. 1 а. При ее получении применялась последовательность шаблонов ступенчатого травления, расположенных друг относительно друга с шагом по вертикали около 40 нм. Все шаблоны травления были идентичны и задавались при помощи потокового файла, содержащего таблицу координат и времен травления пучком ионов в каждой точке. Длина ступенек со-

ставляла около 1 мкм, а шаг по вертикали — около 50 нм. Утонение со второй стороны образца выполнялось с использованием последовательности шаблонов, смещенных по горизонтали на одинаковое расстояние около 200 нм относительно шаблонов, с применением которых утонялась первая сторона.

Распыление материала ионным пучком осуществлялось до тех пор, пока толщина образца не станет менее 50 нм. Ее значение приблизительно оценивалось по изображениям во вторичных электронах при ускоряющем напряжении пучка электронов 2 кВ. На последнем этапе выполнялось распыление поверхностных аморфизованных слоев полученной тонкой фольги при ускоряющих напряжениях ионного пучка 2 и 0,5 кВ.



**Рис. 1.** Приготовление тонкой фольги со ступенчатым профилем при помощи ФИП: а) изображение во вторичных электронах углеродных наностолбиков и схема формирования из них тонкой фольги; б) изображение во вторичных электронах полученного образца.

Применение описанного метода препарирования позволило получить тонкую фольгу со ступенчатым профилем (рис. 1 б), исследованную затем методами ВРЭМ и электронографии, которые выявили изменение как морфологии поверхности, так и внутренней структуры поперечных сечений углеродных наностолбиков на их разной высоте.

Таким образом, при идентичности исследуемыхnanoобъектов и достаточно малой толщине ступенчатой тонкой фольги с применением всех доступных методов ПЭМ может быть исследована трехмерная структура материала.

1. Giannuzzi L.A., Stevie F.A. Introduction to focused ion beams: instrumentation, theory, techniques, and practice. N.Y.: Springer, 2004. 359 p.
2. Д.Г. Громов, Н.И. Боргардт, Р.Л. Волков и др. Известия вузов. Электроника. 2013. Т. 100. № 2. С. 42.

# О выборе начального приближения в задаче катодолюминесцентной идентификации электрофизических параметров однородных прямозонных полупроводников при использовании модели, учитывающей наличие и линейной, и квадратичной рекомбинаций неосновных носителей заряда

Ю.Е. Гагарин<sup>1</sup>, Н.Н. Михеев<sup>2</sup>, Н.А. Никифорова<sup>3</sup>, М.А. Степович<sup>3, 4, 5</sup>

<sup>1</sup> Калужский филиал Московского государственного технического университета им. Н.Э. Баумана, 248000, г. Калуга, ул. Баженова, д. 2, Россия

<sup>2</sup> Филиал Института кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН – Научно-исследовательский центр «Космическое материаловедение», 248640, г. Калуга, ул. Академическая, д. 8, Россия

<sup>3</sup> Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского, 248023, г. Калуга, ул. Ст. Разина, д. 26, Россия

<sup>4</sup> Ивановский филиал Российского экономического университета им. Г.В. Плеханова, 153025, г. Иваново, Дзержинского 53, Россия

<sup>5</sup> Финансовый университет при Правительстве Российской Федерации, 125993, г. Москва, Ленинградский проспект 49, Россия

Электрофизические параметры прямозонных полупроводников могут быть получены из измерений зависимостей интенсивности монохроматической катодолюминесценции (КЛ)  $I_{KL}$  от энергии электронов пучка растрового электронного микроскопа  $E_0$ . Одним из методов, позволяющих оценить параметры зависимостей  $I_{KL}(E_0)$  с учетом погрешностей как в значениях  $I_{KL}$ , так и в значениях  $E_0$ , является метод конфлюентного анализа (МКА) [1]. Однако корректность КЛ идентификации электрофизических параметров полупроводника с использованием МКА может существенно зависеть от выбора начального приближения. Ранее нами показано, что для случая линейной рекомбинации неосновных носителей заряда (ННЗ), генерированных электронным пучком, ошибочные значения оценок параметров из зависимостей  $I_{KL}^{lin}(E_0)$  могут быть получены, если минимизируемый функционал имеет несколько локальных минимумов [2]. Аналогичное рассмотрение проведено и в задаче идентификации электрофизических параметров прямозонных полупроводников МКА при использовании зависимости от энергии электронов пучка интенсивности монохроматической КЛ, обусловленной только квадратичной рекомбинацией ННЗ  $I_{KL}^{K\theta}(E_0)$  – для этой модели характерным является наличие только одного локального ми-

нимума, что в этом случае снижает актуальность задачи выбора начального приближения [3].

Очевидно, что в общем случае: при наличии и линейной, и квадратичной рекомбинаций – определение положения локальных минимумов и выбор начального приближения, позволяющего корректно определять оценки идентифицируемых параметров, дают возможность оптимизировать процесс решения задачи нахождения электрофизических параметров и избежать возможных грубых ошибок их оценки.

В настоящей работе нами рассмотрена проблема выбора начального приближения в задаче идентификации электрофизических параметров прямозонных полупроводников МКА при использовании зависимости от энергии электронов пучка интенсивности монохроматической КЛ, обусловленной и линейной, и квадратичной рекомбинацией ННЗ [3], т.е. при условии, что  $I_{KL}(E_0) = I_{KL}^{lin}(E_0) + I_{KL}^{ke}(E_0)$ , что позволило выработать рекомендации по выбору начального приближения для КЛ идентификации электрофизических параметров мишней для рассматриваемой математической модели КЛ. Расчёты проведены для параметров, характерных для классических прямозонных полупроводников, что позволяет использовать полученные результаты при проведении исследований реальных мишней.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Минобрнауки РФ (проект № 1.6107.2011) и Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 14-01-00088).

1. *A.A. Грешилов, В.А. Стакун, А.А. Стакун.* Математические методы построения прогнозов. М.: Радио и связь, 1997. 112 с.
2. *Н.Н. Михеев, А.Н. Поляков, М.А. Степович.* Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, (2009), 10, 87-92.
3. *Н.А. Никифорова, А.Н. Поляков, Н.Н. Михеев, М.А. Степович.* Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, (2013), 11, 60-64.

# **Растровый электронно-микроскопический контроль доменной структуры и полей рассеяния магнитных элементов МЭМС**

О.В. Гасанов, А.И. Иванова, И.А.Резник, Э.Т.Калимуллина, Р.М. Гречишkin

*Тверской государственный университет, 170100, г. Тверь, ул. Желябова, 33*

Попытки применения растровой электронной микроскопии (РЭМ) для исследования микрораспределений магнитного поля и доменной структуры (ДС) магнитных материалов были предприняты вскоре после изобретения РЭМ и выпуска первых коммерческих РЭМ приборов [1]. Дальнейшие экспериментальные и теоретические исследования привели к созданию концепции двух типов магнитного контраста в РЭМ – контраст первого (Типе I) и второго (Типе II) типов [2]. Контраст Типе I возникает при воздействии полей рассеяния образца на вторичные электроны с малой (менее 10 эВ) энергией. Этот механизм характерен для материалов с одноосной магнитной анизотропией. Контраст Типе II действует в магнитомягких материалах с кубической магнитной анизотропией, способствующей образованию магнитных потоков, замкнутых внутри материала образца. В этом случае первичные электроны, проникшие в материал, взаимодействуют с внутренними полями и подвергаются упругому рассеянию. Контраст этого типа подробно изучался применительно к исследованию ДС быстрозакалённых фольг магнитомягких сплавов Fe-Si-B-Cu [3].

Настоящая работа посвящена экспериментальному изучению возможностей использования РЭМ для наблюдения ДС другого типа материалов – высокоанизотропных одноосных сплавов для постоянных магнитов и визуализации распределения рабочих полей изготовленных из них элементов микроэлектромеханических систем (МЭМС). Постановка работы связана с возрастающей ролью МЭМС в технических устройствах [4,5].

В работе использовался немодифицированный РЭМ JEOL JSM 6610 LV. Плёночные образцы из сплавов SmCo<sub>5</sub> и Nd-Fe-B изготавливались методом магнетронного напыления [4,5]. На рис. 1 представлены изображения ДС монокристалла SmCo<sub>5</sub>, демонстрирующие уверенное выявление ДС при нормальном падении электронного пучка на поверхность образца. В отличие от метода эффекта Керра при РЭМ наблюдениях выявляются не домены, а доменные границы материала. При исследовании микрораспределений магнитного поля МЭМС выявляются области смены направлений магнитных потоков (рис. 2). Предложена методика экранирования образца проводящим экраном, позволяющая регистрировать магнитные потоки на заданном расстоянии от образца.

Полученные данные свидетельствуют об эффективности применения РЭМ для получения информации, дополняющей данные других методов магнитного контроля.

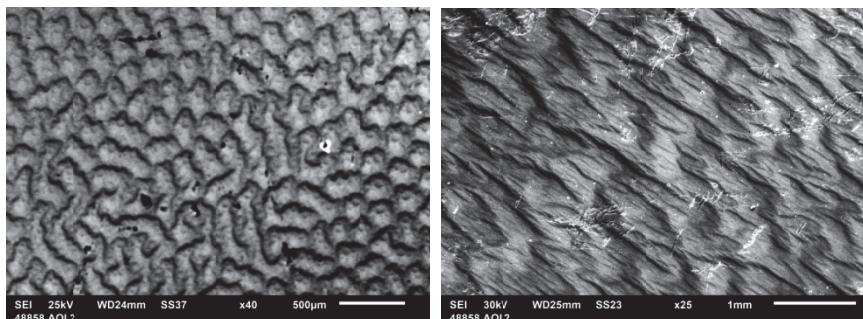


Рис. 1. Изображения РЭМ: доменная структура на базисной (левый кадр) и близкой к призматической плоскости монокристалла SmCo<sub>5</sub> (правый кадр)

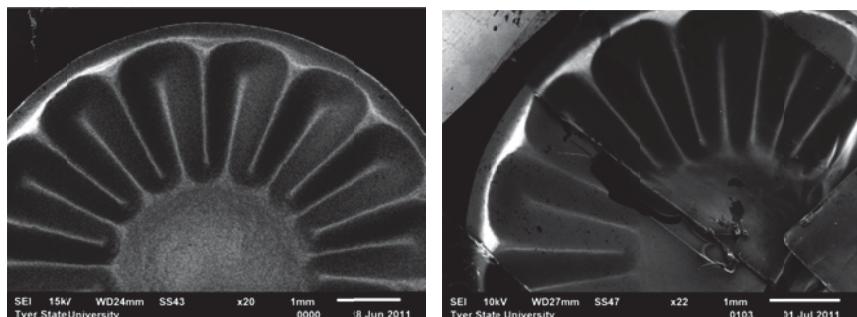


Рис. 2. Изображения РЭМ ротора бесконтактного микродвигателя постоянного тока. Слева – нормальный режим вторичных электронов, справа – экранирование правой верхней части ротора алюминиевой фольгой толщиной 20 мкм.

1. Ф. Вейнберг. Приборы и методы физического металловедения. М.: Мир, 1974.
2. A. Hubert, R. Schafer. Magnetic Domains. The Analysis of Magnetic Microstructures. Springer, 2009.
3. I. Varga, L. Pogany, C. Hargitai, I. Bakonyi. J. Magn. Magn. Mater. 2006, 302, 405–412.
4. A. Walther, C. Marcoux, B. Desloges, R. Grechishkin, D. Givord, N.M. Dempsey. J. Magn. Magn. Mater. 2009, 321, 590–504.
5. F. Dumas-Bouchiat, L.F. Zanini, M. Kustov, N.M. Dempsey, R. Grechishkin. Appl. Phys. Lett. 2010, 96, 102511.

# Контроль морфологических параметров анодного оксида алюминия, сформированного в различных технологических режимах

Гасенкова И.В., Остапенко Е.В., Мазуренко Н.И., Андрушович И.М.

*Институт физики НАН Беларусь, 220072, Минск, пр. Независимости, 68, Беларусь*

Ряд практических применений пленок анодного оксида алюминия (АОА) требует определенных соотношений его морфологических параметров: диаметра поры, расстояния между порами, толщины оксида. Контроль данных параметров эффективно осуществляется посредством применения методов растровой электронной микроскопии (РЭМ).

Методом растровой электронной микроскопии с помощью приборов JSM-5610 LV и CAMSCAN с анализатором EDX исследована поверхность образцов АОА, полученных в различных технологических режимах. Варьировались такие параметры, как температура отжига алюминия при предварительной подготовке алюминиевых пластин к анодированию, концентрация электролита ( $C=0,1\text{--}8\%$   $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ ), плотность тока анодирования ( $j=10\text{--}500\text{ A/m}^2$ ), температура электролита ( $T=6\text{--}45^\circ\text{C}$ ).

Установлено, что при плотностях тока, соответствующих значениям потенциала анода ниже 50 В, в режиме одностадийного анодирования ячейки однородны по размерам. В других случаях наблюдается значительный разброс между максимальными и минимальными размерами ячеек, наблюдавшихся на электронно-микроскопических снимках. Параметры режимов анодирования, позволяющие получать пленки АОА с минимальным разбросом ячеек по размерам, приведены в таблице 1.

Таблица 1.

Режим анодирования	Потенциал анода, В	Размер ячеек барьерного слоя		
		средний, нм	максимальный, нм	минимальный, нм
$C, \%$		$j=\text{const}=150\text{a/m}^2, T_{\text{отж}}=\text{const}=15^\circ\text{C}$		
7	50	135	135	135
8	50	130	130	130
$j, \text{a/m}^2$		$C=\text{const}=5\%, T=\text{const}=15^\circ\text{C}$		
50	38	105	105	105
100	50	145	145	145
$T, {}^\circ\text{C}$		$C=\text{const}=5\%, j=\text{const}=150\text{a/m}^2$		
25	44	130	130	130
30	38	125	125	125
40	30	115	115	115

На рисунке 1 представлены РЭМ снимки анодного оксида, сформированного в двухстадийном режиме на алюминии, отожженном в ходе предварительной подготовки при различных температурах. Снимки АОА, полученного на алюминии, отожженном при 200–400°C, не приведены в виду их идентичности.

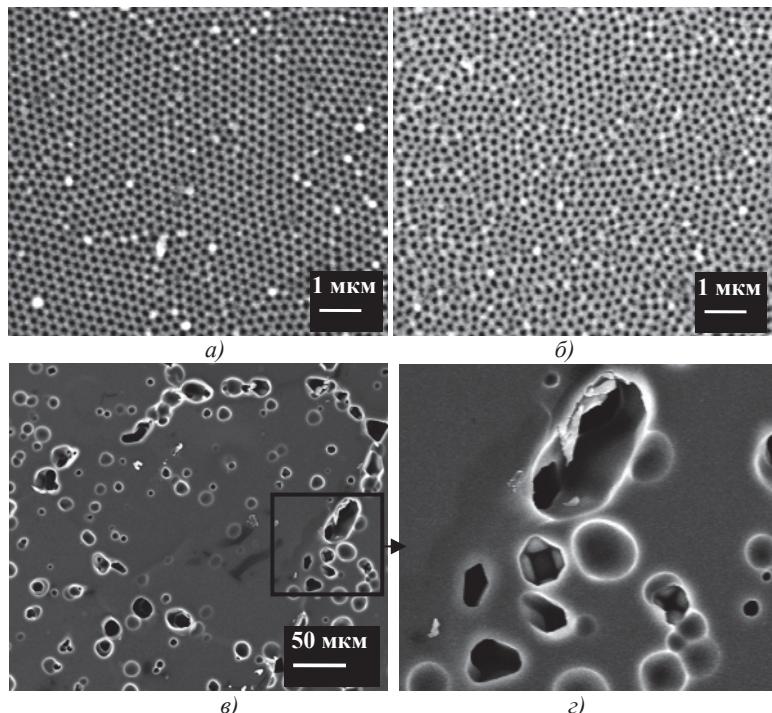


Рис. 1. РЭМ изображения АОА, сформированного на алюминии, отожженного при 450 °C (а) и при 500 °C (б, в, г)

Показано, что сформированный на отожженном при 500°C алюминии анодный оксид характеризуется меньшими областями упорядочения ячеек по сравнению с оксидом, сформированным на алюминии, отожженном при более низких температурах (рис. 1, б). Следует отметить наличие макроскопических дефектов в этих пленках (рис. 1, в, г). Подобные дефекты не наблюдались ни при каких иных технологических условиях.

Величина областей упорядоченного роста для пленок, полученных на алюминии, предварительно отожженном при 200–450°C, постоянна при идентичных остальных технологических условиях (рис. 1, а).

# Исследование влияния текстуры на эволюцию микроструктуры при растяжении сплава Zr-1%Nb

С.Л. Гирсова<sup>1</sup>, Т.М. Полетика<sup>1</sup>, А.Н. Щербина<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия

<sup>2</sup> НИУ «Томский государственный университет», Томск, Россия

Материалы с ГПУ-решеткой обладают выраженной анизотропией упругих и пластических свойств, что приводит к высокой мезоскопической неоднородности пластического течения на уровне зерен и значительному влиянию текстуры на развитие деформации. В работе исследовали влияние текстуры на эволюцию микроструктуры ГПУ-сплава Zr-1%Nb в процессе растяжения при комнатной температуре. Использовали две серии образцов: 1 - ось растяжения параллельна направлению прокатки, 2 – ось растяжения перпендикулярна направлению прокатки. Ранее установлено [1], что для образцов первой серии характерно массовое формирование малоугловых границ (МУГ) с самого начала пластического течения. После достижения критической фрагментированной структуры наблюдали атермическую коалесценцию фрагментов и повторный цикл развития дислокационной субструктурой [1]. Поэтому наибольший интерес представляет анализ эволюции ансамбля деформационных границ.

Дефектную структуру исследовали после различных степеней деформации при помощи методов просвечивающей (ЭМ-125, JEM 2100) и растровой электронной микроскопии (Carl Zeiss «LEO EVO 50») с использованием метода анализа дифракции обратно рассеянных электронов (ДОЭ). Методом РЭМ исследовали эволюцию зеренной структуры. Использование метода ДОЭ позволило связать типы формирующихся деформационных границ с действием различных систем скольжения и двойникования. Проведен анализ эволюции микротекстуры и факторов Шмида для различных систем скольжения в процессе растяжения сплава Zr-1%Nb в условиях формирования шейки, что позволило выявить активность систем скольжения и последовательность их включения в процесс деформации.

Установлено, что интенсивное формирование МУГ и образование фрагментированной структуры происходят в условиях преобладания легкого призматического скольжения. В условиях действия вторичных систем реализуется перестройка системы границ: распад несовершенных МУГ и образование ориентационно устойчивых геометрически необходимых большеугловых границ, расположенных вдоль оси растяжения и разделяющих текстурные компоненты. В результате такой перестройки в образцах первой серии в шейке наблюдается образование ламельной структуры (рис. 1а) и формирование аксиальной текстуры. Далее внутри образованных ла-

мелей заново формируется полосовая и затем и фрагментированная структура (рис.1в).

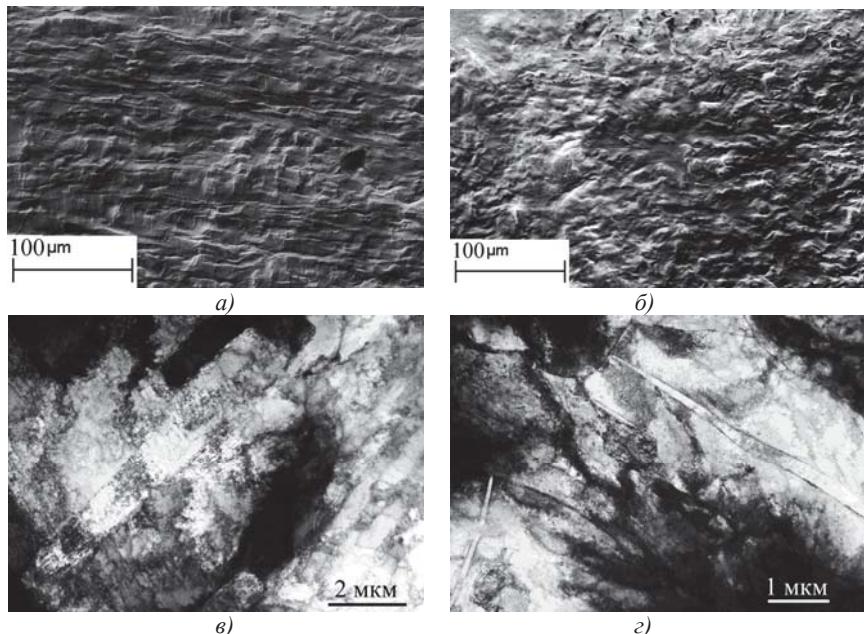


Рис. 1. Деформационный рельеф (а, б) и микроструктура (в, г) сформированные в шейке в образце с осью растяжения параллельно (а, в) и перпендикулярно (б, г) направлению прокатки.

Для образцов, перпендикулярных направлению прокатки, количество благоприятно ориентированных зерен существенно меньше и активизируются двойникование. Наблюдается высокий уровень деформирующих напряжений, низкая активность призматического скольжения, сдерживание формирования субграниц. В результате полосовая субструктура не образуется, а фрагменты формируются только в шейке разрушения (рис. 1г). В отсутствие необходимой эволюции дислокационных субструктур быстрого формирования текстуры не происходит (рис. 1б).

Таким образом, механизм коалесценции фрагментов, способствующий переориентации зерен и является необходимым аккомодационным механизмом при формировании текстуры в ГПУ- сплавах циркония течения.

1. Полетика Т.М., Гирсова С.Л., Пшеничников А.П. ЖТФ, 2011, Т.81, вып.5, 59-64.

# **Фазовый состав продуктов охлаждения расплава смеси Mo<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> и углеродной сажи в зависимости от скорости охлаждения**

Б.А. Гнесин<sup>1</sup>, И.Б. Гнесин<sup>1</sup>, А.Н. Некрасов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

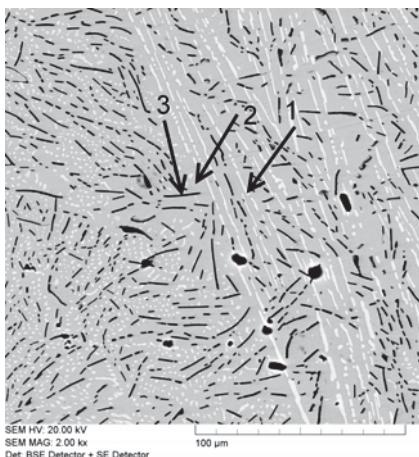
<sup>2</sup> Институт экспериментальной минералогии РАН,  
г. Черноголовка, Московская обл., Россия

В работе исследовали образцы, полученные из исходных смесей порошков Mo<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> и углеродной сажи (1 и 2 мас.-%), которые по своему исходному составу могли содержать значительные объемные доли (40-98%) фазы Новотного (ФН). Как было показано в работе [1], синтез ФН вместе с примесью Mo<sub>2</sub>C (около 2 об.-%) происходит при нагреве именно таких смесей до температуры выше 1700°C. Исследованию подвергали образцы, полученные охлаждением расплавов исходных смесей, используя различные скорости снижения мощности нагрева. С помощью сканирующего электронного микроскопа-микроанализатора Tescan Vega II XMU были проведены исследования структуры и состава. Содержание углерода оценивали по разности 100% и суммы концентраций Mo, W (присутствовавшего в виде примеси, на уровне менее 1 мас.-%) и Si. Рентгеновскую дифракцию изучали на модернизированном дифрактометре ДРОН-3.0 в характеристическом излучении Mo. При определении концентраций Si с помощью волнового детектора применяли дополнительную коррекцию положения максимума линии K<sub>α</sub> для Si на химический сдвиг порядка 1 эВ, что позволило существенно улучшить согласованность (до 1-2 ат.-%) результатов измерения концентраций Mo и Si с помощью энергодисперсионного и волнового детекторов.

В данной работе удалось наблюдать заметные изменения в фазовом составе продуктов цикла нагрев – плавление - медленное охлаждение ниже температуры кристаллизации в зависимости от скорости снижения мощности нагрева расплава вблизи температуры кристаллизации. Если в обычном режиме эта скорость оценивается величиной ~100% мощности /секунду (резкое отключение), то в медленном режиме она составляла 40% мощности за 18 минут (постепенное снижение температуры). На Рис. 1 приведена структура смеси Mo<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>+1%C расплавленной и охлажденной со скоростью, соответствующей второму случаю. Рентгенофазовый анализ шлифа выявил наличие текстурированных силицида Mo<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>, карбида Mo<sub>2</sub>C и слабые линии графита, ФН не была обнаружена.

В качестве возможного объяснения образования графита на Рис.1 можно воспользоваться аналогией с системой Fe-C: при медленном охлаждении

вблизи температуры кристаллизации происходит образование графита, при быстром - образуется цементит. ФН образуется в условиях относительно быстрой кристаллизации, [1], и она, вероятно, является метастабильной. Из Рис. 1 и имеющихся у нас данных рентгеновской дифрактометрии следует, что ФН не образовалась при медленном охлаждении вблизи температуры кристаллизации, но образовался графит. При обычной скорости охлаждения расплава такого состава, соответствующей полному отключению мощности нагрева, графит не образуется, образуются ФН,  $\text{Mo}_5\text{Si}_3$  и карбид  $\text{Mo}_2\text{C}$ , [1].



**Рис.1.** Структура охлажденного с малой скоростью образца расплава смеси  $\text{Mo}_5\text{Si}_3+1\%$  углерода, изображение BSE. Точками 1, 2, 3 соответствует фазам  $\text{Mo}_2\text{C}$ ,  $\text{Mo}_5\text{Si}_3$  и углероду. Карбид кремния не обнаружен. По данным рентгенофазового исследования, Фаза Новотного отсутствует.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта №14-03-00392.

1. *B.A. Gnesin, I.B. Gnesin, A.N. Nekrasov. Intermetallics, 2013, October, v. 41, 82-95 p.*

# **Анализ включений, образовавшихся в пористом графите после обработки расплавом силицидной эвтектики $(W, Mo)_5Si_3 + (W, Mo)Si_2$ с эквиатомным содержанием молибдена и вольфрама**

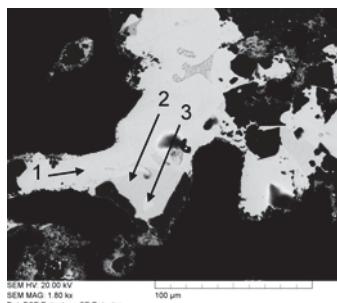
Б.А. Гнесин<sup>1</sup>, И.Б. Гнесин<sup>1</sup>, А.Н. Некрасов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

<sup>2</sup> Институт экспериментальной минералогии РАН,  
г. Черноголовка, Московская обл., Россия

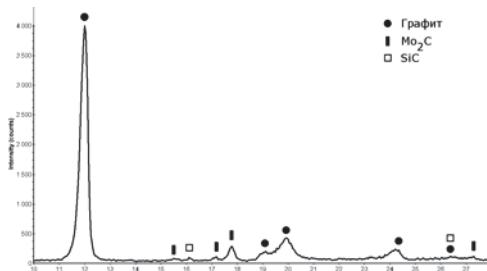
Электроннозондовые исследования поперечных шлифов графита «ГМЗ» были проведены на электронном сканирующем микроскопе Tescan Vega II XMU, оснащенном энергодисперсионным спектрометром INCA Energy 450 и волнодисперсионным спектрометром INCA Wave 700 при ускоряющем напряжении 20 кВ. Содержание углерода оценивали по разности 100% и суммы концентраций Mo, W и Si. Рентгеновскую дифракцию изучали на модернизированном дифрактометре ДРОН-3.0 характеристическом излучении Mo.

В данной работе удалось зафиксировать весьма значительные изменения в распределении Mo и W при образовании карбидов  $(W, Mo)_C$  в результате взаимодействия эвтектики силицидов  $(W, Mo)_5Si_3 + (W, Mo)Si_2$  с углеродом графита. Представленные на Рис. 1 карбиды в точках 1 и 3 имеют состав, соответствующий отношению атомных концентраций  $C_{\text{carbMo}}/C_{\text{carbW}} = 0,16$  и  $0,11$ , соответственно, что значительно отличается от исходного состава силицидной эвтектики, в которой соотношение  $C_{\text{Mo}}/C_{\text{W}} = 1,0$ . В силициде  $(W, Mo)_5Si_3$ , точка 3, непосредственно контактирующем с карбидами, соответствующими точкам 1 и 2, соотношение атомных концентраций  $C_{\text{Mo}}/C_{\text{W}} = 0,837$ , что значительно меньше, чем в случае карбидов, отличается от соотношения Mo/W в исходном силицидном расплаве и соответствует ранее установленному незначительному избытку W фазе  $(W, Mo)_5Si_3$  по сравнению с эквиатомным содержанием W в силицидном расплаве, [2]. Таким образом, с помощью микроанализа удалось зафиксировать значительное перераспределение W и Mo при образовании карбидов этих металлов в результате взаимодействия силицидного эвтектического расплава с углеродом. Неудивительно, что при  $C_{\text{carbMo}}/C_{\text{carbW}} = 0,16$  и  $0,11$  образовались карбиды  $(W, Mo)_C$ , а не  $(W, Mo)_2C$ , что соответствует результатам работы [1]. Оценка концентрации углерода в точках 1 и 3 дала значения 55 и 62 ат.%, соответственно, что, с учетом возможной погрешности, также свидетельствует в пользу образования в этих точках карбидов  $(W, Mo)_C$ .



**Рис. 1.** Пора в графите марки «ГМЗ», после реакции силицидного расплава  $(W,Mo)_5Si_3+(W,Mo)Si_2$  с углеродом, BSE. Слабый контраст между точками 1, 2, 3 соответствует фазам  $(W,Mo)C$ ,  $(W,Mo)_5Si_3$  и  $(W,Mo)C$ , соответственно.

Дифрактограмма поперечного шлифа образца графита «ГМЗ», пропитанного на всю толщину (11 мм), Рис.2, вывела наличие дифракционных линий карбидов  $(W,Mo)_2C$  на фоне линий графита и  $SiC$ . Линии фазы  $(W,Mo)C$  на Рис.2 не были обнаружены, также как и в работе [3] для шлифа, параллельного поверхности графита.



**Рис. 2.** Дифрактограмма поперечного шлифа графита «ГМЗ», помечены характерные линии графита и карбидов  $(W,Mo)C$ .

Таким образом, в данном образце только микроанализ позволил обнаружить карбиды  $(W,Mo)C$ , образование которых, вероятно, обусловлено неожиданно сильным, в 3-4 раза, локальным обогащением W. При этом в непосредственном окружении таких карбидов обнаружен силицид  $(W,Mo)_5Si_3$  с почти эквивалентным содержанием W и Mo.

1. *B.A. Gnesin, I.B. Gnesin, A.N. Nekrasov. Journal of Alloys and Compounds, Volume 549, 5 February 2013, p. 308–318.*
2. *Б.А. Гнесин, И.Б. Гнесин, А.Н. Некрасов. Материаловедение, 8, 2008, с. 21-29.*

# **Композиционные мембранны на основе поливинилового спирта с полиакриловой кисло- той и поли-N, N-диметиламиноэтилметакрилатом**

Г.Н.Губанова, Т.Е.Суханова, М.Э.Вылегжанина, С.В.Кононова

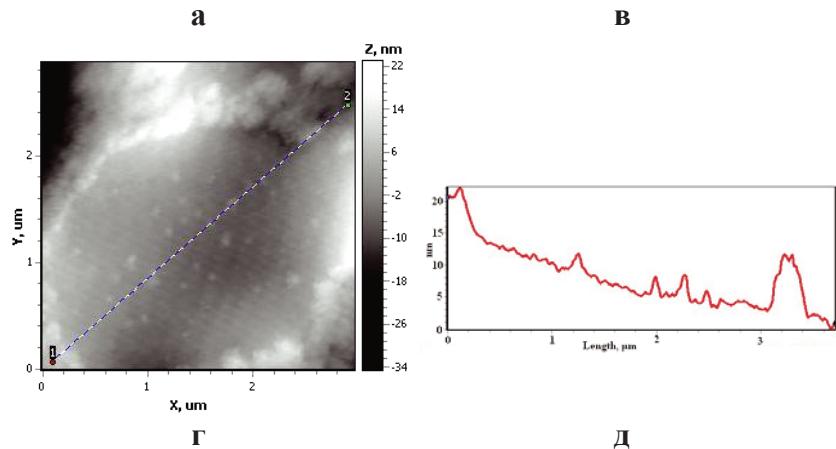
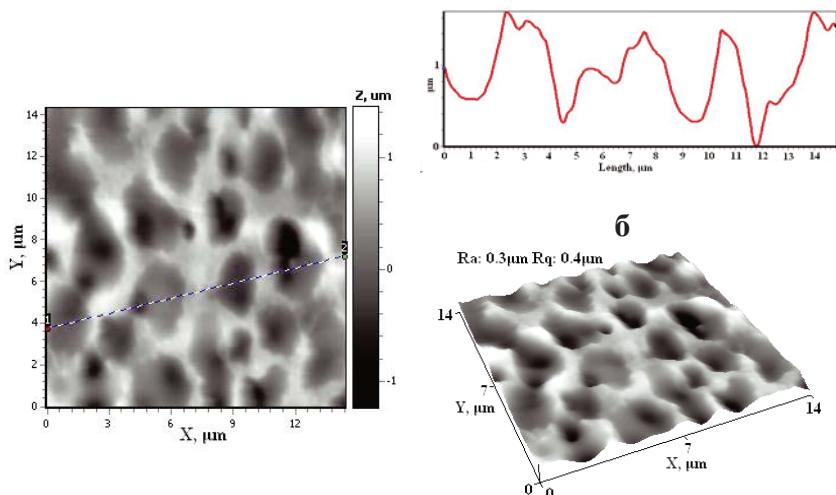
*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки*

*Институт высокомолекулярных соединений Российской академии наук,  
199004, г. Санкт-Петербург, Большой пр. В.О., 31, Россия*

С целью создания новых первапорационных мембран для разделения смесей ароматических и алифатических углеводородов проведено комплексное исследование композиций на основе поливинилового спирта (ПВС) с полиакриловой кислотой (ПАК) и поли-N,N-диметил-аминоэтилметакрилатом (ПДМАЭМА). Показано, что в зависимости от степени гомогенизации исходных концентрированных растворов формируются микрогетерогенные или гомогенные полимерные пленки с различной структурой (кристаллической в случае слабого перемешивания исходных растворов и аморфной при интенсивной гомогенизации), определяющие транспортные свойства полученных композитов [1].

В данной работе методом АСМ изучена морфология поверхности пленок ПВС-ПДМАЭМА в сравнении с пленками ПВС-ПАК, полученных в равных условиях (совмещение водных растворов проводили при 40°C и низкой скорости перемешивания в течение 40 мин). АСМ исследования проводили на атомно-силовом микроскопе модели НТ-206 со стандартными кремниевыми кантителеверами жесткостью 3 Н/м («MicroMash»). Для пленки ПВС-ПАК в данном случае характерна двухфазная морфология, композицию можно рассматривать как механическую смесь двух полимеров, что подтверждается результатами, полученными методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Методом ДСК показана также частичная совместимость компонент пленки ПВС-ПДМАЭМА: регистрируется только одна температура стеклования данной композиции при одновременном снижении степени кристалличности. Поверхность пленок ПВС-ПДМАЭМА характеризуется более сложной губчатой морфологией с системой микропор, пронизывающих стенки губки (Рис.1а,б, в). Стенки ячеек имеют тонкую структуру, состоящую из глобулярных агрегатов, размерами до 100 мкм, предположительно, образованными молекулами ПДМАЭМА (Рис.1 г,д).

На основании полученных данных установлена корреляция транспортных свойств с морфологией поверхности исследуемых пленок.



**Рис. 1** ACM изображения свободной поверхности тонкой пленки ПВС/ДМАЭМ (90:10): а, г-топография поверхности, б, д - профили выделенных участков, в- 3D изображение.

- Губанова Г.Н., Кремнев Р.В., Лаврентьев В.К., Суханова Т.Е., Мельникова Г.Б., Кононова С.В. Структура и морфология мембран на основе поливинилового спирта и полиакриловой кислоты, модифицированных углеродными трубками. Наноструктуры в конденсированных средах. Сборник статей. Минск. Издательский центр БГТУ 2011. С.269-274.

# Применение методов микроскопии для изучения изменения формы и размера частиц в процессе синтеза EuLuCuS<sub>3</sub>

Ж.А. Демчук, А.В. Русейкина

Тюменский государственный университет,  
625009, г. Тюмень, Тюменская обл., Россия

Соединения типа ALnCuS<sub>3</sub> (A = Eu, Sr, Pb) могут использоваться в качестве термоэлектрических, полупроводниковых и магнитных материалов [1, 2]. Литые образцы соединений получены сплавлением AS, Cu<sub>2</sub>S и Ln<sub>2</sub>S<sub>3</sub> в инертной атмосфере при нагревании до 1900 К с последующим отжигом при 970-1170 К в течение 1440-3000 ч [3], причем 30 % образцов после отжига не являлись гомогенными [2]. Представляется интересным получить гомогенное соединение EuLuCuS<sub>3</sub> при меньшей продолжительности и температуре синтеза.

Для этого навески прекурсоров (Cu + оксиды РЗЭ) растворяются в азотной кислоте. Раствор распыляется в реактор при 1270 К и выдерживается в течение 2 ч. Полученный пушкообразный спек пепельно-черного цвета согласно РФА имеет фазовый состав: 47% Eu<sub>1.03</sub>Lu<sub>0.97</sub>O<sub>3</sub>; 28% (Eu, Lu)<sub>2</sub>Cu<sub>2</sub>O<sub>5</sub>; 12% Eu<sub>0.49</sub>Lu<sub>1.51</sub>O<sub>3</sub>; 10% (Eu, Lu)<sub>2</sub>CuO<sub>4</sub> и 4.9% CuO. Результаты рентгеноспектрального анализа (JEOLJSM-6510 LV), полученные в 5 различных местах поверхности шихты, указывают на неоднородность в распределении элементов O, Cu, Eu, Lu. Не обнаружены характеристические линии Si и N, что свидетельствует об отсутствии химического взаимодействия компонентов шихты с кварцем и полное разложение нитратов. Согласно результатам РЭМ шихта, состоит из круглых частиц шириной 0.2-0.4 мкм, длиной 1-1.5 мкм, которые, по данным ACM, состоят из частиц размерами ≤ 25-110 нм (рис. 1).

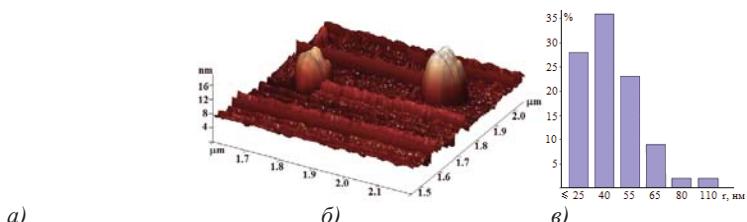


Рис. 1. Изображения РЭМ (JEOLJSM-6510 LV) поверхности шихты (а) и ACM (Ntegra Aura): б) отдельные частицы, в) гистограмма распределения частиц по размерам в шихте, полученной термолизом распыленных нитратов.

Шихту сульфидировали в потоке  $\text{CS}_2$  и  $\text{H}_2\text{S}$  при температуре 1220, 1370 К, со скоростью подачи газа 2.4 л/ч (газ носитель аргон). Через определенные промежутки времени реактор охлаждали и отбирали пробу. Синтез проводили до исчезновения на рентгенограммах проб рефлексов фаз исходной шихты или промежуточных продуктов. В процессе сульфидирования происходит изменение формы и размера зерен исходной шихты. Согласно энергодисперсионному анализу уже на первых минутах синтеза наблюдается резкое уменьшение содержания кислорода в пробе образца и увеличение содержания серы. При микроструктурном анализе шихты, сульфидирующейся при 1220 К в течение 1 ч., наблюдаются овальные зерна новой фазы с размерами до  $1.5 \times 3$  мкм. С увеличением времени сульфидирования по всему объему образца наблюдается рост зерен от  $2 \times 5$  мкм (3 ч.) до  $5 \times 10$  мкм (5 ч.). При обработке распыленных нитратов в потоке сульфидирующих газов при 1370 К в течение 1 ч. нет ярко выраженных зерен, но уже при 3 ч. происходит интенсивное зернообразование по всему объему образца размерами от  $1 \times 2$  мкм до  $7 \times 15$  мкм (рис. 2). Агломераты, имеют овальную форму с рельефной поверхностью и каналами. Об увеличении размеров частиц в процессе сульфидирования свидетельствует и сужение линий на рентгенограммах.

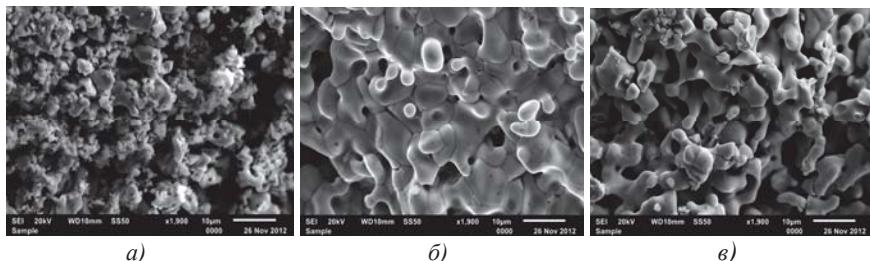


Рис. 2. Изображения РЭМ (JEOLJSM-6510 LV) поверхности шихты сульфидирующейся при 1370 К в течение 1 ч. (а); 3 ч. (б); 6 ч. (в).

В процессе сульфидирования гомогенные порошки  $\text{EuLuCuS}_3$  образуются при 1220 К в течение 5-7 ч, при 1370 К в течение 3-5 ч. Кристаллографические характеристики соединения соответствуют литературным данным [1]. Результаты рентгеноспектрального микроанализа элементов соответствуют теоретическим значениям содержания элементов в пробах образцов  $\text{EuLuCuS}_3$  в пределах погрешности измерений.

1. M.Wakeshima, F. Furuuchi, Y. Hinatsu. J. of Physics: Condens. Matter., 2004, 16. 5503-5518.
2. Н.В. Сикерина. Автореф. дис. канд. хим. наук: 02.00.04. Тюмень, 2005, 26.
3. О.В. Андреев, А.В. Русейкина. Вестник ТюмГУ, 2010, 3, 221-227.

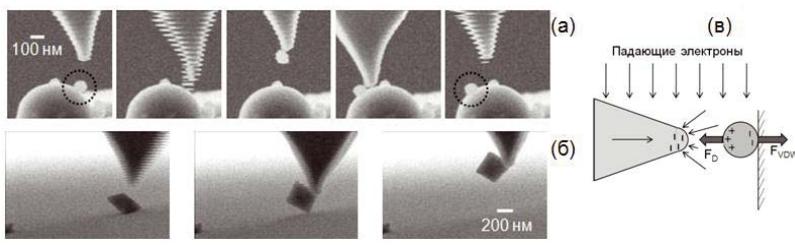
# Электростатическое манипулирование микро- и наночастицами под действием электронного пучка

А.И. Денисюк<sup>1</sup>, Ф.Э Комиссаренко<sup>1</sup>, И.С. Мухин<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, 197101, Санкт-Петербург, пр. Кронверкский, д. 19, Россия

<sup>2</sup> Санкт-Петербургский академический университет — научно-образовательный центр нанотехнологий РАН, 195220, Санкт-Петербург, ул. Хлопина, 8, корп. 3, Россия

Прецизионное перемещение микро- и наночастиц может быть выполнено с помощью атомно-силовых и электронных микроскопов. Перемещение объектов в атомно-силовых микроскопах основывается на механическом или электростатическом взаимодействии между частицей и зондом микроскопа [1]. Однако атомно-силовой микроскоп не позволяет визуализировать результат перемещения: нельзя получать изображения созданных комплексных структур с высоким аспектным соотношением или визуализировать результат модификации зонда микроскопа. Электронные микроскопы не имеют подобных ограничений по визуализации полученных структур. Методы перемещения объектов внутри электронных микроскопов основываются на механическом взаимодействии манипулятора и частицы при одновременной визуализации электронных изображений [2] или путем прямого воздействия поля электронного пучка на перемещаемый объект. Однако последний метод вследствие малости поля электронов может быть реализован лишь для объектов находящихся в специальных условиях (жидкостная ячейка [3] или расплав [4]).



**Рис. 1.** Процесс электростатического манипулирования со сферической частицей  $\text{Al}_2\text{O}_3$  диаметром 80 нм (а) и частицей в форме октаэдра  $\text{WO}_3$  (б). Схематическая иллюстрация подхвата частицы с подложкой, основанного на действии на частицу диполифоретической, силы создаваемой острием, заряжающимся под действием электронного пучка (в).

В данной работе представлен метод перемещения микро- и наночастиц, который основан на электростатическом взаимодействии между объектами, заряжающимися под действием электронного пучка сканирующего электронного микроскопа. Метод позволяет прецизионно перемещать (подхватывать, переносить и скидывать) частицы различных материалов широкого диапазона размеров, а также визуализировать процесс и результат перемещения в реальном времени с высоким разрешением сфокусированного электронного пучка.

Эксперименты по манипулированию проведены для частиц  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{WO}_3$  и вольфрама с размерами от 50 нм до 1 мкм (Некоторые результаты представлены на Рис. 1 а,б). Построена теоретическая модель процесса манипулирования, согласно которой диэлектрофоретическая сила, создаваемая заряженным острием, притягивает частицы, которые удерживаются вандер-ваальсовыми силами на подложке или других частицах (Схематическая иллюстрация модели приведены на Рис. 1в). Проведенные расчеты показали хорошее соответствие модели и экспериментальных результатов.

Метод может найти применение при создании структур на основе сборок из микро- и наночастиц, создании специализированных зондов для сканирующих зондовых микроскопов [5], а также при оценке сил взаимодействия между частицами.

1. S. Kim, F. Shafiei, D. Ratchford, X. Li. *Nanotechnology*, 2011, 22, 115301.
2. Y. Nakazato, T. Yuasa, G. Sekine, H. Miyazawa, M. Jin, S. Takeuchi, Y. Ariga, M. Murakawa. *Microsyst Technol.*, 2009, 15, 859–864.
3. H. Zheng, U. M. Mirsaidov, L.-W. Wang, P. Matsudaira. *Nano Lett.*, 2012, 12, 5644–5648.
4. V. P. Oleshko, J. M. Howe. *Ultramicroscopy*, 2011, 111, 1599–1606.
5. A. I. Denisyuk, M. A. Tinskaya, M. I. Petrov, A. V. Shelaev, P. S. Dorozhkin. *J. Nanosci. Nanotech.*, 2012, 12, 8246–8250.

# Структура нанокристаллических слоев Nb<sub>3</sub>Sn в многоволоконных композитах Nb/Cu-Sn с кольцевыми волокнами

И.Л.Дерягина, Е.И.Патраков, Е.Н.Попова

Институт физики металлов УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия

Для достижения высокой критической плотности тока ( $J_c$ ) сверхпроводников на основе Nb<sub>3</sub>Sn необходимо обеспечивать глубокую проработку Nb волокон и совершенствовать нанокристаллическую структуру сверхпроводящих слоев [1]. Во ВНИИНМ им. ак. А.А. Бочвара (г. Москва) разработана конструкция многоволоконных сверхпроводящих композитов с трубчатыми (кольцевыми) Nb волокнами в бронзовой матрице [2] (рис. 1). Такая конструкция композита позволяет увеличить реакционную поверхность между ниобием и бронзой и, благодаря этому, достичь глубокой проработки Nb волокон. Подбором режимов диффузионного отжига можно обеспечить минимальный средний размер зерна Nb<sub>3</sub>Sn [2, 3].

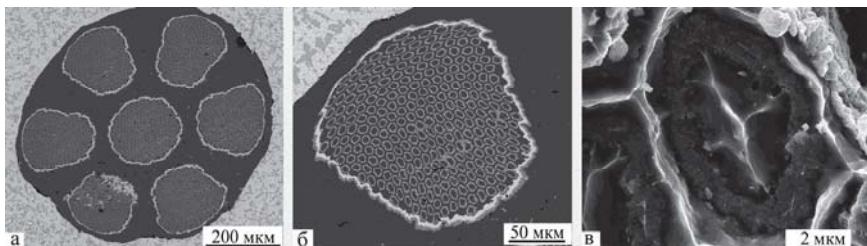
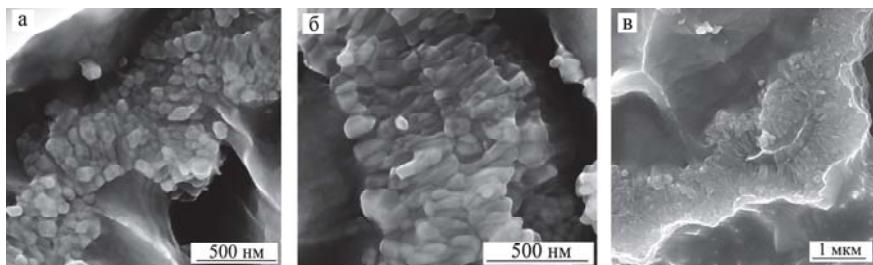


Рис. 1. СЭМ-изображение поперечного сечения композита Nb/Cu-Sn: общий вид стренда композита (а); кластер стренда (б); волокно ниобия с зернами Nb<sub>3</sub>Sn (в).

В работе методами сканирующей (СЭМ Inspect F) и просвечивающей (ПЭМ JEM 200-CX) электронной микроскопии изучены структура и морфология слоев Nb<sub>3</sub>Sn в композитах данной конструкции после разных режимов диффузионного отжига. Исследования проводились на полированых шлифах поперечного и продольного сечения образцов (рис. 1 а, б) композитов Nb/Cu-Sn, а также на изломах (рис. 1 в) проволоки композита после различных режимов диффузионного отжига, отличающихся температурой и временем. Исследование показало, что применение трубчатых, а не сплошных, волокон ниобия обеспечивает более глубокую проработку волокон при всех исследованных режимах отжига. Области остаточного ниobia обнаружены только в тех участках волокон, толщина которых (вследствие неравномерной деформации трубы ниobia во время волочения и

экструзии) превышает заданную техническими условиями толщину трубы (0,9 мкм). Показано, что трубы ниобия в готовом композите имеют переменную толщину стенки (от 0,5 до 1,9 мкм). При этом в тонких участках трубы формируются только равноосные зерна Nb<sub>3</sub>Sn (рис. 2 а), а в утолщенных участках присутствуют как равноосные, так и столбчатые зерна этой фазы (рис. 2 б) наряду с участками остаточного ниобия (рис. 2 в).

Минимальный средний размер зерна фазы Nb<sub>3</sub>Sn и наиболее узкий интервал разброса зерен по размерам получен в композите, подвергнутом диффузионному отжигу 575°C/300ч.



**Рис. 2.** Фрагменты поверхности излома композита с кольцевыми Nb волокнами после отжига 575°C/300ч.

После отжига (575°C/100ч + 650°C/50ч) количество остаточного ниобия уменьшается, но относительная толщина слоя столбчатых зерен возрастает. Увеличение длительности отжига (575°C/150ч + 650°C/100ч) приводит к полной проработке всех Nb волокон, но размеры зерен Nb<sub>3</sub>Sn увеличиваются.

Понимание механизма образования слоев Nb<sub>3</sub>Sn позволяет повысить токовые характеристики сверхпроводника, варьируя режимы диффузионного отжига. Для получения высоких и стабильных токовых характеристик желательно добиваться максимально однородной толщины Nb трубок, не превышающей 1 мкм. В этом случае даже при сокращенном двухступенчатом отжиге возможно полное превращение Nb волокон в сверхпроводящие слои с оптимальной нанокристаллической структурой.

Работа выполнена при частичной поддержке Проекта Президиума РАН №12-П-2-1015. Авторы выражают благодарность Е.А. Воробьеву и Е.А. Дергуновой за предоставленные для исследования образцы.

1. Дерягина И.Л., Попова Е.Н., Романов Е.П., Дергунова Е.А. и др. ФММ, 2012, 113(4), 413-427.
2. Vorobieva A.E., Shikov A.K., Pantyrny V.I., et al. IEEE Trans. Appl. Supercond., 2005, 15(2), 3407-3409.
3. Попова Е.Н., Родионова Л.А., Попов В.В., Романов Е.П. и др. Материаловедение, 2005, 3, 14-18.

# **Формирование текстурированных пленок Fe и Ni с различным микроструктурным строением методом магнетронного распыления на постоянном токе**

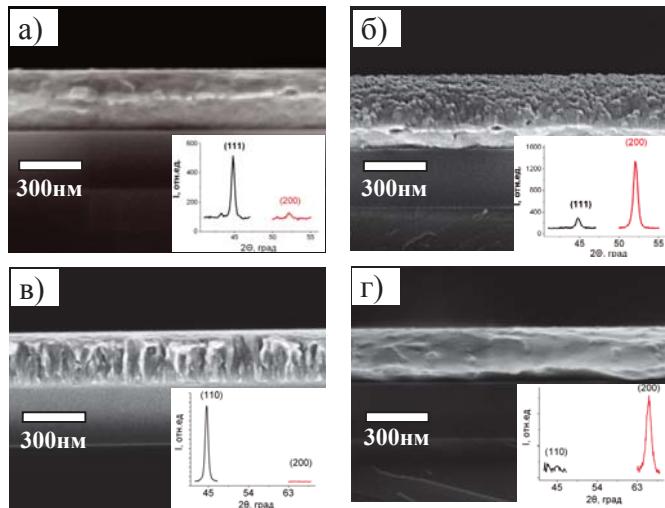
А. С. Джумалиев, Ю. В. Никулин, Ю. А. Филимонов

*Саратовский филиал ИРЭ им. В. А. Котельникова РАН,  
г. Саратов, ул. Зеленая, д.38, Россия*

Известно, что кристаллографическая ориентация и микроструктурное строение тонких пленок ферромагнитных (ФМ) 3-d металлов оказывает существенное влияние на их магнитные параметры [1]. Соответственно, возможность управления микроструктурой пленки и ее кристаллографической ориентацией дает дополнительные возможности их практического применения. Цель работы—изучение возможности формирования текстурированных пленок Fe и Ni с различной кристаллографической ориентацией и микроструктурным строением на аморфной подложке методом магнетронного распыления на постоянном токе. Пленки Ni и Fe толщиной  $d \approx 300-400$  нм на подложках  $\text{SiO}_2$  (300нм)/Si осаждались при комнатной температуре методом магнетронного распыления на постоянном токе при давлении аргона 0.2 Па на подложки, находящиеся по потенциалом смещения относительно земли  $U_{\text{cm}} \approx -100$ В и  $U_{\text{cm}} \approx +100$ В, что позволяло добиваться изменения микроструктурного строения и кристаллографической ориентации ФМ пленок. Установлено, что осаждение при  $U_{\text{cm}} \approx +100$ В приводит к формированию текстуры (200) для пленок Ni и Fe, при этом микроструктурное строение пленки по толщине определяется материалом пленки: для пленок Fe наблюдается формирование квазиоднородной микроструктуры, для пленок Ni происходит изменение микроструктуры с квазиоднородной на столбчатую при достижении пленкой критической толщины, значение которой определяется условиями осаждения. Осаджение при  $U_{\text{cm}} \approx -100$ В приводит к формированию пленок Ni с текстурой (111) с квазиоднородной микроструктурой, тогда как для пленок Fe происходит формирование текстуры (110) и столбчатой микроструктуры.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ: гранты № 13-07-01023, № 14-07-31107

1. Yi J.B., Zhou Y.Z., Ding J., et al An investigation of structure, magnetic properties and magnetoresistance of Ni films prepared by sputtering . JMMM, 2004, 284. p. 303



**Рис.1** СЭМ изображения поперечного сечения пленок Ni (а, б) и Fe (в, г), выращенных при напряжении смещения на подложке  $U_{cm} \approx -100$  В (а, в) и (2)  $U_{cm} \approx +100$  В (б, г). На вставках приведены дифрактограммы пленок (Cu-K $\alpha$ ).

# **Морфология и структурные особенности углеродного инвертированного опала**

Г.А. Емельченко<sup>1</sup>, В.М. Масалов<sup>1</sup>, А.А. Жохов<sup>1</sup>, И.И. Ходос<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики твердого тела Российской академии наук, Черноголовка Московской области, РФ

<sup>2</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем технологий микроэлектроники РАН, Черноголовка Московской области, РФ

Наноструктурные углеродные материалы находят широкое применение во многих областях техники. Наиболее активно развиваются направления, связанные с портативными источниками питания в микроэлектронике, накопителями энергии, компонентами силовых импульсных устройств и других приборов, где существует необходимость быстродействующего источника энергии. Важнейшими параметрами углеродных материалов, используемых в электрохимических источниках питания в качестве электродов, являются площадь удельной поверхности, размеры и топология пор. Высокая площадь удельной поверхности углерода повышает способность к аккумулированию зарядов на его поверхности. Основной вклад в площадь удельной поверхности вносят микропоры (диаметр менее 2 nm). Для быстрого переноса ионов в объеме электродного материала чрезвычайно важно присутствие мезопор (диаметр от 2 до 50 nm). Взаимосвязанная система микро - и мезопор в сочетании с высокой площадью поверхности электродов повышают выходные характеристики устройств.

В данной работе представлены результаты исследования морфологии и микроструктуры углеродных образцов с решеткой инвертированного опала. Образцы синтезировали методом термохимической обработки опаловых SiO<sub>2</sub> - матриц, заполненных углеродсодержащими соединениями, с последующим растворением из них диоксида кремния. Образующиеся в результате такого процесса структуры представляли собой реплику регулярных пустот опаловой матрицы, содержащие взаимосвязанную систему микро-, мезо- и макропор с высокой удельной площадью поверхности. Методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения в сочетании с методами КР -, ИК- и ФЛ спектроскопии показано, что углерод присутствует в композите в нескольких фазовых состояниях: аморфный углерод; графит нанокристаллический; сферические частицы углерода, содержащие концентрические графитоподобные оболочки (луковицы); фрагменты алмазной фазы. Установлено, что луковицеобразные частицы образуются в процессе изготовления структуры при высокотемпературной обработке. На одном из участков образца была обнаружена гигантская луковицеобразная частица диаметром около 100 nm. На рис.1 показана верхняя

половина частицы. Такая гигантская онион-частица образовалась на месте октаэдрической пустоты в решетке опала, полностью заполненной углеродом, так как размер окта-пустоты равен  $0.42 D_{\text{SiO}_2}$ , где  $D_{\text{SiO}_2}$  - диаметр шарика. Мы использовали в настоящей работе опалы с размером шаров диоксида кремния около 260 нм. Размеры октапор в такой матрице соответствуют вписанной сфере диаметром около 100 нм.

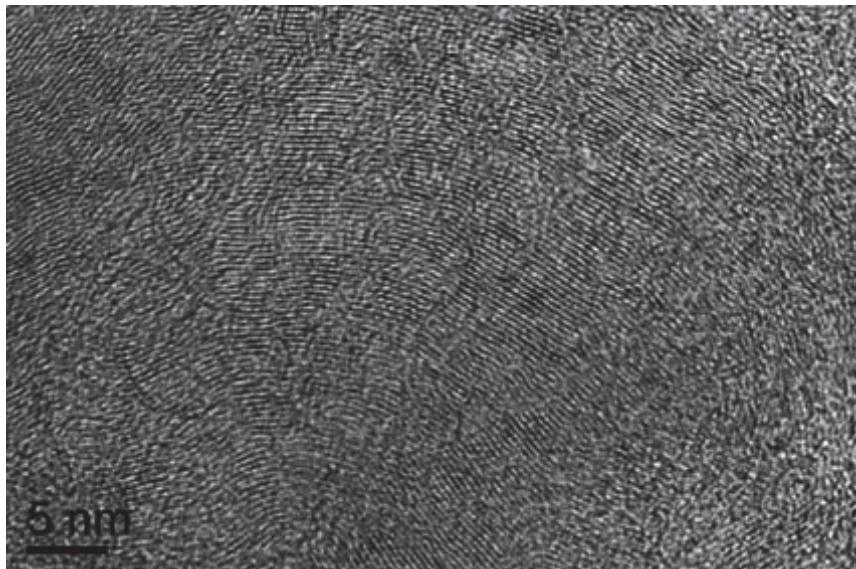


Рис. Фрагмент гигантской сферической частицы углерода (onion-like)

Сделано предположение о том, что кристаллиты алмаза образуются в центре луковицеобразных частиц в процессе высокотемпературной обработки композита.

Работа поддержана проектом РФФИ № 13-02-00777. Авторы благодарят Сухинину Н.С. за помощь в работе.

# **Гексагональный кремний. Изучение особенностей морфологии и электрических свойств методами АСМ и РЭМ**

В.Г.Еременко, П.С. Вергелес

*Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия*

В последние годы возник интерес к гетероструктурам, состоящим из политипов одного и того же материала, но имеющего разные кристаллические структуры. Примером этого являются гетероструктуры на основе вюрцитной и сфалеритной модификаций ZnS, GaN, SiC, в которых проблемы, связанные с наличием различных элементов могут быть устранены [1]. Особое внимание уделяется основному материалу микроэлектроники – кремнию. Здесь также имеет место уникальная ситуация - существование политипов: кубической алмазной и гексагональной структур [2,3]. Создание кремниевой гетероструктуры на основе наиболее простой пары - вюрцитной (2Н)/алмазной (3С) должно иметь целый ряд преимуществ, отсутствие рассеяния на областях атомного разупорядочения в отличие от композиционных слоев, диффузии атомов на границе и возникновения дефектов из-за наличия деформаций на интерфейсе. Это открывает дополнительные возможности в создании новых электронных устройств на основе Si, таких как резонансно-тунNELьные и другие приборы на основе гетероструктур, реализация которых была возможна лишь с использованием SiGe или SiGeC технологий на Si. Экспериментальные наблюдения стабильного вюрцитного 2Н кремния, возникающего при использовании ряда традиционных технологий весьма немногочисленны и указывают на возникновение кластеров фазы нанометровых или микронных размеров [4,5,6]. В действительности, контролируемое создание структур 2Н Si является до настоящего времени нерешенной проблемой. Впервые, образование 2Н-Si при высоком давлении и термической обработке было обнаружено более 40 лет назад [7]. Позже, было показано образование 2Н-Si в экспериментах по индентированию Si при высоких температурах [8]. Возможности же эпитаксиального роста HexSi, наиболее интересного с точки зрения технологии, пока совершенно неясны. Это, очевидно, связано с недостаточным пониманием реального механизма генерации 2Н структуры, атомных особенностей ее строения и физических свойств. Целью данной работы являются эксперименты по созданию изолированных прослоек гексагональной 2Н фазы и попытка выявления тонких элементов морфологии ламелей, изучение особенностей элементов кристаллографии прослоек фазы, предполагая,

что имеет место мартенситный характер превращения. Основу для исследований составляет создание изолированных протяженных ламелей 2H-Si фазы (длиной до 30-40 мкм), реализованное в экспериментах по индентированию Si в специальных условиях низких температур и нагрузок (Рис.1).

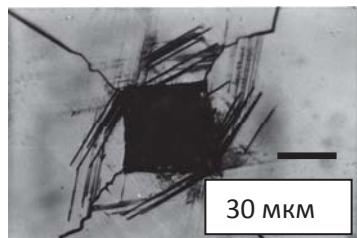


Рис. 1. Прослойки фазы 2H-Si вблизи опечатка индентора на плоскости Si (110).

Данные эксперименты впервые предоставляют уникальный изолированный объект для прецизионных ACM экспериментов по анализу особенностей морфологии HexSi. Проведены первые эксперименты по прямому изучению электрических свойств фазы методами ACM - проводимости, и объемных электрических рекомбинационных свойств фазы методом РЭМ EBIC. В целом, данные исследования исследований представляет интерес для дальнейшего развития возможных подходов к проблеме выращивания гексагонального Si и поиска технологических путей создания новых электронных элементов с использованием HexSi.

1. *A. Fissel. Phys. Rep., (2003), 379, 149–255.*
2. *S.Q. Wang, H.Q. Ye. J. Phys. Condens. Matter., (2003), 15, L197–L202.*
3. *C. Raffy, J. Furthmüller, and F. Bechstedt. Phys. Rev., (2002), **B 66**, 075201.*
4. *A. Fissel, E. Bugiel, C.R. Wang, H.J. Osten. Mater. Sci. Eng. B. (2006), 134, 138–141*
5. *T.-Yo. Kim, Ch. Huh, N.-M. Park, Ch.-J. Choi and M. Suemitsu. Nanoscale Res. Lett. (2012), 7, 634-639.*
6. *Y. Zhang, Z. Iqbal, S. Vijayalakshmi, and H. Grebel, Appl. Phys.Lett., (1999), **75**, 2758..*
7. *R.H. Wentorf, Jr. and J.S. Kasper. Science, (1963), **139**, 38.*
8. *V. G. Eremenko and V. I. Nikitenko. Phys. Status Solidi A, (1972) **14**, 317-330.*

# Моделирование процессов синтеза наночастиц и анализ результатов методами РЭМ и АСМ

В.А. Жабрев<sup>1</sup>, В.И. Марголин<sup>2</sup>, В.А. Тупик<sup>2</sup>, Л.Ю. Аммон<sup>2</sup>, Чу Чонг Шы<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Санкт-Петербургский государственный технологический институт (ТУ),  
Санкт-Петербург, Московский пр., д. 26

<sup>2</sup> Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет  
"ЛЭТИ", Санкт-Петербург, ул. Проф. Попова, 5

Синтез, исследование и применение наноразмерных частиц являются одной из задач нанорадиоэлектроники на современном этапе, поэтому необходимым представляется разработка методик моделирования процессов зарождения и роста таких наночастиц и модельного изучения их структуры с непременным сравнением и корректировкой моделей с экспериментальными результатами. Успешность разработки и синтеза новых наноматериалов и устройств на их основе во многом определяется пониманием физики и химии процессов самоорганизации ансамблей наночастиц. Миграция атомов и молекул по поверхности подложки и процессы зарождения и динамики роста наночастиц формируют на подложке или в пространстве упорядоченный ансамбль определенной архитектуры, который зависит от многих параметров. Моделируя процессы зарождения и динамику роста наночастиц на подложке удается предсказать структуру и форму наноразмерной пленки или трехмерной наночастицы [1].

Анализ процессов самоорганизации традиционными методами моделирования будет сопряжен с определенными проблемами вследствие необходимости учета широкого диапазона временных и размерных эффектов. Методы, учитывающие многомасштабность, обычно подразумевают использование информации, полученной в одном масштабе, для последующего моделирования процессов на более высоком уровне размерности [2]. Кинетика зарождения и роста тонких пленок определяется не только параметрами процесса конденсации, но и зависит от реальной структуры кристаллической подложки. Процесс зарождения кластеров протекает в основном на вакансиях, выходах дислокаций на поверхность, примесных атомах, ступенях и пр. Однако, при определенных условиях возможно зарождение и образование малоатомных кластеров на бездефектных участках подложки, поскольку при повышении температуры подложки и увеличении подвижности атомов возрастает и роль дефектов в процессе образования кластеров [3,4].

Большинство моделей, имитирующих образование и развитие беспорядочных объектов разной природы в действительности сводится или к перколяционной модели, или к моделям ограниченной диффузией агрега-

ции (ОДА), ограниченной диффузией кластерной агрегации (ОДКА) или кластер-кластерной агрегации (ККА) [5], сформированных ограниченной диффузией и случайным блужданием без пересечения.

При компьютерном моделировании ОДА-процесса на начальном этапе в центре области устанавливается затравочное зерно, затем из удаленного источника на границе области поочередно выпускаются частицы, которые совершают броуновское движение и в конечном итоге прилипают к неподвижному зерну. В качестве затравки использовалось неравномерное локальное распределение электрического поля над поверхностью подложки или нерегулярность поверхности подложки, сопоставимая с дефектом или дислокационным выходом. Мы усложнили задачу, рассматривая броуновское движение до определенного момента, а далее моделировали движение частицы, как движение в информационном поле воздействия затравки, причем по мере продвижения частицы к затравке характер воздействия менялся. Для описания процесса зарождение тонкопленочного фрактального кластера или агрегата нами и введен потенциал взаимодействия, описывающий характер взаимодействия частицы и затравки [6,7].

Результаты моделирования сопоставлялись с экспериментальными исследованиями методами РЭМ и АСМ зарождения некоторых структурных образований, полученных при щелочном гидролизе кремнезема и последующей сушки геля. Хаотичная структура высушенного геля коррелирует с модельной структурой [8].

Литература:

1. Жабрев В.А., Марголин В.И., Тупик В.А. О самоорганизации наноразмерных частиц в процессах их агрегации // Нанотехника.- 2013.- № 1 (33).- С. 25-31.
2. Xiao S.P., Yang W.X. A meshfree particle method with stress points and its applications at the nanoscale// International Journal of Computational Methods. 2005. Т. 2. №3. Р.293-313.
3. В.А. Жабрев, В.Т. Калинников, В.И. Марголин, А.И. Николаев, В.А. Тупик Физико-химические процессы синтеза наноразмерных объектов. СПб.: Изд-во "Эл-мор", 2012. 328 с.
4. Марголин В.И., Жабрев В.А., Лукьянов Г.Н., Тупик В.А. Введение в нанотехнологию: Учебник, - СПб.: Издательство "Лань", 2012.- 464 с. гриф УМО
5. Смирнов Б.М. Физика фрактальных кластеров.- М.: Наука. 1991.- 136 с.
6. Чуптина С.В., Жабрев В.А., Аммон Л.Ю., Марголин В.И., Пугачев С.И. Образование и агрегация наночастиц в химических реакциях // Известия академии Инженерных Наук им. А.М. Прохорова № 3 2013 с.52-64.
7. Жабрев В.А., Чуптина С.В., Марголин В.И. Самоорганизация как детерминированный выбор направления химического процесса. Часть I. Химический аспект // Нанотехника.- 2011.- № 4.- С. 44-52.
8. Аммон Л.Ю. Компьютерное моделирование роста наноразмерных структур на начальных стадиях химических реакций Автореф. дис... канд. техн. наук, СПбГЭТУ "ЛЭТИ", 2012.- 18 с.

# Формирование фаз и микроструктуры керамики на основе ZnO и TiO<sub>2</sub>

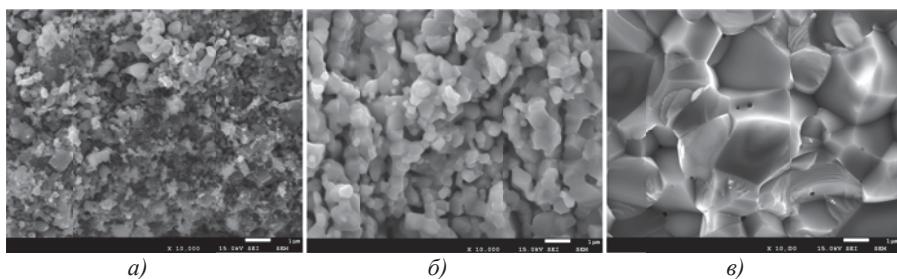
Г. М. Зеер

*Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Сибирский федеральный университет»  
Россия, Красноярск, пр. Свободный, 79*

Одним из практических применений оксида цинка в сочетании с титанатом цинка является использование их в качестве дугогасящей и дисперсионноупрочняющей фаз в электроконтактных материалах на основе меди с целью повышения твердости и срока эксплуатации контактов. Поэтому исследование формирования микроструктуры керамики, содержащей фазы титаната цинка и оксида цинка, полученной на режимах спекания электроконтактов, является актуальной задачей.

Исследование микроструктуры и элементного состава образцов проводили методами сканирующей электронной микроскопии с помощью JSM 7001F и системы микроанализаторов Oxford Instruments.

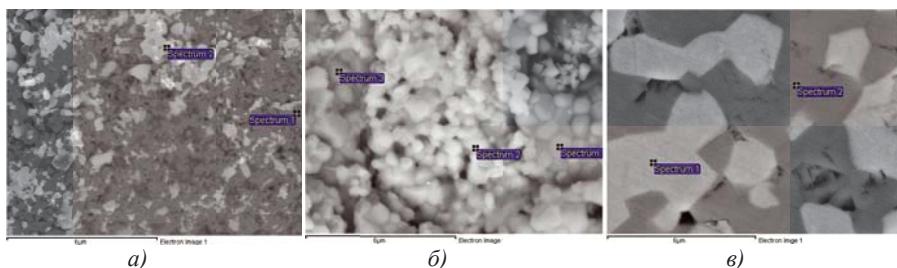
Для исследования формирования микроструктуры и фаз были получены образцы: (1) прессовки и (2) компакты, спеченные при температурах 675°C, 950°C, 1200°C. Анализ микроструктуры изломов образцов позволяет исследовать процесс формирования контактов между частицами и образование фаз при спекании (рис.1).



**Рис. 1.** Электронно-микроскопические изображения поверхности излома образцов: *a* – спекание при 675°C; *б* – спекание при 950°C; *в* – спекание при 1200°C.

Начальная стадия спекания выявлена при температуре 675°C: между частицами появляются небольшие площадки, идет начальное укрупнение зерен (рис. 1, *a*). Далее, при температуре 950°C формируются перешейки в области контакта частиц, образуются зерна с максимальным размером не

более 1 мкм (рис. 1, б), при температуре 1200°C размер зерна увеличивается в несколько раз и достигает нескольких микрон, процесс спекания сопровождается уменьшением пористости до 10% (рис. 1, в).



**Рис. 2.** Электронно-микроскопические изображения шлифов спеченных образцов: а – спекание при 675°C; б – спекание при 950°C; в – спекание при 1200°C.

Электронно-микроскопические изображения микроструктуры шлифов, представленные на рис. 2, получены с использованием детектирования обратно рассеянных электронов, позволяющие различить фазы по атомному весу. В состав светло-серых зерен входят цинк и кислород, в темно-серых зернах обнаружены три элемента: титан, цинк и кислород (табл. 1).

**Таблица 1.** Элементный состав спектров, полученных на спеченных образцах керамики на основе оксидов  $\text{TiO}_2$  и  $\text{ZnO}$

№	Элементный состав, атомн. %								
	$T_{\text{спек.}} = 675^{\circ}\text{C}$			$T_{\text{спек.}} = 950^{\circ}\text{C}$			$T_{\text{спек.}} = 1200^{\circ}\text{C}$		
	O	Ti	Zn	O	Ti	Zn	O	Ti	Zn
1	51,28	1,52	47,20	57,38	13,29	29,33	48,96	-	51,04
2	51,35	1,76	46,89	52,62	-	47,37	57,06	13,93	29,01

Таким образом, в образцах обнаружены две фазы  $\text{Zn}_2\text{TiO}_4$  и  $\text{ZnO}$ , объемное соотношение которых составляет, приблизительно, 1 : 3.

Анализ микроструктуры показал, что температура спекания, равная 950 °C, является оптимальной с точки зрения формирования дисперсно-упрочняющих фаз на основе оксидов цинка и титана в электроконтактных материалах на основе меди.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 13-08-01003-а).

# Исследование процесса кристаллизации нанокомпозита Ag/полиакрилонитрил

В. А. Злобин, Ю. Г. Сорокин

Всероссийский электротехнический институт им. В.И.Ленина, 111250, Москва

В настоящее время в производстве мощных полупроводниковых приборов для соединения полупроводниковых структур с термокомпенсаторами в основном применяют пайку или сплавление. Эти технологии не позволяют получить требуемые для нужд современной техники теплопроводность между структурой и термокомпенсатором и широкий диапазон рабочих температур.

В последнее время во всем мире ведутся работы по освоению альтернативной технологии низкотемпературного спекания, основанной на применении композитов с наночастицами серебра [1]. С ее помощью можно получить соединение с малым тепловым и электрическим сопротивлением, более стойкое к термоциклированию и работоспособное как в области высоких до 180÷200°C, так и низких, вплоть до криогенных, температур. Настоящая работа является продолжением исследований по низкотемпературному спеканию [2,3], имеющему перспективу практического применения в производстве широкого спектра полупроводниковых приборов.

Проведено комплексное изучение процессов, происходящих при нагреве коллоидного раствора  $\text{AgNO}_3$  в органическом дисперсанте полиакрилонитрила (ПАН). В растворе дисперсант предохраняет наночастицы серебра от агрегации.

Путем нагрева до 60 – 80 °С из раствора изготавливались пленки, которые для выяснения динамики удаления дисперсanta при нагреве пленок были исследованы с помощью методики термогравиметрического анализа (ТГА) (рис. 1).

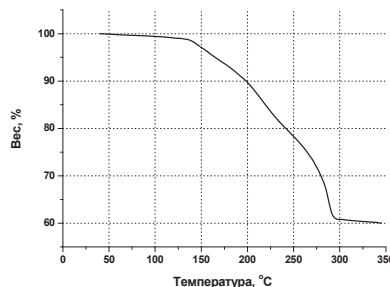


Рис. 1. Зависимость веса навески пленки от температуры (метод ТГА)

Процессы стеклования раствора и кристаллизации наночастиц серебра при нагреве изучались с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии. Из полученных данных можно заключить:

а) активное удаление дисперсанта происходит в диапазоне температур 140 – 280 °C;

б) пик кристаллизации наночастиц серебра находится вблизи T=290 °C.

Дальнейшие эксперименты проводились в этом температурном диапазоне.

Пленки, изготовленные по описанному выше способу, помещались между двумя стеклянными пластинками, которые сжимались под давлением около 50 МПа и нагревались в вакууме до  $T_{max} = 170, 230$  и  $320$  °C.

С ростом  $T_{max}$  изменялись и структура пленки, и площадь серебрения. На рис. 2 приведена микрофотография пленки после нагрева до  $T_{max}=320$  °C. На рис. 3 распределение концентрации серебра по площади пленки после нагрева до 230 и 320 °C, кривые 1 и 2 соответственно.

Структура и элементный состав пленок исследовались на сканирующем электронном микроскопе JSM-35, оснащенном рентгеновским энергодисперсионным спектрометром KEVEX-5100.

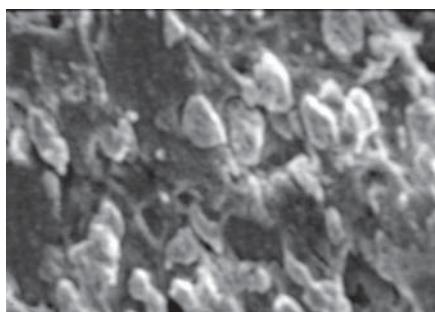


Рис.2. Пленка серебра после кристаллизации.  $T_{max}=320$  °C. SEI, 1000X.

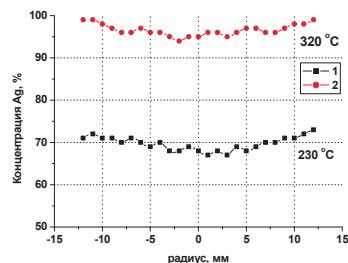


Рис.3. Распределение концентрации серебра по диаметру пленки. 1- $T_{max}=230$  °C [2], 2- $T_{max}=320$  °C.

Приведенные данные свидетельствуют, что нам удалось практически полностью удалить основную часть дисперсанта в ходе процесса и получить мелко кристаллическую структуру серебряного слоя.

1. С. Göbl, Компоненты и технологии, 2009, №7, с. 92
2. В.А.Злобин, Ю.Г.Сорокин, В.В.Козлов. XXIII Российской конференция по электронной микроскопии, Черноголовка, 2010 г., тез. докл., с. 105.
3. Свидетельство о регистрации НОУ-ХАУ на "Способ получения нанокомпозита Ag/полиакрилонитрил под действием ИК нагрева" № 33-249-2013 ОИС от 03 июля 2013г, МИСиС.

# **Топография поверхности и электрофизические свойства полимерных пленок ППК+CdS в зависимости от их толщины и концентрации наночастиц**

О.П. Иванова<sup>1</sup>, Е.П. Криничная<sup>1</sup>, С.А. Завьялов<sup>2</sup>, И.А. Мисуркин<sup>3</sup>,  
С.В. Титов<sup>2</sup>, Е.И. Григорьев<sup>2</sup>, Т.С. Журавлева<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ФГБУН Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН,  
119334, г. Москва, ул. Косыгина, 4, Россия

<sup>2</sup> ФГУП ГНИЦ РФ Научно-исследовательский физико-химический институт  
им. Л.Я. Карпова, 103064, Москва, ул. Воронцовское поле, 10, Россия

Для пленок полимерных нанокомпозитов ППК+CdS, полученных методом твердофазного криохимического синтеза [1] на подложках из оптического кварца, при комнатной температуре выполнены исследования топографии поверхности методом АСМ, оптических спектров поглощения, темновой ( $\sigma_d$ ) и фотопроводимости ( $\sigma_{ph}$ ) в зависимости от концентрации ( $C \sim 5 - 100$  об. %) наночастиц и толщины пленок ( $d \sim 0.02, 0.5$  и  $1.0$  мкм). Электрические измерения проводились в ячейках поверхностного типа с вакуумно напыленными медными электродами. АСМ исследования выявили сильную зависимость топографии поверхности пленок от их толщины и концентрации наночастиц. Для темновой и фотопроводимости обнаружены немонотонные концентрационные зависимости  $\sigma_d(C)$  и  $\sigma_{ph}(C)$  с максимумами при концентрациях  $C_{\max} \sim 11$  ( $d \sim 0.02$  мкм), 30 об. % ( $d \sim 0.5$  мкм) и 50 об. % ( $d \sim 1.0$  мкм). Проводимости ( $\sigma_d$  и  $\sigma_{ph}$ ) пленок чистого сульфида кадмия (без полимера,  $C = 100$  об. %) оказались значительно ниже значений  $C_{\max}$ . Спектр поглощения пленки с  $C \sim 50$  об. % при  $d \sim 1.0$  мкм сдвинут в длинноволновую область на  $\sim 150 - 200$  нм по сравнению с пленками других концентраций при той же толщине. Изменение электрических и оптических свойств пленок сопоставлены с модификацией их морфологии в зависимости от  $C$  и  $d$ . Сравнение полученных результатов с ранее выполненными исследованиями [2,3] более тонких пленок ППК + CdS ( $d \sim 0.02$  и  $0.5$  мкм) указывает на зависимость проводимости и параметров поверхности от толщины пленок.

1. Е.П. Криничная, О.П. Иванова, С.А. Завьялов, Е.И. Григорьев, Т.С. Журавлева. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2012, 1, с. 28-36.
2. И.А. Мисуркин, С.В. Титов, Т.С. Журавлева, И.В. Клименко, С.А. Завьялов, Е.И. Григорьев, С.Н. Чвалун. // Журнал Физической Химии, 2009, 83 (3), с. 534-540.
3. Т.С. Журавлева, О.П. Иванова, Е.П. Криничная, И.А. Мисуркин, С.В. Титов, С.А. Завьялов, Е.И. Григорьев. // Химическая Физика, 2011, 30 (8), с.75-82.



# Структура гидроксиапатитовой керамики, подвергнутой интенсивной пластической деформации

В.М. Иевлев<sup>1,2</sup>, С.М. Баринов<sup>3</sup>, В.С. Комлев<sup>3</sup>, А.Ю. Федотов<sup>3</sup>,  
А.В. Костюченко<sup>2</sup>, С.В. Добаткин<sup>3</sup>, А.Р. Кильмаметов<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, г. Москва, Россия

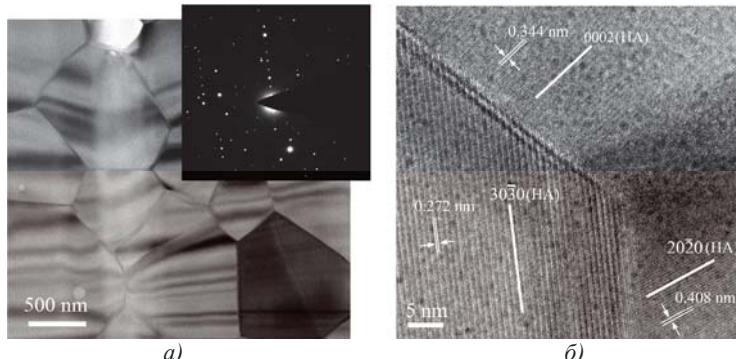
<sup>2</sup> Воронежский государственный университет, г. Воронеж, Россия

<sup>3</sup> Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, г. Москва, Россия

<sup>4</sup> Технологический институт Карлсруэ, г. Карлсруэ, Германия

Представлены результаты исследования методами рентгеновской дифрактометрии, высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии<sup>1</sup> (ПЭМ) и наноиндентирования исходной гидроксиапатитовой ( $\text{ГА}, \text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ ) керамики и подвергнутой после помещения в медную оправку интенсивной пластической деформации (ИПД) кручением под давлением 6 ГПа.

Структура исходной керамики компактная субмикрокристаллическая с размером зерен до 1,0 мкм (рис. 1а). Прямолинейный характер границ и углы в тройных стыках зерен, близкие к 120°, отражают равновесную зеренную структуру. В объеме зерен и на межзеренных границах аморфная фаза не выявляется, дислокаций в зернах нет (рис. 1б).

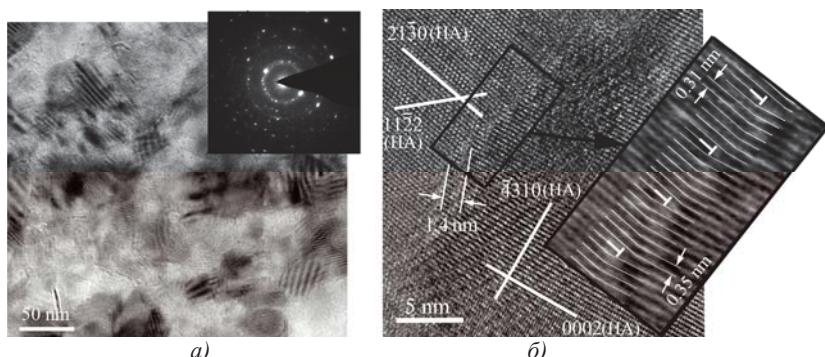


**Рис. 1** ПЭМ изображение зеренной субструктурой в режиме амплитудного контраста и картина микродифракции (а) и ПЭМ изображение в режиме фазового контраста (б) тонкого среза исходной керамики

Результат ИПД керамики – превращение части объема в порошок с сохранением компактного фрагмента, составлявшего 30% объема исходного

<sup>1</sup> Выполнено в ООО «Системы для микроскопии и анализа», г. Москва

образца. При сохранении компактной структуры дисперсность зеренной структуры образца в результате ИПД изменяется более чем на порядок величины: поперечные размеры зерен не превышают 50 нм (рис. 2а). В нанозернах деформированной керамики не выявлены дислокации деформационного происхождения. Выявлены периодические ряды зернограницевых дислокаций, компенсирующих размерное и ориентационное несоответствие при сопряжении плоскостей кристаллической решетки ГА на межзеренной границе (рис. 2б). В объеме образца выявлены включения трехкальциевого фосфата ( $\alpha$ -Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>) и области с аморфной структурой.



**Рис. 2** ПЭМ изображение зеренной субструктурой в режиме амплитудного контраста и картина микродифракции (а) и ПЭМ изображение в режиме фазового контраста (б) тонкого среза образца керамики, подвергнутой ИПД

Исследование твердости показало более чем двукратное превышение ее величины для исходного образца (9,5 ГПа) по сравнению с величиной для сохранившегося фрагмента (4,0 ГПа).

Наблюдающиеся в результате интенсивной пластической деформации керамики ГА структурные, фазовые трансформации и изменение механических свойств согласуются с моделью кластерного представления структуры ГА (Ca<sub>9</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>, Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> и PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>) в рамках которой пластическую деформацию можно представить процессами кластерной фрагментации и межкластерного проскальзывания [1].

Работа поддержана грантом Минобрнауки РФ "Проведение научно-исследовательских работ"

1. В.М. Иевлев, А.В. Костюченко, Б.М. Даринский, С.М. Баринов ФТТ, 2014, 56, 318-325.

# Исследование активированных висмутом волоконных световодов и заготовок методами электронной микроскопии и микродифракции

Исхакова Л.Д.<sup>1</sup>, Милович Ф.О.<sup>1</sup>, Борисовский С.Е.<sup>2</sup>, Ермаков Р.П.<sup>1</sup>,  
Машинский В.В.<sup>1</sup>, Зленко А.С.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Научный центр волоконной оптики РАН, 119333, г. Москва, ул. Вавилова, 38

<sup>2</sup> Институт геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии РАН, 119017, г. Москва, Старомонетный пер., 35

Активированные висмутом оптические стёкла и волоконные световоды с ультрашироким интервалом люминесценции в области 1000-2000 нм являются перспективной активной средой для создания волоконных лазеров и усилителей [1]. Цель данной работы состояла в исследовании элементного состава волоконных световодов и заготовок, их микростроения и влияния нанокристаллических включений на их свойства.

Полученные методами FCVD и MCVD заготовки имели внешний диаметр до 15 мм и диаметр сердцевины до 1 мм, вытянутые из них световоды – 125 мкм и 5-15 мкм, соответственно. Исследование состава и строения проведено с использованием СЭМ JSM5910-LV с Aztec, ПЭМ JEM-2100, рентгеновского микроанализатора JXA-8200 и дифрактометра D8 DISCOVER. Для идентификации нанокристаллических включений в сердцевинах заготовок методом ПЭМ разработана специальная методика пробоподготовки. Изучены образцы с Bi-активированными алюмосиликатными, германосиликатными, алюмо-германосиликатными сердцевинами и сердцевинами из чистого SiO<sub>2</sub> и оболочкой из плавленого кварца. В указанных сериях составов концентрация висмута варьировалась в широком интервале - от сотых долей массового процента до процентов.

Полученные данные по распределению концентраций элементов в сердцевинах заготовок использовались как для коррекции режима создания нужного профиля показателя преломления, так и для определения волноводных характеристик вытягиваемых из них световодов. Данные по элементному анализу сердцевин световодов сопоставлялись с данными об их лазерных характеристиках. Показано, что в световодах, являющихся перспективной активной средой для лазеров, концентрация висмута мала и находится на уровне сотых долей масс. % [2].

Для световодов, полученных методом FCVD, образование висмута содержащих фаз прослеживалось на различных этапах технологического процесса. Показано, что на первой стадии процесса - пропитке пористого слоя рентгеноаморфного SiO<sub>2</sub> раствором хлорида висмута в ацетоне- часть

висмута концентрируется в рентгеноаморфных смолистых продуктах поликонденсации, другая его часть в результате процесса гидролиза превращается в оксид с размером частиц 5÷20нм. При прокаливании уже при 700°C висмут превращается в микрокристаллический моноклинный оксид α-Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с примесью Bi<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.

На последующих стадиях прокаливания пористого слоя при t>1000°C, проплаве и остекловывании при t>1900°C происходят процессы как восстановления части висмута до металла с образованием наночастиц порядка 40 нм, так и его распределения между фазами. Расслоение фаз происходит с образованием зон с микрокристаллами кварца и неравновесного по составу стекла, которое состоит из псевдосферических частиц с содержанием висмута до 2 ат.% и областей чистого кварца. Незначительная часть висмута присутствует в качестве нанокристаллических включений фазы Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Были обнаружены также нанокристаллические частицы оксида кремния.

Природа нанокристаллических включений в заготовках и световодах зависит от концентрации висмута  $c_{Bi}$ , а в германосиликатных заготовках от соотношения концентраций оксидов германия и висмута  $n = [Ge]/[Bi]$  и концентрации висмута. При  $n > 1$  может образовываться фаза германоэвлитина Bi<sub>4</sub>(GeO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> (уточнённый параметр кубической ячейки  $a=10.504(1)\text{\AA}$ ). При  $n < 1$  и достаточно высоких значениях  $c_{Bi} > 0,5\text{ат.\%}$  в сердцевинах заготовок происходит кристаллизация металлического висмута с размером кристаллитов 20÷40 нм. В сердцевине заготовки состава Bi-SiO<sub>2</sub>-GeO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> обнаружены наночастицы двух фаз с размерами в интервале от 5 до 20нм. Одни из них представляют собой частицы гексагонального кварца, другие - наночастицы оксида висмута. В германо-силикатной заготовке зафиксировано появление наночастиц диоксида германия

Таким образом, в исследованных преформах были найдены и идентифицированы нановключения оксидов висмута, кремния, германия, германоэвлитина и металлического висмута. При этом основная масса висмута находится в фазе стекла. В результате исследования было установлено, что все идентифицированные нами нанокристаллические включения содержащих висмут фаз не являются центрами люминесценции, но обуславливают фоновые потери в световодах. Детальный анализ фоновых потерь выполнен на примере заготовок, содержащих металлический висмут.

1. E.M. Dianov. J. Lightwave Technology, (2013), 31, 4, 681-688.
2. V.V. Dvoyrin, A.V. Kir'yanov, V.M. Mashinsky, O.I. Medvedlov, A.A. Umnikov, A.N. Guryanov, E.M. Dianov. J. Quantum Electronics, (2010), 46, 2, 182-190.

# **Роль мульти масштабных исследований в разработке конструкционной нанокерамики на основе оксида алюминия**

П.Р. Казанский<sup>1</sup>, Т.Г. Дмитриева<sup>1</sup>, С.А. Корнейчук<sup>1</sup>, Ю.Г. Трифонов<sup>2</sup>, А.Ю. Омаров<sup>2</sup>

<sup>1</sup> ООО «Системы для микроскопии и анализа, 143025, Московская область, Одинцовский район, д. Сколково, ул. Новая, д. 100 БЦ «Урал»

<sup>2</sup> Московский государственный индустриальный университет (ФГБОУ ВПО «МГИУ»), 115280, г. Москва, ул. Автозаводская, 16

Непрерывно растущий во всем мире интерес к наноматериалам, безусловно, связан с уникальными свойствами этого класса веществ, и с открывающимися перспективами расширения границ их применения. Особенно интересны вnanoструктурном состоянии такие керамические материалы, как карбиды, нитриды, оксиды и подобные им материалы, характеризуемые высокой температурой плавления. Свойства этих соединений (высокие значения твердости, модуля упругости и прочности; химическая инертность, низкая скорость испарения и др.) привлекают к себе внимание широкого круга специалистов. Повышение теплофизических характеристик и механических свойств керамик на основе гидроокиси алюминия является актуальной задачей, т.к. этот материал зарекомендовал себя одним из наиболее перспективных жаростойких теплоизоляционных материалов. В свою очередь, пористые алюмооксидные керамические материалы могут также применяться для создания фильтрующих элементов, используемых в промышленных и бытовых фильтровальных аппаратах, а также в катализаторах дожигания выхлопных газов автомобильных двигателей.

В данной работе для изготовления образцов исходного порошка гидроокиси алюминия использовали алюминиевую стружку из промышленного сплава В-1469, которую подвергали химическому диспергированию по методике, описываемой в работе [1], в водном растворе щелочи NaOH. Получаемый порошок отмывали методом последовательных декантаций в водопроводной воде, и на его основе получали керамический материал по технологии, стандартной для всех керамических материалов. В результате получена низкоплотная высокопрочная пористая нанокерамика.

Целью данной работы явилось исследование методами растровой электронной микроскопии, фотоэлектронной спектроскопии и просвечивающей микроскопии структуры и состава порошков гидроксида алюминия, получаемых в результате диспергирования алюминиевой стружки из сплава В-1469, а также порошков оксида алюминия, получаемых из данных гидрок-

сидов. Методом растровой электронной микроскопии было установлено, что полученные таким методом порошки гидроокиси алюминия представляют собой неравноосные агломераты размером не более 50мкм, состоящие из корундовых пластин толщиной от 5 до 20 нм. Анализ структуры керамики, спеченной на их основе на микро- и наноуровне показал, что обширное поровое пространство образовано пустотами между тонкими пластинками корунда, заключенными в оболочку из шпинельной фазы  $\text{Al}_{2.667}\text{O}_4$  -  $\sigma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , которая выступает в роли «фиксатора» структуры.

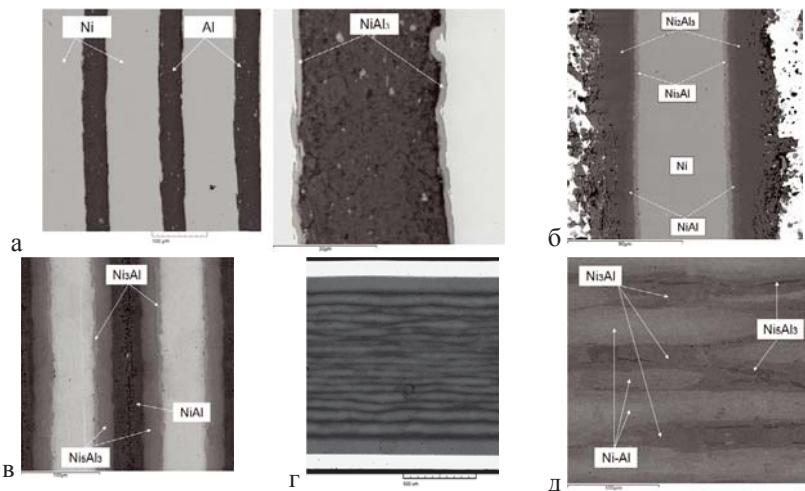
1. Трифонов Ю.Г., Скакова Т.Ю., Омаров А.Ю., Королева П.С., Шляпин А.Д. Легированный порошок оксида алюминия, получаемый в результате химического диспергирования сплава В-1469 // Наноинженерия. – 2013. - № 08. – стр. 8-11.

# Формирование структур слоистых Ni/Al композитов, получаемых диффузионной сваркой

М.И. Карпов, В. М. Кийко, В.П. Коржов, Д.В. Прохоров

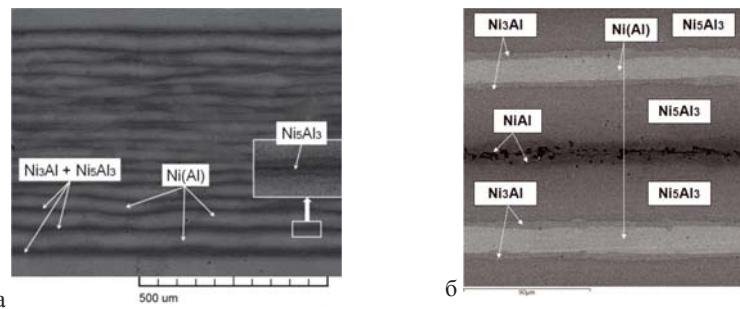
Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Основой применяемых в настоящее время жаропрочных никелевых сплавов является интерметаллид  $\text{Ni}_3\text{Al}$  [1, 2]. Необходимость повышения рабочей температуры никелевых сплавов инициировало использование в составе сплавов интерметаллида  $\text{NiAl}$ , имеющего более высокую температуру плавления [3] и более низкую плотность.



**Рис. 1.** Микроструктуры слоистых Ni/Al композитов ( $\text{Ni}:\text{Al}\sim 2:1$ ), полученных методом диффузионной сварки в режимах: а -  $\sim 600^\circ\text{C}$  – 1 час – 20 МПа; б -  $800^\circ\text{C}$  – 1 час – 0 МПа; в -  $950^\circ\text{C}$  – 5 час – 0.7 МПа; г, д – ( $600^\circ\text{C}$  – 2 час – 830 МПа) + ( $1100^\circ\text{C}$  – 0.5 час – 830 МПа).

Разработка неоднородных структур, в которых интерметаллиды служили бы упрочняющей с относительно высоким сопротивлением ползучести хрупкой фазой, и с достаточно пластичной фазой твердого раствора алюминия в никеле открывает возможности получения конструкционных сплавов с необходимыми наборами характеристик [4, 5].



**Рис. 2.** Микроструктуры слоистых Ni/Al композитов различных исходных составов, полученных методом диффузионной сварки в режимах : а - Ni:Al~2:1, (460°C – 1 час – 14.8 МПа) + (600°C – 2 час – 830 МПа)+ (1100°C – 0.5 час – 830 МПа); б - Ni:Al~1.0:1.5, (460°C – 1 час – 14.8 МПа) + (600°C – 2 час – 20 МПа)+ (1100°C – 1 час – 20 МПа).

В работе представлены результаты получения слоистых композитных структур, формируемых из пакета алюминиевых и никелевых фольг диффузионной сваркой под давлением различного исходного состава и в различных технологических режимах. На рис.1 и рис. 2 показаны примеры структур ряда композитов с указанием исходного состава (отношением исходных толщин фольг Ni:Al) и режимов получения (температура – время – давление). Фазовый анализ полученных структур подтверждает возможность получения слоистых композитов различных составов, содержащих интерметаллиды Ni-Al и твердый раствор алюминия в никеле. Изображения структур получены методами СЭМ на приборах CamScan MV2300 и Vega 2.

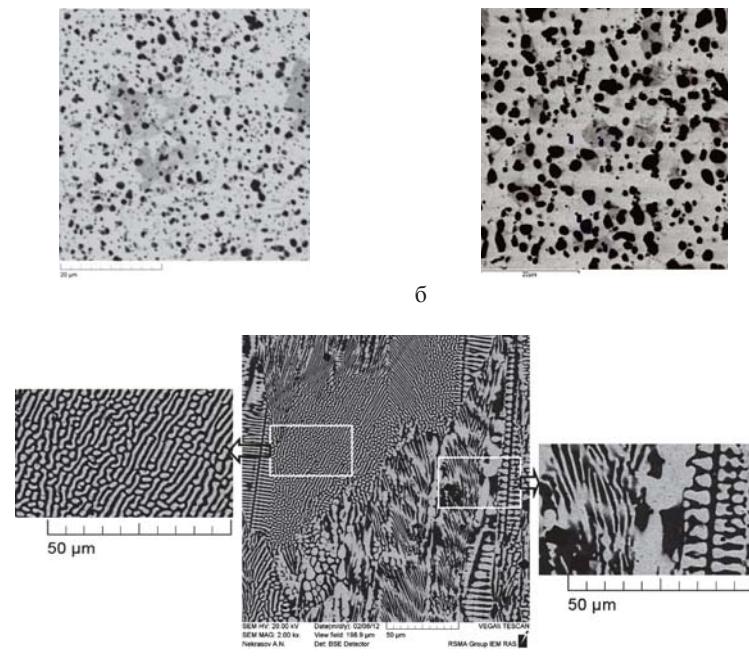
1. Б.А. Гринберг, М.А. Иванов. Интерметаллиды  $\text{Ni}_3\text{Al}$  и  $\text{TiAl}$ : микроструктура, деформационное поведение. Екатеринбург, УрО РАН, 2002, 360 с.
2. Ю.Р. Колобов, Е.Н. Каблов, Э.В. Козлов, Н.А. Конева, К.Б. Поварова, Г.П. Грабовецкая, В.П. Бунтушкин, О.А. Базылева, С.А. Мубояджян, С.А. Будиновский. Структура и свойства интерметаллидных материалов с нанофазным упрочнением. М., Издательский дом МИСиС, 2008, 328 с.
3. T.B. Massalski, H. Okamoto, P.R. Subramanian, and L. Kacprzak, Eds. Binary Alloy Phase Diagrams. The Mater. Inform. Soc., 2nd Ed., Ohio: Materials Park, 1992.
4. В.П. Коржов, В.М. Кийко Т.С. М.И. Карпов. Структура многослойного композита Ni/Al-микрокомпозита, полученного диффузионной сваркой. Материаловедение, 2011, 12, 34-37.
5. М.И. Карпов, В.П. Коржов, В.М. Кийко, Д.В. Прохоров А.Н. Толстун. Влияние термообработки под давлением на структуру слоистых композитов Ni/Al. Перспективные материалы, 2011, 13, 704-711.

# Микроструктура и механические свойства сплавов систем Nb-Al и Nb-Si

М.И. Карпов, В. М. Кийко, В.П. Коржов, В.И. Внуков, Т.С. Строганова, Д.В. Прохоров

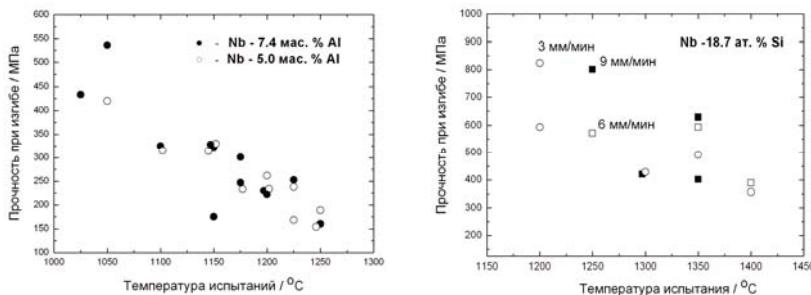
Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Сплавы на основе систем Nb-Al и Nb-Si [1] представляют значительный интерес, как материалы потенциально способные работать при температурах более высоких, чем используемые в настоящее время никелевые сплавы.



**Рис. 1.** Микроструктуры сплавов, полученных методом порошковой металлургии: а – Nb – 5.0 мас. %. Al, б – Nb – 7.4 мас % Al, - светлая фаза – матрица – твердый раствор алюминия, железа и кислорода в ниобии, включения черного цвета –  $\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{O}_3$  (возможен твердый раствор ниобия в  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $\text{AlNb})_2\text{O}_3$ ), и сплава, полученного индукционным плавлением: в- Nb – 18.7 ат. % Si, - слева и справа первичная эвтектическая и эвтектоидная структура соответственно.

Использование в чистом виде алюминидов и силицидов ниобия, имеющих высокие температуры плавления, в качестве конструкционных материалов ограничено их хрупкостью. Использование же этих интерметаллидов в структуре сплавов в качестве упрочняющих элементов более пластичной матрицы является перспективной возможностью получения жаропрочных и трещиностойких материалов (см. рис.1, - изображения структур получены методами СЭМ) [2], [3] [4], [5].



**Рис. 2.** Зависимость кратковременной прочности при трехточечном изгибе различных сплавов от температуры испытаний (состав приведен на графиках; на графике справа, кроме того, указаны скорости вытяжки слитка в холодную зону при кристаллизации; структура сплавов показана на рис.1).

Результаты испытаний на прочность, см. рис. 2, свидетельствуют о перспективности выбранных методов получения жаропрочных сплавов на основе Nb.

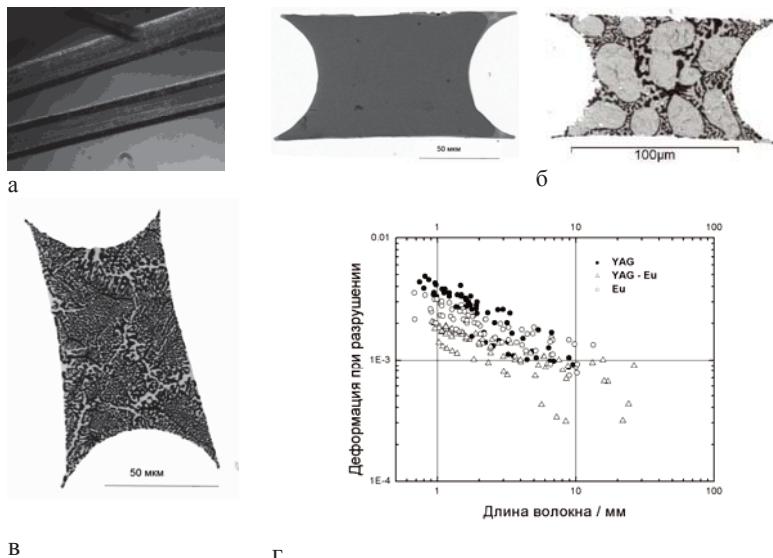
1. T.B. Massalski, H. Okamoto, P.R. Subramanian et al. *Binary Alloy Phase Diagrams* / T.B. Massalski, H. Okamoto (eds). ASM Int. 1990.
2. В.К. Портной, К.В. Третьяков, А.И. Логачева и др. Методы механического синтеза для создания нанокристаллических Nb-Al сплавов. ФММ, 2004, 12, 79-84.
3. И. Л. Светлов. Высокотемпературные Nb-Si композиты. Материаловедение, 2010, 9, 29-38; 2010, 10, 18-27.
4. М.И. Карпов, В.П. Коржов, Д.В. Прохоров, В.И. Внуков, В.М. Кийко, А.Н. Толстун, Ю.Р. Колобов, Е.В. Голосов. Структура и свойства сплавов системы Nb-Al, полученного методом порошковой металлургии. Деформация и разрушение материалов, 2011, 12, 5-8.
5. М.И. Карпов, В.И. Внуков, В.П. Коржов, Т.С. Строганова, И.С. Желтякова, Д.В. Прохоров, И.Б. Гнесин, В.М. Кийко, Ю.Р. Колобов, Е.В. Голосов, А.Н. Некрасов. Структура и механические свойства жаропрочного сплава системы Nb-Si эвтектического состава, полученного методами направленной кристаллизации. Деформация и разрушение материалов, 2012, 12, 2-8.

# Структура и механические свойства волокон на основе иттрий-алюминиевого граната

В. М. Кийко, В.Н. Курлов

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Волокна, предназначенные для использования в качестве армирующей компоненты высокотемпературных композитных материалов, должны отвечать целому ряду разнообразных требований: обладать высоким сопротивлением ползучести, иметь достаточную прочность и трещиностойкость, а также удовлетворять условиям формирования необходимой границы раздела волокно-матрица и т.д.



**Рис. 1.** а –общий вид монокристаллических волокон иттрий-алюминиевого граната и вид поперечного сечения волокна; поперечные сечения волокон: б – неэвтектического состава, в – эвтектического состава(светлые области -  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ , черные -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ); г – зависимость деформации при разрушении при изгибе от длины волокон (испытания при комнатной температуре): YAG - иттрий-алюминиевого граната (вид волокон «а»), YAG-Eu – волокон со структурой вида «б», Eu - волокон со структурой вида «в». Изображения структур поперечных сечений волокон получены методами СЭМ (VEGA TS 5130MM).

Разработка волокон, в структуре которых иттрий-алюминиевый гранат является доминирующим, создает предпосылку для получения волокон с необходимыми характеристиками [1], [2]. Кроме того, способ изготовления волокон должен обеспечивать получение волокон приемлемой стоимости для конструкционных материалов, - использование метода внутренней кристаллизации [3] решает эту проблему. Представлены волокна трех типов: монокристаллические волокна иттрий-алюминиевого граната  $Y_3Al_5O_{12}$  [4], эвтектическое волокно  $Al_2O_3$  -  $Y_3Al_5O_{12}$  [5] и волокна  $Al_2O_3$  -  $Y_3Al_5O_{12}$  неэвтектической структуры, в совокупности обладающих расширенным набором свойств, необходимых для оптимизации композитных структур. Исходными материалами для получения волокон служит шихта или в виде лома кристаллов граната  $Y_3Al_5O_{12}$  для волокон первого типа, или в виде смесей порошков оксидов алюминия и иттрия -  $Al_2O_3$  и  $Y_2O_3$  - или эвтектического состава, или в расчете на получение структуры неэвтектического состава (50%  $Y_3Al_5O_{12}$  и 50% эвтектики  $Al_2O_3$  -  $Y_3Al_5O_{12}$ ) [6]. Однородные монокристаллические волокна, показанные на рис.1а, среди представленных обладают наиболее высоким сопротивлением ползучести и прочностью при комнатной температуре, на что указывает рис 1г. Два других вида волокон (рис. 1б, 1в) с выходом на поверхность волокон различных фаз разного размера, расширяющих возможности формирования необходимой границы раздела волокно-матрица, обладают повышенной трещиностойкостью, но имеют более низкую прочность.

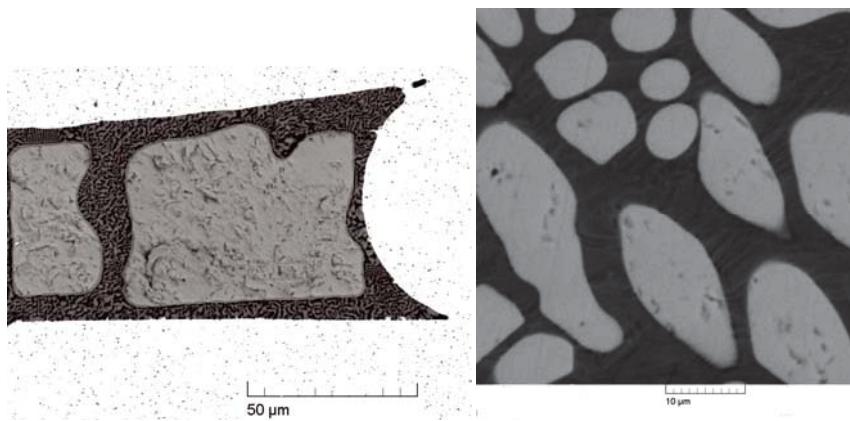
1. S.T. Mileiko. Single crystalline oxide fibres for heat resistant composites. Compos. Sci. Tech., 2005, v. 65, N 15-16, pp. 2500-2513.
2. S.T. Mileiko, V.N. Kurlov, A.A. Kolchin, V.M. Kiiko. Fabrication, properties and usage of single-crystalline YAG fibres. J. Eur. Cer., 2002, v. 22, N 11, pp. 1831-1837.
3. S.T. Mileiko, V.I. Kazmin. Crystallization of fibers inside a matrix: a new way of fabrication of composites. J. Mater. Sci., 1992, v. 27, N 8, pp. 2165-2172.
4. С.Т. Милейко, В.М. Кийко, Н.И. Новохатская, А.Н. Толстун, А.А. Колчин. Монокристаллические волокна иттрий-алюминиевого граната: микроструктура и прочность при комнатной температуре. Деформация и разрушение материалов, 2008, 5, 2-7.
5. В.М. Кийко, А.Н. Толстун, В.Н. Курлов, , А.А. Колчин , Н.И. Новохатская Н.С. Саркисян, М.Ю. Старостин. С.Т. Милейко. Микроструктура и механические свойства эвтектических оксидных волокон, получаемых методом внутренней кристаллизации. Наука – производству, 2007, 6(99), 5-14.
6. ACer-NIST. PHASE EQUILIBRIA DIAGRAMS. CD-Rom Database, Version 3.0, Copyright 2004.

# Формирование структуры волокон иттрий-алюминиевого граната, получаемых методом внутренней кристаллизации

В. М. Кийко, И. В. Новиков, Н. И. Новохатская

Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Одной из важнейших характеристик высокотемпературных в том числе волокнистых композитных материалов является их сопротивление ползучести. Перспективным вариантом, способным обеспечить высокое сопротивление ползучести, а также приемлемую прочность жаропрочного материала является использование монокристаллических волокон иттрий-алюминиевого граната ( $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ) в качестве армирующей компоненты волокнистых композитов [1], [2]. Следует отметить, что сопротивление ползучести таких волокон, приведенное в [3], не уступает характеристикам, полученным на крупноразмерных кристаллах.



**Рис. 1.** Поперечные сечения волокон, полученных из расплава иттрий-алюминиевого граната, имеющих неоднородную структуру: на снимке слева – крупные светлые включения – иттрий-алюминиевый гранат  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ , на снимке справа – включения перовскита  $\text{YAlO}_3$ , окруженные мелкодисперсными областями, в которых области черного цвета представлены сапфиром  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Изображения структур волокон получены методами СЭМ (VEGA TS 5130MM).

Для получения волокон используется метод внутренней кристаллизации [4]. Выбор метода обусловлен возможностью получения волокон в доста-

точном количестве и приемлемой стоимости для конструкционных применений. Получение волокон указанным методом характеризуется специфическими условиями кристаллизации расплава исходного материала волокон в цилиндрических каналах молибденовой матрицы. В качестве исходного материала используются кристаллы иттрий-алюминиевого граната, которые в технологическом процессе расплавляются, заполняя каналы матрицы, а затем при охлаждении образца в тепловом поле, имеющем температурные градиенты, расплав кристаллизуется в каналах, образуя волокна. Сложные трехмерные распределения температуры в образце могут приводить как к получению волокон однородной структуры  $Y_3Al_5O_{12}$  (граната), так и волокон с неоднородными структурами, показанными на рис. 1. Неоднородные структуры содержат большие светлые включения, по составу близких или к  $Y_3Al_5O_{12}$ , или к  $YAlO_3$  (перовскита), или иного состава, не идентифицируемого по диаграмме состояния системы оксидов  $Y_2O_3 - Al_2O_3$  [5], последнее может быть также связано с погрешностями микроанализа. Кроме того, неоднородные структуры содержат и мелкодисперсные (двухфазные) области. Средний состав последних может быть близок к эвтектическому (ат.  $Al:Y \approx 4$ ), т.е. относительно легкоплавкому составу, или отличаться от него (в рамках точности измерений метода). Следует отметить, что условия кристаллизации изучены пока недостаточно (например, степень влияния перегрева расплава, в том числе локального, скорости нагрева и охлаждения образца и т.п.). Но экспериментальный выбор тепловых режимов получения образца в ряде случаев позволяет уже в настоящее время решать проблему получения однофазных высокопрочных монокристаллических волокон иттрий-алюминиевого граната.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект 12-08-00910-а.

1. G.S.Gorman. Creep of yttrium aluminum garnet single crystals. *J. Mater. Sci. Lett.*, 1993, v. 12, N 6, pp. 379-382.
2. S.T. Mileiko. Single crystalline oxide fibres for heat resistant composites. *Compos. Sci. Tech.*, 2005, v. 65, N 15-16, pp. 2500-2513.
3. С.Т. Милейко, В.М. Кийко, Н.И. Новохатская, А.Н. Толстун, А.А. Колчин. Монокристаллические волокна иттрий-алюминиевого граната: микроструктура и прочность при комнатной температуре. Деформация и разрушение материалов, 2008, 5, 2-7.
4. С.Т. Милейко, В.И. Казьмин. Получение композитов методом внутренней кристаллизации. Механика композитных материалов. 1991, 5, 898-908. A. Lopez-Otero. *Thin Solid Films*, 1978, 49, 3-57.
5. ACer-NIST. PHASE EQUILIBRIA DIAGRAMS. CD-Rom Database, Version 3.0, Copyright 2004.

# **Физико-химические свойства наноструктурированных массивов микрон- и наноразмерных порошков титана и кремния**

А.А. Ковалевский, В.А. Лабунов, Д.А. Котов, О.М. Комар

*Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники,  
220013, г. Минск, П. Бровки 6, Беларусь*

Формирование наноструктурированного дисилицида титана осуществлялось в результате механического смешивания (сплавления) наноразмерных порошков кремния и титана в планетарной шаровой мельнице АГО-2.

Для выбора оптимального состава наноразмерные порошки титана и кремния перемешивались в широком наборе соотношений их масс в атмосфере аргона при ускорении 400 м/с<sup>2</sup> при использовании стальных шаров диаметром 5 мм. Соотношение массы шаров и массы порошков составляло 100:1.

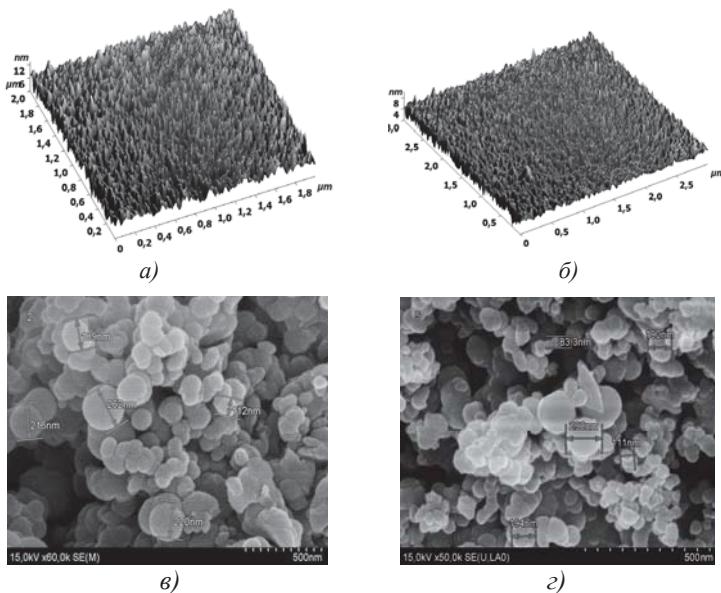
Экспериментальная установка СВС представляла собой проточный кварцевый реактор горизонтального типа с кольцевой вольфрамовой спиралью и графитовым держателем для инициирования предварительного нагрева смеси порошков с целью их воспламенения, т.е. обеспечения теплового взрыва [1].

Предварительная механическая активация реакционных смесей исследованных составов приводит к снижению температуры инициирования реакции СВС. Благодаря этому, становиться возможным реализовать СВС в доступных нагревательных установках.

Обнаружено аномальное снижение температуры инициирования СВС в механически активированном составе 0,86 Ti-Si-0,005 S [2].

Определены режимы предварительной механической активации реакционной смеси и осуществления СВС, обеспечивающие твердофазный синтез монофазного интерметаллида TiSi<sub>2</sub> с высоким сопротивлением, близким к сопротивлению полупроводников.

Экспериментально установлено, что при используемых режимах предварительной механической активации массовое содержание компонентов реакционной смеси должны быть в соотношении массовых частей 0,86Ti-1Si-0,005S, чтобы получить дисилицид титана с полупроводниковыми свойствами – удельное электрическое сопротивление  $\geq 1000$  Ом•см [3-4].



**Рис. 1.** Микроструктура продуктов СВС в системе 0,86 Ti - Si + 0,005 S от величины инициирующей температуры С: 800(а), 900 (б), 1000 (в) и 1100(г)

1. Корчагин М.А., Григорьева Т.Ф., Бахонов Б.Б., и др. Твердотельный режим горения в механически активированных СВС-системах. I. Влияние продолжительности механической активации на характеристики процесса и состав продуктов горения // Физика горения и взрыва. 2003. Т.39, №1. С.51–59.
2. Ковалевский А.А., Цыбульский В.В., Строгова А.С. и др. Состав и структура дисилицида титана, полученного комбинированием механоактивации и самораспространяющегося высокотемпературного синтеза // Материалы. Технологии. Инструменты. 2011. Т.16, №3. С. 37–42.
3. Ковалевский А.А., Власукова Л.А., Строгова А.С., Лученок А.Р., Шевченок А.А., Цыбульский В.В Наноразмерный дисилицид титана. синтез, структура, свойства (часть 1) Нано- и микросистемная техника.-2012 №5 .-С 15-21
4. Ковалевский А.А., Власукова Л.А., Строгова А.С., Лученок А.Р., Шевченок А.А., Цыбульский В.В Наноразмерный дисилицид титана. синтез, структура, свойства (часть 2) Нано- и микросистемная техника.-2012 №6.- С 6-11.

# **Влияние магнитоимпульсной обработки на структуру и свойства материалов различной природы**

В.Б. Коровушкин<sup>1</sup>, М.Н. Шипко<sup>2</sup>, М.А. Степович<sup>3</sup>

<sup>1</sup> ФГАОУ ВПО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049, г. Москва, Ленинский проспект, д. 4, Россия

<sup>2</sup> Ивановский филиал ФГБОУ ВПО «Российский экономический университет им. Г.В. Плеханова», 153000, г. Иваново, ул. Дзержинского, д. 53, Россия

<sup>3</sup> ФГБОУ ВПО «Калужский государственный университет им. К.Э. Циолковского», 248023, г. Калуга, ул. Ст. Разина, д. 26, Россия

Ранее [1-4] показано, что слабое импульсное магнитное поле может существенно влиять на физико-механические характеристики металлов и сплавов, в частности, на повышение износостойкости конструкционных легированных сталей, чугуна (в 1,2-2 раза). В настоящей работе с использованием полученных нами результатов исследований методами растровой и атомно-силовой микроскопии, а также мёссбауэровских исследований и порометрии, проводится анализ состояния проблем, связанных с влиянием магнитоимпульсной обработки на структуру и свойства материалов различной природы и оценка возможностей технологического использования импульсных воздействий магнитными полями на материалы различной природы и, прежде всего, на металлы.

Объектами исследования являлись прецизионные сплавы (сендаст), различные титановые сплавы, а также оксиды железа, являющиеся компонентами железорудных окатышей. Изучались структура и свойства материалов до и после магнитоимпульсного воздействия.

Анализ полученных результатов показал, что проявление эффектов упрочнения материалов указывает на то, что при описании микропроцессов, происходящих под влиянием магнитного поля, невозможно использовать макроскопические (например, механические) модели. Имея дело с объектами атомного масштаба, к которым можно отнести точечные и линейные дефекты, следует учитывать квантовые эффекты с соответствующими квантовыми законами (принцип Паули), с правилами отбора. Переход от макро- к микро- и наномеханизмам воздействия на дефектную структуру материала позволяет рассматривать импульсные воздействия слабых электрических и магнитных полей, как процессы квантового характера, связанные с релаксацией спиновых моментов. Такая релаксация может быть причиной открепления дислокаций от локальных препятствий, создания метастабильных состояний, организации дефектов или их качественным изменениям. В связи с этим появляются весьма привлекательные

возможности использования новых состояний дефектов в металлах, сплавах, полупроводниковых гетерокомпозициях, квазикристаллических материалах для управления их оптическими, электрическими, магнитными, механическими свойствами.

На основе полученных данных может быть разработан принципиально новый подход к разработке технологий наноструктурных материалов с повышенными потребительскими свойствами, который основан на использовании энергии кулоновского взаимодействия между атомами и дефектами. Такие технологии могут быть применены при подготовке сырьевых материалов в химической промышленности, для доменного производства в металлургии, а также для упрочнения или разупрочнения полимерных и текстильных материалов при существенно меньших энергетических затратах, чем в используемых в настоящее время технологических процессах.

Исследования проведены при частичной финансовой поддержке Минобрнауки РФ (проект № 1.6107.2011).

1. Альшиц В.И., Даринская Е.В., Колдаева М.В., Петржик Е.А. Кристаллография, 2003, 48, 826-854.
2. Шипко М.Н., Помельникова А.С., Шипко Г.А. Физико-химические особенности технологий поверхностного упрочнения сталей и сплавов. – Иваново: Ивановский государственный энергетический университет им. В.И. Ленина, 2008. 144 с.
3. Вирюс А.А., Каминская Т.П., Коровушкин В.В., Дуров Н.М., Шипко М.Н., Шипко Г.А., Степович М.А. Физика твердого тела: Труды XXII международной конференции (9-14 июля 2012 г., г. Севастополь, Севастопольский дом знаний) / Под ред. Г.Г. Бондаренко. – М.: ФГБНУ «НИИ перспективных материалов и технологий МИЭМ НИУ ВШЭ», 2012. С.96-100.
4. Вирюс А.А., Каминская Т.П., Шипко М.Н., Степович М.А. Физика и химия обработки материалов, 2013, 2, 71-75.

# **Исследование наноструктурированных пленок дисульфида молибдена, полученных методом монослоевого диспергирования**

Е.П. Криничная<sup>1</sup>, О.И. Иванова<sup>1</sup>, А.С. Голубь<sup>2</sup>, Н.Д. Лененко<sup>2</sup>,  
Т.С. Журавлева<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ФГБУН Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН,  
119334, г. Москва, Россия

<sup>2</sup> ФГБУН Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмиянова РАН,  
119991, г. Москва, Россия

В настоящее время разработка новых тонкопленочных полупроводниковых материалов и исследование процессов их формирования на поверхности подложки, а также выяснение связи морфологии поверхности пленок и их фотоэлектрических свойств является актуальной задачей для создания и оптимизации различных электронных устройств [1-2]. MoS<sub>2</sub> относится к материалам, представляющим интерес для практического использования в фотовольтаических устройствах. Известно, что монокристаллы MoS<sub>2</sub> и поликристаллические пленки из природного MoS<sub>2</sub> обладают высокой фотостабильностью и интенсивным поглощением в области 200÷700 нм, а монокристаллы позволили получить высокий КПД конверсии солнечной энергии в электрическую в фотоэлектрохимических ячейках. Благодаря слоистой структуре дисульфид молибдена образует интеркалиационные соединения, в которых слои MoS<sub>2</sub> чередуются со слоями органических и неорганических веществ. Представляло интерес изучить влияние интеркалирования MoS<sub>2</sub> соединениями различной природы на структурные и фотоэлектрические свойства. Были получены на подложках из оптического кварца тонкие пленки нанодисперсного неинтеркалированного MoS<sub>2</sub> и интеркалированного следующими соединениями: 1) гидроксокомплексы Co(OH)<sub>x</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>y</sub>, Ni(OH)<sub>x</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>y</sub>, Zn(OH)<sub>x</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>y</sub>; 2) катионы Cd и 3) катионные органические вещества - родамин R6G, оксазин (Ox), триэтилбензиламмоний, гексадецилtrimетиламмоний, поливинилпирролидон. Методом сканирующей атомно-силовой микроскопии и дифрактометрии изучена структура и особенности рельефа поверхности нанокристаллических пленок неинтеркалированного и интеркалированного нанодисперсного MoS<sub>2</sub>, определены морфологические и гранулометрические характеристики поверхности. Показано, что элементами структурной организации поверхности нанокристаллических пленок MoS<sub>2</sub> являются нанокристаллиты ступенчато-слоистой структуры. Приведены данные по составу и микроструктуре интеркалированных пленок MoS<sub>2</sub>. Исследованы фотоэлектрические свой-

ства. Установлено, что интеркалирование MoS<sub>2</sub> соединениями разной природы оказывает влияние на морфологию поверхности пленок, а также на их спектральные и фотоэлектрические свойства. Как следует из полученных экспериментальных данных, механизм формирования нанокристаллической структуры пленок нанодисперсного интеркалированного MoS<sub>2</sub> в целом аналогичен предложенному нами ранее для пленок неинтеркалированного MoS<sub>2</sub> [3,4]. Высокопроводящие поликристаллические пленки интеркалированного MoS<sub>2</sub> с проводимостями, близкими к проводимостям в моно-кристаллах MoS<sub>2</sub>, могут представлять интерес для практического использования в оптоэлектронике.

1. *D.J. Late, B. Liu, H.S.S.R. Matte et al.* // ACS Nano. 2012. V. 6. P. 5635.
2. *C. Zhong, C. Duan, F. Huang et al.* // Chem. Mater. 2011. V. 23. №3. P. 326.
3. *Е.П. Криничная, О.П. Иванова, Т.С. Журавлева, Н.Д. Лененко, А.С. Голубь, Ю.Н. Новиков.* // Российские нанотехнологии. 2010. Т. 5. №3-4. С. 24-28.
4. *T.S. Zhuravleva, E.P. Krinichnaya, O.P. Ivanova et al.* // Thin Solid Films. 2012. V. 520. №7. P. 3125-3130.

# Лазерная модификация теплозащитного покрытия на основе окиси циркония

Е.В. Кузнецова, В.А. Лазарев, А.А. Трифонов, Е.В. Нуждин

«Казанский национально исследовательский технический университет им. А.Н. Туполева – КАИ», 420111, г. Казань, К. Маркса 31/7

Преимуществом лазерной обработки материалов, по сравнению с обычными термическими методами, является возможность локального нагрева материала до высоких температур за очень короткое время –  $0,2\text{мс} < \tau < 0,1\text{с}$ .

Модификацию поверхности керамического слоя ТЗП осуществляли с помощью импульсного волоконного лазера марки ИЛТМ. Лазер осуществляет обработку материалов лучом со средней длиной волны 1,07 мкм, мощностью 20 Вт, в диапазоне частот от 21 до 100 кГц и скорости сканирования от 500 до 1600 мм/с. Обработке подвергали модельные образцы в виде пластин из сплава ЭП648, на которые наносили плазменные двухслойные ТЗП.

Исследование морфологических особенностей поверхностей ТЗП, обработанных лазерным лучом, проводился на электронном микроскопе фирмы CarlZeiss AURIGA CrossBeam.

Проведенный анализ необработанной поверхности ТЗП показал, что она обладает высокой шероховатостью (рис.1). Обработка лазерным лучом небольшой мощности (25% от максимальной) за один проход дает небольшой эффект сглаживания (рис.2) по сравнению с необработанной поверхностью. При этом на поверхности появляются мелкие поверхностные поры, по-видимому, из-за небольшого испарения керамики.

Обработка лазерным лучом максимальной мощности при четырехкратном сканировании поверхности керамики приводит к значительному эффекту оплавления и сглаживания рельефа поверхности (рис.3).

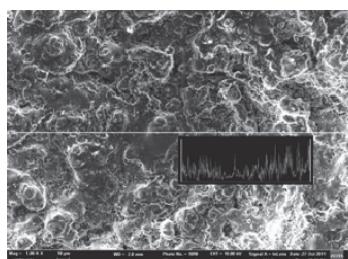


Рис 1. Необработанная поверхность ТЗП, 1000 x

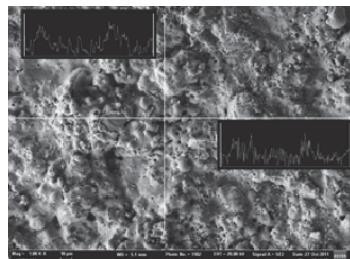


Рис 2.  $P=25\%$ ,  $V=595\text{мм}/\text{с}$ ,  $N=1$ . 1000x

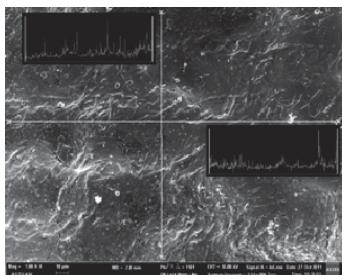


Рис 3. Р=100%, v=595мм/с, N=4;  
1000 x.

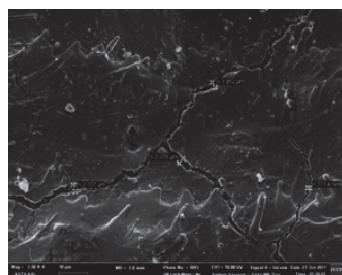


Рис 4. Р=100%, v=595мм/с, N=6;  
2500 x

Увеличение количества проходов луча до N=6 при максимальной мощности способствует увеличению трещинообразования. Возникает сетка трещин с повышенной глубиной и максимальной шириной раскрытия трещин до 2 мкм (рис. 4). Однако большинство трещин имеют ширину раскрытия наноразмерности.

Увеличение количества проходов по поверхности покрытия до N=12 способствует местному оплавлению и полному «заличиванию» возникших ранее трещин (Рис.5).

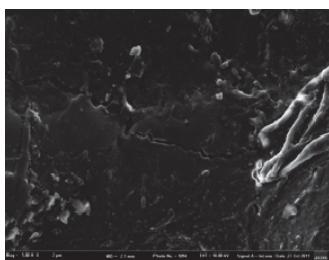


Рис 5. Р=100%, V=595мм/с, N=12; 5000x

Модифицированная поверхность имеет пониженную шероховатость, что позволяет прогнозировать повышение эрозионной стойкости данного типа покрытий.

# **Анализ условий сопряжения фаз в углеситалле с применением частотной фильтрации фурье-образов высокоразрешающих изображений**

В.Н. Кукин, Н.И. Боргардт, А.А. Маляров

*Национальный исследовательский университет «МИЭТ»,  
124498, Москва, Зеленоград, проезд 4806 д.5, Россия*

В продолжающихся в настоящее время исследованиях углеситалла, несмотря на многолетний успешный опыт применения этого материала для изготовления конструкций искусственных клапанов сердца, важная роль принадлежит просвечивающей электронной микроскопии [1-4].

В представленной работе из анализа высокоразрешающих изображений нанокристаллических включений (наночастиц) в углеситалле со структурой ромбоэдрического карбида бора, установлено, что их кристаллическая структура характеризуется пентагональной симметрией. Образование структуры с пентагональной симметрией обусловлено расположением атомов в элементарной ячейке карбида бора, имеющей вид ромбоэдра, в котором двугранный угол между его гранями близок к значению  $72^\circ$ . Зарождение и дальнейший рост наночастиц приводил к тому, что они приобретали икосаэдрическую огранку (габитус).

Формирование наночастиц с размерами 10-20 нм происходило в матрице из пироуглерода, из которого в основном состоит углеситалл. Фаза пироуглерода представляла собой двумерно упорядоченную структуру (называемую турбостраттной), в которой гексагональные углеродные сетки (базисные плоскости) располагались параллельно и были развернуты относительно друг друга на небольшой угол. Одно из высокоразрешающих изображений наночастицы, обозначенное точечным контуром, представлено на рис. 1а. Непосредственное использование таких изображений для определения условий сопряжения фаз в углеситалле исключалось вследствие сложного характера контраста, обусловленного закономерностями его формирования из-за наложения нескольких фаз. В этой связи в работе были применены методы компьютерной обработки высокоразрешающих микрофотографий, математической основой которых являлся аппарат дискретного преобразования Фурье, широко применяемый во многих задачах цифровой обработки изображений [5]. Преимущества преобразования Фурье при анализе высокоразрешающих изображений проявляются в его чувствительности к образующимся на них периодическим осцилляциям интенсивности, период которых соответствует величине межплоскостных расстояний. На изображении фурье-образа (частотного спектра) периодические

осцилляции интенсивности трансформируются в изображения точек или пятен (пиков) разной интенсивности.

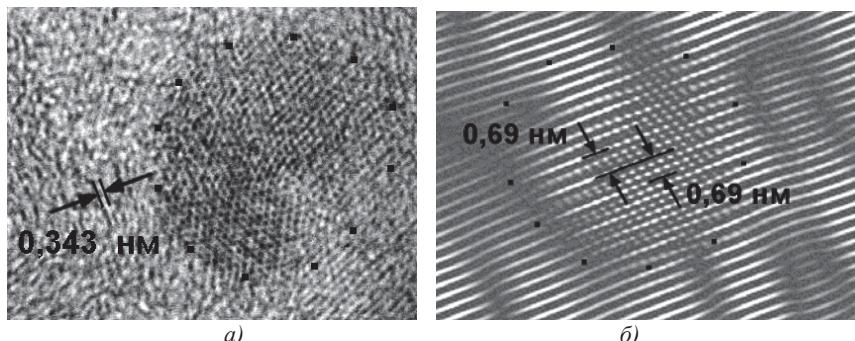


Рис. 1. Изображение наночастицы карбида бора на высокоразрешающем изображении до (а) и после процедуры фильтрации (б)

Проведение процедуры частотной фильтрации путем анализа и модификации амплитудной составляющей фурье-образа высокоразрешающего изображения позволило выявить закономерности во взаимном расположении базисных плоскостей пироуглеродной фазы и кристаллической решетки частиц карбида бора, проявляющиеся, в том числе, в виде полос муара с периодом около 0,69 нм на фильтрованных изображениях наночастиц (рис. 1б). Использование специальных критериев распознавания пиков на изображениях фурье-образа способствовало получению достоверных результатов при наличии шумов и артефактов на высокоразрешающих изображениях.

Разработанный и реализованный программно алгоритм цифровой обработки высокоразрешающих изображений наночастиц в матрице пироуглерода позволил упростить анализ большого числа микрофотографий и определить условия сопряжения фаз, при которых базисные плоскости в углеситалле располагались параллельно плоскостям  $\{1\bar{1}23\}_h$  в решетке карбида бора.

1. В.Н. Кукин. Изв. РАН. Сер. физ., 2011, Т. 75, № 9, 1315–1319.
2. Р.Л. Волков, Н.И. Боргардт., В.Н. Кукин. Изв. РАН. Сер. физ., 2011, Т. 75, № 9, 1297–1301.
3. Р.Л. Волков, Н.И. Боргардт., В.Н. Кукин и др. Письма в ЖТФ, 2013, Т. 39, № 18, 53–60.
4. Р.Л. Волков, Н.И. Боргардт., В.Н. Кукин и др. Изв. РАН. Сер. физ., 2013, Т. 77, № 8, 1076–1081.
5. Р.Гонсалес, Р. Вудс. Цифровая обработка изображений, М.: Техносфера, 2005, 1072 с.

# **Микроскопия поверхности зон пластичной деформации металла при решении трехмерных задач механики трещин**

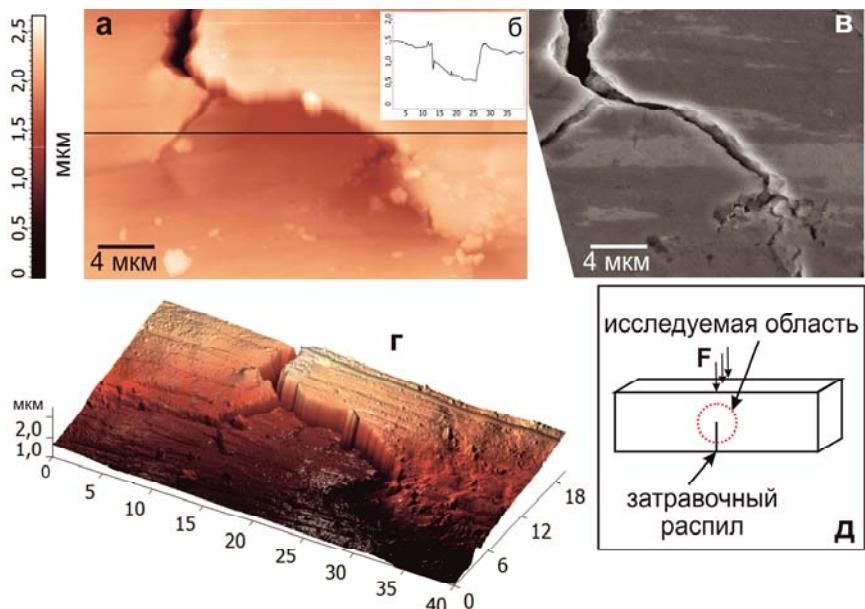
**Д.В. Лебедев<sup>1</sup>, А.А. Бухараев<sup>1</sup>, Н.М. Лядов<sup>1</sup>, В.Н. Шлянников<sup>2</sup>,  
Н.В. Бойченко<sup>2</sup>, А.В. Туманов<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского КазНЦ РАН,  
420029, г.Казань, ул.Сибирский тракт, 10/7

<sup>2</sup> Исследовательский центр проблем энергетики КазНЦ РАН,  
420111, г. Казань, а/я 190, ул. Лобачевского, д. 2/31

Интенсивное развитие сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) и сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) привело к появлению большого количества методов для создания и исследования наноструктур. Однако, все больший интерес вызывает применение этих методов для изучения на микроуровне объемных физических процессов, связанных со структурными изменениями вещества. В частности, весьма актуальным является применение СЗМ и СЭМ для характеристики начальных стадий зарождения трещин в металлах при воздействии на них различных нагрузок. В современном материаловедении большое внимание исследователей удалено изучению так называемых эффектов стеснения металлов. Стеснение – это явление перераспределения напряжений в пластической области вершины трещины. Высокая степень стеснения опасна тем, что исходно пластичный материал может быть переведен в состояние близкое к хрупкому разрушению. В рамках данной работы на основании данных атомно-силовой микроскопии (АСМ) и СЭМ одного и того же участка поверхности был проведен анализ пластической области деформации в металле, подвергнутом нагрузкам. Для авторов работы было важно продемонстрировать возможность одновременного СЗМ и СЭМ исследования, а так же установить некоторые ключевые отличия этих методов при исследовании поверхности металлов.

Объектом исследования являлись образцы наиболее популярные в механике разрушения, а именно компактный и балочный образцы. Образцы выполнены из стали 34ХН3МА. Подробное описание исследуемых образцов, геометрические параметры и условия нагружения представлены в [1]. Схематично балочный образец и приложенные нагрузки изображены на рис.1д. В работе были использованы ACM Solver P-47 Pro (NT-MDT) и СЭМ Carl Zeiss EVO 50 XVP. Позиционирование образца осуществлялось под контролем оптического микроскопа. На рис.1 представлены результаты микроскопического исследования образца балочного типа.



**Рис. 1.** Зона пластичной деформации металла на вершине трещины: а) АСМ изображение; б) профиль трещины измеренный вдоль линии; в) СЭМ изображение того же участка; г) 3-х мерное изображение топографии поверхности; д) схема исследуемого образца.

Отметим, что на СЭМ изображении (рис. 1в) границы трещины видны более четко, чем на АСМ. Это обусловлено двумя причинами. Во-первых, размытие границ происходит из-за эффекта конволюции АСМ зонда с поверхностью. А во-вторых, в силу того, что АСМ исследования происходят на воздухе, на поверхности всегда присутствует слой адсорбентов. Важным отличием АСМ является возможность наблюдения топографии поверхности. На рис. 1б видно, что вершина трещины имеет сложный профиль, а область, располагающаяся между «усами» трещины, смещена вниз, что полностью совпадает с теоретическим описанием зарождения трещины.

Таким образом, в рамках данной работы было показано, что совместное применение АСМ и СЭМ дает наиболее детальную информацию для решения задач в области трехмерной механики развития трещин в металлах. Такой подход может найти широкое применение на практике.

1. Шлянников В.Н., Меши Т., Бойченко Н.В. Труды Академэнерго, №3, 2013, с. 80-92

# Электронно-микроскопические исследования влияния разориентации подложки GaAs(001) на структуру тонкой пленки Al

М.В. Ловыгин<sup>1</sup>, Н.И. Боргардт<sup>1</sup>, И.П. Казаков<sup>2</sup>

*1 Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498,  
Москва, Зеленоград, проезд 4806, д. 5, Россия*

*2 Физический институт им. П.Н.Лебедева РАН, 119991 ГСП-1  
Москва, Ленинский проспект, д.53, Россия*

В настоящее время интерес вызывают тонкие монокристаллические пленки металла, выращенные на полупроводниковых подложках, в том числе в системе Al/GaAs [1,2]. Известно [3], что структура эпитаксиальных пленок Al на подложке GaAs(001) определяется условиями роста и состоянием поверхности подложки, в том числе отклонением ее от точной кристаллографической ориентации.

В настоящей работе методами просвечивающей электронной микроскопии исследована тонкая пленка Al, выращенная на разориентированной подложке GaAs(001). При использовании количественного анализа темнопольных микрофотографий была описана ее блочная структура. Полученные результаты сравнивались с работой [3], в которой исследована пленка, выращенная на сингулярной подложке.

Пленка Al толщиной 50 нм была выращена методом молекулярно-лучевой эпитаксии на подложке GaAs(001), разориентированной на 3° вокруг направления [010]. Структурные исследования проводились методом просвечивающей электронной микроскопии на приборах Philips CM30 и CM200 при ускоряющем напряжении 200 кВ.

На рис. 1 *a* приведена светлопольная микрофотография образца планарного сечения, на которой видны зерна трех типов: один с двумерным муаровым узором (Al(001)) и два с одномерным (Al(011) и Al(011)R). Зерна последних двух ориентаций отличаются (рис.1 *б*) поворотом решетки на 90° в плоскости слоя. На электронограмме (рис. 1 *б*) выделены рефлексы, использованные для получения темнопольных микрофотографий на рис. 2 *a* и *б*, на которых приведены изображения зерен Al(011) и Al(011)R. Эти изображения были получены цифровым усреднением темнопольных микрофотографий, снятых в выделенных рефлексах. Для каждого из двух типов зерен находилась средняя площадь, диапазон размеров и доля в пленке. Далее проводилось сравнение результатов исследования между собой, а также с результатами работы [3]. Этот метод неприменим для анализа зерен Al(001), поскольку в этом случае рефлексы от зерен и подложки практи-

тически совпадают. Высокоразрешающая микроскопия образца поперечно-го сечения подтвердила наличие в пленке зерен всех трех ориентаций.

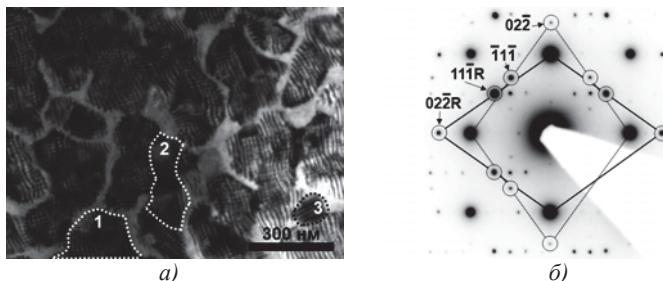


Рис. 1. а) Светлопольная микрофотография пленки Al, обозначены зерна: 1 – Al(001); 2 – Al(011)R; 3 – Al(011); б) Электронограмма, ромбами выделены рефлексы, относящиеся к ориентациям Al(011)R и Al(011).

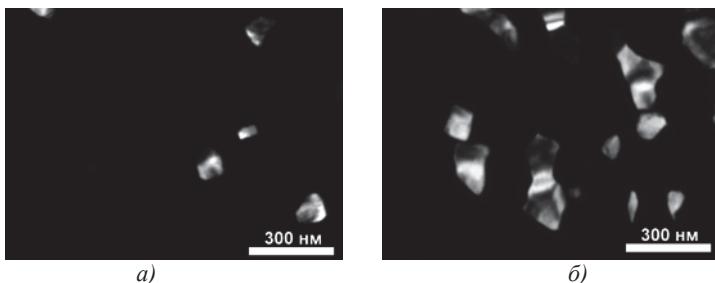


Рис. 2. Темнопольные микрофотографии пленки Al:  
а) зерна Al(011); б) зерна Al(011)R.

Исследование показало, что пленка состоит на 67% из зерен Al(001), на 27% из Al(011)R, на 6% из Al(011). Размеры зерен Al(011)R варьируются в диапазоне 50-500 нм, зерен Al(011) – в диапазоне 15-210 нм. При сравнении с литературными данными [3] установлено, что отклонение подложки приводит к увеличению среднего размера и доли в пленке зерен Al(011) и Al(011)R. Доля зерен Al(001) при этом уменьшается.

Таким образом, при помощи количественного анализа темнопольных микрофотографий экспериментально подтверждено влияние отклонения подложки GaAs(001) на структуру пленки Al, проявляющееся в увеличении доли и размеров зерен Al(011) и Al(011)R.

1. Y.-J. Lu *et al.* Science, 2012, 337, 450.
2. S.-W. Lin, J.-Y. Wu, S.-D. Lin, M.-C. Lo, M.-H. Lin, C.-T. Liang. Jpn. J. Appl. Phys., 2013, 52, 045801.
3. C.J. Kiely, D. Cherns. Phil. Mag. A, 1989, 59(1).

# **Исследование методом просвечивающей электронной микроскопии мезопористых композитных сорбентов с нанодисперсным магнетитом**

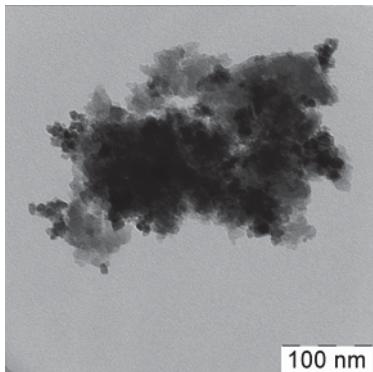
**К.И. Лубенцова, А.В. Пастухов, В.А. Даванков**

*«Институт элементоорганических соединений им. А.Н. Несмеянова РАН»,  
119991 Москва, ул. Вавилова, 28*

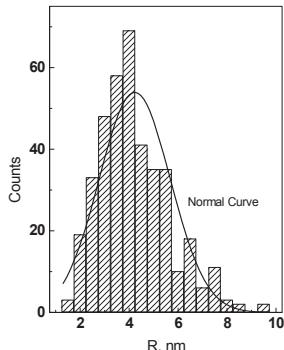
Одним из перспективных направлений в области наноматериалов является разработка новых полимерных нанокомпозитов. В частности, актуальным является получение новых магнитных сорбентов на основе пористых полимеров [1-3] для удаления токсичных соединений с использованием метода магнитной сепарации. В настоящей работе исследуются магнитные сорбенты на основе мезопористых сополимеров дивинилбензола и каучуков – полибутадиена и полизопрена с иммобилизованными в поры наночастицами магнитных оксидов железа. Методами спектроскопии Мессбауэра и рентгенофазового анализа установлено, что внедренные оксиды являются нестехиометрическим магнетитом. Методом низкотемпературной сорбции азота установлено, что для синтезированных сополимеров характерно узкое распределение пор по размерам с максимумами для радиусов 4.4 и 6.8 нм. Исследование микроструктуры композитных сорбентов методом просвечивающей электронной микроскопии (LEO912 AB OMEGA) позволило выявить форму и размер иммобилизованных нанокристаллитов магнетита. Установлено, что частицы гексагональной формы (в проекции) (рис.1а) имеют такое же узкое распределение по размерам, как и поры полимеров, с максимумами для радиусов 4.3 и 4.2 нм и шириной 6 нм для сополимеров с полизопреном и полибутадиеном соответственно (рис. 1б).

Синтезированные мезопористые композитные сорбенты могут быть использованы в биомедицине для удаления низкомолекулярных токсичных белков с применением метода магнитной экстракорпоральной детоксикации биологических жидкостей.

1. *A.B. Пастухов, В.А. Даванков, К.И. Лубенцова, Е.Г. Косандрович, В.С. Солдатов. ЖФХ, 2013, 10, 1721-1727.*
2. *A.B. Пастухов, В.А. Даванков, В.В. Волков, К.А. Дембо, Я.В. Зубавичус, А.А. Корлюков, А.Г. Филатова. Известия РАН Сер. физ., 2009, 4, 496-498.*
3. *A.B. Пастухов, В.А. Даванков. Известия РАН Сер. физ., 2011, 9, 1320-1322.*



*a)*



*b)*

**Рис. 1.** Изображение ПЭМ частицы из размолотых гранул композитного сорбента на основе сополимера дивинилбензола с полибутиддиеном (а) и распределение по размерам нанокристаллитов магнетита (б) (390 кристаллитов из 8 частиц).

# Формирование структуры зерен керамики ЦТС

О.В. Малышкина<sup>1</sup>, А.Ю. Елисеев<sup>1</sup>, А.В. Дайнеко<sup>1,2</sup>, А.И. Иванова<sup>1</sup>

*1 Тверской государственный университет, 170004 г. Тверь, Садовый пер., 35  
2 ОАО «Научно-исследовательский институт «ЭЛПА», г. Зеленоград, Москва*

В работе исследовался процесс формирования микроструктуры в плечном керамическом слое заготовки многослойного актиоатора из материала ЦТС-46 (промышленная температура спекания 960÷970 °C). Заготовки перед термообработкой состоят из слоев сырой органической пленки с керамическим порошком-наполнителем толщиной ~ 40 мкм, чередующихся слоями металлоксодержащей пасты толщиной ~ 5 мкм. Пленка с керамикой содержит порядка 40 объемных % органической связки. В процессе спекания часть входящей в состав связки органики выше 160 °C разлагается с выделением воды и масляного альдегида, в результате происходит уплотнение частиц исходного порошка и формирование поликристаллической структуры.

Проведена серия экспериментов, при которых керамические заготовки, подвергались различным температурам нагрева. Исследование микроструктуры проводилось двумя дополняющими друг друга методиками – растровой электронной микроскопии (микроскоп JEOL JSM-6610LV) и сканирующей зондовой микроскопии (атомно-силовой микроскоп «НАНОЭДЮКАТОР-II» фирмы NT-MDT).

Как видно из представленных на рис.1 изображений поверхности до 350 °C происходит только уплотнение частиц порошка. Агломераты «сырой» пленки сохраняются при повышении температуры до 90 °C. Пористая структура при 240 °C и 350 °C способствует газовыделению.

Процесс формирования конечной структуры и превращение исходного порошка в поликристаллическое твердое тело происходит при температурах выше 860 °C. При 860 °C зерна припекаются друг к другу, а при 970 °C поверхность керамической пленки, полностью спечена, практически не имеет пор и характеризуется увеличением размера зерен с температурой отжига от 0,86 мкм для 240 °C до 2,43 мкм для 970 °C. Анализ размера зерен был выполнен в программе Image Analysis по данным, полученным на ACM.

Обращает на себя внимание наличие радиальных «полос» после последней стадии спекания (рис.1,е и рис.2,а). Исследование рельефа поверхности на ACM (рис.2,б) показало, что это объемные структуры, представляющие, по всей видимости, слои роста, образующиеся в процессе кри-

сталлизации при формировании конечной структуры зерен из частиц исходного порошка.

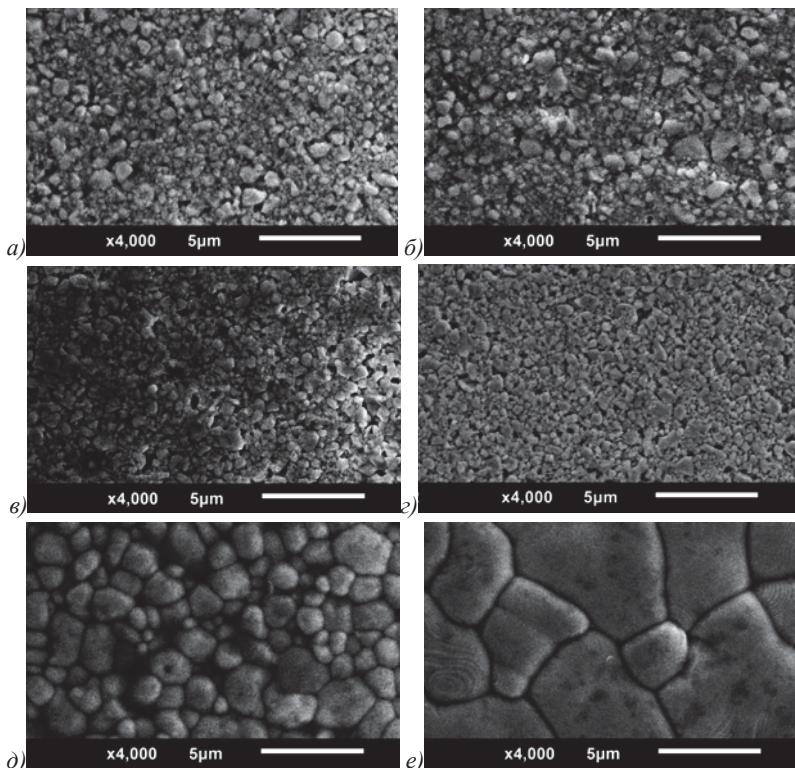


Рис.1. РЭМ изображения поверхностей керамических пленок, сырой (а) и после нагрева до температур 90 (б), 240 (в), 350 (г), 860 (д) и 970 оС (е)

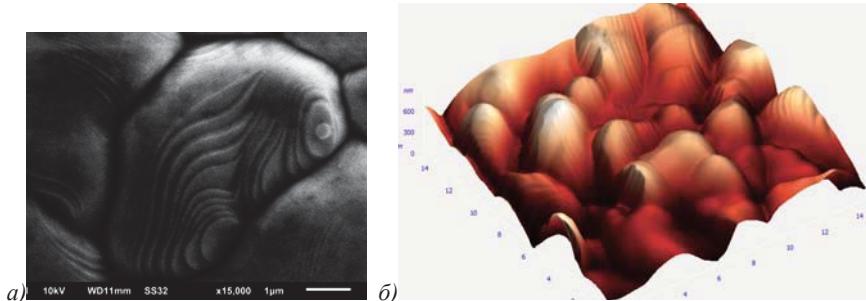


Рис. 2. РЭМ (а) и АСМ (б) изображения поверхности керамической пленки после нагрева до температуры 970 °С. б – размер 15x15x0,8 мкм

# **Влияние термического отжига на свойства системы $\text{SiO}_x:\text{SiO}_2$ сформированной на поверхности ВОПГ**

А.И. Машин, А.В. Нежданов, А.В. Ершов, Е.А. Чевелева

*Нижегородский государственный университет им. Н. И. Лобачевского,  
пр. Гагарина, 23, Нижний Новгород, Россия*

При изучении влияния отжига в вакууме на структуру ближнего порядка и свойства аморфного кремния [1] нами был получен кремний со структурой ближнего порядка, отличной от тетраэдрической. Новый материал оставался аморфным, однако, согласно электронографическим исследованиям и данным ультрамягкой рентгеновской спектроскопии, в таком материале большая часть атомов кремния должна находиться в  $sp^2$ -гибридном состоянии. Однако, в связи с особенностями физико-химических свойств, способность кремния формировать стабильные аллотропные формы, уступает углероду. Существует множество работ, описывающих способы стабилизации аллотропных модификаций кремния. В ряде работ описан способ использования углеродных структур как матриц(затравок) для роста кремниевыхnanoструктур. В других работах описывается возможность создания структур кремния сходных по структуре с графеном на подложках Ag(111). Материал с такой атомной структурой был назван “силиценом”[2].

Очевидно, что на формирование нанокристаллов кремния, при высокотемпературном отжиге, подложка так же будет оказывать существенное влияние. В развитии выше изложенного в данной работе представлены результаты исследования влияния структуры подложки, на свойства нанокристаллов кремния, формируемых в диэлектрической матрице путем термического отжига.

В данной работе проводилось исследование образцов тонких пленок  $\text{SiO}_x$  на различных подложках, отожженных в газовой среде.

Общая методика формирования тонкой структуры  $\text{SiO}_x:\text{SiO}_2$  включает осаждение одиночного слоя нестехиометрического оксида кремния ( $a\text{-SiO}_x$ ) и закрытие его защитным слоем  $\text{SiO}_2$ . Тонкие пленки  $\text{SiO}_x:\text{SiO}_2$  были получены последовательным осаждением соответствующих материалов методом испарения в вакууме с помощью модернизированной вакуумной установки ВУ-1А. Ультратонкие пленки  $\text{SiO}_x$  получали резистивным испарением из tantalовой ячейки Кнудсена, а слои оксида – методом электронно-лучевого испарения (ЭЛИ).

В качестве подложки использовался высокоориентированный пиролитический графит (ВОПГ) ориентации (0001). Температура подложки в процессе напыления поддерживалась равной 200 °С. Для всех структур  $\text{SiO}_x\text{-SiO}_2$  толщина слоев оксида кремния составляла 50 нм, толщины кремнийсодержащих слоев  $\text{SiO}_x$  составляли 2,4 и 6 нм.

Отжиг образцов проводился в потоке аргона при температурах до 1100°С в течении 60 минут.

Исследование образцов осуществлялось с помощью СЭМ комплекса рamanовской спектроскопии NTEGRA Spectra (NT-MDT, г. Зеленоград) методами спектроскопии комбинационного рассеяния (КРС), фотолюминесценции (ФЛ) и атомно-силовой микроскопии (АСМ). Для фотовозбуждения был задействован лазер с длиной волны 473 нм сфокусированный на образце 100х объективом. Спектры комбинационного рассеяния света исследовались в диапазоне 150-1000  $\text{cm}^{-1}$ , спектры фотолюминесценции – в диапазоне 480-800 нм.

Исследования методами АСМ показали, что поверхность образцов при термическом отжиге претерпевает ряд изменений. На поверхности образуются кластерные включения, размер которых увеличивается, а форма размывается с увеличением температуры отжига.

Спектроскопия комбинационного рассеяния показала, что с отжигом увеличивается доля кристаллической фазы кремния, в виде нанокристаллов с размерами менее 3 нм (появление слабого пика в районе 500  $\text{cm}^{-1}$ ), а также с превращением  $\text{SiO}_x$  в  $\text{SiO}_2$  (широкий горб в диапазоне 300 – 500  $\text{cm}^{-1}$ ). Так же четко выделяется пик на частоте 275  $\text{cm}^{-1}$ , который на настоящий момент не удалось идентифицировать.

Исследование спектров ФЛ показало большое количество узких пиков связано со спектром КРС подложки. Однако можно наблюдать появление широкого пика, с максимумом в районе 600 нм, для пленки отожженной при 1100 °С, который наиболее вероятно можно связать с формированием нанокристаллов кремния.

1. *A.Ф. Хохлов, А.И. Машин Аллотропия кремния: Монография* (Н.Новгород: Нижегородского государственного университета им. Н.И.Лобачевского) (2002)
2. *G. G. Guzman-Verri and L. C. Lew Yan Voon // Phys. Rev. B* 76, 075131(2007).

# **Радиологическая микроскопия фаланги руки девочки из Денисовой пещеры**

М.Б. Медникова<sup>1</sup>, М.В. Добровольская<sup>1</sup>, Б. Виола<sup>2</sup>, А.В. Лавренюк<sup>3</sup>,  
П.Р. Казанский<sup>3</sup>, В.Я. Шкловер<sup>3</sup>, М.В. Шуньков<sup>4</sup>, А.П. Деревянко<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Институт археологии РАН, ул. Дм. Ульянова, 19, Москва, 117036, Россия

<sup>2</sup> Max-Planck-Institut für evolutionäre Anthropologie, Abteilung für menschliche Evolution  
Deutscher Platz 6, D-04103 Leipzig, Deutschland

<sup>3</sup> ООО «Системы для микроскопии и анализа», Ленинский пр., 42; Москва, Россия

<sup>4</sup> Институт археологии и этнографии СО РАН, пр. Академика Лаврентьева, 17,  
Новосибирск, 630090, Россия

Вопросы роста и развития ископаемых форм имеют важнейшее значение в решении проблем антропогенеза. Многоуровневые исследования макро- и микроструктур позволяют получать новый пласт информации, касающейся нюансов темпов предефинитивного онтогенеза. В связи с этим анализ гистологических параметров кости, связанных с особенностями остеонного строения, сохранением областей ламеллярной ткани, представляется чрезвычайно интересным. Выявление сходства некоторых черт роста и развития исследуемой кости и фаланг кисти современного человека позволит добавить факты в пользу его сближения с плейстоценовыми денисовцами. В случае обнаружения признаков своеобразного гистологического строения можно будет говорить об обособленном онтогенетическом статусе, как это было сделано при исследовании скелета неандертальцев.

В 2010 г. были получены данные о полной расшифровке реликтового митохондриального генома ископаемого человека из Денисовой пещеры на Алтае. Источником для выделения ДНК послужила фаланга кисти денисовой девочки.

Задачами настоящего исследования фаланги денисовой девочки были: описание сохранности костного материала после взятия образцов на палеоДНК, создание трехмерного и плоскостных изображений фрагмента с увеличением, гистологическое определение биологического возраста, выявление микроструктурных особенностей в сравнительном освещении. При этом использовался недеструктивный метод рентгеновской микроскопии, позволяющий работать с очень фрагментарным материалом, что особенно важно с учетом уникальности исследуемого объекта и степени его сохранности.

Съемка проводилась в режиме томографии на рентгеновском микротомографе VersaXRM-500 фирмы Xradia Inc., США. На базе программного

обеспечения рентгеновского микротомографа строились трехмерные модели и виртуальные срезы в заданных плоскостях.

В ходе исследования фрагментов фаланги кисти денисовской девочки с использованием рентгеновской микроскопии была получена гистологическая картина, которая хорошо согласуется с последовательностью и хронологией процессов, описанных для современного человека. В отличие от неандертальцев, индивид, относящийся к группе денисовцев, не демонстрирует яркого своеобразия по микроструктурным параметрам роста и развития кости. Выявленные общие закономерности онтогенеза современного человека и денисовца указывают на некоторую их близость. Это позволяет предполагать, что важнейшие события предефинитивного онтогенеза происходили в антропогенезе еще в раннем палеолите. Специфика темпов роста и развития неандертальцев формировалась уже после обособления данной группы древних людей.

1. Krause J., Fu Q., Good J.M., Viola B., Shunkov M.V., Derevianko A.P., Pääbo S. The complete mitochondrial DNA genome of an unknown hominin from southern Siberia. *Nature*, 2010, Vol. 464, N 7290. – P. 894–897.
2. Reich D., Green R.E., Kircher M., Krause J., Patterson N., Durand E.Y., Viola B., Briggs A.W., Stenzel U., Johnson P.L.F., Maricic T., Good J.M., Marques-Bonet T., Alkan C., Fu Q., Mallick S., Li H., Meyer M., Eichler E.E., Stoneking M., Richards M., Talamo S., Shunkov M.V., Derevianko A.P., Hublin J.-J., Kelso J., Slatkin M., Pääbo S. Genetic history of an archaic hominin group from Denisova Cave in Siberia. *Nature*, 2010, Vol. 468, N 7327. – P. 1053–1060.
3. Viola B., Richards M., Talamo S., Shunkov M.V., Derevianko A.P., Hublin J.-J. Supplementary information 12. Morphology of the Denisova molar and phalanx. Stratigraphy and dating. *Nature*. – 2010. – Vol. 468, N 7327. – P. 81–86.
4. Mednikova M. Morphological patterns and developmental age of Neanderthal juvenile postcranial remains from Altai. Abstracts of Meeting of European Society of the Study of Human Evolution, Leipzig, 23–24 September, 2011. Leipzig, 2011. – P. 69.
5. Добровольская М.В., Медникова М.Б. «Взрослые» дети неандертальцев: гистологическое исследование ювенильных индивидов из пещеры Окладникова. Фундаментальные проблемы археологии, антропологии и этнографии Евразии: К 70-летию академика А.П. Деревянко. – Новосибирск: Изд-во ИАЭТ СО РАН, 2013. – С. 523–537.
6. Медникова М.Б. Посткраниальная морфология и таксономия представителей рода Homo из пещеры Окладникова на Алтае. – Новосибирск: Изд-во ИАЭТ СО РАН, 2011. – 128 с.
7. Жуковский М.А., Бухман А.И. Сроки окостенения скелета кисти и дистального отдела предплечья у детей и подростков г. Москвы // Детская эндокринология: руководство для врачей. – М.: Медицина, 1995. – С. 40.

# **Исследование и диагностика триметаллических вкладышей КАМАЗ**

А.И. Мерзляков, А.И. Самохина, А.А. Трифонов, Е.В. Нуждин

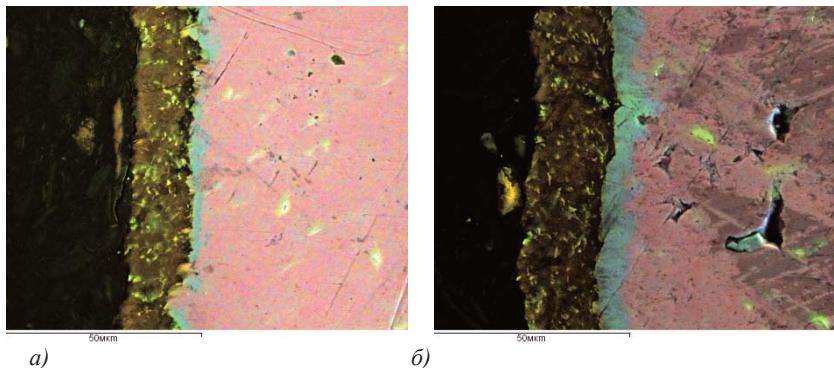
*«Казанский национально исследовательский технический университет им. А.Н.Туполева – КАИ», 420111, г. Казань, К.Маркса 31/7*

На сегодняшний день в технологиях двигателестроения активно применяются шатунные вкладыши в силу таких достоинств как способность к восприятию больших значений динамических нагрузок и вибрационных колебаний, простота конструкции, относительно небольшие габариты и т.д. Основные требования, которые предъявляются в выборе технологий производства и материалов: износостойкость, устойчивость к коррозии, отсутствие дефектов.

Изготовление деталей из алюминия позволяет добиться согласованности покровного слоя, большой поглотительной емкости. Свинец, который считается основным компонентом покрытия разных по размеру шатунных вкладышей - это достаточно мягкий металл, который прекрасно работает в условиях достаточно плохой (граничной) смазки во время запуска/остановки двигателя. Кроме того, такие детали характеризуются никелевым барьером. Дело в том, что между ними и покровным слоем имеется достаточно тонкий слой никеля, который просто необходим для того, чтобы предотвратить миграцию олова в медно-свинцовый элемент из покровного слоя. Чаще всего это происходит при высоких температурах или же под действием времени.

В рамках данной работы проводилось исследование триметаллических шатунных вкладышей КАМАЗ (образцы Чистополя и Австрии), а именно: дефектоскопия, качественный количественный анализ распределения элементов, дисперсность с помощью сканирующей электронной микроскопии (SEM с микрозвондовым рентгеноспектральным анализом (X-ray electron probe analysis)). Исследования проводились на рабочей станции AURIGA CrossBeam. Микроскоп совмещен со спектрометром энергетической дисперсии INCA X-MAX. Разрешение спектрометра 127 $\text{эВ}$ . Предел обнаружения 1500-2000 $\text{ppm}$ . Точность измерения составляет 2-3% и зависит от состояния исследуемого объекта. Анализ проводился при ускоряющем напряжение 20 $\text{КэВ}$  и рабочем отрезке 8,5 мм, что позволяет избежать минимальных погрешностей. Глубина зондирования составляет менее 1 микрона. Применение детектора обратно рассеянных электронов позволило получить хороший фазовый контраст. Результаты исследований подробно отображены на спектрах, микрофотографиях и результатах картирования.

На границе слоев с высоким содержанием Al и Cu обнаружен слой содержания Ni и Cr. Были произведены замеры слоев NiCr.



**Рис. 1.** Изображения СЭМ (Auriga CrossBeam):  
а) образец Чистополя; б) образец Австрии

На образце Австрии наблюдается более плотное заполнение слоя Al оловом. Образец Чистополя содержит менее плотное распределение олова, но слой Ni Cr по толщине и распределению вдоль всего среза не уступает по качеству с Австрийским.

Исследование качественных и количественных характеристик материалов с помощью современных подходов микроскопии и спектроскопии – необходимое условия развития технологий двигателестроения и прогресса производства.

# **Исследование морфологии и состава электролитически осажденных пленок CoNiW методами HAADF-STEM и AFM**

Е.Б. Модин<sup>1</sup>, А.В. Кириллов<sup>1</sup>, М.Ю. Пресняков<sup>2</sup>, Е.В. Пустовалов<sup>1</sup>,  
Б.Н. Грудин<sup>1</sup>, В.С. Плотников<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Дальневосточный федеральный университет, г. Владивосток

<sup>2</sup>НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва

Аморфные и нанокристаллические сплавы на основе элементов группы железа и тугоплавких элементов представляют собой перспективные функциональные материалы, которые находят широкое применение в качестве износостойких и коррозионно-устойчивых покрытий, как альтернатива хромовым покрытиям [1]. Так же данные пленки со столбчатой структурой и перпендикулярной магнитной анизотропией имеют широкий спектр магнитных характеристик и могут быть использованы для устройств записи информации с высокой плотностью [2]. Метод электролитического осаждения позволяет формировать такие покрытия на поверхностях сложной формы и значительной площади, а так же в значительной степени влиять на конечные свойства таких покрытий, изменения параметры процесса осаждения. Поскольку служебные свойства зависят от структурных особенностей материалов, важно исследовать морфологию и возможные флуктуации химического состава, для оптимизации параметров процесса осаждения.

В данной работе пленки сплава CoNiW были исследованы методами сканирующей просвечивающей электронной микроскопии – STEM на микроскопе FEI Titan 80-300 и атомно-силовой микроскопии - AFM. По данным рентгеновского микроанализа EDX в среднем состав пленки после осаждения был близок к 53 ат.% Co, 29 ат.% W, 18 ат.% Ni.

На HAADF-STEM изображениях наблюдается структура в виде зерен с различным контрастом, характерная для электролитически осажденных пленок данного состава, Рис.1. Поверхность пленки имеет перепады высоты, по данным атомно-силовой микроскопии – более 40 нм, Рис.2. Такие неоднородности толщины пленки затрудняют интерпретацию изображений, полученных в режиме Z-контраста и результатов рентгеновского микроанализа. Обнаружено, что существуют неоднородности химического состава - в темных участках на изображении, соответствующих более тонким участкам пленки, концентрация W наблюдается на 5-10% выше, чем в светлых участках. Такие флуктуации химического состава могут быть связаны с особенностями роста пленок CoNiW, так как для осаждения W при формировании таких пленок используются режимы отличные от осаждения

Co-Ni. Работа выполнена при поддержке «Научного Фонда» Дальневосточного федерального университета.

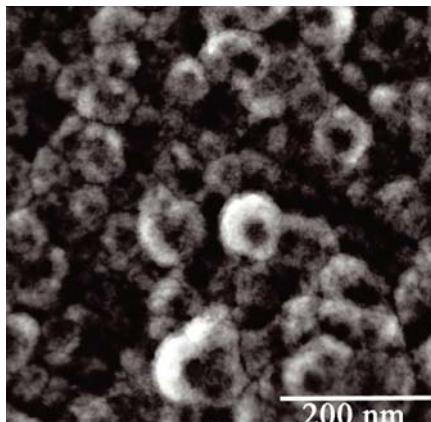


Рис. 1. HAADF STEM изображение участка пленник CoNiW.

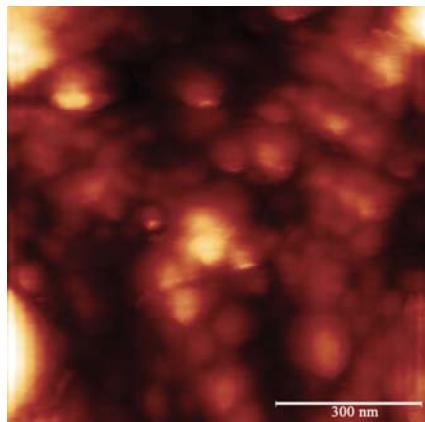


Рис. 2. AFM изображение участка структуры CoNiW.

1. Tsyntsaru N., Bobanova J., Cesiulis X.Ye.H., Dikusar A., Prosycevas I., Celis J.-P. *Surface Coatings Technology*. 2009, 203(20–21), 2983–3332.
2. G. Bottone, D. Candolfo, A. Cecchetti, V.M. Fedosyuk, F. Masoli. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1993, 120, 213-216

# **Изучение особенностей сварных соединений методами электронной микроскопии и рентгеновского спектрального микроанализа**

**В.В. Мокрушин, И.А. Царёва, Д.А. Горькаев, А.Я. Малышев,  
А.М. Воронцов, М.В. Царёв, Е.В. Забавин, Р.М. Баикин**

*ФГУП «Российский Федеральный ядерный центр - Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики» (РФЯЦ-ВНИИЭФ),  
607190, Нижегородская обл., г.Саров, пр-кт Мира, 37, mcr@dep19.vniief.ru*

Описание данной работы продолжает и конкретизирует ряд примеров решения задач прикладного материаловедения [1] указанными в заглавии методами, результаты которых неоднократно доказали эффективность их применения в отраслевой науке, технике и технологиях.

В практике прикладного материаловедения возникает необходимость изучения особенностей поверхности сварных швов как с чисто познавательной целью, так и с практической, например, для выяснения их влияния на прочность и герметичность соединений. В частности, были исследованы участки сварного шва деталей из стали 12Х18Н10Т с нехарактерным потемнением по периферии. Показано, что более глубокая фазовая сегрегация (ликвация) и частичное окисление легирующих элементов оказались причиной нехарактерного окрашивания по всей длине периферийных участков шва, которые, однако, не повлияли на прочность и герметичность соединения.

Недостаточная защита сварочной ванны от кислорода и влаги – наиболее частая причина холодного трещинообразования и при сварке в потоке инертного газа [2]. Так, при электродуговой сварке цилиндрических деталей из титанового сплава ВТ1-0 в потоке гелия наблюдалось значительное окисление металла в сварочной ванне, что было доказано с помощью рентгеноспектрального микроанализа (PCM). Этот эффект приводил к образованию холодных трещин. Кроме того, в сильной степени сказались также различия в термическом расширении и последующей усадке сплошной цилиндрической детали, на которой отрабатывалась технология сварки, и реальной детали, представляющей собой полый цилиндр с аналогичным внешним диаметром. На основании проведенного электронно-микроскопического (ЭМ) исследования и PCM анализа сварных соединений были выработаны рекомендации по коррекции направления и интенсивности потока инертного газа, а также оптимизированы зазоры между свариваемыми деталями, что обеспечило в дальнейшем прочное и герметичное соединение деталей.

Сварку деталей проводят не только «традиционными» методами [3], но и, например, с использованием пиротехнических составов, как источников

тепла и давления прижатия свариваемых деталей. Более того, сами сварные соединения иногда имеют несколько иное функциональное назначение.

В качестве примера не совсем традиционного функционального назначения сварки приведем результаты исследования образцов пиротехнических замыкателей (пироконтакторов), предназначенных для создания в нужный момент времени надежного контакта в электрических цепях большой мощности. ЭМ исследование зоны контакта во всех случаях показало образование практически беспористой структуры через сплавление витой медной проволоки, из которой были изготовлены элементы пироконтакторов. Об эффективности и надежности контакта можно было судить по осевой протяженности зоны сплавления, которая оказалась различной для разных конструкций элементов замыкателя, а также рецептур и количеств используемых пиротехнических составов. Химический состав образующегося контакта практически не отличался от состава исходной проволоки, что также свидетельствовало о надежности электрического соединения. Проведенные исследования позволили оптимизировать конструкцию, выбрать требуемый пиротехнический состав и доказать эффективность срабатывания устройства.

Сварные соединения микроскопических объектов по определению предполагают единственную возможность контроля их качества описываемыми выше методами. В частности, изучение характера соединения никромового и кремниевого мостиков накаливания с электропроводами позволило оценить качество соединений и выявить наиболее вероятную причину снижения электропроводности цепи, связанную с недостаточной площадью пятна физического контакта в одном из свариваемых элементов.

Во всех случаях применения методов ЭМ и РСМ анализа для исследования сварных соединений были выявлены особенности их структуры и химического состава, позволившие оптимизировать конструкцию и технологию сварки деталей.

1. *В.В. Мокрушин, И.А. Царёва, М.В. Царёв, Е.В. Забавин.* Применение сканирующей электронной микроскопии, сфокусированного ионного пучка и энергодисперсионного спектрального анализа для решения задач прикладного материаловедения (обзор). // Сборник тезисов докладов 24-ой Российской конференции по электронной микроскопии, 29 мая – 1 июня 2012, г.Черноголовка. М: ИПТМ РАН, 2012, с.293-295.
2. *В.П. Моисеенко.* Материалы и их поведение при сварке. Учебное пособие. Ростов-на-Дону: издательство «Феникс». 2009, 300 с.
3. *Г.Г. Чернышов.* Сварочное дело. Сварка и резка металлов. Учебник. М.: Издательский центр «Академия». 2010, 496 с.

# **Сканирующая электронная микроскопия и рентгеновский спектральный микроанализ поверхности гидрируемых мишней для нейтронных генераторов**

В.В. Мокрушин, И.А. Царёва, А.Ю. Постников, Н.Т. Казаковский,  
М.В. Царёв, К.В. Коршунов, М.В. Волонин, В.Н. Голубева

*ФГУП «Российский Федеральный ядерный центр - Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики» (РФЯЦ-ВНИИЭФ),  
607190, Нижегородская обл., г. Саров, пр-кт Мира, 37, mcr@dep19.vniief.ru*

К области разработок РФЯЦ-ВНИИЭФ относятся тритиевые (дейтериевые) мишени для нейтронных генераторов [1]. Анализ состояния поверхности подложки, напылённого слоя гидридообразующего металла и его гидрида на различных этапах технологического цикла – задача весьма актуальная, так как от неё зависит эффективность работы, например, нейтронных интроскопов. Целью данного исследования являлось изучение поверхности образцов мишней, отличающихся различными подходами к предварительной химической очистке медной подложки, а также анализ целостности гидридного (дейтеридного) покрытия. Конечной целью работы является оптимизация технологии изготовления мишней.

На поверхности мишени были выявлены области интереса, по фрагментам которых были получены электронно-микроскопические изображения и проведен рентгеноспектральный микроанализ, а именно: поверхность медной подложки; поверхность напылённого титанового слоя; дефекты на поверхности мишени.

В результате проведения сравнительного исследования образцов мишней было установлено, что при травлении медной подложки раствором серной кислоты наблюдается изменение характера её поверхности с образованием ярко выраженной регулярной текстуры, которая воспроизводится на напылённом титановом слое как до, так и после гидрирования. В случае очистки поверхности подложки раствором хромового ангидрида какой-либо выраженной текстуры не наблюдается, однако появляется большое количество поверхностных включений, которые при напылении обрастают частицами гидридообразующего металла. Преимущественный состав этих включений соответствует оксиду алюминия, хотя встречаются включения, близкие по составу к хлоридам натрия и калия, а также оксидам кремния и магния. Предполагаемыми источниками этих загрязнений являются недостаточно чистый исходный хромовый ангидрид, примеси в воде, используемой для растворов, а также пыль на поверхности подложек.

Особого внимания заслуживают «химические» дефекты на обоих об разцах мишеней, как на подложке, так и на напылённой части. Анализ этих фрагментов во всех случаях показал повышенное содержание углерода и кислорода в присутствии калия, хлора, фосфора и серы, а иногда - кальция и магния. Источниками таких загрязнений могут являться остатки смазочно-охлаждающей эмульсии, применяемой при обработке металлов резанием. Как правило, это водная эмульсия минерального масла и солей ненасыщенных жирных кислот или их эфиров в качестве поверхностно-активных добавок. При химическом травлении эти фрагменты обугливаются, и остаются прочно сцепленными с поверхностью. Они обладают высокой абсорбционной ёмкостью, впитывают влагу и удерживают остатки травильных растворов, что может вызывать впоследствии снижение коррозионной стойкости мишеней.

Вероятные загрязнения подложки органическими веществами, которые не до конца удаляются при химическом травлении, могут существенно снизить адгезию напыляемого покрытия в локальных областях. При этом, при насыщении исходного металла изотопом водорода объем твердой фазы гидрида увеличивается, что и приводит к локальному отслоению, растрескиванию и обсыпанию насыщенного слоя. В локальных зонах дефектов гидридного покрытия была измерена его толщина – 2,5-4,0 мкм, что приблизительно соответствует ожидаемой брутто толщине ~5 мкм, установленной по привесу после напыления.

Прочность сцепления поверхностных покрытий с подложкой косвенно характеризует правило Пиллинга-Бедвортса (Pilling-Bedworth) [2]. Если отношение величины молярного объема материала покрытия к молярному объему подложки близко к единице, то можно полагать, что покрытие будет целостным и прочным. Если меньше единицы, то покрытия будет не хватать на всю поверхность, и оно будет носить островковый характер. И, наоборот, если оно больше единицы, то покрытия образуется «с избытком», и оно может растрескиваться и отслаиваться. Отношение молярных объемов «покрытие/подложка» для слоя титана и его дейтерида на меди равны 1,49 и 1,93 соответственно. Следует ожидать, что слой дейтерида титана на медной подложке окажется менее прочным, чем исходное титановое покрытие. В этой связи следует предъявлять особые требования к качеству обработки и очистки поверхности медной подложки.

1. Тритиевая (дейтериевая) мишень для нейтронного генератора. Интернет-страница на официальном сайте РФЯЦ-ВНИИЭФ. Ссылка:  
<http://www.vniief.ru/wps/wcm/connect/vniiief/site/researchdirections/civildevelopment/products/isotop/razr/9bbb38004bb22d5da7dcbf0fd1e28404>
2. П. Кофстад. Высокотемпературное окисление металлов. М.: Мир. 1969.

# **Исследование морфологии поверхности оксидных пленок различных типов после трибологических испытаний**

Т.И. Муравьева<sup>1</sup>, А.В. Морозов<sup>1</sup>, Б.Я. Сачек<sup>1</sup>, А.М. Мезрин<sup>1</sup>, Н.Н. Фролов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Учреждение Российской академии наук Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН. Россия, 119526, г. Москва, пр-т Вернадского, д. 101, к. 1.

<sup>2</sup> ОАО «Ведущий научно-исследовательский институт химической технологии», Россия, 115409, г. Москва, Каширское ш., д.33.

В современной технике находят широкое применение различные типы покрытий. Для их создания используются разнообразные технологии. Технологию созданияnanoструктурированных поверхностных пленок (покрытий) путем термического разложения карбоксилатов металлов в жидкой фазе отличает простота реализации, широкий спектр используемых материалов, отсутствие вредных для человека и природы технологических операций, возможность применения к деталям сложной геометрии. Данная технология позволяет сформировать на поверхности нанопленку (до 300 нм) различного состава, свойств и структуры [1,2]. Нанесение пленок позволяет изменить многие поверхностные свойства - в частности, улучшить трибологические характеристики.

В данной работе исследовались покрытия на стальных подложках следующих типов: однослойные (на основе системы Zr+Cu) и двухслойные состоящие из слоев Al и Cu, а также из слоев Zr и Cu. Трибологические исследования проводились на машине трения UMT-2 по методике, описанной в [3]. Целью исследования являлось определение коэффициента трения покрытий при работе в паре со стальным контртелом. Результаты трибологических исследований показали, что практически все покрытия можно отнести к типу антифрикционных. Даже при трении без смазки их коэффициент трения в условиях испытаний ( $P=1,0$  МПа,  $V=0,05$  м/с) в паре с закалённой сталью не превышал 0,3. Наилучшие трибологические свойства показали покрытия на основе двухслойных систем.

В работе проводилось изучение структуры оксидных пленок в исходном состоянии и после трибологических испытаний различной продолжительности. В исследовании использовались методы оптической микроскопии (микроскоп «Neophot-2» с системой визуального наблюдения и анализа изображения в цифровом и цветовом формате «Image Scope Color») и сканирующей зондовой микроскопии (микроскоп «AIST SmatSPM™»). Результаты микроскопических исследований поверхности до трибологических испытаний показали гладкость и равномерность покрытия. Вместе с тем был

обнаружен ряд дефектов - царапины, каверны. Наличие последних свидетельствует о несовершенстве технологии нанесения, которая на основании проведенных исследований будет улучшена. Результаты микроскопических исследований поверхности пленки после испытаний приведены на Рис. 1.

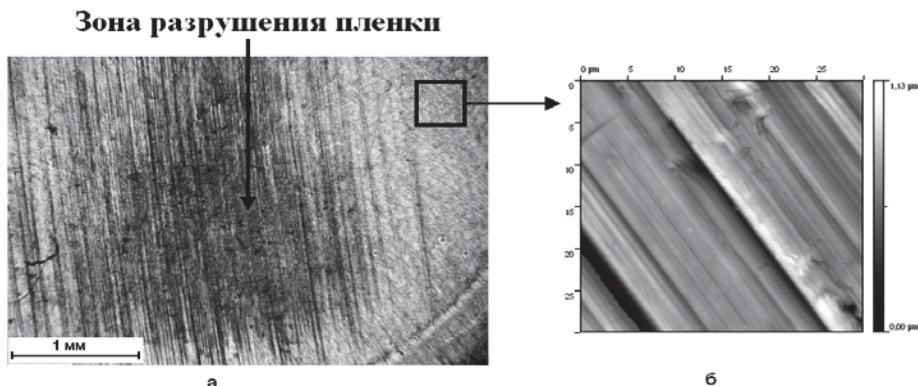


Рис. 1. Поверхность оксидного покрытия после испытаний а – оптическая микроскопия, б – АСМ - микроскопия.

Видно, что в процессе испытаний происходит разрушение пленки. Это связано с тем, что используемый нагрузочно-скоростной режим является достаточно жестким для пленок, толщина которых находится в нанометровом диапазоне. Однако этот метод позволил провести сравнительный анализ устойчивости к разрушению при трении большого количества образцов.

Работа поддержана грантами РФФИ 12-08-00411-а, 12-08-01171 и Грантом поддержки ведущих научных школ России Президента РФ НШ-2611.2012.1.

1. Р.В.Литвин. Динамика механического и теплового взаимодействия продуктов искровой эрозии с подложкой.// Порошковая металлургия. 2008, №1-2,133-145.
2. А.И.Халькин, Т.Н.Патрушева. Экстракционно-пиролитический метод: получение функциональных оксидных материалов.// М.:КомКнига. 2006.
3. Е.В. Торская, И.И. Курбаткин, А.М. Мезрин, А.В. Морозов, Т.И. Муравьева, Н.Н. Фролов, В.В. Сахаров. Механические и трибологические свойстваnanoструктурированных покрытий на основе многокомпонентных оксидов.// Трение и износ. 2013, 34, №2, 129-137.

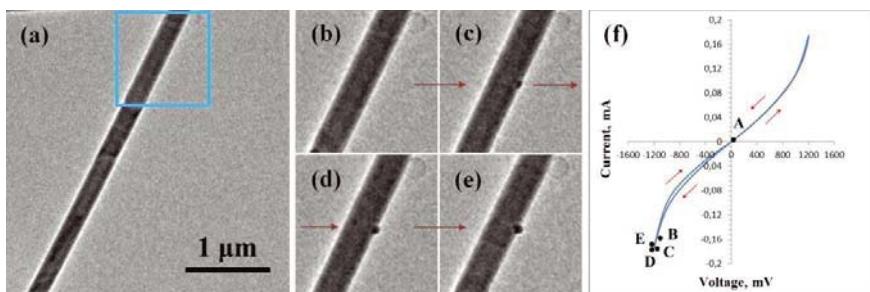
# In-situ TEM studies of the electromigration process in a single InAs nanowire

M. Neklyudova, H.W. Zandbergen

*Kavli Institute of Nanoscience, Delft University of Technology,  
Lorentzweg 1, 2628 CJ Delft, The Netherlands*

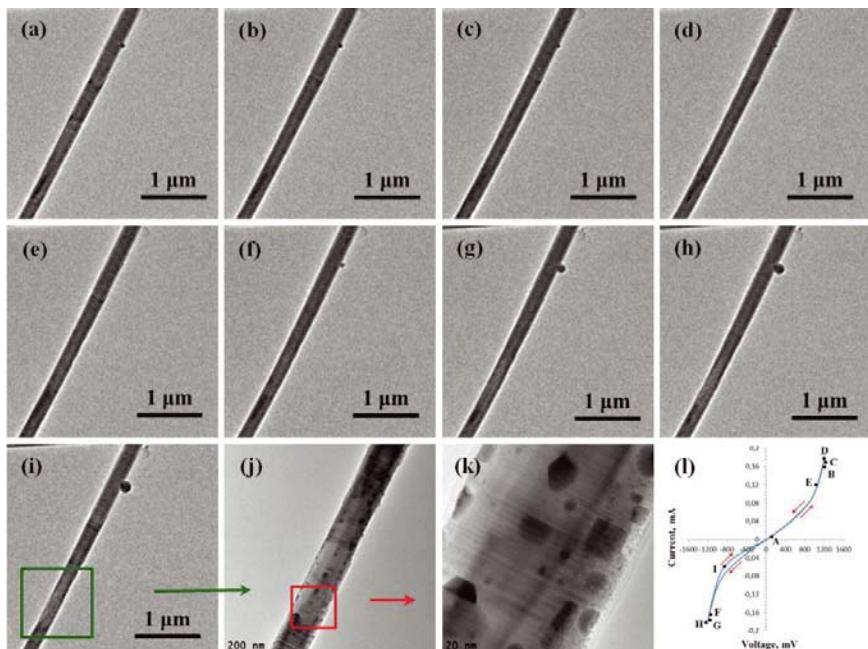
Electromigration is a phenomenon in which the electrical current flow of high density through a solid can lead to intensive atomic motion due to the high speed electrons transfer part of the momentum to the atoms (or ions) by collision. This phenomenon can lead to morphological and structural instabilities not only in metallic interconnections but also in semiconductor nanowires [1,2]. Since semiconductor nanowires are the subject of active study in virtue of their usage as low-dimensional systems, as building blocks for future nanoscale circuits [3,4], the electromigration becomes the key issue that controls the lifetime and stability of a nanoscale device.

In this work the process of electromigration in a single InAs nanowire was investigated by in situ TEM technique using a FEI Titan microscope operating at 300 keV. The electromigration experiments were carried out in a bias-ramping mode which allowed performing accelerated experiments for electromigration process visualization in-situ TEM. The voltage applied for all cycles of electromigration experiments was set to 1200 mV. The resistivity calculated for the nanowire diameter 221 nm was  $2 \times 10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$ . The current density for electromigration activation was about  $3.6 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$ . It was found that the electromigration in nanowire starts at a position close to the cathode with formation of the



**Fig. 1.** Snapshots from the real-time TEM movie showing the first cycle of electromigration process in InAs nanowire. (a) Initial configuration of InAs nanowire before first cycle of electromigration. (b)-(e) Images of the nanowire part pointed by blue square on (a) and taken at B- E times on I-V curve respectively. (f) Typical I-V curve for one loop in the bias-ramping mode. The red arrows indicate the bias-ramping.

cubic-shaped nanoparticles in the place of failure. The EDX analysis of the nanowire after electromigration experiments showed that the particle which formed near anode part is indium. In the presentation all structural and chemical evolutions of the InAs nanowire will be discussed.



**Fig. 2.** Snapshots from the real-time TEM movie showing the second cycle of electromigration process in InAs nanowire. (a) Configuration of the InAs nanowire after first cycle of electromigration. (b)-(i) TEM snapshots showing morphological changes during second cycle of electromigration and corresponded to B-I times on I-V curve (l) respectively. (j) TEM image of the nanowire part marked by green square on (i). (j) Magnified TEM image of the nanowire part marked by red square on (j) and showing the morphological and structural changes after second cycle of electromigration. (l) I-V curve for the second cycle of electromigration. The red arrows indicate the bias-ramping direction.

1. D.Kang, T. Rim, C.-K. Baek, M. Meyyappan. *Appl. Phys. Lett.* 2013, 103, 233504.
2. C.-X. Zou, J. Xu, X.-Z. Zhang, X.-F. Song, D.-P. Yu. *Journal of Appl. Phys.* 2009, 105, 126102.
3. N. Gupta, Y. Song, G.W. Holloway, U. Sinha, C.M. Haapamaki, R.R. LaPierre, J. Baugh. *Nanotechnology*, 2013, 24, 225202.
4. M. Law, J. Goldberger, P. Yang. *Annu. Rev. Mater. Res.* 2004, 34, 83–122.

# Формирование высокопрочной структуры в поверхностном слое при насыщении быстрорежущей стали азотом

А.А. Никулина<sup>1</sup>, Я.С. Лизункова<sup>2</sup>, А.И. Смирнов<sup>1</sup>, Чевакинская А.А.<sup>1</sup>

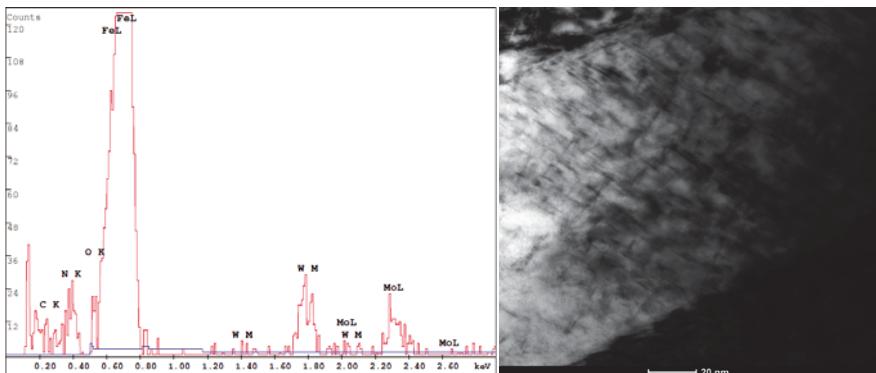
<sup>1</sup> ФГБОУ ВПО «Новосибирский государственный технический университет», 630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20, Россия

<sup>2</sup> Institute of Materials Science, Leibnitz University Hannover,  
An der Universität 2, 30823, Garbsen, Germany

Одним из методов повышения износостойкости поверхности изделий является азотирование, в результате которого на глубину до 300 мкм создается поверхностный слой, микротвердость которого может достигать 11000 МПа. Одним из основных недостатков классической технологии азотирования в среде аммиака является высокая длительность процесса, достигающая нескольких десятков часов. Однако ускорение процесса возможно посредством применения высокоэнергетического воздействия, которое реализовано в разработанном способе атмосферного плазменного азотирования [1, 2]. Продолжительность данного способа на один-два порядка ниже классического и составляет несколько десятков минут.

Целью данной работы является изучение структуры поверхностного слоя после атмосферного плазменного азотирования. В качестве материала для упрочнения использовали быстрорежущую сталь Р6М5, предварительно подвергнутую закалке с последующим трехкратным отпуском. Изучение тонкого строения упрочненного поверхностного слоя осуществляли на просвечивающем электронном микроскопе FEI Tecnai 20 G2 TWIN; для изучения химического состава стали после насыщения поверхности азотом применяли ЭДС EDAX. Для определения фазового состава поверхности использовали дифрактометр ARL'Xtra.

Анализ результатов микроструктурных исследований показал, что после атмосферного плазменного азотирования быстрорежущей стали в поверхностном слое формируется мартенситная структура, содержание азота в которой достигает нескольких процентов. На рис. 1а приведен ЭД-спектр такого слоя. Проведенные структурные исследования свидетельствуют о том, что появляются равномерно распределенные частицы нитридов со средним размером 100 нм (рис. 1б). Рентгенофазовым анализом образцов после атмосферного плазменного азотирования установлено, что образующиеся при азотировании частицы являются нитридами железа  $Fe_3N$  и  $Fe_4N$ . Проведение картирования по химическим элементам позволило установить, что азот находится не только в нитридах, но также присутствует в твердом растворе.



**Рис. 1.** ЭД-спектр а) и микроструктура упрочненной методом атмосферного плазменного азотирования поверхности быстрорежущей стали б).

Анализ микротвердости выявил ее увеличение после проведения атмосферного плазменного азотирования с 8000 до 9500 МПа. Применение данной технологии для поверхностного упрочнения быстрорежущей стали Р6М5 позволит повысить ее стойкость к изнашиванию при эксплуатации.

Работа выполнена по проекту № 11.7161.2013 в рамках государственного задания Министерства образования и науки России.

1. Hassel, T., Birr, C., Bach, F.-W. Surface zone modification by atmospheric plasma-nitriding (APN) with the aid of the transmitted plasma-arc // Key Engineering Materials, 2010. v. 438. pp. 147-154
2. Lizunkova Y., Burov S., Hassel T., Bierbaum M.S., Bach F.-W. Temperature control during the APN-process on the steel 1.3343 // Materials of 15th Conference of the European Scientific Association on Material Forming, ESAFORM 2012, 2012. v. 504-506. pp. 1017-1022.

# Исследование процесса низкотемпературного спекания серебросодержащих паст методом РЭМ

К.Н. Нищев<sup>1</sup>, М.И. Новопольцев<sup>1</sup>, В.В. Елисеев<sup>2</sup>, В.А. Мартыненко<sup>2</sup>,  
А.В. Гришанин<sup>1</sup>, В.П. Мишкин<sup>1</sup>, К.В. Саврасов<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Национальный исследовательский Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарева, 430000, г. Саранск, ул. Большевистская, 68, Россия

<sup>2</sup> ОАО «Электропривод», 430001, г. Саранск, ул. Пролетарская, 126, Россия

В докладе представлены результаты исследования микроструктуры и электрических свойств спеченных слоев (СС) серебросодержащих паст (СП), используемых в низкотемпературных соединениях элементов силовых полупроводниковых приборов (СПП).

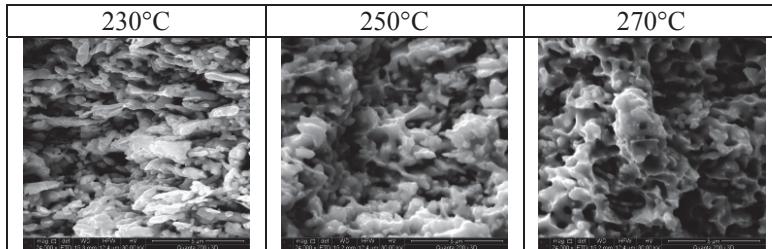
Надежность и основные параметры приборов силовой электроники в значительной степени определяются технологией межэлементных соединений функциональных элементов. Данные соединения должны одновременно обладать минимальными электрическими и тепловыми сопротивлениями, низкой индуктивностью, высокой теплопроводностью, должны обеспечивать необходимую механическую прочность приборов в широком диапазоне температур и в условиях циклических нагрузок мощности. Важным требованием к межэлементным соединениям СПП является максимально возможное снижение температуры процесса их формирования. Перспективной технологией получения низкотемпературных межэлементных соединений СПП, удовлетворяющих данному набору требований, является низкотемпературное спекание СП.

Для получения спеченных слоев СП авторами использовался метод горячего прессования высушенных слоев СП. Качество межэлементных соединений, получаемых данным методом, наиболее существенно зависит от значений технологических параметров процесса спекания: температуры и давления прессования, диапазоны изменения которых в экспериментах составляли 230 – 270°C и 10 – 40 МПа, соответственно. Толщины спеченных слоев исследуемых СП варьировались в диапазоне 60 – 80 мкм.

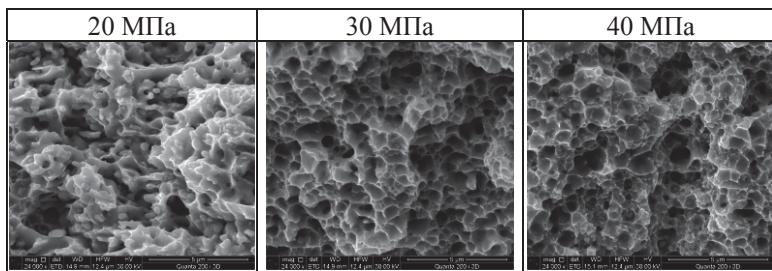
На рис.1,2 представлены РЭМ-изображения изломов СС двух типов СП, полученные на РЭМ Quanta 200i 3D FEI. Как следует из этих изображений, в результате горячего прессования СП формируются пористые слои, характер микроструктуры которых определяется значениями температуры и давления прессования. При этом наибольшие изменения микроструктуры с увеличением температуры прессования наблюдаются для слоев СП, полученных при низких значениях давления (10 МПа) (рис. 1). При повышении давления прессования характер микроструктуры СС с изменением температуры прессования практически не изменяется. Аналогично,

наибольшие изменения микроструктуры с увеличением давления прессования наблюдаются для слоев СП, полученных при низких значениях температуры ( $230^{\circ}\text{C}$ ). При повышении температуры прессования характер микроструктуры СС с изменением давления прессования изменяется весьма незначительно (рис. 2).

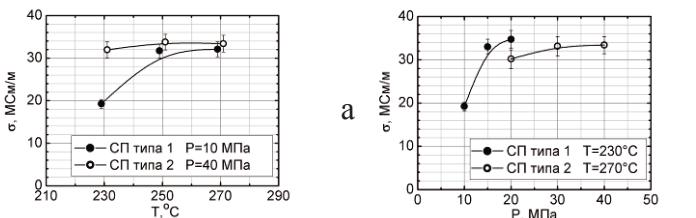
Полученные результаты коррелируют с данными электрических измерений, представленными на рис. 3.



**Рис. 1.** Микроструктура СС СП типа 1 в зависимости от температуры прессования, давление прессования 10 МПа



**Рис. 2.** Микроструктура СС СП типа 2 в зависимости от давления прессования, температура прессования  $270^{\circ}\text{C}$



**Рис.3.** Зависимость удельной электрической проводимости СС от температуры (а) и давления (б) прессования

# **Сравнительное исследование рекомбинационной активности протяженных дефектов в пластически деформированном кремнии методами EBIC и LBIC**

В.И. Орлов<sup>1,2</sup>, О.В. Феклисова<sup>1</sup>, Е.Б. Якимов<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт проблем технологий микроэлектроники и особочистых материалов РАН,  
г. Черноголовка, Московская обл., Россия

<sup>2</sup> Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Методы индуцированного электронным (EBIC) и оптическим (LBIC) пучком тока широко используются для изучения рекомбинационной активности протяженных дефектов в кремнии. Несмотря на то, что физическая природа формирования сигнала в этих методах подобна, изображения протяженных дефектов, полученных этими методами, различаются. Настоящая работа посвящена совместному использованию методов EBIC и LBIC для исследования рекомбинационной активности индивидуальных дислокаций, и квази-двумерных дефектов – плоскости скольжения (плоскость обметенная дислокацией в процессе своего движения) для выяснения преимуществ и недостатков этих методов при исследовании протяженных дефектов.

В работе использовались образцы кремния, вырезанные из бездислокационных монокристаллических слитков кремния, выращенных методом Чохральского. Образцы имели форму прямоугольной призмы размером  $35 \times 4 \times 1$  мм<sup>3</sup> с ориентацией граней (111), (110), (112) (символы граней приведены в последовательности убывания их площадей). Дислокации вводились от локальных концентратов напряжений («куколы» алмазным индентором) на грани (111) вдоль линии параллельной направлению [110]. Далее образцы деформировались четырехточечным изгибом вокруг оси <112> при температуре 600<sup>0</sup>С.

На Рис.1 показаны изображения дислокационной структуры, полученные методом EBIC и LBIC. На Рис.1(1) изображения получены сразу после введения дислокаций. Видно, что на LBIC изображении кроме выхода дислокаций на поверхность выявляются следы за дислокациями в виде темных линий. На EBIC изображении наблюдается лишь след за дислокациями. Такое кардинальное отличие связано с тем, что метод LBIC имеет большую чувствительность при достаточно больших значениях диффузионной длины. Кроме того, глубина проникновения оптического излучения на длине волны света 980 нм равна 150 мкм (для метода EBIC глубина проникновения 3-4 мкм), что позволяет видеть пространственное распределение реком-

бинационно активных центров. И в соответствие с расчетами EBIC контраст двумерных дефектов меньше, чем LBIC контраст.

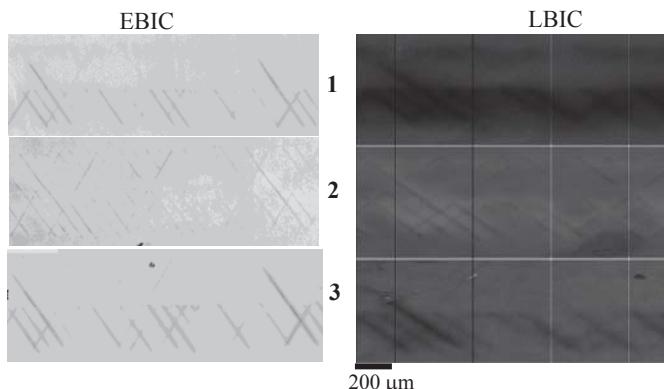


Рис.1 Изображение полученное методом EBIC и LBIC (длина волны лазера 980нм): 1 – сразу после введения дислокаций; 2 – после диффузии Cu и быстрым охлаждением; 3 – после последующего отжига и медленного охлаждения.

После диффузии в образцы меди путем разного режима охлаждения создавалось разное распределение преципитатов меди вблизи дислокаций и следов за дислокациями. В частности, при закалке медь в основном собирается на протяженные дефекты, что приводит к появлению светлого контраста вблизи плоскостей скольжения, при этом сам след от плоскости скольжения остается темным (Рис.1(2)). Интересно отметить, что на EBIC изображении такой светлый контраст практически не выявляется, что определяется малой глубиной проникновения электронов. Появление светлого контраста может объясняться тем, что преципитация меди приводит к локальному изгибу зон вблизи плоскостей скольжения. Вследствие этого вдоль плоскостей скольжения формируются потенциальные канавки для неосновных носителей заряда, что увеличивает эффективную длину их пробега. Второй механизм формирования светлого контраста может определяться тем, что при закалке медь преципитирует в основном на дефектах, при этом область, прилегающая к плоскостям скольжения, очищается от примесей и диффузионная длина в этой области увеличивается. Пока мы не можем выбрать, какой из этих механизмов определяет появление светлого контраста.

После медленного охлаждения светлый контраст не выявляется и только увеличивается темный контраст. Таким образом, экспериментально продемонстрировано, что чувствительность метода LBIC при исследовании протяженных дефектов заметно выше чувствительности в методе EBIC.

# **Исследование методами EBIC и LBIC влияния меди на рекомбинационную активность дефектов, введенных при пластической деформации кремния**

В.И. Орлов<sup>1,2</sup>, О.В. Феклисова<sup>2</sup>, Е..Б. Якимов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт физики твердого тела РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

<sup>2</sup> Институт проблем технологий микроэлектроники и особочистых материалов РАН, г. Черноголовка, Московская обл., Россия

Основными дефектами, возникающими в процессе пластической деформации, являются протяженные дефекты - дислокации и, как следствие их движения по кристаллу, следы за дислокациями. Рекомбинационная активность дислокаций и следов за дислокациями определяется целым рядом факторов, среди которых можно отметить следующие – температура деформации, присутствие в кристалле примесей, «загрязнение» извне примесями переходных металлов, как в процессе самой деформации, так и в результате дополнительной термической обработки и т.д. [1-4]. Особое внимание уделяется исследованию взаимодействия протяженных дефектов в кремнии с примесями переходных металлов, в частности, железа и меди, в попытке установить причину шунтирования и деградации солнечных элементов на основе кремния. Ранее уже было показано, что контраст от дислокаций и следов за дислокациями существенно отличается в кристаллах, деформированных в «чистых» и «грязных» (с использованием металлических опор) условиях. При деформации кристалла с использованием металлических опор дислокации и следы за дислокациями, как правило, демонстрируют заметный контраст в режиме наведенного тока вследствие формирования «загрязненной» примесной атмосферы. Целью данной работы было исследование взаимодействия уже «загрязненных» протяженных дефектов с медью путём сравнения рекомбинационных свойств дислокаций и следов за дислокациями, введенных при пластической деформации одного и того же кристалла кремния, до и после дополнительного «загрязнения» медью.

В работе использовались образцы, вырезанные из промышленной пластины кремния n-типа, выращенного по методу Чохральского. Деформация осуществлялась при 600° С в течение 2.5 часов с использованием металлических опор. Дополнительное «загрязнение» медью проводилось путём диффузии при 750° С в течение 30 минут с последующей закалкой образца в азоте или медленным охлаждением в печи. Рекомбинационная активность протяженных дефектов исследовалась методами наведенного электронным

пучком тока (EBIC) в растровом электронном микроскопе и тока, индуцированного световым пучком (LBIC).

После деформации с использованием металлических опор дислокации и следы за дислокациями демонстрировали заметный контраст в режиме наведенного тока, что согласуется с ранее полученными результатами [1]. Однако следует отметить, что контраст от следов за  $60^{\circ}$ -градусными дислокациями гораздо сильнее, чем от следов за дислокациями смешанного типа.

Дополнительное загрязнение медью приводит к следующим результатам. Обнаружено, что контраст от протяженных дефектов существенным образом зависит от способа охлаждения образца после диффузии меди. При медленном охлаждении образца контраст от большинства протяженных дефектов уменьшается. Если же образец после диффузии подвергался закалке в жидким азоте, то контраст от большинства протяженных дефектов также становится заметно слабее, появляется контраст на ранее неактивных плоскостях скольжения, а вблизи плоскостей скольжения и дислокаций наблюдается появление светлых областей. При этом образование светлых областей удалось выявить при исследовании образцов методом LBIC, в то время как методом EBIC эти светлые участки явным образом выявить не удалось, поскольку чувствительность метода LBIC для двумерных объектов существенно выше, чем чувствительность метода EBIC [5].

Полученные результаты обсуждаются в предположении о различии в скорости преципитации меди при охлаждении, когда при закалке более эффективными стоками для меди становятся дислокации и следы за дислокациями, вблизи которых и образуются светлые области.

Работа частично финансировалась РФФИ (грант 14-02-91156 ГФЕН\_а).

1. *O.V. Feklisova, E.B. Yakimov. Phys. Status Solidi C*, (2007), 4, 3105–3109.
3. *О.В. Феклисова, Х.Ю. Д. Янг, Е.Б. Якимов. Поверхность*, (2012), 11, 31–34.
4. *O.V. Feklisova, B. Pichaud, E.B. Yakimov. Phys. Status Solidi A*, (2005), 202, 896–900.
5. *V.I. Orlov, O.V. Feklisova, E.B. Yakimov. Solid State Phenomena*, (2014), 205–206, 142–147.

# Визуализация наночастиц в Si, последовательно имплантированных ионами $^{64}\text{Zn}^+$ и $^{16}\text{O}^+$ , с помощью СПЭМ и карт ЭДС

В.В. Привезенцев<sup>1</sup>, В.С. Куликаускас<sup>2</sup>, О.В. Шемухин<sup>2</sup>, А.Ю. Трифонов<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Физико-технологический институт РАН,

Нахимовский просп. 34, 117218 Москва, Россия

<sup>2</sup> НИИЯФ им. Д.В. Скobel'цина, МГУ им. М.В. Ломоносова,

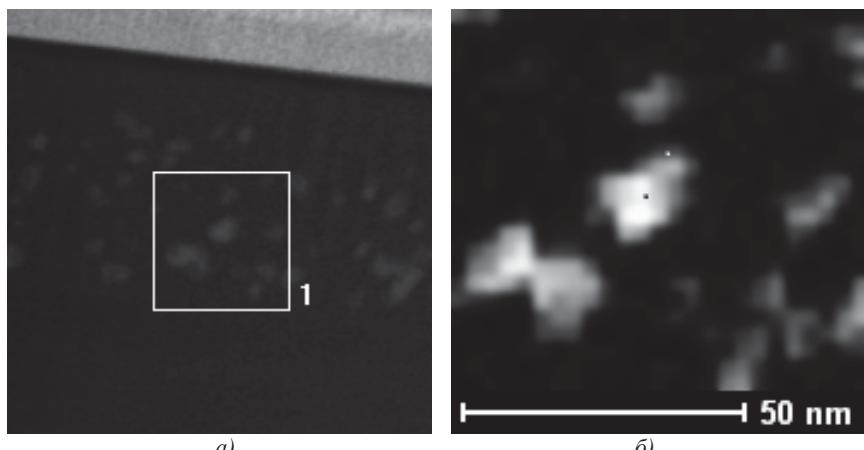
Ленинские горы, 119998 Москва, Россия

<sup>3</sup> НИИФП, Зеленоград, 124210 Москва, Россия

В последнее время широко исследуются свойства наночастиц (НЧ) металлов и их оксидов в различных матрицах, поскольку такие материалы, благодаря их свойствам, могут найти применение в устройствах микро- и оптоэлектроники [1]. Среди них НЧ оксида цинка играют особую роль, поскольку ZnO является прямозонным материалом с шириной запрещенной зоны 3.37эВ и имеет большую энергию связи 60мэВ электрона и дырки в экситоне, что позволяет создавать источники УФ излучения [2], обладает сорбционным эффектом [3] и ферромагнетизмом при комнатной температуре [4]. Возможно также использование НЧ из ZnO в солнечных батареях на органических красителях (ячейках Герцеля) [5]. НЧ из ZnO могут быть получены, в частности, методом легирования ионами Zn подложки с последующим отжигом в нейтрально/окислительной атмосфере.

Ранее нами [6] методом резерфордовского обратного рассеяния ионов  $\text{He}^+$  были исследованы дефектный слой и профили имплантированного Zn в CZ n-Si<sup>o</sup>(100) подложке n-типа. Имплантация с дозой  $D=2\times10^{16}\text{ см}^{-2}$  последовательно проведена ионами  $^{64}\text{Zn}^+$  с энергией  $E=100\text{ кэВ}$  и  $^{16}\text{O}^+$  с энергией  $E=35\text{ кэВ}$  так, чтобы значения проекционных пробегов для обоих ионов  $R_p=75\text{ нм}$  совпадали. После этого пластины были последовательно отожжены при температурах от 400 до 1100°C в нейтрально/инертной атмосфере. Рентгено-фазовым дифракционным анализом было установлено, что после отжига в диапазоне 600-800°C в имплантированном слое появляются НЧ ZnO<sup>o</sup>(102).

В настоящей работе проведена визуализация приповерхностного слоя такого материала и НЧ в нем с помощью просвечивающего электронного микроскопа Tecnai G2 20 S-Twin фирмы FEI (Голландия), оборудованного приставкой EDAX для рентгеновской энерго-дисперсионной спектроскопии (ЭДС). В режиме сканирующей просвечивающей микроскопии (СПЭМ) были построены карты распределения элементов и определены размеры полученных НЧ.



**Рис. 1.** СПЭМ-изображение имплантированного слоя после отжига при 800°C (а) и ЭДС-карта для Zn-L линии выделенного кадра (б).

Из СПЭМ-изображений образцов после имплантации следует, что НЧ в этом случае не образуются. Карты ЭДС дают размытое распределение цинка и кислорода по аморфизованному слою кремния. После отжига при 800°C на СПЭМ-изображении наблюдается образование НЧ (Рис.1, а). Карта распределения интенсивности К-линии кислорода для выделенной на Рис.1, а области (здесь не показана) не дает четкой картины образования НЧ, поскольку исходные пластины CZ Si содержали до  $1 \times 10^{17}$  см<sup>-3</sup> кислорода, дающие фон. Из карты распределения интенсивности L-линии Zn для выделенной на Рис.1, а области ясно видно, что НЧ включают имплантированный Zn. Это может свидетельствовать об образовании НЧ либо самого Zn, либо, что более вероятно, его соединений с имплантированным кислородом типа ZnO, как было обнаружено в работе [6], или его соединений с атомами матрицы Si и кислородом ZnSiO<sub>3</sub> и/или Zn<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>.

Из гистограммы распределения НЧ по размерам, полученной из панорамного СПЭМ-изображения приповерхностного слоя образца после отжига при 800°C, следует, что средний размер НЧ равен 8.7 нм.

1. M.I. Baraton. Synthesis, Functionalization, and Surface Treatment of Nanoparticles. Am. Sci., Los-Angeles (2002).
2. C. Flytzanis, F. Haqche, M.C. Klein, D. Ricard, Ph. Roussignol, in Prog. Optics, **29**, E.Wolf ed., North Holland, Amsterdam (1999), p.321.
3. C.Y. Jiang, X.W. Sun, G.Q. Lo, et al. Appl. Phys. Lett., **90**, 263501 (2007).
4. C. Li, Y. Yang, X.W. Sun, W. Lei et al. Nanotechnology, **18**, 135604 (2007).
5. S. Chu, M. Olmedo, Zh. Yang et al. Appl. Phys. Lett., **93**, 181106 (2008).
6. В.В. Привезенцев, В.С. Куликаускас и др. Поверхность 2013, В.12, С.3.

# **Исследование пироуглеродной фазы углеситалла методом восстановления волновой функции электрона в ВРЭМ**

А. С. Приходько<sup>1</sup>, Н. И. Боргардт<sup>1</sup>, М. Заййт<sup>2</sup>, Х. Шуманн<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Национальный исследовательский университет «МИЭТ»,  
124498, Москва, г. Зеленоград, Россия*

<sup>2</sup>*4-й Физический институт Геттингенского университета, Геттинген, ФРГ*

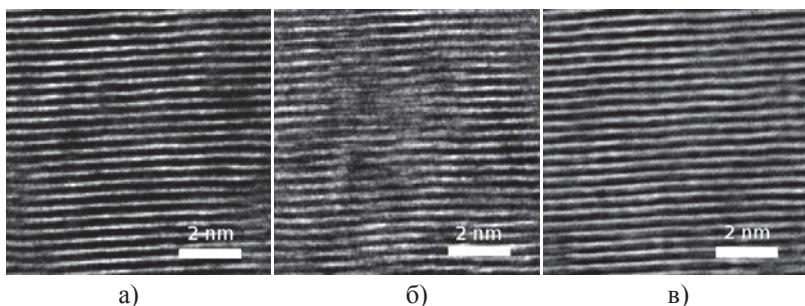
Благодаря уникальным физическим свойствам углеродные материалы широко применяются в науке и технике. К одному из них относится углеситалл. Он является искусственным углеродным материалом, получаемым в результате термического разложения углеродосодержащих газов и хлорида бора. Одним из важных применений углеситалла стало его использование в конструкциях искусственных клапанов сердца.

Согласно литературным данным углеситалл состоит из турбостратной фазы пироуглерода с межплоскостным расстоянием 0.343 нм и монокристаллических включений карбида бора [1]. Настоящая работа посвящена изучению структуры пироуглеродной фазы на атомарном уровне с использованием высокоразрешающей электронной микроскопии (ВРЭМ).

Исследования проводились с применением просвечивающего электронного микроскопа Philips CM200 UT-FEG при ускоряющем напряжении 200 кВ. Используя ВРЭМ, для восстановления волновой функции (ВФ) электрона на выходной поверхности образца была получена дефокусная серия из 20 изображений матричной фазы с шагом дефокусировки объективной линзы 3.5 нм. Оценочная толщина образца углеситалла составляла порядка 30 нм. На начальном этапе реконструкции, дефокусная серия микрофотографий обрабатывалась парабалическим методом, результатом которого являлось грубое приближение ВФ, а на втором этапе более точное ее определение осуществлялось методом максимального правдоподобия [2]. Для восстановления волновой функции применялся программный пакет TrueImage, разработанный фирмой FEI.

Экспериментальные высокоразрешающие изображения со значением дефокусировки объективной линзы  $\Delta f = -77.5, -87.1$  нм представлены на рисунках 1а-б соответственно. Параллельные друг другу светлые и темные полосы на микрофотографиях представляют собой изображения базисных плоскостей атомов углерода, формирующих турбостратную структуру. На рис. 1а контраст на всей площади изображения равномерный в отличии от рис. 1б. На центральной части микрофотографии 1б наблюдалось отсутствие контраста присущего для плоскостей, которые параллельны направ-

лению распространения электронной волны. Этот эффект можно объяснить, если предположить наличие в пироуглеродной фазе нанокристаллитов графита [3], ориентация углеродных плоскостей которых отклоняется от направления электронного луча. Сложное поведение контраста на рис.1а-б обусловлено нетривиальным видом рассеивающего потенциала и влиянием передаточной функции микроскопа на интенсивность изображения. Поэтому для устранения влияния этой функции на вид микрофотографий целесообразно использовать изображение реконструированной ВФ на выходной поверхности образца. Изучение атомарного строения пироуглерода проводилось на основе анализа мнимой части восстановленной волновой функции электрона представленного на рис. 1в.



**Рис. 1.** Высокоразрешающие микрофотографии и мнимая часть ВФ: а) микрофотография при  $\Delta f = -77.5$  нм; б)  $\Delta f = -87.1$  нм; в) мнимая часть волновой функции.

Неразрывность светлых и темных полос на рис.1в свидетельствует о непрерывности проекций атомных плоскостей на выходную поверхность образца. Вид этих проекций согласуется в большей степени с ленточной моделью строения пироуглерода. Предположительно, неравномерное изменение контраста в зависимости от значения фокусировки обусловлено искривлением атомных плоскостей и наличием дефектов в глубине образца.

Таким образом на основе дефокусной серии высокоразрешающих микрофотографий была восстановлена волновая функция электрона на выходной поверхности образца. Анализ изображения мнимой части ВФ электрона показал, что структура матричной фазы пироуглерода в большей степени соответствует ленточной модели.

1. В.Н. Кужин, Н.И. Боргардт, А.В. Агафонов. Письма в ЖТФ, 2004, 17, 76-82.
2. W.M.J. Coene, A. Thus, M. op de Beeck, D. Van Dyck. Ultramicroscopy, 1995, 64, 109-135.
3. R. E. Franklin. Proc. R. Soc. (London) A, 1951, A209, 196-218.

# **Влияние воздействия радиации на морфологию и механические свойства политетрафторэтилена: исходного и радиационно - модифицированного**

Н.В. Садовская, Н. А. Чуков, Е. М. Конова, С.А. Хатипов

*ОАО Ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский физико-химический институт им. Л. Я. Карпова. г. Москва, пер. Обуха, д.3, Россия.*

Политетрафторэтилен (ПТФЭ) - пластик, обладающий уникальным сочетанием физических и химических свойств, широко применяется во многих областях промышленности. В то же время для ПТФЭ характерны определенные недостатки, среди которых главными являются низкая износостойкость, высокая ползучесть. Для радиационно-модифицированного ПТФЭ (РМ ПТФЭ), полученного в работах [1, 2] в результате облучения гамма-квантами Со-60 выше температуры плавления, были достигнуты аномально высокие изменения механических свойств: износостойкости до  $10^4$  раз, ползучести до  $10^2$  раз. Влияние радиационного воздействия на механические свойства ПТФЭ хорошо изучено: его радиационная стойкость не высока [3]. Работы по исследованию в этом направлении РМ ПТФЭ не проводились, не известны также работы по исследованию радиационного воздействия на морфологию обоих материалов. В настоящей работе методом растровой электронной микроскопии высокого разрешения (ВРЭМ) проведено исследование морфологии ПТФЭ и РЭМ ПТФЭ в зависимости от дозы радиационного воздействия. Влияние дозы облучения на механические свойства обоих материалов также изучено.

Исследовали блочные образцы ПТФЭ и РМ ПТФЭ, облученные при комнатной температуре в инертной среде на гамма-установке КСВ-500 гамма-квантами Со-60 со средней энергией 1.25 МэВ. Дозы облучения составляли 1, 5, 10, 20, 50, 100, 200, 300, 500 Мрад. Морфологию сколов, полученных в жидком азоте, облученных образцов исследовали в сканирующем электронном микроскопе высокого разрешения с автоэмиссионным катодом JSM-7500 F фирмы JEOL. Изображения получали в режиме вторичных электронов (при энергии первичного пучка 5 кэВ разрешение составляло 1 нм). Исследование механических свойств проводили на универсальной испытательной машине Инстрон 3365 (США).

**ПТФЭ.** При дозах облучения до 20 Мрад характер морфологии в целом не меняется и имеет сходные черты с необлученным полимером: структура определяется наличием протяженных фибрillлярных ламелей, вытянутых в направлении ориентации фибрилл. При этом важной отличительной особенностью является заметное увеличение ширины ламелей, начинающееся

с дозы 5 Мрад (рис.1а, б). При дозах 50, 100 Мрад происходит реорганизация структуры, связанная с разрушением ламелей и изменений характера расположения фибрилл (рис.1в ). При больших дозах образец полимера рассыпается.

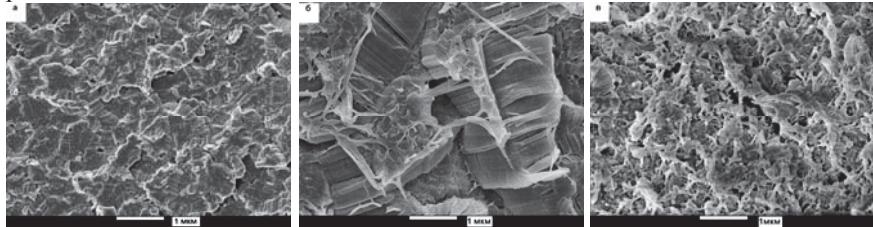


Рис. 1. ВРЭМ изображения сколов ПТФЭ после радиационного воздействия при комнатной температуре: а) доза- 0 Мрад; б) доза- 5 Мрад; в) доза- 20 Мрад.

**РМ ПТФЭ.** При малых дозах облучения, включая 50 Мрад, характер морфологии полимера в целом не меняется и имеет черты сходные с РМ ПТФЭ до облучения при комнатной температуре: структура определяется наличием новых морфологических форм-сферолитов, состоящих из радиально ориентированных фибрилл. Важной отличительной особенностью является уменьшение размеров сферолитов с увеличением дозы облучения, а также изменение размеров поперечного сечения фибрилл (рис2а, б). Начиная с дозы 100 Мрад начинается реорганизация структуры, связанная с исчезновением сферолитов и формированием новой структуры( рис.2в,г ). Механические свойства, присущие РМ ПТФЭ, существенно не меняются при облучении дозами до 50 Мрад.

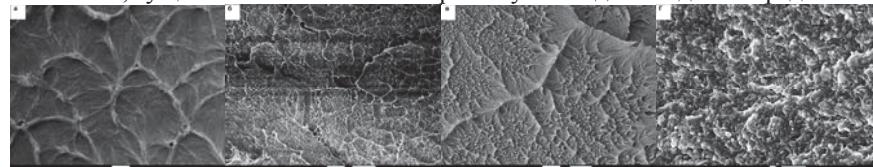


Рис. 2. ВРЭМ изображения сколов РМ ПТФЭ после радиационного воздействия при комнатной температуре: а) доза- 0 Мрад; б) доза -50 Мрад; в) доза- 100Мрад ; г) доза-300Мрад.

1. С.А. Хатипов, Е.М. Конова, Н.А. Артамонов. Рос. хим. ж. (Ж. Рос. хим. об-ва им. Д.И. Менделеева), 2008, 52, 64-72.
2. С.А. Хатипов, С.А. Серов, Н.В. Садовская. Вопросы материаловедения, 2012, 4 (72), 191-194.
3. C.D. Bopp, O. Sisman. Radiation Stability of Plastics, Oak RidgeNat Lab Reports ORNL 928, 1953, 114-120.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант № 13-08-12049

# **Исследование и диагностика планарных n-p-n транзисторов сфокусированным ионным пучком**

А.И. Самохина, А.Р. Бадрутдинов, А.А. Трифонов, Е.В. Нуждин

*«Казанский национально исследовательский технический университет им. А.Н.Туполева – КАИ», 420111, г. Казань, К.Маркса 10, Татарстан*

Технология полупроводникового производства базируется в настоящее время на таких сложных прецизионных процессах обработки, как фото- и электронолитография, оксидирование, ионно-плазменное распыление, ионная имплантация, диффузия, и др. К материалам, используемым в производстве приборов и микросхем предъявляют высокие требования по чистоте и совершенству структуры. Для осуществления большинства технологических операций используют уникальное по характеристикам оборудование: оптико-механическое, ионно-лучевое, термическое. Процессы осуществляются в специальных обестылленных помещениях с определенной влажностью и температурой. Новые приборы интегральных микросхем нельзя изготовить с помощью тех же методов и на том же оборудовании, которое использовалось для производства простых ИМС. С целью создания новых СБИС, необходимо освоение новых материалов, методов технологической обработки, а так же не малую роль играет технология контроля качества и измерений характеристик на разных этапах их производства.

Используя универсальную рабочую станцию Auriga CrossBeam, которая работает как сканирующий электронный микроскоп высокого разрешения (1 нм) и как технологическая станция (FIB колонна), провели поперечное травление сфокусированным ионным пучком участка транзистора. Благодаря уникальной технологии электронной колонны Gemini был проведен высокочувствительный фазовый контраст (Low Loss BSE) на внутрилиновом детекторе обратно-рассеянных электронах. Это современная методика разработанная одним из ведущих сотрудников компании Carl Zeiss позволяет нам различать даже слабо легированные участки на срезе транзистора. Данная методика в совокупности с технологическими возможностями резки (травления) и напыления позволяет нам расширить аналитические возможности и даже провести 3D реконструкцию посредством послойной резки образца.

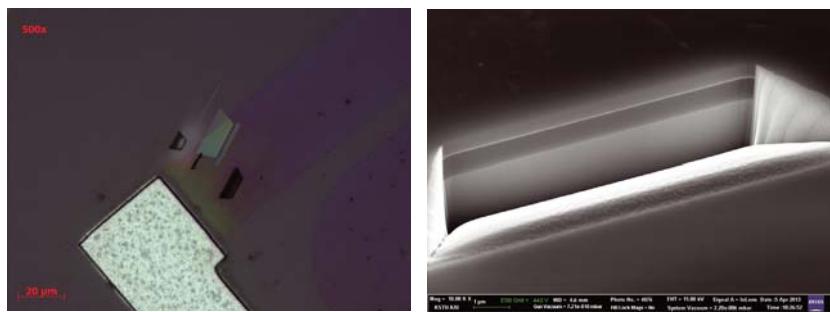


Рис. 1. Изображения ОМ (Axio Imager Z2m) и СЭМ (Auriga CrossBeam): а) область вскрытия участка планарного полевого транзистора; б) поперечное травление с помощью FIB колонны.

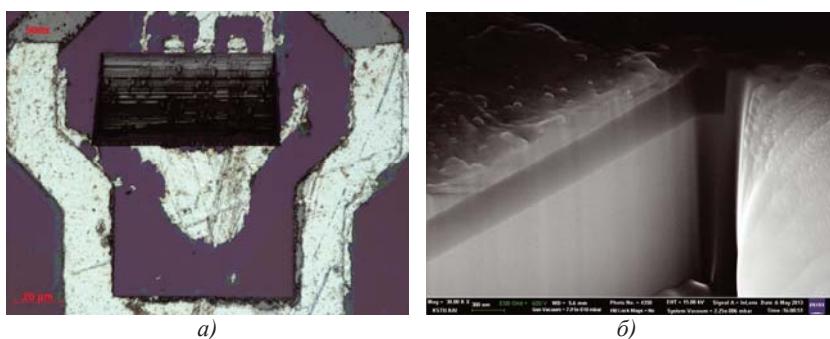


Рис. 2. Изображения ОМ (Axio Imager Z2m) и СЭМ (Auriga CrossBeam): а) область вскрытия участка планарного биполярного транзистора; б) поперечное травление с помощью FIB колонны.

# Исследование светочувствительных наночастиц в многослойных фотопленках

И.Р. Сафина<sup>1</sup>, А.А. Трифонов<sup>1</sup>, Е.В. Нуждин<sup>1</sup>

1 «Казанский национально исследовательский технический университет им. А.Н.Туполева – КАИ», 420111, г. Казань, К.Маркса 31/7

Прогресс в светочувствительности фотоматериалов за время развития фотографии огромен - за 150 лет развития фотографии она выросла приблизительно в 1 миллион раз. Основным светочувствительным элементом фотографических материалов являются кристаллы, вернее микрокристаллы, галогенидов серебра. Среди четырех галогенидов серебра- AgF, AgCl, AgBr, AgI наибольший практический интерес представляют последние три. Нами проводилось исследование этих отдельных галогенидов серебра нанесенных на тонкую пленку: их размеры и распределение; синтез роста галогенидов при различных режимах. Изучались формы и зависимость роста толщины образцов. Установлены размеры на стадии зародышеобразования кристаллов.

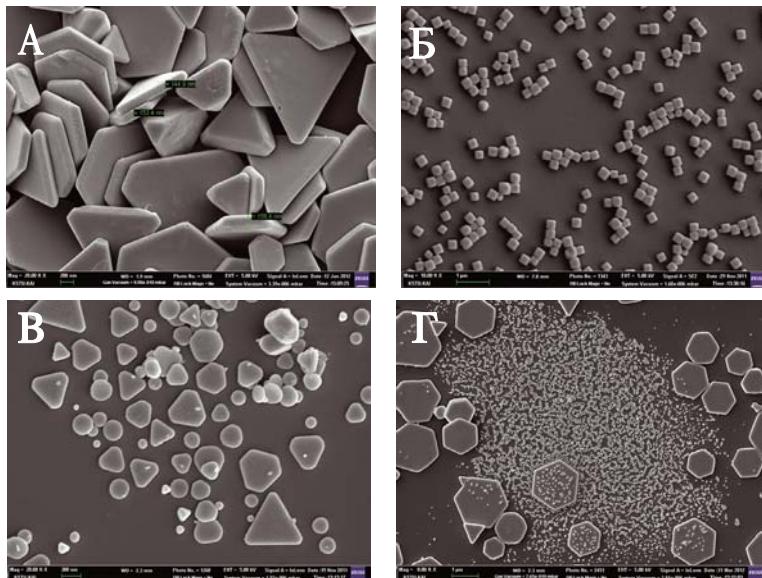
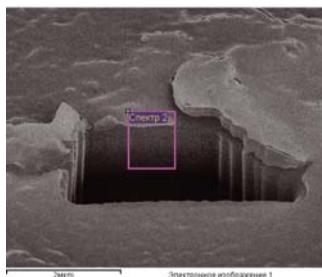
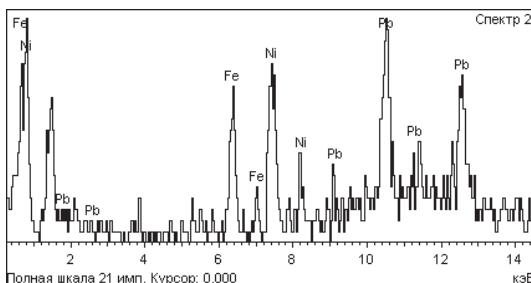


Рис. 1. а – СЭМ изображение кристаллов галогенида серебра с замером толщины кристалла, б – конечный результат синтеза РКТ кристаллов галогенида серебра, в,г – различные этапы зародышеобразования галогенидов серебра.



**Рис. 2.** Вытравленный участок фотопленки со светочувствительными кристаллами Fe/Ni.



**Рис. 3.** Спектр, полученный с выбранного участка поверхности.

Совокупность синтеза галогенидов серебра и их последующая диагностика в эмульсионных слоях матрицы материала позволяет нам оценить светочувствительность наночастиц галогенидов серебра ( $\text{AgHal}$ ) в сравнении с наночастицами других светочувствительных элементов.

# Микроструктура и пьезоэлектрический отклик в тонких сегнетоэлектрических пленках ЦТС с аномально высокой диэлектрической проницаемостью

С.В. Сенкевич<sup>1</sup>, И.П. Пронин<sup>1</sup>, О.Н. Сергеева<sup>2</sup>, Д.А. Киселев<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе,  
194021, г. Санкт-Петербург, Политехническая ул. 26, Россия

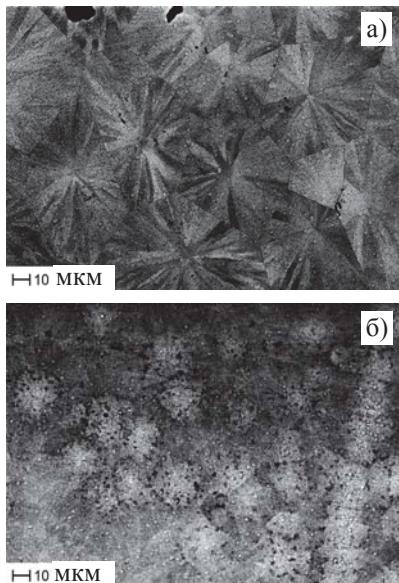
<sup>2</sup> Тверской государственный университет,  
170100, г. Тверь, ул. Желябова 33, Россия

<sup>3</sup> Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,  
119991, г. Москва, Ленинский пр. 4, Россия

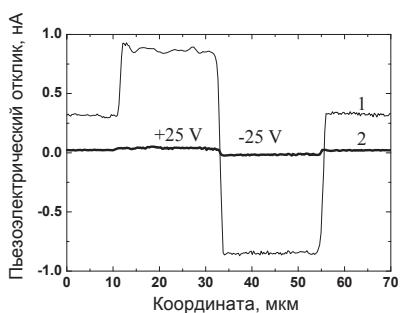
Тонкие пленки цирконата-титаната свинца (ЦТС) являются базовыми материалами для магнитоэлектрических устройств, представляющих собой двухфазную систему - магнит и сегнетоэлектрик [1]. Для повышения КПД

системы желательно использовать сегнетоэлектрики с максимально высокими диэлектрической проницаемостью и пьезоэлектрическим модулем. В последние годы было показано, что большие пьезоэлектрические и диэлектрические отклики связаны с наличием чрезвычайно высокой плотности сегнетоэлектрических доменов или с существованием моноклинной модификации сегнетоэлектрической фазы в области морфотропной фазовой границы [2, 3].

В работе тонкие пленки ЦТС были изготовлены по двухступенчатой технологии – ВЧ магнетронного напыления на «холодную» подложку и последующего отжига при высокой температуре. Состав пленок ( $Zr/Ti = 53,5/46,5$ ) соответствовал середине предполагаемого диапазона существования моноклинной фазы в твердых растворах ЦТС. Аномально высокая диэлектрическая проница-



**Рис. 1.** РЭМ изображения поверхностной структуры фазы первовскита в режиме отбора обратно рассеянных электронов.



**Рис. 2.** Пьезоэлектрический отклик пленок с различной диэлектрической проницаемостью. 1 – с высокой  $\epsilon$  2 – с низкой  $\epsilon$

( $\epsilon = 300\text{--}400$ , рис. 1,б) и высокой диэлектрической проницаемостью, рис. 2), а также в областях, отличающихся различными размерами сферолитовых блоков. Выявленна корреляция между величинами пьезоотклика, диэлектрической проницаемости и средним размером блоков.

Обсуждаются причины возникновения сферолитовых образований, размер которых зависит от температуры отжига и избыточного содержания оксида свинца в процессе кристаллизации (рекристаллизации) перовскитовой структуры в тонких пленках ЦТС.

1. W. Eerenstein, N.D. Mathur, and J.F. Scott. *Nature*. 442, 759 (2006).
2. Y.L. Wang, Z.B. He, D. Damjanovic, A.K. Tagantsev, G.C. Deng, and N. Setter. *J. Appl. Phys.* 110, 014101 (2011).
3. S. Wada, T. Muraishi, K. Yokoh, H. Kamemoto, and T. Tsurumi. *Ferroel.* 355, 37 (2007).
4. И.П. Пронин, Е.Ю. Каптелов, С.В. Сенкевич, В.А. Климов, Н.В. Зайцева, Т.А. Шаплыгина, В.П. Пронин, С.А. Кукушкин. *ФТТ*, Т.52, вып.1, с.124-128 (2010).
5. В.П. Пронин, С.В. Сенкевич, Е.Ю. Каптелов, И.П. Пронин. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, № 9, с. 1–6 (2010).

мость ( $\epsilon = 1500\text{--}2000$ ) была обнаружена в результате рекристаллизации фазы перовскита [4-5]. Показано, что наблюдавшийся эффект связан с аномально большими линейными размерами сферолитовых блоков ( $\approx 50\text{--}80$  мкм), в виде которых кристаллизуется фаза перовскита (рис. 1,а). Поскольку рекристаллизация фазы происходит неравномерно по площади образцов, проводилось сравнение пьезоэлектрических откликов в различных областях пленки (в частности, в областях с низкой

# **Исследование процесса АХТ микропрофилирования кремния в КНИ гетероструктуре интегрального МЭМС-преобразователя давления мембранного типа с монолитной 3D тензорамкой**

Л.В.Соколов<sup>1</sup>, Н.М.Парфенов<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Филиал МАИ “Стрела” 140180, г Жуковский, Московская обл., ул. Жуковского, 8*

<sup>2</sup>*МАИ, 125993, Москва, ГСП-3, Волоколамское шоссе, д. 4*

Технология контактной фотолитографии по рельефной поверхности микромеханических элементов относительно большой высоты в процессе изготовления интегральных КНИ преобразователей ещё недостаточно исследована [1].

Цель исследований – разработать технологию микропрофилирования интегрального МЭМС преобразователя давления мембранного типа с монолитной 3D тензорамкой в КНИ гетероструктуре кремний-стекловидный диэлектрик-кремний, обеспечивающую правильную геометрическую форму кремниевой монолитной тензорамки (рис.1) и прецизионность её размеров.

Исследовался процесс глубинного двухстороннего анизотропного химического травления (АХТ) в водном растворе KOH с использованием специальных фотошаблонов для контактной планарной фотолитографии. Приборная пластина травилась на глубину 160 мкм, опорная пластина - на глубину 350 мкм. В качестве защитной маски использовалась двухслойная структура, содержащая диоксид и нитрид кремния.

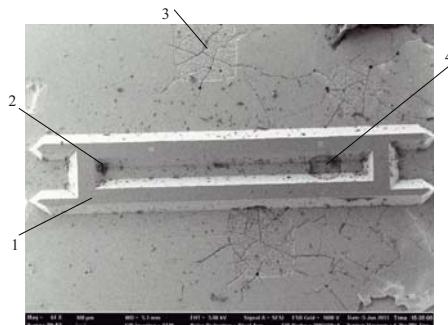
В докладе приводятся сравнительные с ТЗ размеры конструктивных параметров рамки, показанные на РЭМ изображении экспериментальных образцов МЭМС-КНИМТ тензопреобразователя. Полученные результаты показали достаточно высокую точность полученных размеров. При этом обеспечена правильная геометрия рамки.

При анализе морфологии на поверхности кремния (100) экспериментального образца МЭСМ-КНИМТ тензопреобразователя обнаружены следы с микротрещинами в области контакта в процессе «Анодного соединения» электротермокомпрессионным способом (рис.1), а на поверхности боковой грани (111) тензорамки - множество наноразмерных отверстий и ступеньки травления (рис.2). Эти результаты подтверждают ранее сделанные выводы о механизме послойного стравливания кремния в указанном направлении [111] с образованием ступенек травления [2]. Точные причины образования наноразмерных отверстий ещё не определены.

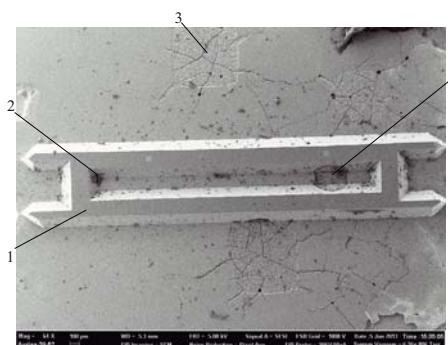
Исследования проводились с помощью растровых электронных микроскопов фирмы Hitachi TM-3000 и фирмы Carl Zeiss SMT, обеспечивающих разрешение с нанометровой точностью.

Таким образом, разработанная технология глубинного АХТ травления кремния в гетероструктуре кремний-стекловидный диэлектрик-кремний обеспечивает прецизионное формирование 3D монолитной кремниевой тензорамки правильной геометрической формы – симметричный измерительный мост Уинстона. По результатам микроскопических исследований морфологии поверхности кремния в области контактов в процессе электро-термокомпресии установлена необходимость опти-

мизации режима «Анодного соединения» для исключения микротрещин, а также проведение дополнительных исследований с целью замены стеклообразного диэлектрика в КНИ структуре другими диэлектрическими материалами, согласованными по КТР и обеспечивающими высокую селективность при глубинном АХТ кремния. Предполагается проведение дополнительных исследований на базе КНИ структуры с двухслойным диэлектриком на основе  $\text{SiO}_2$  и  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .



**Рис.1.** РЭМ изображение фрагмента поверхности на экспериментальном образце интегрально-го МЭМС-КНИМТ тензопреобразователя: 1-монолитная 3 D тензорамка, 2-наноразмерные частицы продуктов травления кремния и защитной маски, 3-следы с микротрещинами в приповерхностном слое кремния в области контакта в процессе электротермокомпрессии, 4-локальная область некачественной отмыки в рамке



**Рис.2.** РЭМ изображение локальной области по границе раздела 1 поверхности стекловид-ный диэлектрик-боковая грань (111) тензорамки, 2-морфология поверхности кремния на боко-вой грани (111) с множеством наноразмерных отверстий 3 и ступенькой 4

1. Leonid V. Sokolov. Conceptual basis for creating new-generation high-stable high-temperature microelectromechanical sensors based on a silicon-on-isolator heterostructure with a monolithic integral tensoframe for intelligent transducers // Proceedings of ISMTII-2009, v. 3. 9<sup>th</sup> International Symposium on Measurement Technology and Intelligent Instruments. S-Petersburg, 29 June – 2 July 2009. pp. 248-251.
2. Соколов Л.В., Архипов С.В., Школьников В.М. Исследование механизма глубинного аниzo-тропного химического травления при формировании объемных микромеханических структур в кремнии (100) // Микроэлектроника. 2003. Том 32, № 3. С. 194-202.

# **Поверхность новых подшипниковых сплавов на основе алюминия после трибологических испытаний**

О.О. Столярова<sup>1,2</sup>, Т.И. Муравьева<sup>1</sup>, Б.Я. Сачек<sup>1</sup>, А.М. Мезрин<sup>1</sup>, Н.А. Белов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Учреждение Российской академии наук Институт проблем механики им. А.Ю. Ишлинского РАН. Россия, 119526, г. Москва, пр-т Вернадского, д. 101, к. 1.

<sup>2</sup> Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС». Россия, 119049, г. Москва, Ленинский просп., 4.

Важной проблемой в машиностроении является снижение трения. Одним из основных способов решения этой проблемы является создание специальных металлических антифрикционных материалов. Принцип их работы заключается в том, что при неблагоприятных режимах трения на контактной поверхности образуется защитная плёнка, которая создаётся за счёт переноса мягкой фазы из объема твердой матрицы. Этот принцип реализуется в работе узлов трения, в частности в подшипниках скольжения. Для этого в основном используют баббиты, сплавы на основе меди и алюминия [1,2]. Поскольку баббиты и сплавы на основе меди достаточно дороги, в настоящее время широкое распространение получили сплавы на основе алюминия. Для этих сплавов проводятся работы по оптимизации состава [3].

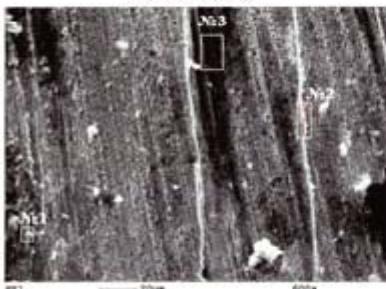
В настоящей работе исследовались сплавы на основе систем Al-Cu-Sn-Pb и Al-Si-Cu-Sn-Pb; изучены их трибологические свойства, структура и химический состав поверхности после испытаний на задиростойкость.

Трибологические испытания проводились в два этапа: Первоначально на трибометре Т-10 были определены коэффициент трения и интенсивность изнашивания 10 сплавов, которые сравнивались с эталонным медным сплавом БрО4Ц4С17. На основании этих экспериментов были выбраны сплавы с лучшими и худшими триботехническими характеристиками. Эти сплавы затем были исследованы на машине трения Т-5 для определения интенсивности изнашивания.

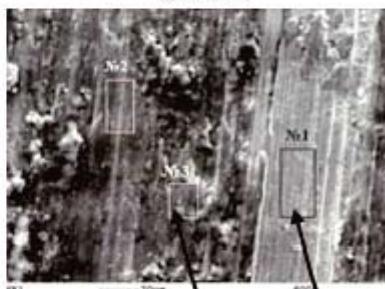
Исследования структуры поверхности проводились на электронном сканирующем микроскопе «Philips SEM 505», с системами наблюдения изображения в цифровом формате «Image Scope» и рентгеновского микронализа «Genesis 2000 XMS 60 SEM». Исследовалась поверхность как самого образца сплава, так и поверхность контртела.

На рисунке представлена микроструктура поверхности пар трения-колодки (сплава на основе системы с кремнием) и ролика (сталь 45) после испытаний на трибометре.

**Колодка**



**Ролик**



**Al+Sn+Pb Сталь45**

Видно, что на контактной поверхности происходят существенные структурные изменения по сравнению с исходным составом: образуются налипы, задиры и наслоения. Кроме того, на поверхности можно наблюдать микродефекты в виде локальных очагов разрушения. Химический анализ показал, что на поверхность ролика активно переносится материал колодки, имеющий такие элементы как олово, свинец и алюминий (в паре бронза-сталь переносится медь и свинец), которые и образуют пленку вторичных структур. Некоторые участки поверхности содержат значительное количество кислорода и алюминия, что позволяет предположить присутствие оксида алюминия.

Показано, что в зоне контакта начинает формироваться пленка вторичных структур, которая при повышении давления и температуры насыщается другими химическими элементами. В результате происходит утолщение пленки, которая и обладает свойствами твёрдой смазки. При создании условий задира происходит срыв этой пленки с поверхности.

Работа поддержана грантами РФФИ 12-08-00411-а, 12-08-01171 и Грантом поддержки ведущих НШ России Президента РФ НШ-2611.2012.1.

1. Буше Н.А., Гуляев А.С., Двоскина В.А. и др. Подшипники из алюминиевых сплавов.- М.: Транспорт.- 1974
2. Курбаткин И.И., Буше Н.А., Маховская Ю.Ю. Влияние состава антифрикционных алюминиевых сплавов на образование пленки вторичных структур.// Сборник трудов международной научно-технической конф. «Актуальные проблемы трибологии» т.3 - М.:Машиностр.- 2007
3. Буше Н.А., Горячева И.Г., Маховская Ю.Ю. Влияние фазового состава антифрикционных алюминиевых сплавов на их самосмазывание при трении.// Трение и износ. 2002, 23, №3, 286-295.

# Исследование структуры высокотемпературного жаропрочного сплава системы ниобий – кремний

Т.С. Строганова<sup>1</sup>, М.И. Карпов<sup>1</sup>, В.П. Коржов<sup>1</sup>, В.И. Внуков<sup>1</sup>,  
Д.В. Прохоров<sup>1</sup>, И.С. Желтякова<sup>1</sup>, А.Н. Некрасов<sup>2</sup>.

1 Институт физики твердого тела РАН, 142432,  
г. Черноголовка, Московская обл., ул. Академика Осипьяна д.2, Россия

2 Институт экспериментальной минералогии РАН,  
г. Черноголовка, Московская обл., ул. Академика Осипьяна, д.4, Россия.

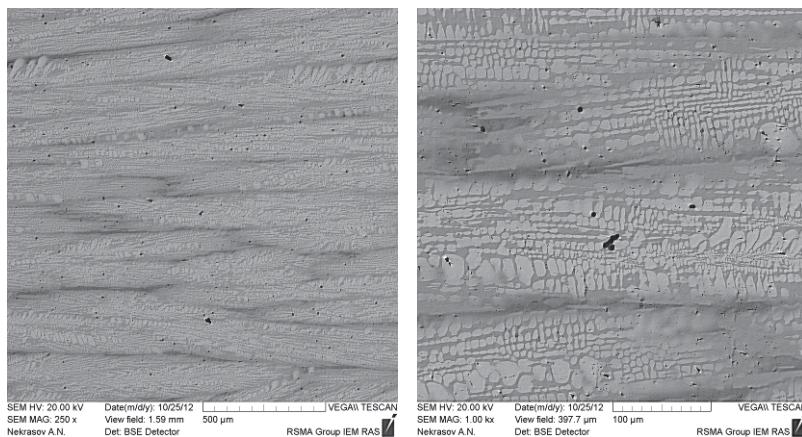
Для создания высокоэкономичного газотурбинного двигателя необходимы материалы, которые будут работать при температурах рабочего газа более 1300°C. Такими материалами могут стать сплавы на основе Nb–Si, благодаря своей высокой температуре плавления 1920°C. Чтобы добиться высоких значений прочности при высокой вязкости разрушения, структура сплава должна состоять из направленной эвтектики, которая представлена пластичным твердым раствором на основе ниobia и прочным интерметаллидическим соединением силицидом ниobia. Особое внимание уделяется контролю и анализу структуры получаемых сплавов.

В настоящей работе была рассмотрена структура сплава, легированного элементами IV, V групп и РЗМ. Образец, цилиндрический слиток диаметром 9 мм и длиной 60 мм, был выплавлен в вакуумной установке с индукционным нагревом с использованием метода направленной кристаллизации.

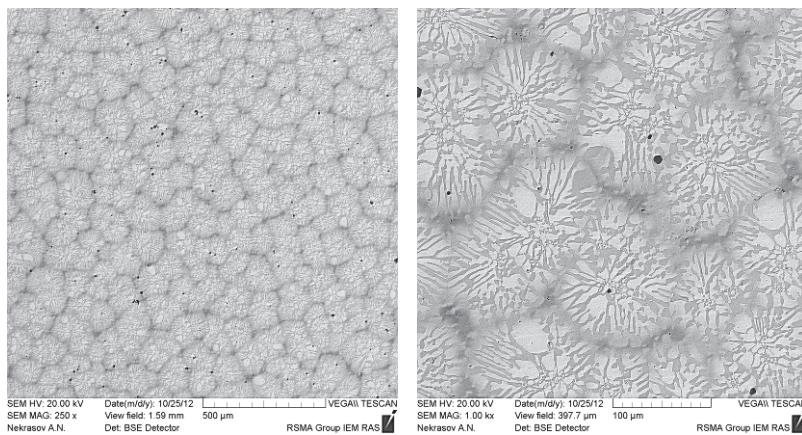
Для исследования структуры элементного и фазового анализа использовали цифровой сканирующий электронный микроскоп Tescan Vega II XMU с энергодисперсионным INCA Energy 450 и волнодисперсионным INCA Wave 700 спектрометрами.

На рис.1 представлены продольные и поперечные сечения слитка сплава. Структура состоит из направленных эвтектических колоний. Дендритное пространство представлено твердым раствором, междендритное – интерметаллидом. Микроанализ показал присутствие трех фаз: твердого раствора Si в Nb (светлые выделения толщиной от 1 до 20 мкм), интерметаллида Nb<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> (серая фаза) и оксида Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (темно-серый округлые выделения толщиной 5 мкм).

Испытания на 3-точечный изгиб в температурном интервале от 1200 до 1400°C показали достаточно высокие значения. Кратковременная прочность сплава при 1300°C и 1400°C составили соответственно 650 МПа и 525 МПа. Достигнутый уровень прочности свидетельствует о перспективности материала, созданного на основе Nb–Si.



a)



б)

Рис. 1. Микроструктура слитка сплава: а) сечение вдоль направления роста эвтектических колоний; б) сечение перпендикулярно направлению роста эвтектических колоний.

# Гетеросегрегация на поверхности арсенида галлия с участием азота и аргона: ВРЭМ, РСМА, ОЦМ

Ю.Я.Томашпольский, В.М.Матюк, Н.В.Садовская

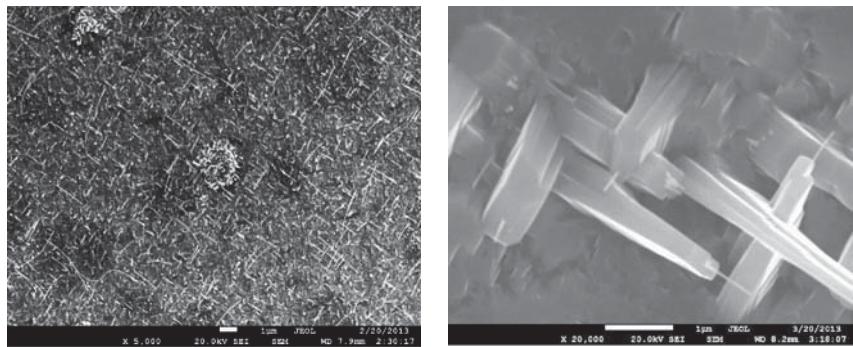
*Государственный научный центр Российской Федерации научно-исследовательский физико-химический институт им.Л.Я.Карпова,  
Москва, Воронцовское поле, 10*

Методами растровой электронной микроскопии высокого разрешения (ВРЭМ), рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) и оптической цифровой микроскопии (ОЦМ) охарактеризованы наноморфология, элементный и фазовый состав поверхностного слоя GaN, образованного вследствие гетеросегрегационных поверхностных реакций.

Исследованы возможности гетеросегрегационных процессов в получении поверхностных фаз на примере синтеза фазы GaN на монокристалле GaAs. Впервые новая фаза образована в результате автосегрегации на поверхности арсенида галлия, где возникает слой жидкого галлия, через который при температурах 970-1050°C прокачивали газообразный азот или аргон с добавками азота и водорода. Морфология новой фазы после отжига при 970°C представляет собой сетку из частично ориентированных нитевидных и иглоподобных образований (рис.1а). После отжига при 1050°C образуются ограниченные ориентированные монокристаллы нитрида галлия, на торцевых поверхностях которых растут игольчатые нанокристаллиты субмикронной длины и сечением порядка нескольких десятков нм (рис. 1б). При локализации электронного зонда на монокристаллах нитрида галлия отношение атомных концентраций Ga/N стремится к стехиометрическому (таблица).

**Таблица.** Элементный состав локальных участков поверхности арсенида галлия после отжига при 970°C в течение 3 ч в атмосфере технического аргона, содержащего азот

Участок	Ga, ат.%/As, ат.%	Ga, ат.%/N, ат.%
Участок 1	75	1,12
Участок 2	(мышьяка нет)	1,0
Участок 3	(мышьяка нет)	0,95
Участок 4	(мышьяка нет)	1,48
Участок 5	(мышьяка нет)	1,69
Участок 6	40	1,07



**Рис.1.** Фаза нитрида галлия на поверхности монокристалла арсенида галлия после отжига в атмосфере азота: а- при  $970^0\text{C}$  x 3 ч, б- при  $1050\times 1\text{ч}$

Таким образом, в процессе гетеросегрегации впервые получена и охарактеризована фаза нитрида галлия на поверхности арсенида галлия из жидкой фазы галлия и газообразного азота в виде различных, в том числе ориентированных морфологических форм, что является основой для разработки новых простых способов синтеза нитрида галлия в технологиях epitаксиальных гетероструктур.

# **Изучение влияния фтора и состава электролита на морфологию оксида и границы раздела оксид/InAs(111)А**

**С.Е. Хандархаева<sup>1,2</sup>, А.Г. Черков<sup>2</sup>, А.К. Гутаковский<sup>2</sup>, Н.А. Валишева<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> Новосибирский государственный университет,

630090, г. Новосибирск, Пирогова 2, Россия

<sup>2</sup> Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН,

630090, г. Новосибирск, Пирогова 30, Россия

В работе [1] показано, что пассивация поверхности InAs фторсодержащим анодным оксидным слоем (ФАОС), формирует границу раздела ФАОС/InAs с плотностью поверхностных состояний (ПС), сравнимой с плотностью ПС на идеальной границе раздела SiO<sub>2</sub>/Si ( $<5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}\text{ЭВ}^{-1}$ ). Для установления корреляции между электронными свойствами границы раздела анодный оксидный слой (АОС)/InAs и ее строением в данной работе методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (ВРЭМ) изучены структурно-морфологические особенности гетеросистемы AOC/InAs, сформированной в электролитах различного состава.

АОС различной толщины, выращенные на InAs с ориентацией (111)А в щелочном и кислотном электролитах без NH<sub>4</sub>F и содержащих 24 и 15 г/л NH<sub>4</sub>F, соответственно, исследовали с помощью микроскопов JEM-4000EX и JEM-2200FS в конфигурации поперечного среза.

ВРЭМ-исследование тонких анодных оксидных пленок различной толщиной ~5 нм показывают, что АОС, выращенные в щелочном и кислотном электролитах без фтора однородны по толщине и имеют гладкую границу раздела с InAs. Также, как и слой, сформированный в щелочном электролите со фтором. Оксидная пленка, полученная в кислотном электролите со фтором неоднородна по толщине и имеет шероховатую границу раздела с полупроводником и более выраженный переходный слой между ФАОС и InAs.

ФАОС толщиной ~10 нм отличаются по структуре. Оксидная пленка, выращенная в щелочном электролите со фтором неоднородна по толщине, имеет трехслойную структуру, более плотная в приповерхностной области и у границы раздела с InAs. ФАОС, выращенный в кислотном электролите с добавлением NH<sub>4</sub>F, при увеличении времени окисления наоборот становится более однородным. Строение границы раздела и переходного слоя между ФАОС и InAs у пленок толщиной ~10 нм аналогично тому, что наблюдается у пленок меньшей толщины. Увеличение времени окисления подложек приводит к изменению состава оксидной пленки, что в свою очередь влияет на оптическую плотность фторсодержащего анодного оксидно-

го слоя. Также следует, отметить, что увеличение времени окисления InAs в кислотном электролите с фтором приводит к формированию более устойчивого ФАОС, при предельной возможной концентрации (15 г/л)  $\text{NH}_4\text{F}$ . Структура границы раздела и переходного слоя при изменении условий роста оксидных пленок не изменяется. РФЭС-исследования химического состава анодных слоев, показывают, что оксидные пленки, сформированные в электролитах без добавления  $\text{NH}_4\text{F}$  одинаковы по составу. Они состоят из оксидов трехвалентных индия и мышьяка ( $\text{In}_2\text{O}_3$  и  $\text{As}_2\text{O}_3$ ). Слои, сформированные в щелочном электролите со фтором, по данным РФЭС состоят из оксифторидов мышьяка и индия различным соотношением F/O в них. Также важно отметить, что максимальная концентрация фтора в обоих ФАОС достигается у границы раздела с InAs [2].

Низкие значения плотности ПС имеют и гладкая, и шероховатая границы раздела. Из этого, основываясь на работе [3], можно сделать предположение, что определяющим фактором, приводящим к снижению плотности состояний на границе раздела ФАОС/InAs, является не упорядочивание границы раздела при окислении InAs в электролитах со фтором, а изменение природы химических связей (зарядового состояния индия и мышьяка) в слое ФАОС у поверхности полупроводника. Поскольку проведенные в работе [3] расчеты показывают, что адсорбция кислорода на поверхности InAs(111)A в основном индуцирует поверхностные состояния в запрещенной зоне, которые могут быть полностью или частично убраны фтором, когда фтор образует связи с поверхностными атомами индия.

1. Н.А. Валишева, А.А. Гузев, А.П. Ковчавцев и др. Микроэлектроника, 2009, 38, 87-94.
2. Н.А. Валишева, О.Е. Терещенко, И.П. Просвирин и др. ФТП, 2012, 46, 569-575.
3. С.В. Еремеев, Н.А. Валишева, О.Е. Терещенко, С.Е. Кулькова, ФТП, 2012, 53-59

# **Применение атомно-силовой микроскопии для контроля качества и оптимизации параметров магнитореологического полирования**

**А.Л.Худолей, Л.К.Глеб, Г.Р.Городкин**

*Институт тепло и массообмена им. А.В. Лыкова НАН Беларуси,  
ул. П. Бровки 15, 220072, г. Минск, Беларусь*

Метод магнитореологического полирования (МРП) был разработан в ИТМО НАН Беларуси применительно к полированию оптического стекла. Сущность метода заключается погружении обрабатываемой детали в слой магнитореологической жидкости, расположенный на твердой поверхности, перемещении твердой поверхности относительно детали, формировании рабочей зоны и управлении реологическими свойствами жидкости, содержащей ферромагнитные частицы, за счет приложения внешнего магнитного поля. При этом жидкость резко изменяет свои реологические свойства и превращается в вязкопластичную среду, которая и обеспечивает возможность полирования немагнитных материалов. Фактически в виде полировального инструмента выступает магнитореологическая жидкость, которая хорошо адаптируется к форме обрабатываемого изделия. Технологической особенностью метода является обеспечение возможности обработки сферических, асферических и плоских поверхностей изделий с погрешностью формы  $\lambda/60 \div \lambda/150$ . В настоящее время МРП эффективно используется при производстве оптических деталей, крупногабаритных зеркал, лазерных систем и компонентов микроэлектроники [1-3].

Согласно ГОСТ Р 8.700-2010 рекомендовано использовать атомно-силовую микроскопию (АСМ) для оценки шероховатости гладких поверхностей твердых тел. АСМ также успешно применяется для характеризации процессов изнашивания [4] и определения качества поверхности после различных видов обработки. Унос материала с поверхности при полировании фактически представляет собой процесс наноизнашивания. В этой связи целесообразно использовать АСМ для оценки качества МРП.

АСМ измерения выполняли на атомно-силовом микроскопе NT-206 (ОДО «Микротестмашины», Беларусь) в контактном режиме с использованием кремниевых зондов NSC11 («MikroMaschCo», Эстония). Шероховатость поверхности (среднее квадратическое отклонение профиля  $Rq$ ) для всех образцов оценивали на основании данных АСМ сканирования площадей  $30 \times 30$  мкм.

Анализ шероховатости поверхности для различных материалов после МРП показал следующие результаты: оптическое стекло К8 –  $Rq=0,6$  нм,

кремний – 0,8 нм, поликристаллический ZnS – 0,8 нм, BaF<sub>2</sub> – 0,9 нм, LiF – 1,2 нм, ситалл СО-115 – 0,22 нм. Выявлено, что на шероховатость поверхности при полировании существенное влияние оказывает технология получения материала, обуславливающая особенности его морфологического строения.

Установлено, что МРП позволяет производить съем тончайших слоев материала без деструктивного деформационного воздействия на обрабатываемую поверхность. Существенным отличием МРП от традиционных методов полирования является то, что отделенный от поверхности материал постоянно уносится из зоны трения потоком магнитореологической жидкости, который также обеспечивает эффективный отвод тепла из зоны контакта, тем самым, минимизируя температурное воздействие на обрабатываемый материал [5]. Такой вид обработки поверхности позволяет удалять поверхностные дефектные слои, что, в ряде случаев, обеспечивает повышение лучевой прочности оптической детали на порядок.

Выполнены исследования по оптимизации технологических режимов полирования и подбору составов компонентов магнитореологической жидкости на основании АСМ данных.

В работе показано, что АСМ позволяет эффективно осуществлять контроль качества тестовых структур, образцов и небольших по размерам изделий (как правило, до 30 мм), в то же время метод практически неприменим для контроля качества МРП крупногабаритных изделий (размерами 150-2000 мм). Кроме того, остаются нерешенными вопросы по достоверному определению шероховатости поверхности 0,2-0,4 нм методом АСМ ввиду значительных сложностей фильтрации шумов, которые по величине соизмеримы с профилем измеряемой поверхности.

#### Список литературы:

1. *Golini D., Kordonski W.I., Dumas P., Hogan S.* Magnetorheological Finishing (MRF) in Commercial Precision Optics Manufacturing// SPIE Proc.– 1999.–Vol.3782.– P.80–91.
2. *Griesmann U., Wang Q., Tricard M., Dumas P., Hill C.* Manufacture and Metrology of 300 mm Silicon Wafers with Ultra-Low Thickness Variations / AIP Conference Proceedings: 2007 Int. Conf. on Frontiers of Characterization and Metrology, Washington, USA. – 2007. – Vol. 931. – P.105–110.
3. *Кордонский В.И., Городкин С.Р.* Магнитореологическое полирование оптических поверхностей // Оптический журнал. – 2012. – Vol. 79. – № 9. – С.81–95.
4. *Chizhik S., Khudoley A., Kuznetsova T., Wierzcholski K., Miszczak A.* Micro- and nanoscale wear studies of HDD slide bearings by atomic force microscopy / Сб.докладов IX Междунар. конф. «Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии» (БелСЭМ), Минск / Белорусская наука, 2010. – С.247–252.
5. *Левин М.Л., Глеб Л.К.* К вопросу о теплообмене в процессе магнитореологического полирования / Труды XIV Международного Форума по Тепло-массообмену (МИФ-5), Минск. – 2004. – С.6–20.

# Структура пленок платины на пористом кремнии

В. В. Цыбульский<sup>1</sup>, А. С. Турцевич<sup>1</sup>, А. Н. Петлицкий<sup>1</sup>, К. И. Холостов<sup>2</sup>,  
А. В. Бондаренко<sup>3</sup>, В. П. Бондаренко<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Филиал “Белмикросистемы” ОАО “ИНТЕГРАЛ”, г. Минск, Республика Беларусь

<sup>2</sup> Department of Information Engineering, Electronics and Telecommunications,  
Rome University “La Sapienza”, Rome, Italy

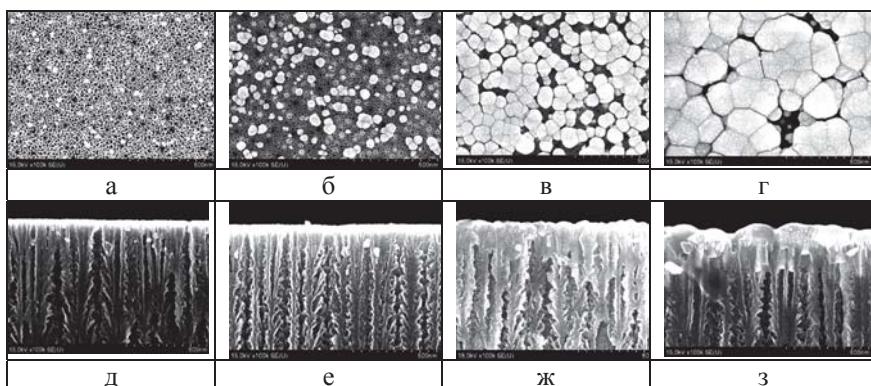
<sup>3</sup> Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники,  
г. Минск, Республика Беларусь

Работа посвящена изучению структуры пленок платины, осажденных элекрохимическим методом на поверхность пористого кремния (ПК). Платина представляет собой благородный металл, интерес к которому обусловлен ее уникальными каталитическими свойствами и очень высокой стойкостью к воздействию различных химических сред. Структура пленок платины во многом определяет области ее применений. Для использования в качестве электрокатализаторов в топливных элементах необходимы наночастицы платины с большой эффективной поверхностью, а для получения качественных контактов Шоттки, наоборот, необходимы сплошные платиновые покрытия. Использование платины в спектроскопии гигантского комбинационного рассеяния требует наличия упорядоченной структуры из наночастиц или нанополостей.

Слои ПК толщиной 1 мкм и пористостью 35-75% были получены методом анодирования на кремниевых пластинах марки КЭС-0,01 (111). Электрохимическое катодное осаждение платины на ПК проводили из водного диаминонитритного электролита при плотности тока 10 мА/см<sup>2</sup>. Время осаждения изменяли от 30 сек до 300 сек. Структурные исследования проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Hitachi-S4800.

Исходный ПК представлял собой слой кремния, пронизанный развитой сетью каналов пор, имеющих диаметр 30-80 нм и проходящих перпендикулярно от поверхности вглубь кристалла кремния. Было установлено, что в зависимости от пористости ПК и режимов катодного осаждения возможно формирование трех структурных типов платинового осадка: (а) наночастицы платины; (б) пористые поликристаллические пленки платины; (в) квазисплошные поликристаллические пленки платины. На рис. 1 в качестве примера представлены СЭМ изображения поверхности и сколов образцов ПК с пористостью 65%, на которые платина осаждена в течение различного времени. При времени осаждения 30 сек на поверхности ПК сформированы наночастицы платины округлой формы диаметром 20-30 нм (рис. 1а). Изображение скола (рис. 1д) показывает, что отдельные частицы платины

осаждаются и внутри каналов пор на глубинах до 200 нм. При времени осаждения 60 сек наночастицы платины объединяются и образуют агломераты размерами 50-120 нм (рис. 1б), при этом размер наночастиц платины, осаждаемых на стенках пор также увеличивается, но, тем не менее, глубина их проникновения не превышает 200 нм (рис. 1е). При времени осаждения 120 сек на поверхности ПК образована пористая пленка платины с зернами размером 150-200 нм (рис. 1в). Рентгеновская дифрактометрия показала поликристаллическую природу этой пленки. Увеличение времени осаждения до 300 сек приводит к образованию квазисплошной поликристаллической пленки платины с зернами размером 200-300 нм, которые состоят из агломератов меньшего размера (рис. 1г). На сколе этого образца (рис. 1з) видна “медузообразная” форма зерен платины, свидетельствующая о заполнении платиной входных каналов пор. Такая структура осажденной пленки платины обеспечивает ее высокую адгезию к поверхности слоя ПК.



**Рис. 1.** Изображения СЭМ: (а, б, в, г) поверхности и (д, е, ж, з) сколов образцов ПК с платиной, осажденной в течение 30 (а, д), 60 (б, е), 120 (в, ж) и 300 (г, з) сек.

Сформированные на ПК наночастицы платины могут быть использованы в качестве электрокатализаторов в топливных элементах [1]. Пористые пленки платины являются перспективным материалом для газовых и биологических сенсоров, а квазисплошные поликристаллические пленки платины можно использовать для формирования контактов Шоттки к пористому кремнию.

1. Н.А. Яштулов, С.С. Гаврин, В.П. Бондаренко, К.И. Холостов, А.А. Ревина, В.Р. Флид. Известия РАН. Сер. Химическая, 2011, № 3, 425–430.

# **Формирование и характеристизация тонких слоев гексагонального нитрида бора**

А.Э. Штейнман<sup>1</sup>, К.Л. Файерштейн<sup>1</sup>, А.Т. Матвеев<sup>1</sup>, Е.А. Образцова<sup>1,2</sup>,  
Д.В. Штанский<sup>1</sup>, Д.В. Гольберг<sup>1,3</sup>

<sup>1</sup> Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС"  
Ленинский проспект, д. 4, 119991 Москва, Россия

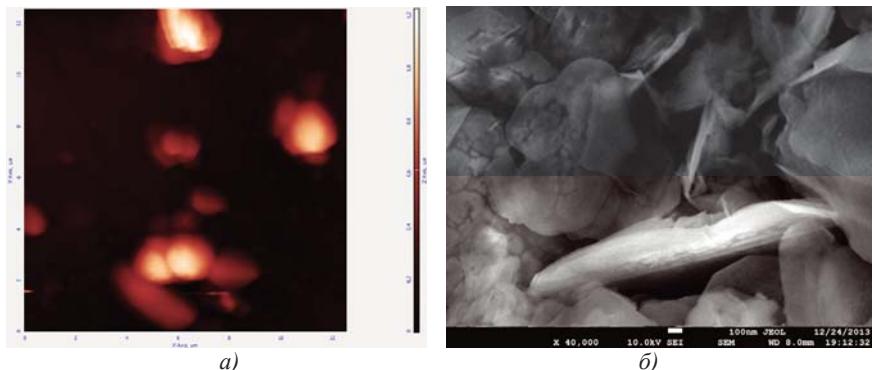
<sup>2</sup> Институт биоорганической химии им. ак. М.М. шемякина и Ю.А. Овчинникова РАН,  
117997, Москва, ГСП-7, ул. Миклухо-Маклая, 16/10, Россия

<sup>3</sup> National Institute for Materials Science (NIMS), Namiki 1-1, Tsukuba, Ibaraki 3050044,  
Japan

Работа посвящена разработке методов получения и характеристизации двумерных структур из гексагонального нитрида бора – одного из материалов, наиболее близких к графену.

В настоящее время двумерные структуры из различных материалов представляют большой интерес как с точки зрения изучения их фундаментальных свойств, так и в качестве новых материалов для промышленных и технологических применений. Несмотря на то, что гексагональный нитрид бора по структуре и некоторым свойствам напоминает графит, благодаря своему составу он обладает большей химической и термической стабильностью, является изолятором с широкой запрещенной зоной, обладает уникальными механическими свойствами. Это делает наноструктуры из нитрида бора перспективным материалом для приготовления различных композитных материалов. Одной из проблем развития этого направления в настоящее время является отсутствие надежных методов, позволяющих синтезировать значительные количества таких наноструктур, необходимые для разработки методов приготовления композитов.

Мы представляем результаты по получению тонких слоев из гексагонального нитрида бора с помощью ультразвуковой обработки. Для эффективного расщепления была использована предварительная механическая активация порошка нитрида бора. При ультразвуковой обработке в суспензию были добавлены поверхностно-активные вещества. Было установлено, что наиболее стабильные суспензии получаются при использовании додецил сульфата натрия.



**Рис. 1.** ACM (а) и РЭМ (б) изображения нанопластин гексагонального нитрида бора, полученных в результате обработки микрокристаллов нитрида бора с помощью механической активации и ультразвукового воздействия в сурфактанте.

Полученные суспензии были охарактеризованы с помощью атомно-силовой микроскопии (**Рис.1. а**) и растровой электронной микроскопии (**Рис.1. б**). На изображениях видно, что были получены тонкие нанопластины из гексагонального нитрида бора. Описанный метод получения нанопластин является относительно простым и легко масштабируемым. Мы предполагаем, что полученные таким методом нанопластины могут применяться для создания композитов с металлическими и полимерными матрицами.

Работа поддержана грантом министерства науки и образования РФ №11.G34.31.0061.

# Атомно-силовая микроскопия наноразмерных диэлектрических поверхностей

А.А. Ясионас, Д.А. Котов, О.М. Комар

Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники,  
220013, г. Минск, П. Бровки 6, Беларусь

Плазмохимическое осаждение  $\text{SiO}_2$ , осуществлялось в камере вакуумной установки ВУ-2, с использованием генератора плазмы высокой плотности индукционного типа, работающего на частоте 13,56 МГц. Начальное давление в камере не хуже  $3 \times 10^{-3}$  Па. Рабочее давление при проведении экспериментов находилось в пределах от 1 до 10 Па [1]. Температура емкости с ТЭОС - 21°C. Так же были проведены эксперименты по осаждению пленок оксида кремния при разном соотношении потока аргона и кислорода в камеру (см. Рис.1)

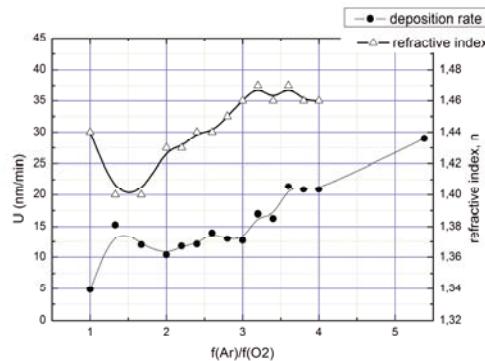
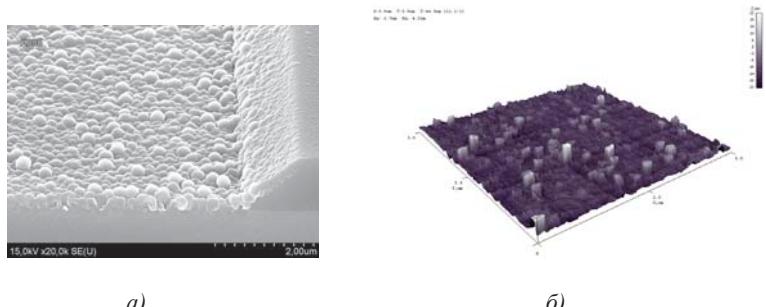


Рис. 1 – Зависимость коэффициента преломления и скорости роста пленки  $\text{SiO}_x$  от соотношения Ar и O<sub>2</sub> в рабочей смеси

Отношение потока аргона к потоку кислорода изменялось в пределах от 1 до 10 при этом расход аргона был постоянен и равен 110 sccm. Давление в камере изменялось от 2,5 до 5 Па. Видно, что при отношении  $f(\text{Ar}) / f(\text{O}_2)$  более четырех, снижение кислорода в парогазовой смеси линейно увеличивает скорость роста пленки. В этих же условиях коэффициент преломления  $n$  был более чем 1,52, а прозрачность пленки сильно ухудшалась и она приобретала желтоватый оттенок. При соотношении потоков  $3 \leq f(\text{Ar}) / f(\text{O}_2) \leq 4$  скорость осаждения увеличивалась, а коэф-

фициент преломления находился в пределах  $1.46 \leq n \leq 1.47$ , что свидетельствует о хорошем качестве формируемой пленки. При отношении  $f(\text{Ar})/f(\text{O}_2) \leq 3$ , Скорость осаждения имеет более сложный характер: при снижении отношения до 2 она уменьшается, в диапазоне 1,25-1,75 скорость роста возрастает и при снижении отношения менее 1 опять падает. При этом коэффициент преломления все время снижается, что свидетельствует о пористости формируемой пленки [2].



**Рис. 2.** а) – РЭМ изображение пленки  $\text{SiO}_2$  на кремнии с кристаллографической ориентацией  $<111>$ ; б) изображения, полученное с помощью ACM NT-206 при  $f(\text{Ar})/f(\text{O}_2)=2,5$

Из анализа экспериментальных результатов следует, что метод осаждения диэлектриков в плазме высокой плотности позволяет осаждать плёнки стехиометрического диоксида кремния при температуре подложки не более 200 °C. При этом управлять стехиометрией и структурой пленки можно путем изменения соотношения компонентов реакции.

1. Путря М.Г., Учебное пособие по курсу «Плазменные технологии в наноэлектронике». - М.: МИЭТ, 2009. - 158 с.
2. Громов Д.Г., Учебно-методическое пособие для самостоятельной работы студентов по дисциплине «Металлизация в системах с наноразмерными элементами». - М.: МИЭТ, 2011. - 60 с



## **IX.**

# **Применение методов микроскопии в химии и геологии**

# РЭМ диагностика деградации поверхности ионообменных мембран после термохимического воздействия

Э.М. Акберрова, В.И. Васильева, А.Г. Корепанова

Воронежский государственный университет, г. Воронеж, Россия

Задача настоящей работы – исследование деградации структуры гетерогенных ионообменных мембран после термохимического воздействия методом растровой электронной микроскопии (РЭМ).

Объектами исследования являлись гетерогенные мембранны, выпускаемые ОАО «Щекиноазот» (г. Щекино): катионообменная МК-40 и анионообменные МА-40 и МА-41 (кондиционированные образцы и подвергшиеся термохимическому воздействию). Мембранны представляют собой композиты ионообменных смол, полиэтилена низкого давления и армирующей ткани – капрона (рис. 1). Армирующая сетка частично выходит на поверхность в местах пересечения жилок (рис. 2а).

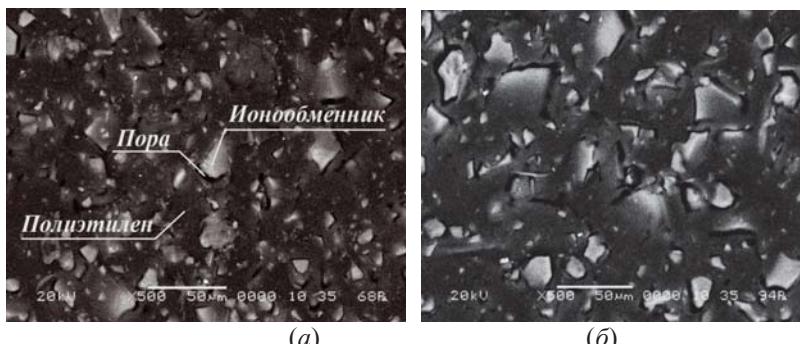


Рис. 1. РЭМ-изображения поверхности набухших образцов мембраны МК-40 при 500-кратном увеличении: образец после кондиционирования (а) и нагревания в воде при температуре 100 °C в течение 50 ч (б).

Экспериментальные исследования морфологии поверхности мембран проводили методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на приборе JSM-6380 LV (Япония). Измерения проводили при ускоряющем напряжении 20 кВ в низковакуумном режиме с использованием отраженных электронов. Количественная оценка доли макропор и дефектов поверхности проводилась с помощью авторского программного комплекса [1], в котором реализованы методы цифровой обработки электронно-микроско-

тических фотографий мембран, позволяющие проводить автоматизированный анализ их морфологии.

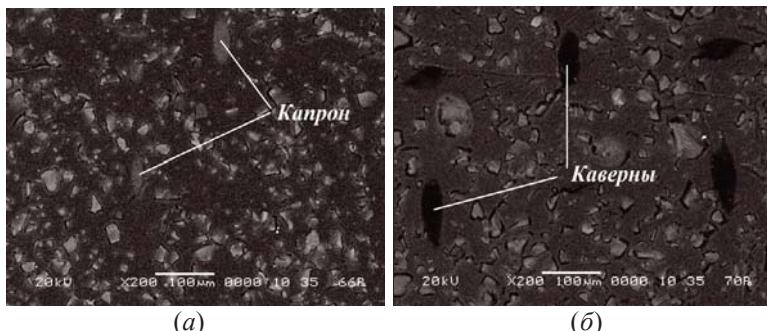


Рис. 2. РЭМ-изображения поверхности набухших образцов мембраны МА-41 при 200-кратном увеличении: образец после кондиционирования (а) и нагревания в растворе  $H_2SO_4$  при температуре 100 °C в течение 50 ч (б).

В процессе длительного (50 ч) кипячения в воде, несмотря на существенное уменьшение обменной емкости исследуемых мембран, выявлено увеличение их влагосодержания. Основной причиной роста влагосодержания мембран являются структурные изменения поверхности и объема, в частности, расширение порового пространства, занимаемого равновесным электронейтральным раствором. Результаты количественной оценки порового состава на поверхности мембран МА-40 и МА-41 выявили увеличение общей пористости в 2-3 раза и средневзвешенного радиуса макропор на 20-60%. Значительное увеличение пористости обусловлено ростом размеров каверн и трещин, которые образуются в результате одновременной термохимической деструкции ионобменного полимера и инертного связующего – полиэтилена [1].

Кипячение мембран в кислоте и щелочи усиливают термохимическую деструкцию составляющих мембрану материалов и связанное с деструкцией увеличение доли макропор поверхности. Кроме того, в кислой среде возможна деструкция капрона вплоть до полного или частичного растворения этой гидрофобной составляющей объема и поверхности мембран. В набухшем состоянии образовавшиеся каверны (рис. 2б) заполняются водой. В результате удельная влагоемкость  $n_m$  мембранны МК-40 после нагревания в растворе  $H_2SO_4$  увеличивается на 88 % по сравнению с кондиционированным образцом и составляет 22.8 моль  $H_2O$ /моль  $SO_3^-$ . В случае мембран МА-40 и МА-41 после кипячения в кислой среде удельная влагоемкость увеличивается в 2.2 и 2.5 раза соответственно по сравнению с кондиционированными образцами.

1. Васильева В. И., Акберова Э.М., Жильцова А. В. и др. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования, 2013, №9, С. 27-34.

# **Изучение морфологии и фазового состава поверхности сульфидных минералов методами АСМ, РЭМ, РФЭС и ИК-спектроскопии**

И.Ж. Бунин, Е.В. Копорулина, М.В. Рязанцева, И.А. Хабарова,  
Н.Е. Анашкина

*Институт проблем комплексного освоения недр РАН, г. Москва, Россия*

В ИПКОН РАН установлено, что нетепловое воздействие мощных наносекундных электромагнитных импульсов (МЭМИ) на полупроводниковые сульфидные минералы вызывает контрастное изменение на микро- иnanoструктурном уровне химического и фазового состава поверхности сульфидов с близкими физико-химическими свойствами (пирита-арсенопирита, пирротина-пентландита, халькопирита и сфалерита), электрофизических, электрохимических, сорбционных и флотационных свойств минералов [1-4]. Электромагнитную импульсную обработку минеральных проб проводили на лабораторной установке [1]: длительность импульсов  $\leq 10$  нс, напряженность электрической компоненты поля  $\sim 10^7$  В/м, энергия в импульсе 0,1 Дж, частота повторения импульсов 100 Гц; диапазон изменения времени обработки 10 – 50 с. После воздействия МЭМИ образцы до проведения измерений содержали в разреженной атмосфере.

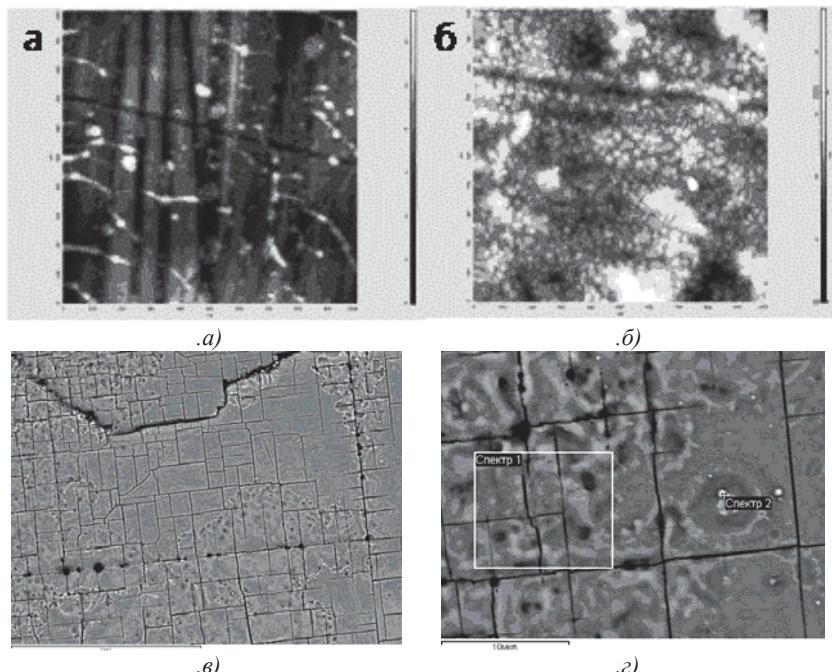
Методами аналитической электронной (РЭМ/PCMA) и атомно-силовой (АСМ) микроскопии и в результате спектроскопических исследований (РФЭС, ИКФС и УФС) установлены основные закономерности формирования фазового состава нанообразований на поверхности полупроводниковых рудных минералов (пирите, халькопирите, сфалерите и галените) в процессе импульсных энергетических воздействий. Показана стадийность структурно - химического модифицирования поверхности сульфидов.

На первой стадии (обработка МЭМИ в течение 5 -10 с) происходит рост дефицита металла в обогащенном серой слое  $Fe_{1-x}S / CuFe_{1-x}S / Zn_{1-x}S$ , накопление окислов и гидроокислов металла ( $Me = Zn, Fe$ ) и аккумулирование циклических форм серы (пирит, халькопирит) или ее метастабильных соединений с кислородом (сфалерит, галенит). Увеличение продолжительности импульсного воздействия до 10 – 50 с (вторая стадия процесса) вызывает термическое удаление элементной (полисульфидной) серы.

На пирите и халькопирите происходит накопление элементной серы на 1-ой стадии с последующим ее удалением при переходе ко 2-ой стадии, тогда как на поверхности сфалерита и галенита в течение первых 5 с воздействия идентифицировано образование метастабильного сульфита (тио-

сульфата), который при увеличении времени обработки до 10 с трансформируется в полисульфидное и (или) (ди)сульфидное состояние.

Установлено, что, структурно-химические и фазовые преобразования поверхностного слоя сульфидных минералов, изменение рельефа их поверхности на микро- и наноуровне (рис. 1) в результате импульсных энергетических воздействий приводят к росту сорбционной активности поверхности сульфидов по отношению к анионному собирателю и увеличению флотационной активности пирита, халькопирита, сфалерита и галенита.



**Рис. 1.** Изображения АСМ (ИНТЕГРА Прима) и РЭМ (JSM 6610-LV) поверхности галенита после агитации в воде (а) и обработки МЭМИ (б)-(г). Поле сканирования –  $1 \times 1 \text{ мкм}^2$ , высота  $Z \sim 20 \text{ нм}$  (а), (б) АСМ. Масштаб – 50 мкм (в), 10 мкм (г) РЭМ.

1. V.A. Chanturiya, I.Zh. Bunin, M.V. Ryazantseva, L.O. Filippov. Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review, 2011, Vol. 32, No 2, 105-136.
2. V.A. Chanturiya, I.Zh. Bunin, M.V. Ryazantseva, I.V. Filippova, E.V. Koporulina. Journal of Mining Science, 2011, Vol. 47, No. 4, 506-513.
3. V.A. Chanturiya, I.Zh. Bunin, M.V. Ryazantseva, I.A. Khabarova. Journal of Mining Science, 2012, Vol. 48, No. 4, 732-740.
4. V.A. Chanturiya, I.Zh. Bunin, M.V. Ryazantseva, I.A. Khabarova. Journal of Mining Science, 2013, Vol. 49, No. 3, 489-498.

# **Использование рентгеновской микротомографии и электронной микроскопии для получения трехмерных минералогических карт образцов горных пород**

**И.А. Варфоломеев<sup>1,2</sup>, И.В. Якимчук<sup>2</sup>, Д.А. Коробков<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> *Московский физико-технический институт,  
141707, Московская обл., г. Долгопрудный, Институтский пер, 9, Россия*

<sup>2</sup> *ООО Технологическая компания Шлюмберже, Московский научно-исследовательский центр, г. Москва, 119285, г. Москва, ул. Пудовкина, д. 13, Россия*

Постоянное развитие вычислительных мощностей позволяет исследователям выполнять все более сложные и ресурсоемкие расчеты. Так за последние годы в нефтегазовой отрасли существенно увеличилось количество работ, посвященных прямому моделированию физических свойств горных пород [1]: тепловых, фильтрационных, электрических и др. В качестве исходных данных для подобных расчетов используются трехмерные цифровые модели структуры образцов породы. В простейшем случае такая модель представляет собой последовательный набор черно-белых изображений-сечений (черные поры и белый минеральный скелет), соответствующий реальной геометрии пустотного пространства.

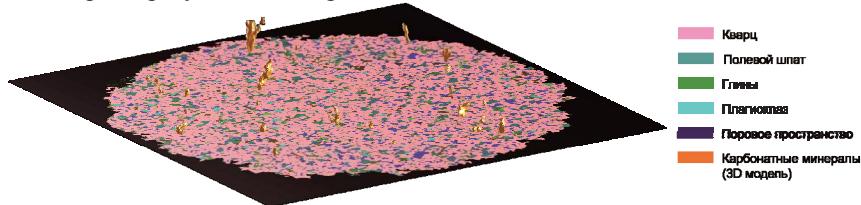
Одним из наиболее распространённых способов «оцифровки» образцов является рентгеновская микротомография, позволяющая получать трехмерное распределение рентгенооптической плотности внутри объекта в используемом диапазоне длин волн. К сожалению, использование в существующих настольных решениях полихроматического пучка, а также необходимость использовать энергии  $\sim 100$  кэВ (вдали от линий поглощения большинства элементов), затрудняют получение пространственного распределения составляющих образец минералов. Ясно, что подобная информация могла бы существенно повысить достоверность проводимых расчетов [2].

В настоящее время существуют альтернативные методы, позволяющие непосредственно получать трехмерную элементную карту образца, такие как синхротронная томография с монохроматическим пучком (проводимая на нескольких длинах волн) [3] или рентгенофлюресцентная томография [4]. Однако стоимость подобных решений обычно довольно значительна, а скорость работы зачастую оказывается невысокой.

И все же, подобную модель можно попытаться воссоздать по данным обычной лабораторной микротомографии. В рассмотренном в работе подходе для этого необходимо определение «косвенных признаков» различных

минералов (форма зерен, текстура и др.) и минералогическая карта среза образца, реконструированная из данных рентгеновского микроанализа при электронной микроскопии образца [5].

В докладе будет представлен краткий обзор создаваемой методики программного построения трехмерных карт минералогии и продемонстрированы первые результаты её применения.



**Рис. 1.** Пример совмещения трёхмерной модели с картой минералов полученной при помощи QEMSCAN® (срез Ø8мм миникерна).

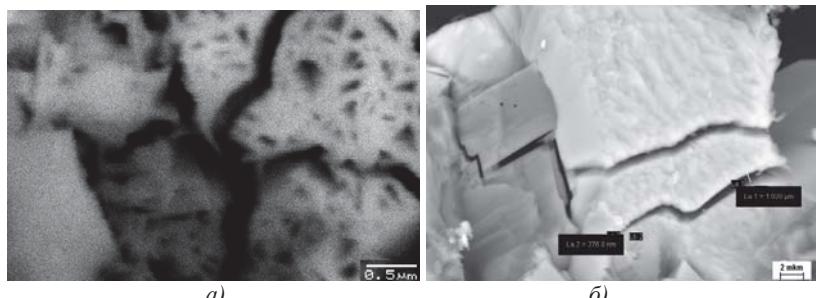
1. FEI. Avizo XLab Extensions datasheet 2013.  
[http://www.vsg3d.com/sites/default/files/related/fei\\_dt\\_xlab\\_extensions.pdf](http://www.vsg3d.com/sites/default/files/related/fei_dt_xlab_extensions.pdf)
2. X. Liu, J. Sun, H. Wang. Numerical simulation of rock electrical properties based on digital cores, Applied Geophysics, 2009, 6, 1. - 1-7.
3. A. Tsuchiyama, K. Uesugi, T. Nakanou др. Quantitative evaluation of attenuation contrast of X-ray computed tomography images using monochromatized beams, American Mineralogist, 2005, 90, - 132-142.
4. R.T. Lopes, I. Lima, G.R. Pereirai др. Synchrotron radiation X-ray microfluorescence techniques and biological applications, Pramana, 2011, 76, 2. - 271-279.
5. CMA. QEMSCAN 650F - Автоматизированный петрографический анализатор, 2012.  
[http://www.microscop.ru/uploads/Oborudovanie/Analizatory/analizatory\\_materialov/QEMSCAN/QEMSCAN%20650F\\_rus.pdf](http://www.microscop.ru/uploads/Oborudovanie/Analizatory/analizatory_materialov/QEMSCAN/QEMSCAN%20650F_rus.pdf)

# **Структура микротрещин горных пород после взрывного воздействия по данным электронной микроскопии**

С.Д. Викторов, А.Н.Кочанов, Е.В. Копорулина

*Институт проблем комплексного освоения недр РАН,  
г. Москва, Крюковский туп., д.4., Россия*

Методы электронной микроскопии широко применяются при исследовании микроструктуры твердых тел [1-2]. В настоящей работе с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ) проанализированы изменения микроструктуры горных пород за счет развития микротрещин после взрывного воздействия. Отличительная особенность настоящих исследований состоит в том, что изучалась микроструктура образцов горных пород до и после взрывного воздействия, при этом анализировались изображения структурного элемента при последовательном увеличении масштаба рассмотрения. Получение изображений осуществлялось с использованием РЭМ LEO1450VP и JEOL-JSM 5910LV. В результате исследована поверхность образцов горных пород и микротрещин после взрывного воздействия на различных масштабных уровнях. Максимальное увеличение, при котором возможен информативный анализ фрагментов поверхности образцов, для условий эксперимента составляло порядка 5000-10000<sup>х</sup>. В отдельных случаях с помощью РЭМ JEOL-JSM 5910LV получены изображения микротрещин при увеличении до 30000<sup>х</sup>. Установлено, что в исходных образцах горных пород иерархия природной микронарушенности выражена нечетко, система микродефектов с определенным характерным размером на различных масштабных уровнях, как правило, не прослеживается. После взрывного воздействия формируется система микротрещин, имеющая в зависимости от типа горных пород характерную форму и размеры. В качестве примера на рис. 1 представлены РЭМ-изображения микротрещин в образцах железистого кварцита и песчаника, на основании которых можно оценить их параметры и механизм образования. Минимальная величина раскрытия микротрещин по данным электронной микроскопии составляет порядка 0, 1 мкм. Изучение условий образования микротрещин как элементов микроструктуры горных пород с помощью электронной микроскопии открывает новые перспективы в познании природы процессов деформирования и разрушения твердых тел.



**Рис. 1.** Изображение микротрещин в образце песчаника РЭМ JEOL–JSM 5910LV(а) и в образце железистого кварцита РЭМ LEO1450VP (б)

1. Н.Е.Сергеева *Введение в электронную микроскопию минералов* МГУ, 1977, 144.
2. В.Н.Соколов, А.А.Лебедев, Д.И.Юрковец. *Изв. АН Сер. Физ.*, 1995, 59, № 2, 28-34.

# **Особенности применения сканирующей зондовой микроскопии в минералогических исследованиях**

Е.А. Голубев, Н.Н. Пискунова

*Институт геологии Коми НЦ УрО РАН,  
167982 Сыктывкар, Первомайская 54, Россия*

Методы сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) уже успели завоевать признание в физике и химии твердого тела, материаловедении, биологических науках и т. д. Для изучения продуктов геологических процессов зондовые микроскопы используются с начала 90-х г.г. прошлого века. С их помощью наблюдались, например, наноразмерные структурные элементы и фазовые включения в минералах и минералоидах, моноатомные ступени в динамике роста и растворения поверхностей минералов, взаимодействие растущих ступеней с препятствиями, глинистые частицы в растворах, природные гели в естественной среде [1–3]. Хорошо известные отличительные особенности СЗМ в сравнении с «традиционными» в минералогической практике методами оптической и электронной микроскопии, а именно: высокое разрешение, особенно по нормали к поверхности на химически однородных поверхностях; трехмерность изображений; возможность работать в различных средах (газовой, жидкой) и в вакууме, позволяют наблюдать и анализировать те элементы структуры и процессы минералообразования, которые еще не так давно являлись предметом преимущественно теоретического анализа.

Широкое использование СЗМ в науках о Земле сдерживается рядом факторов. Прежде всего, это специфические затруднения в подготовке геологических образцов [2], часто возникающая неопределенность при интерпретации получаемых данных, прежде всего из-за отсутствия возможности проводить элементный анализ изучаемой поверхности. Тем не менее, на текущий момент можно выделить три направления, исследования в которых позволили добиться значительного прогресса в ряде областей минералогического знания:

- *in-situ* наблюдения поверхности растущих и растворяющихся кристаллов в растворах в условиях, моделирующих среду минералообразования;
- визуализация поверхности вещественно-однородных минеральных веществ и молекулярной структуры поверхности минералов;
- высокоразрешающие исследования строения метастабильных минералогических объектов в условиях, близких к таковым в геологической среде.

В частности, высокую информативность методы СЗМ демонстрируют при исследованиях субмикро- и нанометрического структурирования природных некристаллических веществ. Систематическое исследование надструктурных особенностей природных твердых метаколлоидов различного состава и генезиса позволило определить типы надмолекулярных структур, провести качественную и количественную оценки надмолекулярной упорядоченности [2]. Особенno эффективным оказалось применение методов СЗМ для изучения наноразмерного строения органических минералов и минералоидов [2]. Перспективным направлением является высоколокальное изучение физических и химических свойств поверхности минералов.

Исследование особенностей роста кристаллов наблюдением *in situ* растущих граней в микро- и нанодиапазоне размеров позволяет решать многие задачи генетической интерпретации поверхности минералов. В настоящее время с помощью атомно-силовой микроскопии активно изучаются процессы, связанные с формированием центров роста, образованием дефектов, захватом примесей, взаимодействием и эволюцией ступеней роста [3].

Основным фактором, сдерживающим широкое применение СЗМ в минералогии, являлось отсутствие возможности проводить элементный анализ. Комбинирование зондовых микроскопов с различными аналитическими приборами, дающими возможность собирать высоколокальную информацию о химическом составе исследуемой поверхности, а также расширение возможностей модуляционных режимов, позволяющих различать атомы разной химической природы, создают перспективу значительного расширения областей применения зондовых микроскопов в минералогических исследованиях.

1. Hall C., Bosbach D. Scanning Probe Microscopy: A new view to the Mineral surface / In: Materials Science of concrete IV (Eds. J. Skalny, S. Mindness). The American Ceramic Society. 2001. P. 1–29.
2. Голубев Е.А. Надмолекулярные структуры природных рентгеноаморфных веществ. Екатеринбург: УрО РАН. 2006. 155 с.
3. Пискунова Н.Н. Исследование процессов роста и растворения кристаллов с помощью атомно-силовой микроскопии. Екатеринбург: УрО РАН. 2007. 133 с.

# **Изучение особенностей минералообразования в современных строматолитах щелочного озера Петуховское (Алтайский край) методами СЭМ и РСМА**

Л.В. Зайцева<sup>1</sup>, О.С. Самылина<sup>2</sup>

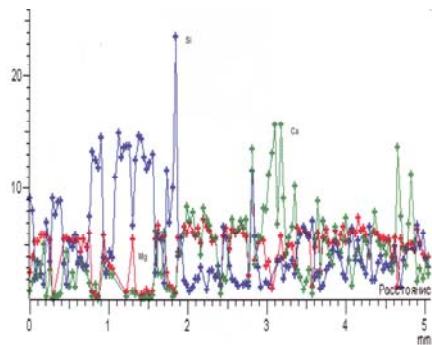
<sup>1</sup> Палеонтологический институт им. А.А. Борисяка РАН,

<sup>2</sup> Институт микробиологии им. С.Н. Виноградского РАН, Москва,

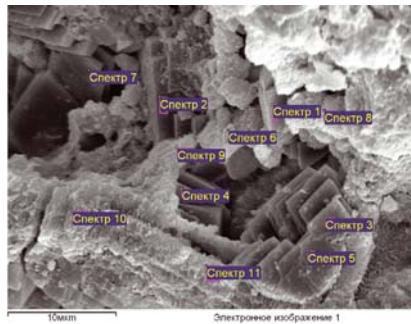
*l.zaytseva@mail.ru, olga.samylina@gmail.com*

Озеро Петуховское Алтайского края (Россия), является примером ныне идущих процессов образования доломитов в содовом озёре. Во время экспедиций 2011-13 гг. на озеро Петуховское найдены строматолитоподобные образования, которые представляют собой корки с чередование тонких минерализованных слоев. Изучение найденных корок методом электронной микроскопии с применением EDX (энергодисперсионного рентгеновского микронализма) на СЭМ Zeiss EVO50 с микроанализатором INCA Oxford 350 показало, что данные строматолиты состоят из слоев, образованных минерализованными участками микроорганизмов и участками полисахарида (EPS), выделяемого ими в процессе их жизнедеятельности, а также из собственно минеральных слоев и слоев, включающих окатанные зерна кварца и полевого шпата. Исследование элементного состава петуховского строматолита показало наличие во всех слоях соединений Ca, Mg, Si, C. Применение EDX анализа позволило рассмотреть распределение элементов в строматолите по профилю поперечного среза, захватывающему все слои (рис.1). Полученные результаты позволили выявить некоторые закономерности распределения элементов. Наиболее интересным представляется распределение Mg, Ca и Si. Mg довольно равномерно распределён по всему исследуемому профилю, в то время как Ca имеет чётко выраженные максимумы, соответствующие слоям в основном кальцитового состава. Максимумы Si (область 0-2 мм) соответствует слою содержащему, кварцевые и алюмосиликатные песчинки, скементированные минерализованным EPS и карбонатным цементом. В интервале 2-3.3 мм наблюдается практически синхронное изменение пиков Mg и Ca, и соотношение этих элементов близко к 1:1. Эта область соответствует чёрному слою, в котором обнаружены минерализованные чехлы микроорганизмов. Спектр распределения элементов по профилю указывает на слои в составе строматолита. В различных участках осадка замечено, что ромбоэдрические кристаллы состава Ca-доломита и высокомагнезиального кальцита образуются на контакте с минерализованным EPS (рис.2). Mg, накопленный в EPS, при распаде ор-

ганической матрицы может взаимодействовать с поступающим Ca. При разрушении EPS и поступлении Ca на контакте с минерализованным полисахаридом идет образование высокомагнезиального кальцита и Ca – доломита. В отсутствии контакта с EPS – образуются низкомагнезиальные кальциты. Si не оказывает явного влияния на образование доломита.



**Рис.1**



**Рис.2**

**Рис.1.** Распределение содержания Mg, Ca и Si (в атомных процентах) по профилю строматолитоподобной корки.

**Рис.2.** Образование высокомагнезиального кальцита и Ca –доломита на контакте с минерализованным EPS: I – зона образования высокомагнезиального кальцита и Ca –доломита ( т. 3; т.5); II- зона минерализованного EPS (т. 6; т.8; т.9; т.10; т.11) , III- зона образования низкомагнезиального кальцита (т. 2; т.7).

Работа выполнена по Программе Президиума РАН «Проблемы происхождения жизни и становления биосфера» и поддержана грантом РФФИ № 13-04-00933.

# PCMA исследование влияния химической модификации поверхности базальтового стекловолокна на состав контактирующих с ним продуктов гидратации фаз $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$ и $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$

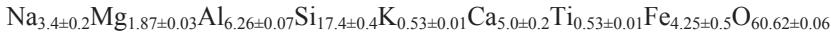
А.В. Кнотько<sup>1</sup>, В.В. Судьин<sup>1</sup>, А.В. Ситанская<sup>1</sup>, М.А. Сызганцева<sup>1</sup>,  
В.К. Иванов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,  
119991, Москва, Россия

<sup>2</sup> Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН,  
119071, Москва, Россия

Целью работы являлось исследование влияния химической (через взаимодействие с газовой фазой при нагревании или ионный обмен с обогащением поверхности волокна Li) модификации приповерхностного слоя (толщина которого зависит от характерных размеров частиц наполнителя) базальтового стекловолокна на формирование новообразований в системах «вода – наполнитель – неорганическое полимерное вяжущее». С целью получения фундаментальной химической информации о влиянии варьируемых факторов на протекающие процессы, исследование проводилось с использованием в качестве модельного вяжущего химически индивидуальных основных гидравлически активных компонентов портландцемента (алита  $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$  и алюмината  $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ ).

Исследование проводилось на синтезированных керамическим методом при 1350 и 1400°C соответственно образцах  $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$  и  $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$  (чистота контролировалась РФА), смешанных с 3,5 масс. % базальтового стекловолокна производства завода «Баск» (Кемерово), подвергнутого приповерхностной химической модификации различными методами. Гидратация смеси проводилась при соотношении вода/твердая фаза, равном 0.5. Твердение гидратированной смеси проводилось в течении 1-30 сут. при комнатной температуре и при 60°C. Для исходного волокна ранее [1] методом PCMA был определен состав



Средний диаметр волокон, также определенный ранее [1], составил 10 – 20 мкм, при значительном разбросе волокон по толщине – от нескольких мкм до долей миллиметра. Температурная обработка образцов проводилась на воздухе в муфельной печи при температуре 500°C в течении 30 мин. Обогащение поверхности волокна литием проводилось путем обработки волокна насыщенным раствором  $\text{LiNO}_3$  при комнатной температуре в течении 34 сут.

Исследования образцом методами РЭМ и РСМА проводились на микроскопе LEO SUPRA 50VP (Германия), оборудованном энергодисперсионным спектрометром X-MAX (Oxford Inst.) в режиме низкого (40 Па азота) вакуума при ускоряющих напряжениях 5 - 30 кВ (детектор вторичных электронов VPSE).

С целью подбора режима работы микроскопа для анализа содержания кислорода в исследуемых образцах проводилась серия измерений при различных ускоряющих напряжениях в указанном диапазоне с последующим анализом зависимости результатов расчета с использованием программы INCA от условий регистрации спектров.

В результате работы было установлено:

Как ионообменное обогащение поверхности базальтового стекловолокна литием, так и его окисление в диффузионном режиме (без выделения кристаллических фаз) меняют состав и морфологию гидросиликатных и гидроалюминатных частиц, формирующихся из модельных смесей «индувидуальная гидравлически активная фаза - вода» на поверхности базальтового стекловолокна, что связано, очевидно, с изменениями кислотности и катионного состава жидкой фазы вблизи упомянутой поверхности.

Химическая модификация поверхности волокон как тем, так и другим упомянутым способом, приводит к заметному подавлению коррозионных эффектов в морфологии поверхности волокна.

При этом для системы « $\text{Ca}_3\text{SiO}_5 - \text{H}_2\text{O}$  – (модифицированное) базальтовое волокно» окислительный отжиг введенного в эту систему базальтового волокна повышает, а обогащение поверхности волокна литием – снижает соотношения  $\text{Ca/Si}$  и  $\text{OH/Si}$  в гидросиликатном слое, контактирующем с поверхностью, по сравнению с немодифицированным волокном.

Для системы « $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6 - \text{H}_2\text{O}$  – (модифицированное) базальтовое волокно» обогащение поверхности волокна литием заметно снижает (по сравнению с несодержащей волокно системой и композитами, армированными немодифицированными и окисленными волокнами) соотношение  $\text{Ca/Al}$  в удаленных от границы раздела с волокном частях гироалюминатной матрицы и повышает соотношение  $\text{H}_2\text{O/Al}$  в гидроалюминатном слое на поверхности волокна.

Работа выполнена при поддержке программы №8 ОХНМ РАН.

1. A.B. Кнотько, Е.А. Пустовгар, А.В. Гаршев, В.И. Путляев. Сборник докладов II семинара – совещания «Керамика и огнеупоры: перспективные решения и нанотехнологии», Белгород, 04-06.02.2009, стр. 285-289

# Исследования формы вхождения примесных атомов в кристаллическую структуру молибденита

И.М. Куликова, И.Е. Максимюк

Федеральное государственное унитарное предприятие Институт минералогии, геохимии и кристаллохимии редких элементов (ФГУП ИМГРЭ),  
Москва, ул. Вересаева, 15

Исследована форма вхождения элементов примесей в кристаллическую структуру молибденита из 14 месторождений: медно-порфировых, кварцево-жильно-грейзеновых и др. Были использованы методы: рентгеноспектральный микроанализ РСМА (электронно-зондовый анализатор «Camebax-microbeam») и морфологический анализ растровых изображений во вторичных электронах СЕИ (сканирующий электронный микроскоп Jeol 6700F). Молибденит является основным концентратором рения. Многие исследователи объясняют нахождение рения в молибдените изоморфными замещениями молибдена рением [1], другие полагают, что повышенные содержания Re в молибдените, так же как и других элементов-примесей, таких как W, Fe, характерны для ромбоэдрической ( $3R$ ) политипной разновидности, а не гексагональной ( $2H$ ). При этом считается, что рост кристаллов  $3R$ -молибденита происходит на винтовых дислокациях, возникающих из-за наличия примесей [2].

Результаты РСМА не обнаружили различий в распределении рения в молибденитах из месторождений различных генетических типов [3]. Наличие рения с концентрациями больше предела обнаружения (в интервале 0.04–0.28 вес.%, в двух анализах содержание рения 0.42 и 0.52 %) отмечено только в 199 из 526 точках анализа. Это соотношение практически не меняется при изменении содержания рения в образцах от 80 до 1100 г/т, меняется только концентрация. Высокая локальность в распределении рения проявляется в отсутствии рения при микронном смещении зонда от точек с повышенным содержанием. Наибольшее количество точек анализа, в которых обнаружено содержание Re в интервале 0.04–0.28 вес.% (в 22 из 38 анализов), установлено в образцах молибденита  $3R$  политипной разновидности из месторождения Слюдорудник, Челябинская область.

Анализ растровых изображений СЕИ позволил выявить дефекты структуры кристаллов исследованных образцов [4]: расщепление на тонкие слои (высотой 0.05–0.50 мкм); иногда края тонких слоев закручиваются с образованием полых трубок диаметром около 0.4 мкм и длиной примерно 4–10 мкм, которые нередко содержат микроскопические (линейный размер около 0.04–0.07 мкм) кристаллики минералов. РСМА таких областей молибденита фиксирует наличие примесей Si, Ca, Fe, Pb, Zn, W. Выявлен интенсив-

ный рост дендритов, образование винтовых, краевых и других дислокаций (размером 1–6 мкм). Шестигранные полости (1–3 мкм) – отрицательные кристаллы, изометричные кристаллам гексагонального молибденита  $2H$  политипа, – свидетельствуют о доминировании в исследованных образцах политипа  $2H$ . Треугольные полости – отрицательные кристаллы, изометричные кристаллам молибденита ромбоэдрической  $3R$  политипной разновидности, – встречались очень редко. Вхождение примесных атомов в структуру молибденита в значительной степени связано со структурными дефектами. Атомы рения часто концентрируются на дислокациях. В образце из месторождения Изумрудные копи (Урал) только в одной чешуйке молибденита четко выделилась треугольная область (размер стороны треугольника 350 мкм), внутри которой содержание рения 0.08–0.12 %, а в месте выхода дислокаций на поверхность 0.21 %; за пределами треугольной области рений не обнаружен. Эта треугольная область изометрична пластинам  $3R$  молибденита из месторождения Слюдорудник.

Авторы на основании полученных результатов полагают, что неравномерное распределение рения в кристаллах молибденита при концентрациях, больших предела обнаружения 0.04 %, связано с наличием микропримеси молибденита политипа  $3R$  в матрице молибденита  $2H$ . Отмечено, что содержание рения в дислокационных ядрах более высокое по сравнению со средним значением в прилегающих к ним областях.

1. T.E. McCandless., J. Ruiz, A.R. Campbell. Geoc. et Cosmoc. Acta, 1993, 57, 889–905.
2. R.J.J. Newberry. Amer. Mineral, 1979, 64, 768–777.
3. И.Е. Максимюк, И.М. Куликова. ЗРМО, 2013, 142, № 2, 94–106.
4. И.М. Куликова, И.Е. Максимюк. Новые данные о минералах, 2013, 48, 71–81.

# **Исследования минеральных фаз любого состава, содержащих редкоземельные элементы, с помощью рентгеноспектрального микроанализа (РСМА)**

И.М. Куликова, О.А. Набелкин

*Федеральное государственное унитарное предприятие Институт минералогии,  
геохимии и кристаллохимии редких элементов (ФГУП ИМГРЭ),  
Москва, ул. Вересаева, 15*

В связи с увеличением спроса мировой промышленности на редкоземельное сырьё, остается актуальным аналитический контроль минералов, содержащих РЗЭ. Целью проведенных нами исследований являлось создание универсального способа микроанализа минеральных фаз любого состава (оксидов, силикатов, фосфатов, карбонатов, фторидов и т.д.), содержащих, наряду с породообразующими элементами, Th, U, P, Ba, Sr, Ta, Nb, V, F, все лантаноиды и иттрий (с концентрациями в интервале от 0.05 % до десятков процентов) и имеющих линейные размеры не менее 5 мкм в шлифах, аншлифах, зернах, запрессованных в эпоксидную смолу. При этом используется один и тот же набор стандартов и одни и те же экспериментальные условия для разных минералов.

В микроанализе поправки на атомный номер (рассеяние электронов), поглощение излучения элементами матрицы и флуоресценцию вносятся автоматически в расчетных программах. Однако, очень важные поправки на взаимное наложение линий от различных элементов [1] очень часто вносятся в концентрации, а не в интенсивности, что было бы в физическом смысле более корректно. В анализе возникает сложная цепь взаимных наложений линий редкоземельных элементов (иногда до 4–5-ти взаимных наложений). Для получения правильных результатов вводится коррекция измеренных относительных интенсивностей ( $K$ -отношений) аналитических линий анализируемых элементов. Ведется контроль стабильности относительной интенсивности во времени на всех используемых при анализе спектрометрах с введением поправок на дрейф. При анализе фторидов расчет содержаний фтора ведется по пикивым интенсивностям с коррекцией на площадь линий, чтобы исключить влияние типа химической связи атомов фтора на форму линии (химические сдвиги, сателлитные линии) [2]. Подобраны экспериментальные условия для анализа неустойчивых под действием электронного пучка образцов (например, водосодержащих карбонатов).

В настоящее время микроанализ проводится нами на модернизированном в ИМГРЭ приборе “Camebach-microbeam”. Операционная система и приложения компьютера PDP 11/23 PLUS микроанализатора “Camebach-microbeam” перенесены на современный персональный компьютер; программы запускаются в среде Windows. В итоге значительно увеличилась скорость расчета концентраций и вывода информации. Данные и файлы из PDP-11/23 стали доступны для работы в приложениях MS Excel, WordPad и др.; стал возможен расчет концентраций в офф-лайн режиме на любых компьютерах, не связанных непосредственно с микроанализатором.

Решена проблема расчета концентраций 30 и более элементов. Так как программное обеспечение микроанализатора “Camebach-microbeam” не позволяет проводить одновременно определение концентраций более 15 элементов, то для расчета большего числа элементов измерение относительных интенсивностей аналитических линий в образце и стандарте проводится в несколько этапов. Далее, несколько полученных в результате анализа таблиц  $K$ -отношений объединяются в одну общую для 30 и более элементов, вносятся корректировки и с помощью расчетной программы CalcZaf программного обеспечения Probe for EPMA (разработчик Probe Software, Inc.) рассчитываются концентрации всех элементов в данной точке анализа образца.

В ходе исследований по разработанной методике был проанализированы образцы широкого круга минералов (апатит, первовскит, ортит, ксенотит, черцит, монацит, рабдофанит, пирохлор, чералит, торианит, флюоцерит, иттрофлюорит, лантанит, кальцит). Проведен сравнительный анализ применимости различных моделей коррекции (Armstrong/Love Scott и PAP [3–5]) при расчете концентраций элементов в различных минералах. Такой подбор моделей позволяет уменьшить ошибки, связанные с различием химических составов исследуемых образцов и стандартов. Выяснено, что для образцов минералов, содержащих легкие элементы, таких как апатит или ортит, для расчета концентраций лучше использовать модель PAP. Для образцов минералов, содержащих тяжелые элементы, например, чералита, пирохлора и др., лучше применять модель расчета Armstrong/Love Scott.

Все вышеперечисленное позволило создать универсальную методику рентгеноспектрального микроанализа (PCMA) минералов любого состава, содержащих редкоземельные элементы.

1. Р.Л. Баринский. Заводская лаборатория, 1958, 5, 613–617.
2. И.М. Куликова, Р.Л. Баринский. Заводская лаборатория, 1988, 54, № 12, 38–41.
3. J.L. Pouchoir and F. Pichoir. Rech. Aerosp, 1984, 3, 13–38.
4. T. Armstrong. Microbeam Analysis, 1988, 239–246.
5. V. D. Scott and G. Love. Wiley & Sons, New York, 1983.

# Двойники и политипы в системе алмаз-лонсдейлит

Б.А.Кульницкий, И.А.Пережогин, В.Д.Бланк

Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов,  
142190, Троицк, Москва, Центральная 7а.

Гексагональный алмаз или лонсдейлит впервые был обнаружен в метеоритах [1]. Кристаллическая решетка алмаза представляет собой последовательность слоев ABCABC, тогда как кристаллическая решетка лонсдейлита имеет последовательность слоев ABAB. В дальнейшем лонсдейлит получали, главным образом, в условиях термобарической обработки. Частичное превращение алмаза в лонсдейлит наблюдали в процессе отжига алмазного порошка [2]. В настоящей работе предпринята попытка исследования структуры лонсдейлита, полученного в результате термобарической обработки графита, методами высокоразрешающей электронной микроскопии. Эксперименты проводили при давлении 7-9 ГПа и температуре 1170-1470К. Экспериментальные особенности приведены в [3]. В работе использовали электронный микроскоп JEM-2010, оборудованный EDS и EELS приставками.

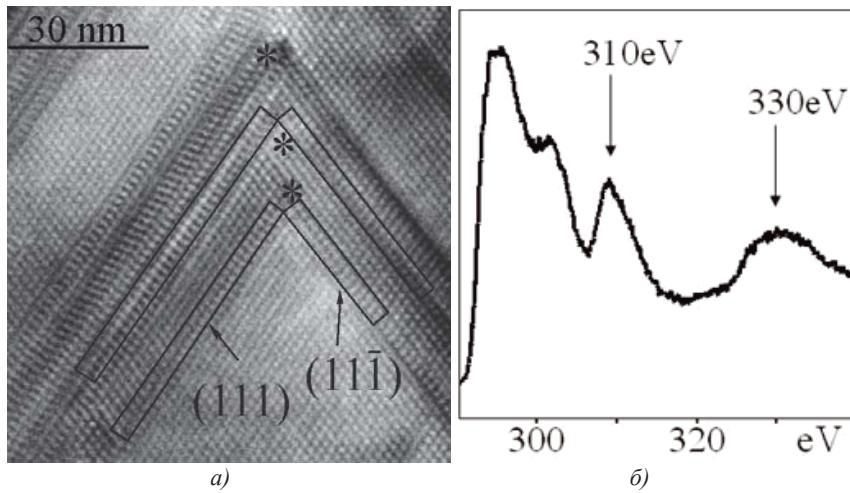


Рис. 1. а) Структура алмаз-лонсдейлит. Звездочками показаны некогерентные двойниковые границы. Прямоугольниками обозначены фрагменты лонсдейлита. Плоскостям двойникования (111) и (1-11) алмаза соответствуют плоскости (0001) и (3-302) лонсдейлита. б) соответствующий EELS спектр.

Исследования показали, что в результате термобарической обработки был получен порошок, частицы которого в большинстве своем содержали алмаз. В некоторых частицах были обнаружены отдельные слои лонсдейлита в упаковке алмаза. На рисунке 1а показана структура, содержащая полосы лонсдейлита в алмазе. Звездочками показаны некогерентные границы. Прямоугольниками обозначены фрагменты лонсдейлита. Эти фрагменты находятся по отношению друг к другу в зеркальном отражении. Поэтому их можно считать двойниками. При этом плоскостями зеркального отражения являются плоскости (110) и (001) алмаза. С точки зрения двойникования лонсдейлита они равнозначны. Плоскостям двойникования (111) и (11-1) соответствуют плоскости (0001) и (3-302) лонсдейлита. Фрагменты лонсдейлита могут быть получены зеркальным отражением по отношению к плоскостям (010) алмаза, которые соответствуют (-3304) лонсдейлита, или (101) алмаза, что совпадает с (3-308) лонсдейлита. Таким образом, плоскости (-3304) и (3-308) лонсдейлита можно считать плоскостями двойникования для лонсдейлита. На рисунке 1б приведен соответствующий EELS спектр. Единственной отличительной особенностью между EELS спектрами лонсдейлита и алмаза является соотношение интенсивностей пиков, находящихся в точках 330 и 310 эВ. Это соотношение значительно больше для лонсдейлита. Спектр, показанный на рисунке 1б, соответствует смеси алмаза и лонсдейлита. Структуры, приведенные на рисунке 1, встречаются в CVD алмазах [4]. В настоящей работе мы наблюдали когерентные и некогерентные границы. В алмазных пленках, выращенных CVD методом, встречается симметрия пятого порядка. В нашей работе двойников более высоких порядков не обнаружено. Таким образом, можно утверждать, что в результате термобарической обработки графита была получена смесь алмаза и лонсдейлита [5]. Лонсдейлит представлял собой как прослойки внутри алмазных частиц, так и отдельные частицы. Обнаружены как когерентные, так и некогерентные двойниковые границы в структуре алмаза.

1. A.E.Foote, American Journal of Science (1891), 413-417.
2. V.Blank, B.Kulnitskiy, A.Nuzhdin, Diamond and Related Materials, 20, 2011, 1315-1318.
3. S.V.Denisov, N.R.Serebryanaya, B.A.Kulnitskiy, I.A.Perezhogin, V.D.Blank, Diamond and Related Materials, 20, 2011, 951-953.
4. D.Shechtman, A.Feldman, J.Hutchinson, Materials Letters, 17, 1993, 211-216.
5. B.Kulnitskiy, V.Blank, I.Perezhogin, G.Dubitsky, Acta Crystallographica, (2013), B69, 474-479.

# Quantitative microanalysis at low voltage with a WDS electron microprobe equipped with a FE column

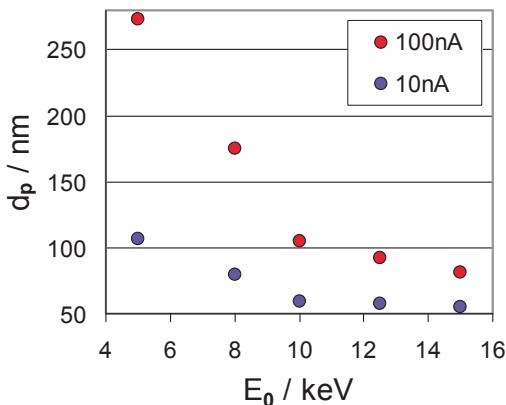
E.D. Norman, C. Hombourger, M. Outrequin

CAMECA, 29 Quai des Grésillons, 92622 Gennevilliers Cedex, France

Thanks to its precision, its reproducibility and its stability, Electron Microprobe is a well suited technique for accurately analyze nearly all chemical element to concentration level down to few 10's ppm with a spatial resolution of about 1  $\mu\text{m}$ , which is relevant to microstructures in a wide variety of materials and mineral specimens.

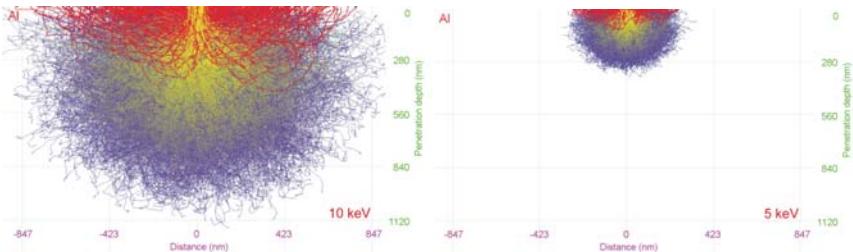
With the development of the Schottky emitter and its implementation as electron source in Electron Microprobe, small features are commonly analyzed own to sub-micrometer scale. Thanks to the high brightness of the Schottky emitter, fine focused electron beam can be achieved with both high and stable beam currents even low accelerating voltages ( $\leq 10$  keV).

Since X-rays are generated from a much larger diameter than the diameter of the incident electron beam, it is necessary to optimize the two interdependent parameters, accelerating voltage and beam diameter, in order to take full advantage of the FEG electron source for X-ray analysis. The electron beam diameter increases with decreasing the electron beam energy as shown on Figure 1.



**Fig. 1.** Beam diameter versus beam accelerating voltage at 2 beam currents (blue = 10 nA, red = 100 nA).

The interaction volume - within which scattered electrons generate X-rays – decreases with the electron energy as shown on Monte Carlo simulation run with the program CASINO [1] on Figure 2. Thus, a small beam diameter is not always synonym of a small interaction volume and optimized conditions are obtained when the analytical spatial resolution is primarily limited to the diameter of the X-ray emission volume in a specific material.



**Fig. 2.** Monte Carlo simulations of electron trajectories beneath the specimen surface as calculated by CASINO [1]. Note the decrease in the interaction volume for Al as the beam energy decreases by about 50% from 10 keV to 5 keV (red = backscattered electrons, yellow = other electrons of high energy, blue = electrons of low energy).

The ability to accurately quantify precipitate phases on the micrometer and sub-micrometer scale when working at low beam energy with high spatial resolution will be illustrated in examples as Dunite, igneous rock locally enriched in Platinum acquired on the CAMECA SXFiveFE. The analytical resolution determined from X-ray maps will be presented.

The authors acknowledge Ph. De Parseval et B. Abily from Geosciences Environnement Toulouse for sharing samples.

1. *D. Drouin, A. Réal Couture, D. Joly, X. Tastet, V. Aiméz, R. Gauvin, Scanning(2007), 29, 92-101.*

# Нанокристаллы в челябинском метеорите

Д.А. Павлов, А.В. Пирогов, А.И. Бобров, Н.В. Малехонова

Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского (НИГУ),  
603950, г. Нижний Новгород, Россия

Современные методы получения различного рода наноструктурированных материалов основываются на создании искусственных условий, приводящих к изменению структуры исходного материала. Исследование структуры осколка метеорита «Челябинск» выполненное нами с применением метода высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии (ВРПЭМ) даёт основания предполагать, что воздействие, оказываемое на кристаллический материал метеороида при вхождении его в атмосферу (кратковременный разогрев, взрыв и резкое охлаждение) может привести к формированию областей с включениями нанокристаллической фазы [1].

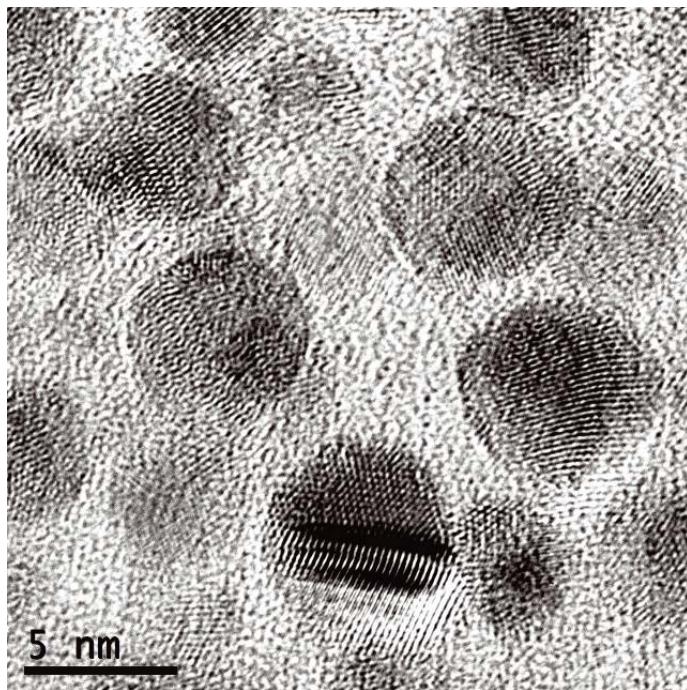


Рис. 1. Нанокристаллы (Mg,Fe)O в аморфной матрице SiO<sub>2</sub> (JEM 2100F).

Общий анализ и расшифровка элементного состава провелись с целью подтверждения метеоритной природы образца. При этом данные о структуре и составе сопоставлялись с базой данных [2]. В итоге было выявлено совпадение усреднённого по объёму химического состава исследованного нами объекта с составом многих других ранее исследованных метеоритов. Но необходимо при этом также отметить, что локальный состав Челябинского метеорита существенно неоднороден, и соотношение элементов в значительной степени варьируется в зависимости от местоположения, в котором производятся наблюдения. Однако список основных химических элементов един для всех актов измерений, производимых при изучении этого объекта. На основании проведённых нами экспериментов, исследованный нами осколок метеорита также можно отнести к классу «Обыкновенных хондритов» – LL5 [3].

Методами ВРПЭМ получены снимки высокого разрешения структуры метеорита. В результате были обнаружены нанокристаллы размером от 3 до 15 нм в аморфной матрице (рис. 1). По данным дифракции электронов и энергодисперсионного анализа был установлено, что обнаруженные наночастицы принадлежат к ферропериклассу  $(\text{Mg},\text{Fe})\text{O}$ . Кстати, ферроперикласс является вторым по распространённости минералом в нижней мантии Земли после силикатного перовскита  $(\text{Mg},\text{Fe})\text{SiO}_3$ . В работе сделано предположение о том, что формирование этихnanoструктурированных областей произошло в результате распада части кристаллических включений оливина  $(\text{Mg},\text{Fe})_2[\text{SiO}_4]$  в химическом составе которых присутствовали в малой концентрации примеси меди и цинка, сыгравшие роль катализатора.

Во включениях диопсида  $\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$  также были выявлены области с нанокристаллами, характеризующимися теми же межплоскостными расстояниями, что нанокристаллы, обнаруженные в распавшемся оливине. Исследование и фотолюминесценции от этих областей на сканирующем оптическом спектрометре NTEGRA Spectra выявило наличие интенсивного пика в диапазоне 675–800 нм.

В заключение следует отметить, что такой объект, как Челябинский метеорит, позволяет в полной мере проиллюстрировать возможности просвещивающей аналитической микроскопии и многих других методов.

### **Благодарности**

Выражается благодарность Горшкову А.В. за предоставление осколка метеорита для проведения исследований.

1. *A.I. Бобров, A.B. Горшков, И.В. Гребенев, Н.В. Малехонова, Д.А. Павлов, А.В. Пирогов.* Вестник ННГУ, (2013) 3, 36–38.
2. FindIt ver. 1.7.0. Inorganic Crystal Structure Database. Release 2010.
3. *A.J. Brearley, R.H. Jones. Chondritic meteorites.* In Planetary Materials (ed. Papike J.J.). Mineralogical Society of America, Washington, DC, (1998), 3-1–3-398.

# **Исследование процессов самоорганизации полистирол-поли-2-винилпиридина на твердой поверхности методом АСМ**

Е.А. Скопцов, Д.И. Егоров, В.Е. Агабеков

*Институт химии новых материалов НАН Беларусь,  
220141, г. Минск, ул. Ф.Скорины, 36, Беларусь*

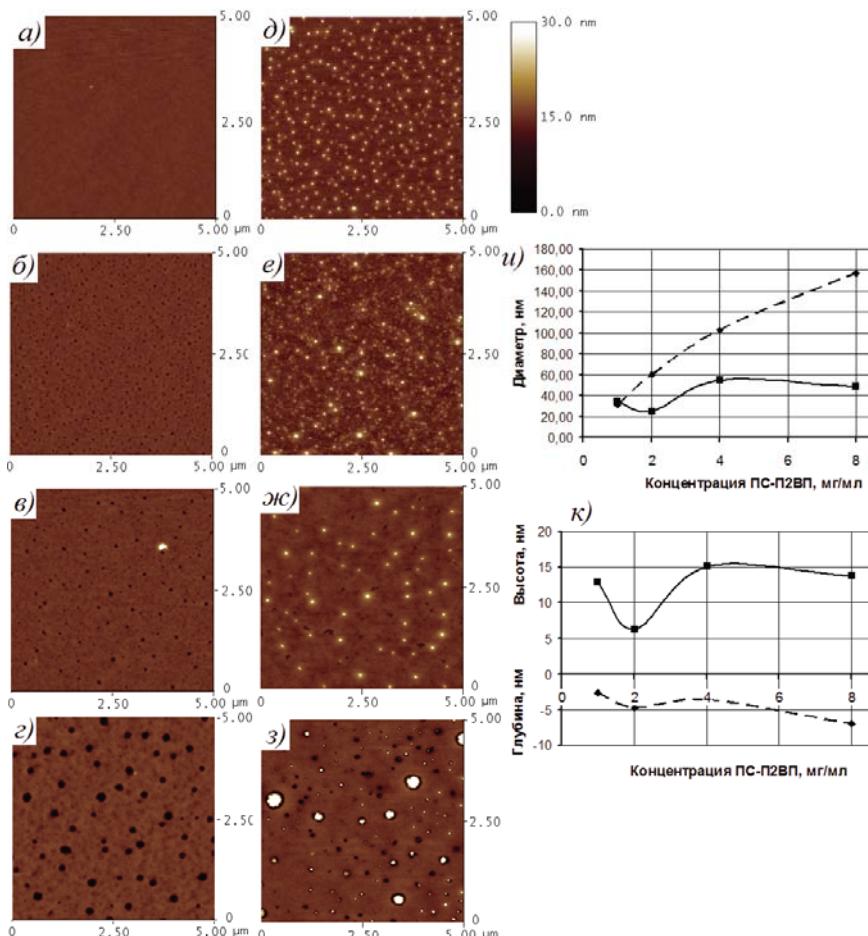
Атомно-силовая микроскопия (АСМ) является эффективным методом исследования поверхности, позволяющим получать как информацию о размерах, созданных на подложке структур, так и об их свойствах (электрических, магнитных, упругих). Изучение образцов проводили с помощью ACM NanoScope MultiMode (Veeco, США), диапазон сканирования по осям XY: 140 мкм, по оси Z: 4,5 мкм; для контактного режима использовали зонды NP-S1 из нитрида кремния с покрытием титан/золото на отражающей стороне, константой жесткости 0,03-0,48 Н/м и радиусом закругления 10 нм; а для динамического – MPP-11100-10 (RTESP) из кремния легированного сурьмой без покрытий, константа жесткости 20-80 Н/м, резонансная частота 200-400 кГц, радиус закругления 8 нм.

С помощью АСМ изучен характер рельефа тонких пленок блок-сополимера (полистирол-поли-2-винилпиридин (ПС-П2ВП)) сформированных из растворов толуола (1, 2, 4 и 8 мг/мл) методами полива и погружения (dip-coating) на поверхности (пластины монокристаллического кремния КДБ, 12 Ом·см,  $<100>$ ,  $1 \times 1 \text{ см}^2$ , которые для очистки гидрофилизовали в растворе «пираньи» ( $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2=7:3$ )).

В случае полива (рис 1, а-г) каплю раствора полимера (~ 50 мкл) наносили на поверхность и высушивали на воздухе при комнатной температуре. Для формирования пленок методом погружения (рис 1, д-з) подложку окунали в рабочий раствор с последующим ее вытягиванием, скорость погружения и извлечения составляла 0,5 мм/с, процесс проводили в атмосфере насыщенных паров толуола.

В результате на подложке блок-сополимер образовывал рельеф двух видов (рис 1), причем элементы, получаемые в случае погружения, могут также быть созданы методом центрифугирования (spin-coating) [1], в отличие от пористых пленок ПС-П2ВП, формируемых поливом, упоминаний о которых в литературе нет. Установлено, что на создаваемый рельеф влияют: скорость извлечения образца из раствора (метод погружения) и условия сушки (температура и атмосфера – в обоих случаях). А время нахождения подложки в растворе не оказывает влияние на характер покрытия, формируемого рассматриваемыми методами. Таким образом, принципиальные

различия во всех методах заключается в способе распределения полимера по поверхности и скорости удаления растворителя, что, тем не менее, приводит к изменению рельефа пленки (рис 1, и-к).



**Рис. 1.** ACM изображения тонких пленок ПС-П2ВП сформированных на поверхности кремния методом полива из растворов толуола концентрацией: 1 (а), 2 (б), 4 (в) и 8 мг/мл (г); и методом погружения из растворов толуола концентрацией: 1 (д), 2 (е), 4 (ж) и 8 мг/мл (з); а также данные их статистической обработки в виде зависимостей диаметра (и) и высоты/глубины (к) структур, сформированных методами погружения (—) и полива (---), от концентрации блок-сополимера.

1. *Masato Aizawa, Jillian M. Buriak. Chem. Mater. (2007), 19, 5090-5101.*

# Особенности порового пространства глинистых осадков по данным количественного анализа РЭМ-изображений

В.Н.Соколов, О.В.Разгулина, Д.И.Юрковец

Геологический факультет МГУ имени М.В.Ломоносова, г. Москва, Россия

Исследования микроструктуры молодых глинистых осадков показали, что в зависимости от условий образования в них может формироваться три типа микроструктур. В морских условиях, с высокой концентрацией солей и слабощелочной реакцией воды, идет формирование рыхлого глинистого осадка с крупноячеистой микроструктурой (рис.1, а).

Для осадков в пресных водоемах, например в озерах, вода которых обычно обнаруживает нейтральную или слабокислую реакцию, характерно формирование однородной тонкоячеистой микроструктуры (рис.1, б). По сравнению с морскими илами данная микроструктура более плотная.

При осаждении глинистого материала в пресных слабощелочных водах при условии максимальной стабилизации частиц возможно образование относительно плотной высокоориентированной ламинарной микроструктуры (рис.1, в). Формирование таких осадков происходит в зимних условиях спокойного ледникового озера.

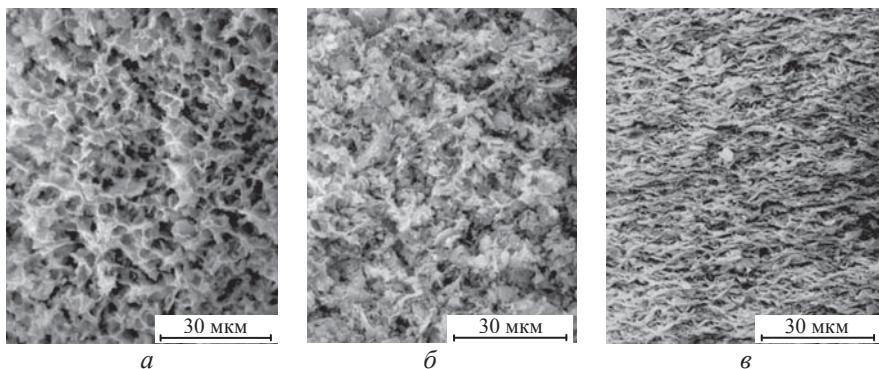
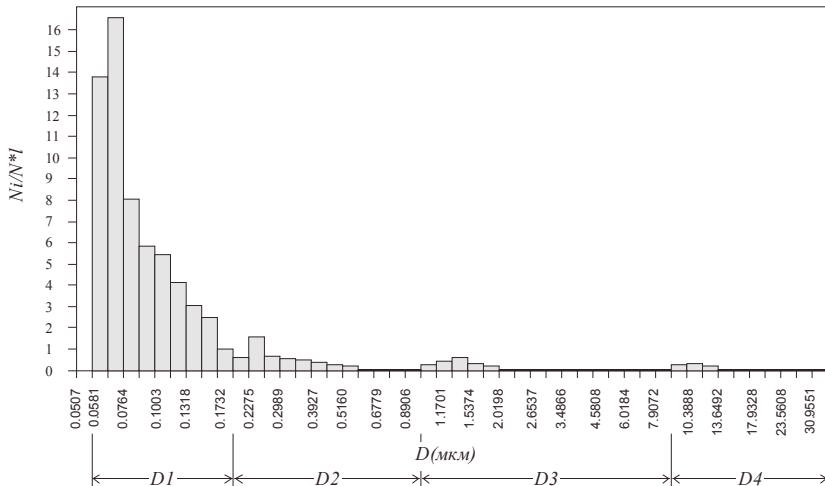


Рис. 1. Микроструктуры глинистых осадков: а – ил Черного моря; б – ил озера Боже; в – озерно-ледниковая ленточная глина.

Изучение порового пространства глинистых пород проводилось по РЭМ-изображениям с помощью пакета прикладных программ “STIMAN-3D”, разработанного авторами [1]. Проведенные исследования показали, что поровое пространство глинистых осадков характеризуется присутстви-

ем четырех категорий пор: межчастичные ультрамикропоры (D1), межультрамикроагрегатные микропоры (D2), мелкие (D3) и крупные (D4) межмикроагрегатные микропоры [2]. На рис. 2 приведен результат такого анализа для морского ила.



**Рис. 2.** Кривая распределения пор по эквивалентным диаметрам для морского ила с крупноячеистой микроструктурой.

Основную часть порового пространства (до 90 %) этих глинистых осадков составляют межмикроагрегатные микропоры. Однако, для морских и озерных илов характерно присутствие микропор в виде ячеек изометричной формы, а для осадков с высокоориентированной ламинарной микроструктурой - вытянутой анизометричной формы. Также для осадков морского, озерного и озерно-ледникового генезиса, соответственно, отмечается возрастание содержания вклада мелких межмикроагрегатных микропор от 55 до 66% и уменьшение их эквивалентных диаметров от 4.5 до 2 мкм.

В качестве аппаратной базы авторами использовался РЭМ LEO 1450VP (Германия) полученный в рамках реализации Программы развития МГУ имени М.В.Ломоносова.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, гранты № 14-05-00708 А, № 13-05-01137 А.

- Соколов В.Н., Юрковец Д.И., Разгулина О.В. // Геоэкология. Инженерная геология. Гидрогеология. Геокриология. 2008, № 4. С. 1-6.
- Соколов В.Н. Инженерно-геологическая классификация микроструктур глинистых пород // Инженерная геология, 1988. №4. С. 25-41.

# Электронно-микроскопическое исследование процесса пластификации глобулярных и фибриллярных полимеров

В.Ф. Урьяш, Н.Ю. Кокурина

*Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского,  
Научно-исследовательский институт химии,  
603950, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина 23/5, Россия*

Методами оптической и электронной микроскопии (УЭМВ-100К) было изучено влияние на структуру нитрата целлюлозы – фибриллярного полимера вида исходной целлюлозы (древесная (НД), хлопковая (НЦ)), степени замещения ОН-групп целлюлозы нитрогруппами, пластификации НЦ дибутилфталатом (ДБФ), а также процесс гелеобразования в системе ди-2-этилгексилфталат (ДОФ) – сополимер метилметакрилата (ММА) с метакриловой кислотой (МАК) – глобулярный полимер. С поверхности частиц НЦ и НД снимали одно- и двухступенчатые угольно-платиновые реплики. Для препарирования пластифицированной НЦ образцы раскалывали клиновидным ножом, предварительно быстро охладив их в жидком азоте ниже температуры хрупкости. На поверхность сколов при комнатной температуре напыляли угольно-платиновую реплику под углом 45°. С поверхности образца системы НЦ-ДБФ, содержащего 92 мас.% пластификатора, получали реплику при комнатной температуре (высокоэластическое состояние) и при 100 К (стеклообразное состояние). Для исследования процесса гелеобразования в системе сополимер–ДОФ смешивали компоненты в соотношении 1:3. Смесь перемешивали магнитной мешалкой при 333 К и отбирали пробы в “точке геля”, через 30 мин., 2, 5 и 10 ч. после момента застудневания. Пробы помещали в стеклянные тонкостенные трубочки диаметром  $6 \cdot 10^{-3}$  м, замораживали их в жидком азоте, переносили под колпак вакуумного поста, скальывали, и на поверхность скола напыляли реплику. Температуру контролировали термопарой. Т.о., реплики получали с образцов студней, находящихся в стеклообразном состоянии.

Проведенные нами исследования показали, что физико-химические, термодинамические свойства и структура НЦ зависят от степени замещения. Частицы низкоазотной НЦ (8.0% азота) имеют неправильную комкообразную форму и состоят из глобулярных образований, средний размер большей части которых равен 90 нм. Структура двух других образцов НЦ фибриллярная, причем поперечный размер большинства микрофибрил НЦ с 11.9 % азота равен 70 нм, а с 13.2% азота – 40 нм. Т.о. с увеличением степени замещения ОН-групп в целлюлозе структура НЦ изменяется от глобу-

лярной до фибрillярной, т.е. становится более упорядоченной. На структуру НЦ влияет не только содержание азота в ней, но и вид исходного сырья. Структура НД с 12% азота также фибрillярная, как и у НЦ той же степени замещения, однако диаметр микрофибрил у НД больше и составляет 80 нм.

При введении в систему до 44 мас.% ДБФ фибрillярная структура НЦ в целом сохраняется, однако она претерпевает определенные изменения. У образца, содержащего 33 мас.% ДБФ, диаметр большинства микрофибрил 20–40 нм. При увеличении концентрации пластификатора до 44 мас.% доля микрофибрил диаметром 20–40 нм уменьшается до 25% и резко возрастает (до 52%) число частиц диаметром 70 нм, т.е. происходит набухание микрофибрилл. Микрофибриллы набухают неравномерно и приобретают гантелеобразную форму. В одни участки микрофибрилл проникает больше пластификатора, и они набухают сильнее, а в другие – меньше, т.к. микрофибриллы НЦ состоят из высокоупорядоченных и аморфных микрообластей. При содержании в системе более 50 мас.% ДБФ структура пластифицированных образцов становится полностью глобулярной. Смеси, содержащие больше 77 мас.% ДБФ, представляют собой двухфазные студни. В стеклообразном состоянии проявляется ячеистая структура студня, заполненная глобулами.

Образцы эмульсионного сополимера MMA-МАК представляют собой порошкообразные частицы (агломераты), образованные плотно упакованными глобулами (латексными частицами) размером 100–300 нм. В свою очередь эти глобулы построены из более мелких протоглобул диаметром 10–15 нм. Введение ДОФ приводит к последовательному разрушению надмолекулярных образований сополимера. В “точке геля” агломераты разделяются на латексные частицы, но ДОФ еще не проникает внутрь глобул. Через 30 мин. после “точки геля” картина существенно меняется. Границы между глобулами становятся резкими и четкими, а их размер уменьшается в ~2 раза. Через 2 ч. размер глобул остается примерно таким же, однако они приобретают сглаженный вид. После 5 ч. (и более) термостатирования образца опять происходит резкое уменьшение размера глобул (10–30 нм) и студень становится прозрачным. По-видимому, проникая внутрь глобул, пластификатор разделяет их на более мелкие – протоглобулы. Эта структура остается неизменной и через 10 часов.

# Особенности микро- и наноструктуры гидротермальных глин Южной Камчатки

М.С.Чернов, В.Н.Соколов, О.В.Разгулина, Л.Г.Булыгина, Д.И.Юрковец

Геологический факультет МГУ имени М.В.Ломоносова, г. Москва, Россия

Исследования микро- и наноструктуры гидротермальных глин Южной Камчатки показали, что такие глины часто обладают псевдоморфной макро- и микроструктурой – повторяющей структуру первичных вулканогенных пород, и при этом в них присутствует значительное количество участков, сложенных минеральными наноструктурами (глобулярно-пластинчатыми, ячеисто-пластинчатыми, доменоподобными и др.) [1].

Рассматривая вертикальную зональность горизонтов гидротермальных глин, в них выделяют верхнюю зону сернокислотного выщелачивания и нижнюю – углекислотного выщелачивания [2]. Для верхней зоны наиболее характерны матричная микроструктура и доменоподобная наноструктура (рис. 1 а), для нижней зоны - псевдоглобулярная микроструктура и глобулярно-пластинчатая наноструктура (рис. 1 б).

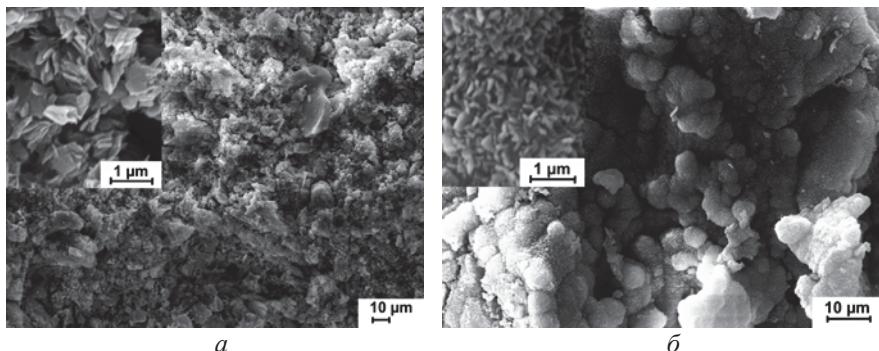
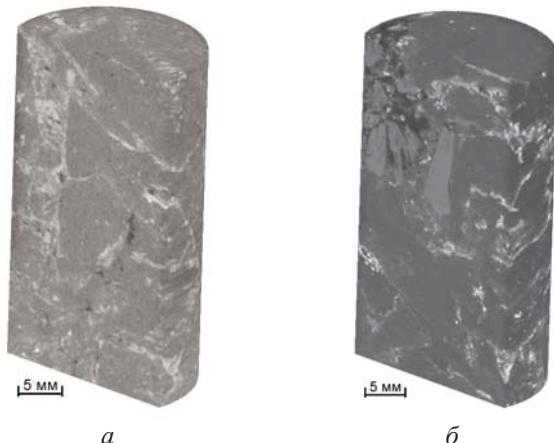


Рис. 1. РЭМ-изображения поверхности образцов гидротермальных глин: а - матричная микроструктура и доменоподная наноструктура (во вставке), б – псевдоглобулярная микроструктура и глобулярно-пластинчатая наноструктура (во вставке).

В последние годы для микроструктурных исследований начали использовать метод рентгеновской компьютерной микротомографии (или  $\mu$ КТ), позволяющий получать трехмерное изображение структуры образца. Несмотря на более низкую разрешающую способность современных томографов (не более 1 мкм), этот метод существенно дополняет результаты РЭМ исследований и позволяет выявить при меньших увеличениях участки

неоднородности микроструктуры, обусловленные присутствием структурных элементов, отличающихся различным химическим составом и плотностью вещества.

Трехмерная реконструкция микроструктуры образцов гидротермальных глин с помощью  $\mu$ КТ дала возможность впервые наблюдать в массивном образце формирование участков матрицы частиц глинистых минералов в результате гидротермального процесса (рис. 2).



**Рис. 2.** Изображения трехмерной микроструктуры верхней (а) и нижней (б) зон горизонта гидротермальной глины, полученные с помощью  $\mu$ КТ.

Микроморфологические исследования в РЭМ и  $\mu$ КТ коллекции образцов гидротермальных глин с различных термальных полей Южной Камчатки показали, что в пределах одного образца микро- и наноструктуры зачастую отличаются высокой гетерогенностью, что объясняется унаследованностью структуры минеральных фаз первичных пород, а также термодинамическими условиями гидротермального преобразования.

В качестве аппаратной базы авторами использовался растровый электронный микроскоп LEO 1450VP (Германия) и рентгеновский компьютерный микротомограф Yamato TDM 1000H-II полученные в рамках реализации Программы развития МГУ имени М.В.Ломоносова.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, гранты № 14-05-00708 А, 14-05-31528 мол\_а.

1. В.Н.Соколов, М.С.Чернов // ДАН, 2013. Т. 449. № 2. С. 196–198.
2. С.Н.Рычагов, В.Н.Соколов, М.С.Чернов // ДАН, 2010. Т. 435. № 6. С. 806–809.

# ПЭМ в исследовании природного углерода

Т.А. Шабанова, В.А.Глаголев.

*Институт геологических наук им. К.И.Сатпаева.*

*050010, г. Алматы, ул Кабанбай батыра /уг. Валихановаа 69/94, Казахстан*

Вещества на основе углерода привлекают внимание во многих направлениях, в частности, в области нанохимии. Известны и давно используются два принципиальных пути образования углеродистых веществ: преобразование исходных углеродсодержащих компонент (метод карбонизации) и образование депозитов при помощи углеродсодержащих газов (метод науглероживания). В геологии сравнительный анализ с «химическими» данными поможет установить генетические аспекты образования углеродсодержащих отложений в конкретном проявлении.

Для реконструкции условий образования углеродистого вещества нами были использованы данные по синтезу отраженные в классификации морфоструктурных особенностей углеродных частиц и схеме преобразования углерода в процессе карбонизации и науглероживания минеральных фаз. Из схемы следует, что область, к которой стремится межплоскостной параметр углерода  $d_{002}$  находится в пределах 3,8 Å.

Следовательно, по изменению параметра  $d_{002}$  и существующей морфологии частиц углерода можно предположить условия, в которых формировалась данная частица. Согласно этому предположению проведено исследование образца одного из проявлений графитов.

Рентгенофазовый анализ образца показал наличие разнообразных кремнийсодержащих компонент, и не выявил углеродистой составляющей в образце «графитовой копии». То есть присутствует очень малое количество углеродистого вещества, либо размер частиц углеродистого вещества ниже чувствительности метода.

Для выявления наноиндивидов углерода и определения их параметров использована просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ, ЛЕМ – 100сх, сухое препарирование). ПЭМ исследования наноразмерных образований показало, что вещество образца многофазно. Морфологические картины обнаруживают наличие в основном плотных агрегатов плёнок. Удлинённые частицы образованы свернувшимися пленками. Встречаются удлинённые частицы со следами преобразования. О многофазности также свидетельствуют различные виды микродифракционных картин. Вещество, имеющее графитовую структуру, представлено плёнками, размеры которых обычно не превышают 200 – 300нм в поперечнике (рис.1). Отмечены образования с «облачным» строением поверхности, на картинах микроди-

фракции которых проявляется текстурированность графитоподобной структуры, реже наблюдается трехмерная упорядоченность.

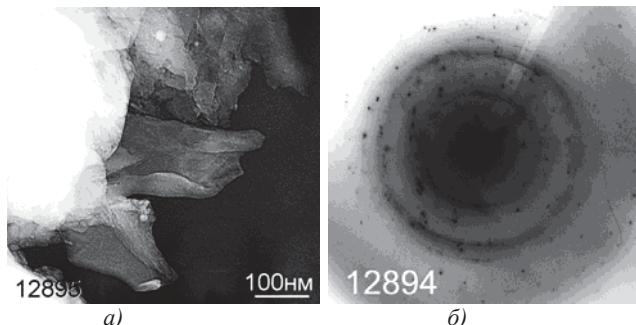


Рис. 1. ПЭМ – фотографии: а) морфология частиц углерода; б) электронограмма от этих частиц.

Структурный параметр  $d_{002}$  для разных частиц различен и изменяется от 3,36 Å до 3,72 Å. Сравнение с параметрами экспериментов по синтезу, показывает, что в данном случае, вероятно, происходил процесс науглероживания минеральных фаз углеродсодержащими газами.

Для подтверждения наличия в образце углеродистых компонент был проведён термогравиметрический анализ. Он показал, что углеродистое вещество составляет 5 -6% от массы образца и оно представлено как минимум двумя фазами.

В данном исследовании установлено, что углеродистое вещество не однофазно по кристалличности, его основная масса представлена наноразмерными пленками которые покрывают минеральные фазы. С большой долей вероятности, сформировались они при поступлении углеродсодержащих флюидов (в процессе науглероживания).



## X.

# Применение электронной, зондовой и конфокальной сканирующей микроскопии в биологии и медицине

# Структурные и физико-химические исследования нанохитина и нанохитозана

Н.Ш. Ашурев, С.Ш. Шахобутдинов, Х.П. Пулатова, Р.Ю. Милушева,  
С.М. Югай, С.Ш. Раширова

Институт химии и физики полимеров АН РУз, 100128, г.Ташкент, ул. А.Кадыри 7<sup>б</sup>,  
e-mail: ashnana2001@yahoo.com

Полимеры обладают сложной молекулярной и надмолекулярной организацией, охватывающей широкий диапазон размеров, т.е. от конфигурации изолированной цепи до сложных морфологических образований, сегрегируемых кооперативными многоцепочечными процессами. При использовании этих специфических особенностей полимеров развивается уникальная стратегия, когда химические особенности и пространственная организация полимерных цепей могут быть контролируемы и регулируемы, таким образом, чтобы получить структуры наномасштабных размеров.

В данной работе приведены структурные исследования нанохитина (НХТ) и нанохитозана (НХЗ) из хитина куколок тутового шелкопряда Bombyx mori, являющимися отходами шелкомотательных фабрик.

Проведено ACM исследование нанохитинов, полученных при гидролизе в различных кислотах (HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. HNO<sub>3</sub>) и показано, что размеры и распределение наночастиц хитина зависят от условий реакции (рис.1. а).

С помощью ACM выявлено, что полученные образцы НХТ имеют выраженную фибриллярную структуру с размерами: от 60 до 130 нм с узким распределением в обл. 90-120 нм (HCl), от 17 до 53 нм с узким распределением в обл. до 50 нм (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) от 7 до 33 нм с узким распределением в обл. 15-25 нм (HNO<sub>3</sub>). Т.е наиболее мелкие НЧ получены при гидролизе хитина в HNO<sub>3</sub>.

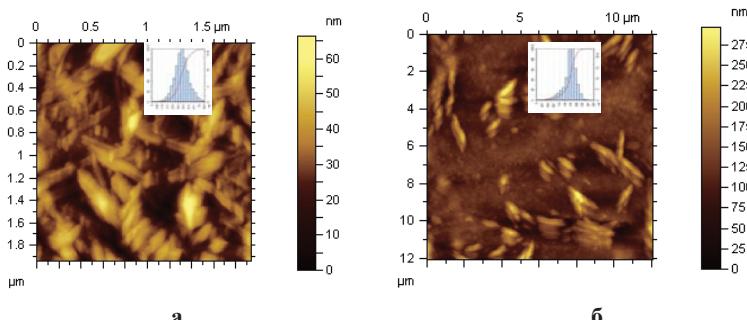


Рис.1. ACM снимки а) нанохитина,  
б) нанохитозана и распределение их наночастиц по размерам.

На ИК спектре нанохитина наблюдаются все полосы поглощения характерные для хитина, но все эти полосы поглощения выявлены более интенсивнее и четче. Спектры хитозана и нанохитозана дают такие же результаты. Хитозан и нанохитозан содержит все полосы поглощения описанные в литературе и характерные для этого полимера.

Проведены структурные исследования нанохитозана, полученного методом ионотропного гелеобразования с использованием натриевой соли триполифосфата ( $\text{Na-TPF}$ ) различной концентрации, а также варьированием концентрации раствора хитозана с дальнейшим УЗ диспергированием. ACM методом показано, что средний размер частиц равен 100-150 нанометров.(рис.1.б).

Таким образом, показана возможность получения нанохитина и нанохитозана из куколок тутового шелкопряда Bombyx Mori и электронно-микроскопическими методами анализа показано, что размер полученных образцов нанохитина составляет в среднем 35 нм, а нанохитозана не более 150 нм.

# **Ультраструктура взаимодействия синтетических сеток с биотканями при лазерном облучении**

И.М. Байбеков, Н.С. Садыков, С.Х. Йигиталиев, А.Х. Бутаев.

*Республиканский специализированный центр хирургии им. акад. В. Вахидова,*

Успехи современной герниологии во многом обусловлены использованием для пластики грыж различных синтетических материалов (сеток).

Низкоинтенсивное лазерное излучение – НИЛИ – эффективное противовоспалительное средство [1-3]. Изучение влияние НИЛИ на взаимодействие синтетических протезов, используемых в герниопластике, позволяет определить оптимальные варианты применения синтетических протезов и НИЛИ [1].

Исследовалась ультраструктура фрагментов ткани с сетками на 7, 14 и 30 сутки после имплантации сеток PTFE, PROCEED, PROLEN крысам. Опытная группа облучалась ежедневно “Mustang 017-MCS-PC” по 5 мин. частота 1000 гц в течение 7 дней. Для сканирующей электронной микроскопии - СЭМ препараты подвергали общепринятой обработке, изучали и фотографировали в СЭМ “Hitachi S-405A с помощью цифровой фотокамеры Canon с экрана монитора микроскопа.

Наиболее сложное многослойное строение имеет сетка PTFE. Она состоит из трёх слоёв, имеющих, как показывает СЭМ, разную структуру (рис. 1,3).

Расположенная между двумя наружными слоями сердцевина, в свою очередь, сформирована несколькими слоями, которые образованы тесным переплетением между собой коротких волокон. На разрезе плёнке вне отверстий её структура выглядит аналогично.

PROLEN представляет собой сетку, образованную переплетением гомогенных мононитей. PROCEED, помимо нитей, сформирован неправильной формой пластинчатыми структурами (рис.2).

Лазерное облучение ран приводит к существенному уменьшению воспалительной реакции ткани в зонах расположение шовного материала и к снижению проявления кровоизлияний в этих зонах (рис.4).

Исследования взаимодействия сеток с тканями показало, что при структурной целостности их поверхности, они не вызывают существенных патологических реакций со стороны тканей.

Через 14 суток на поверхности сетки PROCEED определяются развитые соединительнотканые комплексы (рис. 12). Нередко на поверхности сеток PROCEED определяются, наряду с клетками клетки соединительной ткани эритроциты.

НИЛИ на область ран, после имплантации сеток, способствует редукции проявлению альтеративной фазы воспаления и завершается формированием на поверхности сеток нежной соединительнотканной капсулы. Оно также способствует снижению формирований очагов кровоизлияний в зоне расположения хирургических нитей.

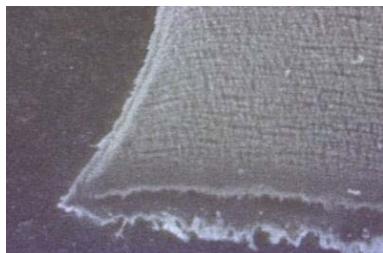


Рис. 1. PTFE, СЭМ x 100

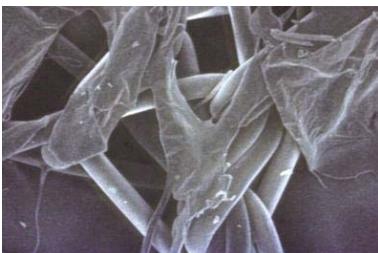


Рис. 2 PROCEED, СЭМ x 100

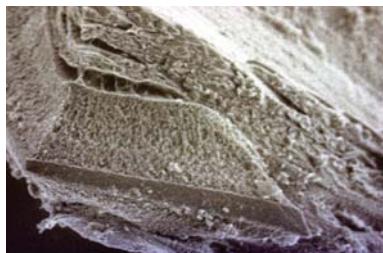


Рис. 3. PTFE 14 сут. единичные эритроциты и клетки соединительной ткани на элементах сетки СЭМ x100.

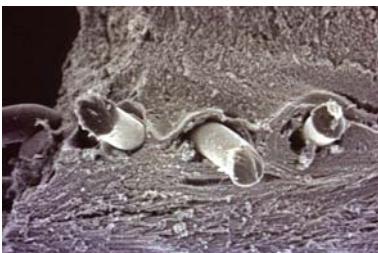


Рис. 4. Фрагменты сетки PROCEED с шовным материалом в толще ткани. Лазеротерапия 14 сут. СЭМ x100.

## Литература

1. Байбеков И.М., Калиш Ю.И., Аметов Л.З., Шаюсупов А.Р. Влияние лазеров на тканевую реакцию при имплантации проленового эндопротеза в условиях инфицирование. Лазерная медицина 2008, т. 12.- в 2 с. 45-49.
2. Simunovic Z. (Ed-r) Lasers in medicine science and praxis in medicine, surgery dentistry and veterinary Trilogy updates with emphasis on LILT- photobiostimulation-photodynamic therapy and laser acupuncture. Locarno 2009, P. 772/
3. Tuner J, Hode L. The New Laser Therapy Handbook. -Stockholm: Prima Books, 2010.-847 p.

# Ультраструктура митохондрий мышечной ткани при старении

Л.Е.Бакеева<sup>1</sup>, И.М.Вангели<sup>1</sup>, В.Б.Вайс<sup>1</sup>

*1 Научно-исследовательский институт физико-химической биологии  
г. Москва, Россия*

Ультраструктурные изменения митохондрий при старении изучены в меньшей степени, чем функциональные. В обширной литературе обусловленные возрастом изменения ультраструктуры митохондрий различных тканей (в том числе миокарда и скелетной мышцы) характеризуются широким набором одинаковых ультраструктурных признаков: набухание митохондрий, редукция крист, просветление матрикса, повреждение митохондриальных мембран.

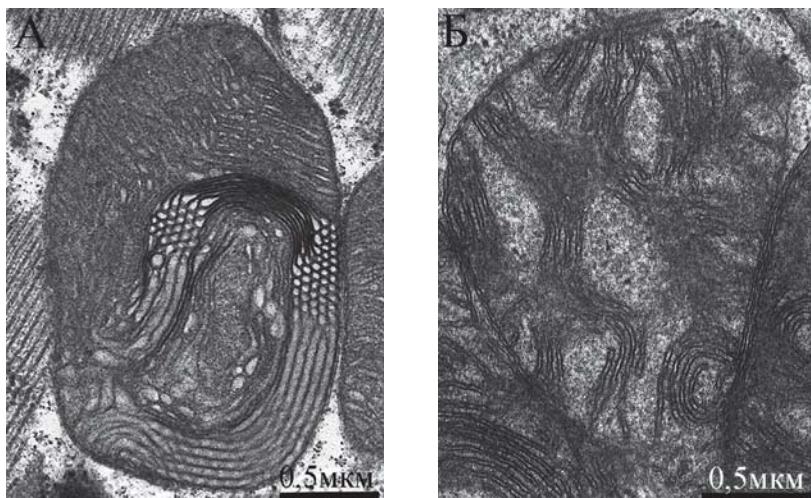
Мы провели сравнительный анализ обусловленных возрастом изменений ультраструктуры митохондрий летательной мышцы, кардиомиоцитов, скелетной мышцы. С этой целью исследовали морфологию митохондрий летательной мышцы *D. melanogaster* (сутки после рождения и 36 суток после рождения; продолжительность жизни особей данной линии 40-50 дней), кардиомиоцитов крыс линии Wistar и линии OXYS (25-месячных), скелетной мышцы крыс линии Wistar и линии преждевременно стареющих крыс OXYS (3-месячных и 25-месячных).



**Рис. 1.** Ультраструктура митохондрий скелетной мышцы крыс OXYS в возрасте 25 месяцев

Показаны деструктивные возраст-зависимые изменения ультраструктуры митохондрий летательной мышцы, соответствующие литературным данным (рис. 2А); выявлены не описанные в литературе характерные для кардиомиоцитов старых (25-ти месячных) крыс Wistar и OXYS ультраструктурные состояния митохондрий (рис. 2 Б); обнаружены неизвестные ранее удивительные преобразования ультраструктуры субсарколемальных митохондрий скелетной мышцы старых (возраст 25 мес.) крыс OXYS (рис.1).

Выявленные изменения ультраструктуры митохондрий не являются результатом некротических процессов или повышенной лизосомальной активности.



**Рис. 2.** Ультраструктура митохондрий: А - летательной мышцы *D.melanogaster* в возрасте 36 дней; Б – кардиомиоцитов крыс OXYS в возрасте 25 месяцев.

# **Ультраструктурные изменения клеток дыхательных путей и легких в клинике и в эксперименте**

Т.Г.Бархина, В.Е.Голованова, А.М.Расурова, М.Ю.Гущин, С.А.Польнер,  
С.А.Гуменюк, В.Е.Кондратьев.

*ФГБУ НИИ морфологии человека РАМН, Москва  
ФГБУ ГНЦ «Институт иммунологии ФМБА России»*

Аутоиммунные или т.н. аутоаллергические нарушения все чаще встречаются в клинической практике, значительно усложняя диагностику и лечение целого ряда заболеваний. К этим заболеваниям относятся и классические аллергические нозологии, и аутоиммунные болезни, в т.ч. коллагенозы, первичный билиарный цирроз, аутоиммунный гепатит, миопатия, альвеолит, дилатационная кардиомиопатия, пернициозная анемия, и инфекционные процессы. Установлено, что при аутоаллергическом повреждении в крови обнаруживаются антитела к собственным клеточным органеллам. Их патогенетическая роль до конца не выяснена, но по одной из гипотез они принимают непосредственное участие в аутоиммунном повреждении и являются ранним диагностическим признаком начала процесса. По данным различных источников для выяснения патогенетической роли аутоиммунных антител первые эксперименты проводились в Научно-исследовательской аллергологической лаборатории в Москве и в Институте экспериментальной медицины центрального университета Венесуэлы. Тогда исследовали показатели изолированной митохондриальной фракции печени *in vitro* и клетки печени интактных морских свинок *in vivo* при действии гетерологических антител к клеточным органеллам с помощью морфологических и патофизиологических методов. Эти данные свидетельствуют о необходимости изучения действия этих антител на клетки различных органов для уточнения или опровержения стереотипных внутриклеточных изменений при аутоиммунных процессах.

Целью представленного исследования было изучить комплекс ультраструктурных повреждений в легких при аутоаллергической альтерации.

Митохондриальную, ядерную и лизосомальную фракции выделяли в среде, содержащей 0,25 М сахарозу (рН 7,5) по S. Fleischer и B. Fleischer. Контролем чистоты фракций служила электронная микроскопия. Гетерологичные антитела получали пятикратной иммунизацией кроликов митохондриальной, ядерной, лизосомальной фракциями или гомогенатом печени интактных морских свинок, содержащих белок – 20 мг на инъекцию. Титры гетерологичных антител к клеточным органеллам печени морских свинок определяли в реакции связывания комплемента. Титры митохондриальных антител составили 1:1280–1:2560; ядерных – 1:1280; лизосомальных – 1:640; антитела к гомогенату печени определялись в титре 1:320; контрольное определение реакции митохондриального антитела с сывороткой интактного кролика составило титр 1:20. При проведении пе-

рекрестных реакций выявлены относительно высокие титры митохондриальных (1:80) и ядерных (1:160) антител во взаимодействии с лизосомальным антигеном. Моделирование аутоаллергического процесса было проведено на морских свинках путем внутривенного введения сыворотки с гетерологичными антителами к клеточным структурам в дозе 0,6 мл цельной иммунной сыворотки. Морским свинкам контрольной группы вводили такую же дозу сыворотки контрольного кролика. Через 5, 10 и 30 минут после инъекций был получен экспериментальный материал: печень, поджелудочная железа, надпочечники, почки, легкие, сердце, тонкая и толстая кишка. В данной работе были исследованы полутонкие и ультратонкие срезы легких.

При изучении полутонких срезов легких морских свинок установлено, что изменения наблюдались во всех клеточных популяциях: клетках аэрогематического барьера – альвеольцитах I типа и эндотелиоцитах кровеносных капилляров; альвеолоцитах II типа, альвеолярных макрофагах, эндотелиоцитах артериол и венул, лимфоцитах, тромбоцитах, гранулоцитах. Так, при введении ядерных антител отмечалось разрастание интерстициальной ткани легких; при введении лизосомальных антител – значительное расширение сосудов микроциркуляторного русла, переполненных форменными элементами; при введении митохондриальных антител – отек клеток.

При ТЭМ общими для всех аутоиммунных сывороток были однотипные изменения ядер, такие как неровность контуров за счет утолщения внутренней ядерной мембранны и расширения перинуклеарного пространства, укрупнение ядрышек, перераспределение гетеро- и эухроматина, отдельные апоптотические тельца. В альвеолоцитах II типа наблюдались значительные нарушения ультраструктуры митохондрий (деструкция, гомогенизация, фрагментация крист) и осмиофильных ламеллярных телец, их редукция и отечность, т.е. признаки нарушения синтеза сурфактанта. Обнаруженные в клетках цитофагосомы свидетельствовали о повышенной утилизации поврежденных структур.

В сосудах микроциркуляторного русла отмечено резкое расширение просвета за счет истончения стенок эндотелиоцитов. Встречались отдельные сосуды с отечными эндотелиоцитами с малым количеством органелл, дегранулированным эндоплазматическим ретикулумом, без пиноцитозных везикул. Внутри сосудов были видны измененные гранулоциты и тромбоциты с большим количеством псевдоподий. В периваскулярных пространствах обнаружены лимфоциты, тромбоциты и гранулоциты, что отражает повышенную проницаемость сосудов.

Итак, при экспериментальном моделировании аутоаллергического процесса установлено, что повреждаются основные компоненты всех клеточных популяций легких. Это ведет к нарушениям обменных процессов, необходимых для нормального функционирования легких и может клинически проявляться при различных аутоиммунных реакциях, а также усугублять течение заболеваний и сенсибилизацию, влиять на иммунный статус и вовлекать в каскад аутоиммунного поражения органы разных систем.

# Капсула кариосферы – особый экстрахромосомный домен ядер ооцитов

Д.С. Боголюбов, А.М. Киселёв, Ф.М. Баталова, И.С. Степанова

Институт цитологии РАН, Тихорецкий пр. 4, 194064, Санкт-Петербург,  
[dmitr@mail.cytspb.rssi.ru](mailto:dmitr@mail.cytspb.rssi.ru)

С помощью электронной, иммуноэлектронной и конфокальной микроскопии исследовали строение и молекулярный состав капсулы кариосферы ооцитов лабораторного насекомого *Tribolium castaneum* (булавусый мучной хрущак, Coleoptera–Polyphaga: Tenebrionidae). По нашим данным, морфологически сложно устроенная капсула кариосферы ооцитов *T. castaneum* представляет собой не только специализированный элемент ядерного матрикса, но, по-видимому, может быть более активно вовлечена в процессы экспрессии генов в оогенезе, аккумулируя некоторые факторы сплайсинга пре-мРНК (малые ядерные РНП, белок Y14, но не SR-белок SC35).

Кариосфера, или кариосома, — уникальная структура половых клеток многих беспозвоночных и позвоночных животных, включая человека. Она формируется на стадии диплотены профазы мейоза преимущественно в ооцитах (значительно реже в сперматоцитах) за счет ассоциации хромосом в ограниченном участке ядра. Среди беспозвоночных формирование кариосферы характеризует, прежде всего, организмы с полигеномным (гетеротрофным) типом оогенеза. В некоторых случаях хромосомы, собранные в кариосферу, отделены от окружающей нуклеоплазмы своеобразной капсулой, которую традиционно считают элементом ядерного матрикса. Капсула кариосферы может содержать разнообразный экстрахромосомный материал, включая псевдомембранны, различные ядерные тельца, элементы синаптонемных комплексов, поровых комплексов, ламины.

Капсулу кариосферы ооцитов *T. castaneum*, по нашим данным, в основном образуют два типа экстрахромосомного материала. В ходе формирования кариосферы с капсулой в ооцитах *T. castaneum* первыми в ядре обнаруживаются электронно-плотные элементы оболочки капсулы (shell material, Sh) и тяжи (strands, St), состоящие из пучков элементарных нитей (20 нм толщиной), которые ориентированы параллельно друг другу. Позднее, когда капсула кариосферы достигает наибольшей морфологической сложности, к этим элементам добавляется волокнистый материал, состоящий из беспорядочно ориентированных тяжей (15–17 нм толщиной) (entangled filamentous material, Efm), а также немногочисленные внутриядерные пористые пластинки (intranuclear annulate lamellae). Мы показали, что ведущим компонентом Sh-материала является ядерный актин (иммуноэлектронная микроскопия) в F-форме (окраска родамин-фalloидином). На

ультраструктурном уровне с помощью антител к актину наблюдали также мечение тяжей (St). Материал Efm содержит ламин B. Мы неожиданно обнаружили, что капсула кариосферы в значительной концентрации содержит симметричные диметиларгинины (sdDMA) — компоненты аргининглициновых (RG) повторов, характерных для Sm-эпитопа коровых белков (Sm-белков) мяРНК U1, U2, U4/U6 и U5 — ведущих факторов сплайсинга пре-мРНК. Кроме того, в составе капсулы кариосферы выявлен 2,2,7-триметилгуанозин (TMG-кэп), характеризующий 5'-конец U1, U2, U4 и U5 мяРНК сплайсинга, которые завершили цитоплазматическую фазу своего процессинга. Ультраструктурный анализ показал, что TMG-кэпированные мяРНК преимущественно локализуются в составе Sh-материала. Однако необходимый компонент сплайсосом SR-белок SC35 (spliceosome component 35, non-snRNP splicing factor) локализуется не в капсule кариосферы, а в составе экстрахромосомных ядерных телец — аналогах ядерных “speckles”. Второй неожиданной находкой явилось обнаружение в составе капсулы кариосферы ооцитов *T. castaneum* белка Y14. Этот РНК-связывающий белок, один из факторов сплайсинга, как известно, играет свою роль в процессе лигирования концов соседних экзонов на завершающих этапах сплайсинга пре-мРНК и входит в состав центральной части (core) комплекса связи экзонов (exon-exon junction complex, EJC), который маркирует точку соединения экзонов на расстоянии примерно 24 нуклеотида выше нее (upstream). Чтобы проверить возможность связывания экзогенного Y14 с капсулой кариосферы *T. castaneum*, мы провели специальное исследование. С помощью методов генной инженерии была синтезирована *in vitro* 5'-кэпированная мРНК, несущая в своем составе кодирующие последовательности ядерного белка Y14 *T. castaneum* и тус-эпитопа в качестве метки (tag). Эта мРНК была микроИнъецирована в ооциты. С помощью конфокальной и иммуноэлектронной микроскопии мы обнаружили связывание экзогенного белка тус-Y14 с экстрахромосомными ядерными структурами, в том числе с Sh-материалом капсулы кариосферы. Это в очередной раз может свидетельствовать о полифункциональности капсулы кариосферы как особого специализированного экстрахромосомного домена ядер растущих ооцитов.

Работа выполнена при финансовой поддержке программы МКБ Президиума РАН.

# **Характеристика амилоидных фибрилл Sup35NMr, образованных мутантными белками**

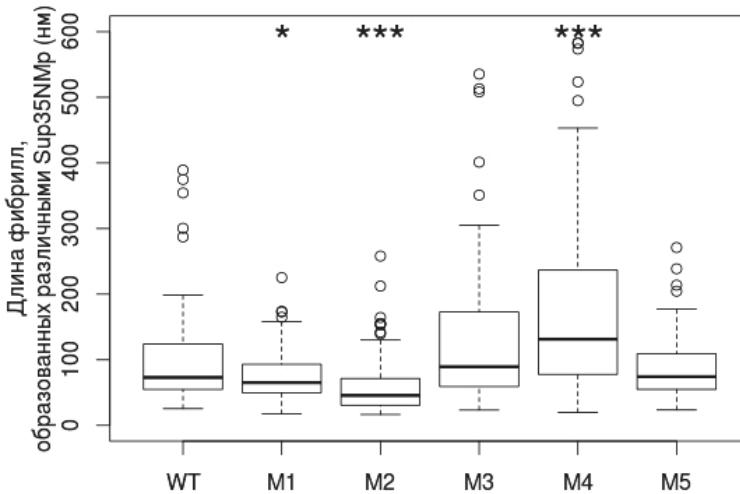
С.А. Бондарев<sup>1</sup>, Г.А. Журавлева<sup>1</sup>

*1 Санкт-Петербургский государственный университет, кафедра генетики и биотехнологии, 199034, г. Санкт-Петербург, Университетская наб. 7-9, Россия*

В клетках дрожжей белок Sup35 участвует в контроле синтеза белка [1], [2], но кроме этого, при переходе в альтернативную конформацию, может образовывать прион  $[PSI^+]$  [3]. Этот фактор впоследствии может стабильно передаваться в череде поколений и вызывает определенные изменения фенотипа клеток. Уникальной особенностью прионов является их способность индуцировать изменение укладки конкретного белка по «своему образу и подобию». Согласно современным представлениям, это свойство определяется не первичной структурой белка, а его конформацией [4].

В ходе прионизации белок Sup35p образует амилоиды, которые имеют суперскладчатую  $\beta$ -структуру [5]. Такая укладка стабилизируется большим количеством водородных связей между отдельными молекулами в составе агрегата. Согласно теоретическим предпосылкам, замена полярных аминокислот на заряженные в составе Sup35p должна препятствовать формированию такой структуры [5]. Мы получили серию аллелей *SUP35*, несущих соответствующие мутации. Все они оказывали влияние на свойства  $[PSI^+]$  *in vivo* [6]. Для проверки гипотезы о том, что в основе обнаруженных эффектов лежит изменение структуры прионных агрегатов, мы получили фибриллы, образованные различными Sup35NMr и сравнили их линейные параметры. Анализ препаратов осуществляли с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM Jeol-2100 на базе ресурсного центра «Развитие молекулярных и клеточных технологий» СПбГУ.

В результате мы обнаружили, что фибриллы, образованные вариантами Sup35NMr, достоверно шире по сравнению с диким типом, а некоторые агрегаты значительно варьируют по длине (рис. 1). Полученные данные позволили нам убедиться, что в основе изменения свойств  $[PSI^+]$  в присутствии мутаций *sup35* лежит изменение структуры прионных агрегатов.



**Рис. 1.** Результаты сравнения длин фибрилл, образованных различными Sup35NMP. Измерения проводили в программе ImageJ. Для каждого препарата проводили не менее 100 измерений. Достоверность отличий рассчитывали по критерию Вилкоксона (\* -  $p < 0,05$ , \*\*\* -  $p < 0,001$ ). WT — белок дикого типа, M1-M5 — варианты Sup35NMP, несущие замены полярных аминокислот на заряженные в разных положениях. Фибриллы окрашивали 1% уранил ацетатом по методике позитивного контрастирования.

- 1 I. Stansfield, K. M. Jones, V. V. Kushnirov, A. R. Dagkesamanskaya, A. Poznyakovski, S. V. Paushkin, C. R. Nierras, B. S. Cox, M. D. Ter-avanesyan, and M. F. Tuite. EMBO J, 1995, 14 (17), 4365–4373.
- 2 G. Zhouravleva, L. Frolova, X. Le Goff, R. Le Guellec, S. Inge-vechtomov, L. Kisilev, and M. Philippe. EMBO J, 1994, 14 (16), 4065–4072.
- 3 R. B. Wickner. Science, 1994, 264(5158), 566–569.
- 4 R. B. Wickner, D. C. Masison, and H. K. Edskes. Yeast, 1995, 11 (16), 1671–1685.
- 5 A. V. Kajava, U. Baxa, R. B. Wickner, and A. C. Steven. Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A., 2004, 101 (21), 7885–7890.
- 6 S. A. Bondarev, V. V. Shchepachev, A. V. Kajava, and G. A. Zhouravleva. J. Biol. Chem., 2013, 288(40), 28503–28513.

# **Электронная микроскопия заживления дерматомных ран при их облучении светодиодами**

А.Х. Бутаев, Д. Н. Марданов, А. И. Байбеков.

*Республиканский специализированный центр хирургии им. акад. В. Вахидова,  
Ташкент, Узбекистан*

Светодиодное излучение - LED находит всё более широкое применение в медицине. Появление мощных источников LED, различных диапазонов спектра сделало возможным их широкое использование и в фототерапии ран [2-4]. Это обуславливает необходимость проведения исследований сравнительной эффективности LED различной длины.

С помощью световой, электронной микроскопии и морфометрии, изучено влияние излучений LED синего  $\lambda$  -470 нм с инфракрасным-  $\lambda$  -940 нм (Барва – Флекс/СИК), зелёного -  $\lambda$  -525 нм с инфракрасным-  $\lambda$  -940 нм, Барва –Флекс/ЗИК) диапазонами на морфологию заживления стандартных дерматомных ран диаметром 0,9 см воспроизведённых у крыс породы «Вистар», а также воздействие LED на эритроциты области ран и периферической крови. Соотношение нормальных эритроцитов – дискоцитов и их патологических форм изменяется при различных воздействиях [1,2].

Раны облучали ежедневно по 2 мин в течение 10 дней. Исследования проводили на 3,5,7 и 10 сутки после дерматомии. Для трансмиссионной и сканирующей электронной микроскопии (ТЭМ, СЭМ) образцы подвергались общепринятой обработке. СЭМ проводили в микроскопе «Hitachi S-405A», ТЭМ в микроскопе «Hitachi H-600».

LED приводит к возрастанию плотность нейтрофильной инфильтрации и снижению объёмной доли бесклеточных зон в стадии травматического воспаления. В стадии образования грануляционной ткани, за счёт усиления пролиферации фибробластов и эндотелиоцитов, интенсифицируется формирование микрососудов, особенно в фазе доминирования вертикальных микрососудов. Стадия регенерации эпителия характеризуется интенсификацией митотической активности.

Сформированная грануляционная ткань является основой «наползания» на неё эпителиальных тяжей и эпителизации ран. Этот процесс также ярче выражен у облучённых животных, (рис. 1.,2). В эпителиальных тяжах LED стимулирует пролиферацию эпителиоцитов и, особенно, так называемый, вставочный рост эпидермиса, что проявляется в увеличении числа митотических фигур.

СЭМ показывает, что языки эпителия от краёв раны с большим числом стрижней волос наползают на грануляционную ткань, где волосы и другие придатки кожи отсутствуют. У облучённых животных эти языки гораздо

шире. Ультраструктурные изменения клеток под влиянием LED указывают на более выраженную эпителизацию поверхности грануляций и интенсификации процессов дифференцировки вновь образованных клеток. Об этом свидетельствует увеличение у краёв раны числа вновь образованных волоссяных фолликулов и молодых стержней волос (рис.3). В периферической крови и крови области ран имеет место возрастание патологических форм эритроцитов. Воздействие LED приводит к нормализации и соотношения дискоцитов и патологических форм эритроцитов как в периферической крови, так и крови из зоны раневого дефекта.

Ультраструктурные исследования показывают, что усиление пролиферации клеток сопровождается интенсификацией процессов их дифференцировки. Барва – Флекс/СИК в 1.6, а Барва –Флекс/ЗИК 1.5 раз. То есть стимуляция процессов репарации ран LED различной длины сопоставима.

Использование матриц Барва – Флекс, особенно Барва – Флекс/СИК перспективно для ускорения заживления ран.



**Рис 1.** Раневая поверхность 1-е сутки. Контроль. СЭМ 400



**Рис 2.** Начало эпителизации раневой поверхности. 3 сутки, контроль. СЭМ x 1000.



**Рис 3.** Выраженная эпителизация раневой поверхности, 3-е сутки LED. СЭМ x 1000

1. И.М. Байбеков, Р.Ш. Мавлян-Ходжаев, А.Г. Эрстекис, С.В. Эритроциты в норме, патологии и при лазерных воздействиях. / Москвин // Тверь. «Триада», 2008. стр. 256.
2. Байбеков, А.Ф. Ибрагимов, Ф.Ф. Хашимов. Применение светодиодного излучения в комплексном лечении дерматозов и угрей. / И.М. // Матер. XXXIX Международной научно- практической конференции «Применение лазеров в медицине и биологии. Харьков.- 2013. с.17.
3. Коробов А.М. Фототерапевтические аппараты Коробова серии «Барва» / А.М. Коробов, В.А. Коробов, Т.А. Лесная // Харьков.- 2010. с.176.
4. Tuner J. The New Laser Therapy Hand boor Prima book / J. Tuner, L. Hode // Stockholm, 2010. p. 847.

# **Ультраструктурные и метаболические аспекты стресс-адаптивной перестройки миокарда детей раннего возраста в условиях интраоперационной активации процессов липопероксидации**

**А.М. Волков, Г.М. Казанская, Е.Э. Кливер, Л.Г. Князькова**

*ФГБУ «Новосибирский НИИ патологии кровообращения им. акад. Е.Н.Мешалкина Минздрава РФ», 630055, г. Новосибирск, Речкуновская 15, Россия*

Цель исследования состояла в анализе динамики, а также корреляционной взаимосвязи интегративных показателей состояния процессов липопероксидации и антиоксидантной системы миокарда и ультраструктурных характеристик пропускной способности коронарных микрососудов (МС) у детей с врожденным пороком сердца (ВПС) в возрасте до полутора лет на этапах хирургической коррекции порока в условиях искусственного кровообращения (ИК).

Материал и методики: электронно-микроскопический анализ МС правого предсердия и биохимические исследования крови притекающей и оттекающей от миокарда проводили у 12 пациентов, оперированных по поводу ВПС в условиях ИК в режиме умеренной ( $33\text{--}34^{\circ}\text{C}$ ) гипотермии и защиты миокарда раствором «Кустодиол». Средний возраст больных составлял  $14,7\pm1,7$  месяцев. Биоптаты миокарда получали: I- перед окклюзией аорты при температуре в прямой кишке  $33,6\pm0,5^{\circ}\text{C}$ ; II – на 30-й мин восстановления кровотока в коронарном русле (после тотальной ишемии сердца длительностью  $44,5\pm5,8$  мин) при ректальной температуре  $36,7\pm0,2^{\circ}\text{C}$ . Забор крови для биохимических исследований выполняли из артериальной магистрали аппарата ИК и коронарного синуса (КС) на тех же этапах операции. Дополнительно образцы крови получали из артерии и вены в начале операции сразу после установки центрального венозного катетера и периферической артериальной канюли (исходный этап). О состоянии антиоксидантной системы судили по уровню активности каталазы и церулоплазмина в пробах крови. Об интенсивности процессов липопероксидации свидетельствовала динамика содержания малонового диальдегида (МДА).

Результаты. Перед окклюзией аорты в миокарде детей раннего возраста выявляется приблизительно равное количество МС с открытым и закрытым просветом ( $55,02\pm6,45\%$  и  $44,98\pm6,45\%$  соответственно). В популяции МС со щелевидным просветом преобладают капилляры, закрытые регуляторными механизмами сужения просвета ( $37,44\pm6,01\%$ ). Из них спавшиеся МС составляют  $16,51\pm3,10\%$ , а закрытые ядром эндотелиальной клетки (ЭК), выступающим во внутрисосудистое пространство –  $20,93\pm3,33\%$ . Капилля-

ры, выключенные из кровотока обструктивными механизмами немногочисленны ( $7,54\pm1,83\%$ ). Из них  $4,57\pm1,81\%$  составляют МС, закрытые отечным эндотелием и его фрагментами, и  $2,97\pm1,07\%$  - закрытые агрегатами форменных элементов крови. Перед коррекцией порока концентрация МДА в крови притекающей и оттекающей от сердца достоверно превышает исходные значения. Для активности каталазы значимых изменений не выявляется, тогда как, уровень церулоплазмина снижается по сравнению с исходным значением, как в артериальной крови, так и крови КС.

На 30-й минуте реперфузии миокарда количество открытых МС снижается ( $P<0,05$ ) относительно доокклюзионного этапа операции ( $35,76\pm5,91\%$ ). В группе МС со щелевидным просветом преобладают капилляры, выключенные из кровотока регуляторными механизмами ( $42,55\pm6,68\%$ ). При этом МС, закрытые ядром ЭК встречаются чаще ( $25,82\pm3,94\%$ ), чем спавшиеся капилляры ( $16,73\pm3,63\%$ ). Количество МС, закрытых обструктивными механизмами выключения из кровотока увеличивается ( $P<0,05$ ) относительно первого этапа операции ( $21,69\pm3,09\%$ ). Причем, увеличивается как доля капилляров, закрытых отечным эндотелием ( $12,55\pm2,76\%$ ), так и число МС, закрытых агрегатами форменных элементов крови ( $9,14\pm2,66\%$ ). Концентрация МДА в артериальной крови становится выше ( $P<0,05$ ) не только по сравнению с исходным значением, но и доокклюзионным этапом операции. В крови КС она повышена, но лишь по сравнению исходным значением. Концентрация церулоплазмина не изменяется относительно доокклюзионного этапа операции и сохраняется ниже ( $P<0,001$ ) исходного значения как в притекающей, так и оттекающей от сердца крови. Уровень каталазы в артериальной крови и крови КС, напротив, увеличивается как по сравнению с исходными значениями ( $P<0,01$ ), так и доокклюзионным этапом операции ( $P<0,05$ ). По данным корреляционного анализа количество МС, закрытых агрегатами форменных элементов крови, находится в прямой зависимости от реперфузионного уровня МДА в крови КС ( $r=+0,75$ ;  $p=0,01$ ).

Таким образом, на этапах коррекции ВПС у детей раннего возраста имеет место активация процессов ПОЛ и напряжение системы антиперекисной защиты. Изменения содержания продуктов, отражающих интраоперационную динамику этих процессов, носят односторонний характер в артериальной крови и КС и характеризуются нарастанием концентрации МДА, активности каталазы, снижением уровня церулоплазмина. Ишемические и реперфузионные нарушения свободнорадикального гомеостаза миокарда у детей раннего возраста являются факторами повреждения пропускной способности коронарных МС в раннем реперфузионном периоде, что вносит вклад в патогенез развития послеоперационной сердечной недостаточности.

# Ультраструктура паренхимы байкальской планарии *Baikalobia guttata* (Turbellaria; Tricladida)

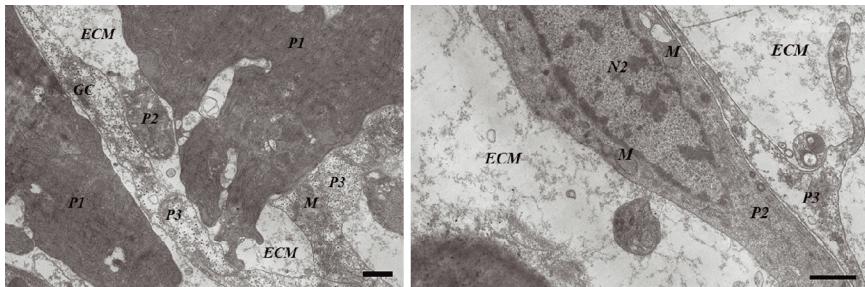
Г.Р. Газизова, Я.И. Заботин

Казанский (Приволжский) федеральный университет, г. Казань, ул. Кремлевская, 18

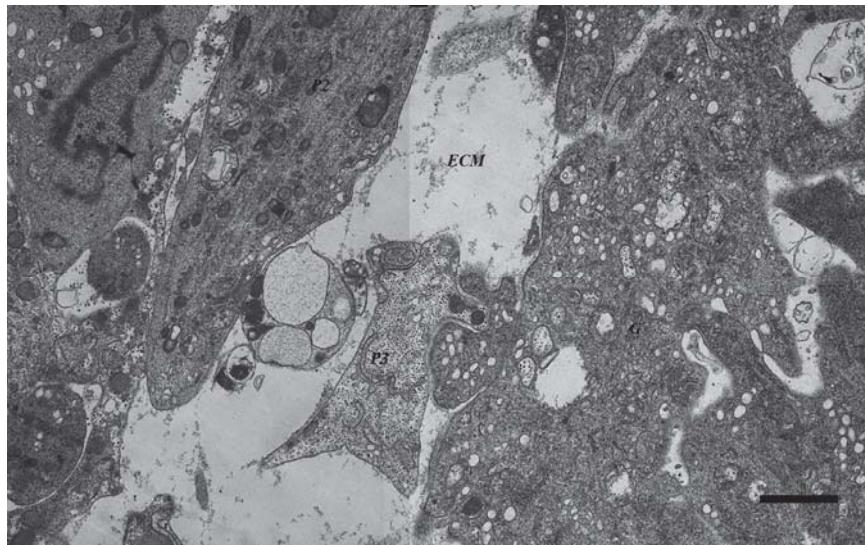
*Baikalobia guttata* – один из эндемичных видов турбеллярий озера Байкал. Несмотря на существующие данные по морфологии этого вида на светооптическом уровне, ультраструктура органов и тканей остается неизученной. В рамках сравнительно-морфологического исследования паренхимы у разных представителей отряда Tricladida и выяснения ее филогенетической роли была исследована паренхима *B. guttata*.

Представители *B. guttata* были собраны в сентябре 2012 и 2013 гг. на оз. Байкал близ пос. Б. Коты. Черви фиксировались в 1% глютаровом альдегиде на 0,1 М фосфатном буфере и затем обрабатывались по стандартной методике, принятой в трансмиссионной электронной микроскопии. Ультратонкие срезы были изучены с помощью ТЭМ Jeol JEM-100CX II.

В пространстве между кожно-мускульным мешком и кишечником *B. guttata* нами выделено три типа клеток паренхимы (Рис. 1). Наиболее многочисленны клетки паренхимы I типа с электронно-плотной цитоплазмой и широкими каналами гранулярного ЭПР. По всей вероятности, они выполняют секреторную функцию. Клетки паренхимы II типа отличаются менее электронно-плотной цитоплазмой и заметно меньшим количеством каналов ЭПР. Для клеток III типа характерно наличие тонких отростков и вакуолизированной электронно-прозрачной цитоплазмы. Вероятно, клетки паренхимы II и III типов выполняют опорную функцию.



**Рис.1.** Клетки паренхимы *B. guttata* (ТЭМ Jeol JEM-100CX II). Условные обозначения: ECM – экстрацеллюлярный матрикс, GC – комплекс Гольджи, M – митохондрии, N1-N2 – ядра клеток паренхимы I – II типов, P1-P3 – клетки паренхимы I – III типов. Шкала: 1 мкм.



**Рис. 2.** Участок паренхимы *B. guttata*, окружающей стенку кишечника (ТЭМ Jeol JEM-100CX II). Условные обозначения: ECM – экстрацеллюлярный матрикс, G – клетка гастродермиса, P2-P3 – клетки паренхимы II-III типа. Шкала: 2 мкм.

В теле *B. guttata* наблюдаются пространственные ассоциации некоторых типов паренхимных клеток с определенными тканями. Так, с клетками гастродермиса «соседствуют» клетки паренхимы лишь II и III типов. Нами была обнаружена необычная связь между клетками паренхимы и клетками стенки кишечника: инвагинация эпителиальной клетки окружает вырост клетки паренхимы I типа (Рис. 2). При таком расположении клетки I типа принимают на себя транспортную функцию, способствуя тем самым повышению степени интеграции между различными тканями.

Полученные данные подтверждают представление о паренхиме как об одной из ведущих интегративных тканей в организме плоских червей. У трикладид, как у наиболее высокоорганизованного отряда турбеллярий, морфофункциональная специализация и топографическая приуроченность различных типов клеток паренхимы выражена особенно сильно. С другой стороны, структурное сходство паренхимных клеток планарий отражает общую консервативность их организации на ультратонком уровне.

# **Изменение ультраструктуры клеток *Mycobacterium leprae* в макрофагах экспериментальных животных под влиянием биологически активных веществ растений**

Г.Н. Генатуллина, А.К. Маслов

*ФГБУ «НИИЛ» Минздрава России 414057, г. Астрахань, проезд Н. Островского, д.3*

В последние годы в литературе широко обсуждается роль и значение нетрадиционных методов лечения в комплексной терапии различных инфекционных заболеваний, которые включают в себя в первую очередь фитотерапию [1]. По мнению Казариновой Н.В. и Ткаченко К.Г. [2], растительные препараты, содержащие эфирные масла активны в отношении антибиотико-устойчивых форм микроорганизмов.

Целью настоящего исследования явилось изучение влияния растительного экстракта [3] на ультраструктурные изменения *Mycobacterium leprae* в макрофагах экспериментальных животных.

Изучение материала для заражения (биоптат пораженной кожи) показало, что интактные клетки *Mycobacterium leprae* имели палочковидную форму. На поверхности клеток микобактерий выявлялась микрокапсула, плотно прилегающая к электронно-прозрачной части клеточной стенки. Мембранный аппарат клеток *Mycobacterium leprae* был представлен мембранный и мезосомами. В цитоплазме умеренной электронно-оптической плотности отмечались рибосомы, нуклеоид, мезосомы и включения (рис. 1).

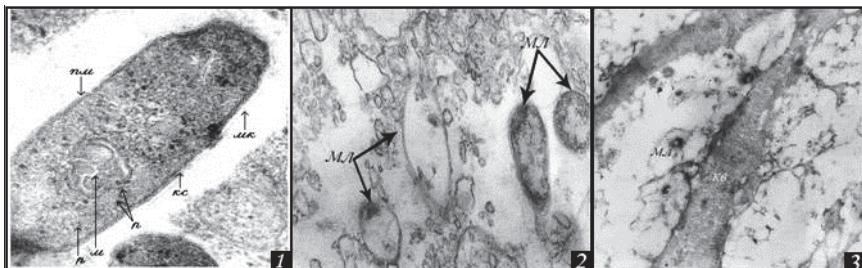
Через 3 месяца испытания экстракта, мышей, зараженных *M.leprae*, выделенных из инфицированной кожи больного в подушечку лапки (метод Шепарда) большая часть бактериальных клеток подвергается деструкции. Цитоплазматическая мембрана была разрушена. Наблюдалось повреждение содержимого нуклеоида.

Через 5 месяцев после начала исследования структура преимущественного числа микобактерий изменялась более значительно. Большинство клеток наблюдались с разреженной цитоплазмой вплоть до полного просветления. Исчезали внутрицитоплазматические структуры. Разрушению подвергалась также и плазматическая мембрана. Было обнаружено много клеток, состоящих только из клеточных стенок (рис. 2).

Через 7 месяцев после начала эксперимента было обнаружено много опустевших клеток без содержимого, обрывки клеточных стенок, либо опустевшие вакуоли с остатками микобактерий (рис. 3).

Таким образом, исследуемый растительный экстракт в концентрации 0,2мл/кг действует губительно на *M.leprae* при экспериментальной лепроз-

ной инфекции. По сравнению с интактными клетками ультраструктура клеток *Mycobacterium leprae* под влиянием биологически активных веществ растений претерпевает значительные изменения и подвергается полному распаду.



**Рис.1.** Интактные клетки *Mycobacterium leprae*. *mk* – микрокапсула; *pm* – плазматическая мембрана; *p* – рибосомы, полирибосомы; *kc* – клеточная стенка; *m* – мезосомы. Дополнительное контрастирование уранилацетатом и цитратом свинца. Увел. х120000.

**Рис.2.** Ультратонкий срез *M.leprae*, размножающихся в подушечках лап мышей после 5 месяцев испытания препарата МЛ – микобактерии лепры. Дополнительное контрастирование уранилацетатом и цитратом свинца. Увел. х30000.

**Рис.3.** Ультратонкий срез *M.leprae*, размножающихся в подушечках лап мышей после 7 месяцев применения препарата МЛ – микобактерии лепры; КВ – коллагеновые волокна. Дополнительное контрастирование уранилацетатом и цитратом свинца. Увел. х30000.

1. *M.K. Винокурова*. Индивидуализированная лазерная терапия в комплексном лечении больных деструктивным туберкулезом легких: Автореф. дис. ... д-ра мед. наук, М., 2005.
2. *H.B. Казаринова, К.Г. Ткаченко*. Растительные ресурсы, 2000, 36, 92-106.
3. Способ получения экстракта, обладающего противолепрозной активностью /Сухенко Л.Т. (RU), Назарова Г.Н. (RU), Маслов А.К. (RU) //Пат №241111 от 29.07.2009. Заявка № 2009128324 от 21.07.2009. Зарегистрировано в Государственном реестре изобретений РФ 27.01.2011. Патентообладатель: ФГБУ «НИИЛ» Минздрава России (RU).

# **Ультраструктура гематотестикулярного барьера семенников крыс при стрессе и действии электромагнитного излучения нетепловой интенсивности**

М.С.Гениатулина, Ю.Н.Королев, Л.А.Никулина

ФГБУ «РНЦ Медицинской реабилитации и курортологии»  
Министерства здравоохранения РФ, Москва, Борисоглебский пер, д.9

Ультраструктурному исследованию подвергались собственная оболочка извитых семенных канальцев и межклеточные контакты клеток Сертоли беспородных крыс-самцов в условиях иммобилизационного стресса по методике Г.Селье (однократное 6-часовое привязывание крыс в положении на спине). Воздействие электромагнитного излучения сверхвысокой частоты (ЭМИ СВЧ) нетепловой интенсивности проводили от аппарата «Акватон - 2» (ППМ – меньше 1 мкВт/см<sup>2</sup>, частота около 1000 мГц). Всего на курс 8 процедур, время воздействия 2 минуты. Животные облучались с расстояния 2-3 см от поверхности кожи на поясничную область. Для электронно-микроскопического исследования семенники фиксировали в 4% параформальдегиде на 0,1M фосфатном буфере (рН 7,4), постфиксировали в 1% OsO<sub>4</sub>, образцы заливали в смесь эпон-аралдит. Исследования проводили на электронном микроскопе Libra 120.

В контрольной группе (иммобилизационный стресс) при электронно-микроскопическом исследовании выявлены нарушения как в структуре собственной оболочки извитых семенных канальцев (ИСК), так и в области межклеточных контактов клеток Сертоли, входящих в состав гематотестикулярного барьера. В собственной оболочке, в первую очередь, отмечались явления ее утолщения и набухания, которые проявлялись в самых различных участках ИСК. При этом местами отмечалось не только утолщение, но и истончение базальной мембранны, наблюдались признаки дезорганизации неклеточных структур оболочки. В зонах утолщений собственной оболочки ИСК, как правило, наблюдались признаки набухания и скопления жидкости как между слоями собственной оболочки, так и между самими клетками сперматогенного эпителия и базальной мембранны. В таких участках толщина оболочки превышала норму в 2-3 раза. В миоидном слое нарушались контакты и расширялись пространства между клетками с образованием в этих зонах везикул и разных размеров вакуолей, иногда встречались псевдомиелиновые структуры как в самих клетках, так и между миоидным и наружным базальным слоями. В зоне межклеточных контактов клеток Сертоли развивались дистрофические сдвиги со стороны белок-

синтезирующих органелл, в частности, наблюдались расширения и фрагментация цистерн гранулярного эндоплазматического ретикулума (ГЭР), прилегающих к контактам. На фоне изменений структур гематотестикулярного барьера при стрессе часто наблюдались межклеточные расширения и отеки, а также внутриклеточные вакуоли разных размеров как в клетках Сертоли, так и сперматогониях. Надо полагать, что эти явления связаны с нарушением проницаемости мембран собственной оболочки и клеток сперматогенного эпителия.

При лечебном применении ЭМИ СВЧ после действия иммобилизационного стресса было отмечено значительное снижение степени дистрофических и дегенеративных изменений в собственной оболочке ИСК. Уменьшалась извилистость оболочки, признаки набухания и разрыхления внутреннего базального и внешнего слоя оболочки встречались значительно реже. В результате показатели толщины собственной оболочки приближались к норме. Структура клеток и контакты миоидного слоя оболочки практически нормализовались, псевдомиелиновые структуры обычно не обнаруживались. В зоне специализированных контактов клеток Сертоли фрагментации цистерн ГЭР встречались только в единичных случаях. Межклеточные расширения сперматогенного эпителия ИСК, а также признаки внутриклеточного отека в виде мелких вакуолей наблюдались редко и были слабо выражены.

Таким образом, воздействие ЭМИ СВЧ нетепловой интенсивности в условиях иммобилизационного стресса оказывало благоприятный эффект на развитие компенсаторно-восстановительных процессов в структурах гематотестикулярного барьера и способствовало улучшению процессов микроциркуляции в семенниках крыс.

# **Структурный и функциональный анализ межклеточных контактов культуры клеток Caco2 при всасывании глюкозы**

Н.М.Грефнер<sup>1</sup>, Л.В. Громова<sup>2</sup>, Я.Ю.Комиссарчик<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> Институт цитологии РАН, 194064, Санкт-Петербург, Тихорецкий пр, 4, Россия.

<sup>2</sup> Институт физиологии им.И.П.Павлова РАН,  
199034, Санкт-Петербург, наб. Макарова, 6, Россия.

Согласно современным представлениям, всасывание глюкозы через эпителий тонкой кишки осуществляется в основном посредством активного транспорта с участием транспортера SGLT1 и отчасти путём облегченной диффузии с участием транспортера GLUT2. Вместе с тем существует предположение, что определенный вклад в этот процесс может вносить парацеллюлярный перенос глюкозы на потоке всасываемой жидкости. В этом случае следует ожидать изменения проницаемости межклеточных соединений. Настоящее исследование посвящено структурно-функциональному анализу межклеточных контактов культуры клеток Caco2 при всасывании глюкозы из её растворов с высокой и низкой концентрацией.

Клетки Caco 2 культивировали в течение 25 дней на мембранных фильтрах. В опытах культуру клеток Caco 2 инкубировали в течение 1 ч в растворах глюкозы 2.5 или 25 mM в присутствии и в отсутствие 0.1 mM флоридзина - ингибитора активного транспорта глюкозы. Трансэпителиальное сопротивление измеряли с помощью прибора EVOM 2 (World Precision Instrument, Inc. USA). После измерения сопротивления культуру клеток фиксировали и готовили из неё препараты для электронной микроскопии. Препараты изучали на электронном микроскопе Carl Zeiss Libra 120 (Германия).

При инкубации клеток в растворах глюкозы наблюдалось ее поглощение из растворов, омывающих клеточный монослой с апикальной стороны, и перенос глюкозы в среду, омывающую клетки с базальной стороны. Эти процессы частично ингибировались флоридзином, ингибитором активного транспорта глюкозы.

Для оценки проницаемости клеточного монослоя измеряли его трансэпителиальное сопротивление. При культивировании культуры в растворе 2,5 mM глюкозы сопротивление повышалось от 399 до 414 Ом x см<sup>2</sup>, при добавлении в исходную среду 0,1 mM флоридзина, сопротивление возрастало от 390 до 437 Ом x см<sup>2</sup>. При концентрации 25 mM сопротивление изменялось от 450 до 472 Ом x см<sup>2</sup>, при добавлении флоридзина сопро-

тивление уменьшилось от 487 до 417 Ом  $\times$  см<sup>2</sup>. Таким образом, при всасывании глюкозы сопротивление в большинстве случаев возрастает.

Электронно-микроскопическое исследование клеток Caco2 показало, что их межклеточные контакты имеют обычное строение и состоят из плотного и промежуточного контакта и десмосом. В процессе всасывания глюкозы их строение не изменяется. Однако вблизи плотных контактов и десмосом увеличивается количество микротрубочек и актиновых микрофиламентов.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что всасывание глюкозы через монослой клеток Caco 2 происходит в основном посредством её трансмембранных транспортеров SGLT1 и GLUT2. Парацеллюлярный перенос глюкозы через межклеточные контакты на потоке всасывающейся воды если и возможен, то вносит лишь незначительный вклад в данный процесс.

# **Методы электронной микроскопии в оценке структуры слизистых оболочек дыхательных путей при бронхиальной астме с сочетанной патологией**

С.А.Гуменюк, Т.Г. Бархина, С.А.Польнер, М.Ю.Гущин, В.Е.Голованова, А.М.Расулова, В.П. Черников

*ФГБУ НИИ морфологии человека РАМН,  
117418, г. Москва, ул. Цюрупы, д. 3, morfolhum@mail.ru  
ФГБУ ГНЦ « Институт иммунологии ФМБА России».*

Настоящая работа является частью клинико-морфологического исследования, посвященного особенностям слизистых оболочек верхних и нижних дыхательных путей (ДП) при бронхиальной астме (БА) разной степени тяжести в сочетании с другими нозологиями. Актуальность изучаемой проблемы обусловлена высокой частотой поражения как верхних, так и нижних отделов дыхательного тракта с сочетанной патологией всей дыхательной системы, которая вызвана БА и внебольничной пневмонией (ВП).

Клинический материал изучен с помощью сканирующей (СЭМ) и трансмиссионной электронной микроскопии (ТЭМ).

СЭМ показала, что поверхности эпителиальных клеток верхних и нижних дыхательных путей при аллергическом рините (АР) и БА имеют тенденцию к однотипным изменениям, что наряду с клиническими показателями подтверждает общую закономерность гиперреактивности этих отделов, которая определялась с помощью провокационных тестов, доказывая единство механизмов повреждения эпителия. С помощью СЭМ нами установлено, что наибольшим повреждениям подвергаются реснитчатые клетки (РК) на всём протяжении дыхательного тракта, но в большей степени в слизистой оболочке носа. В реснитчатых клетках обнаруживаются дезориентация, деформация и повреждение ресничек, вплоть до их полного сглаживания, или даже отрыва от основного цитоскелета клетки с выраженным разнонаправленными мембранными признаками усиления их проницаемости, о чем свидетельствуют резкие альтеративные процессы. Нарушения ультраструктуры этих клеток подтверждаются и данными ТЭМ (рис. 1), выявляющие внутриклеточные деструктивные процессы в этой клеточной популяции, которая часто подвергается и атрофии. Так же, как и при СЭМ эти процессы проявлялись в слизистых оболочках носа. При изучении бронхоальвеолярных лаважей (БАЛ), деструкция клеток обнаруживается и в других клеточных популяциях (рис. 2): альвеолатах и альвеолярных макрофагах (АМ).

Наряду со значительными изменениями реснитчатого эпителия выявлены и другие перестройки связанные со значительными повреждениями мукоцилиарного клиренса (МЦК) в ответ на аллергическую агрессию, и на фоне развития воспалительных реакций эти процессы усиливаются.

Важным моментом является реакция бокаловидных клеток (БК), в виде повышения секреторной функции. Изменения неординарны для разной степени течения БА. Если для средней степени тяжести БА характерны повышенные процессы секретообразования БК, как в верхних, так и в нижних отделах ДП, то для тяжелой степени заболевания эти процессы могут быть заблокированы. В таких случаях при СЭМ наблюдаются или мощные пласти слизи налипающие на РК или резкая экструзия муцина в просвет ДП. Таким образом, эти клетки с одной стороны защищают РК от патогенного влияния, с другой – препятствуют их нормальному функционированию. При тяжелом течении болезни с сочетанием воспалительной реакции, вызванной пневмонией, наблюдались единичные муциновые гранулы в БК бронхов, а в отдельных локусах были и совершенно опустошен-

ные клетки, образующие своеобразные лакуны (рис. 3-4). СЭМ отражает степень выраженности морфофункциональной диагностики при сочетанной патологии БА и ВП.

Наряду с этим, СЭМ и ТЭМ даёт возможность охарактеризовать изменения сосудов микроциркуляторного русла в различных отделах ДП. Наблюдая усиление сосудистого рисунка, его неровности, сужения и расширения, неравномерно располагающиеся в разных участках (рис. 5-6) можно судить о выраженности проявлений патологического процесса и тяжести заболевания и выбирать наиболее рациональный метод лечения.

Оценка и анализ выявленных ультраструктурных нарушений подтверждают предположения исследователей о возможности вовлечении в атопический процесс любой системы организма и на любом уровне его организации в особенности при присоединении других нозологий.

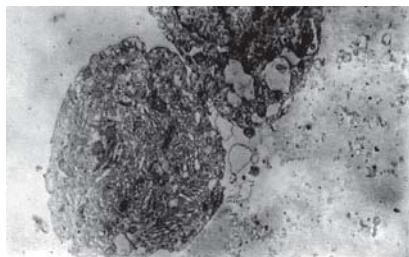


Рис. 1. ТЭМ БАЛ. Больной А., 39л. БА.  
Контакт РК и АМ.

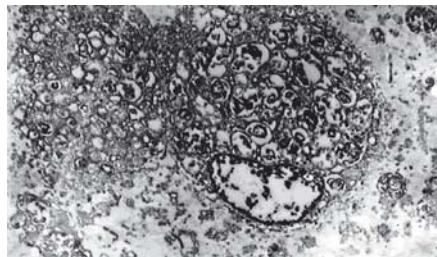


Рис. 2. ТЭМ БАЛ. Больной А., 39л. БА.  
Альвеолоциты 2 типа.

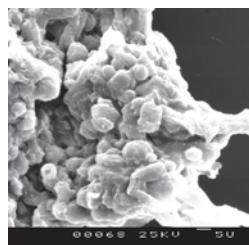


Рис. 3. СЭМ БАЛ. Больная В., 37л.  
БА и ВП. БК, заполненные секретом  
и налипание слизи на РК.

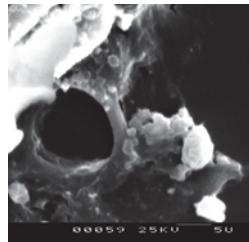


Рис. 4. СЭМ БАЛ. Больная А., 32г.  
БА и ВП. Налипание слизи. Лакуны  
на месте опустошенных БК.



Рис. 5. СЭМ БАЛ. Больная А., 32г.  
БА и ВП. Процессы ангиогенеза.

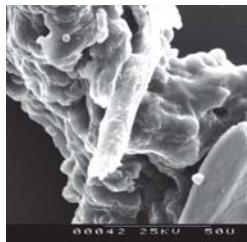


Рис. 6. СЭМ БАЛ. Больная А., 32г.  
БА и ВП. Налипание слизи и  
процессы ангиогенеза.

# **Применение методов световой и электронной микроскопии для оценки влияния препаратов магния на структурную организацию рыхлой волокнистой соединительной ткани с у пациентов с ее дисплазиями**

**Л.В. Диденко<sup>1</sup>, Т.Г. Боровая<sup>1</sup>, К.М. Дзеранова<sup>2</sup>, А.Г. Автандилов<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> ФГБУ НИИЭМ им. Н.Ф.Гамалеи. МЗ РФ 123098, Москва, ул. Гамалеи, д.18

<sup>2</sup> ГБОУ ДПО РМАПО МЗ РФ. 123995, Москва, ул. Баррикадная, д. 2/1.

Недифференцированные дисплазии соединительной ткани (НДСТ) - это генетически детерминированное нарушение ее развития, характеризующееся дефектами ее основного вещества и волокон. Среди основных причин НДСТ выделяют изменения темпов синтеза и сборки коллагена и эластина, синтез незрелого коллагена, нарушение структуры коллагеновых и эластиновых волокон вследствие их недостаточной поперечной сшивки. В последние годы особое внимание привлечено к патогенетической значимости дизэлементоза, в частности гипомагниемии.

Целью настоящего исследования явилось изучение морфологических особенностей и микроэлементного состава рыхлой волокнистой соединительной ткани (РВСТ) у пациентов с НДСТ до и после лечения препаратами магния.

Для оценки динамики морфофункциональных изменений РВСТ, были использованы образцы биопсий кожи пациентов с НДСТ, которые были подвергнуты комплексному морфологическому исследованию (световая и флуоресцентная микроскопия рутинных неокрашенных гистологических образцов и окрашенных по методу Ван-Гизона). Для исследования методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) с применением рентгеновского микроструктурного анализа были использованы депарафинизированные срезы биоптатов, а для гистохимического выявления основного вещества РВСТ был разработан и применен метод окраски 1% водным раствором сульфата меди депарафинизированных срезов

До лечения препаратами магния РВСТ характеризовалась хорошо выраженным высокими сосочками. После лечения наблюдалось сглаживание сосочеков и появление широких промежутков между волокнами РВСТ, заполненных аморфным компонентом матрикса, что указывало на увеличение доли аморфной части матрикса. По данным морфометрии общая относительная площадь аморфной части матрикса в срезах РВСТ биоптатов кожи до лечения составила  $23,9 \pm 0,4\%$ , после лечения —  $38,6 \pm 0,4\%$

( $p < 0,001$ ). При окраске по Ван-Гизону волокна РВСТ после лечения характеризовались более упорядоченным расположением, чем до лечения. При исследовании методом СЭМ были выявлены дополнительные детали строения РВСТ. После проведенного лечения между волокнами коллагена появлялись поперечные «мостики-сшивки», которые обеспечивали упорядоченную слоистую укладку волокон. Аморфная часть матрикса была представлена конгломератами аморфного вещества, располагавшегося на поверхности волокон коллагена. Для доказательства наличия протеогликанов в описанных выше пространствах и количественной оценки его содержания был применен оригинальный метод гистохимической детекции с использованием 1% водного раствора сульфата меди. Процентное содержание протеогликанов, измеряемое в весовых и атомно-весовых %, достоверно увеличивалось после лечения препаратами магния примерно в 6 раз. Полученные данные, свидетельствующие об увеличении массы межклеточного матрикса и структурной реорганизации РВСТ, указывают на повышение ее диффузионной способности.

В биопсийном материале рентгеновским микроанализом было показано существенное увеличение содержания калия после терапии препаратами магния. Магний этим методом достоверно не определялся. По данным литературы соотношение содержания калия и магния в тканях составляет 10:1 [4]. В связи с этим представляется обоснованным утверждать, что при увеличении содержания калия после лечения, увеличивается и содержание магния. Магний является коферментом киназ, в частности АТФ-аз, «мостиком» между ферментом и субстратом, поэтому можно утверждать, что назначение препаратов магния пациентам с НДСТ является патогенетически обоснованным, и направленным на улучшение энергетических и других обменных процессов.

# Ультраструктурные изменения клеток врожденного иммунитета под воздействием *Yersinia pseudotuberculosis*

Е.И. Дробот<sup>1</sup>, Л.М. Сомова<sup>1</sup>, Н.Г. Плехова<sup>1,2</sup>, И.Н. Ляпун<sup>1</sup>, Е.В. Пустовалов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> ФГБУ «Научно-исследовательский институт эпидемиологии и микробиологии имени Г.П. Сомова» СО РАМН, 690087, г. Владивосток, Сельская, 1, Россия

<sup>2</sup> Дальневосточный Федеральный университет,  
690950, г. Владивосток, Суханова 8, Россия

Исследования по разграничению процессов некроза и апоптоза при различных инфекционных болезнях находятся еще на начальном этапе своего развития. Феномен апоптоза, особенно индукция его в нейтрофилах и макрофагах – клетках врожденного иммунитета, составляющих первую линию антиинфекционной защиты организма, имеет прямое отношение к инициации и прогрессированию инфекционных процессов, в частности, при инфекции, вызываемой *Yersinia pseudotuberculosis* [2]. Это диктует необходимость дальнейшего изучения одного из главных компонентов патологического процесса, а именно, клеточных повреждений, являющихся триггером воспаления.

В настоящей работе на субмикроскопическом уровне изучались варианты повреждения нейтрофилов и макрофагов перитонеального экссудата (места воспаления) при контакте с *Y. pseudotuberculosis* *in vitro* в соотношении 1:10 микробных клеток. Сроки наблюдения составляли от 15 минут до 1 суток. Первичные культуры фагоцитов получали из перитонеальной полости мышей [1]. Для заражения использовали вирулентный штамм 3260 *Y. pseudotuberculosis*, серотип Ib. Обработку материала для электронной и конфокальной микроскопии проводили согласно общепринятым методам, просматривали в просвечивающем электронном микроскопе JEM-100S и с помощью Конфокального микроскопа LSM 510 Neta

После 15 минут контакта фагоцитов с *Y. pseudotuberculosis* в макрофагах наблюдалось формирование псевдоподий путем изменения плазматической меммы и образование фаголизосом, на поверхности нейтрофилов обнаруживались адгезированные бактерии и происходило лизирование их в цитоплазме. Деструктивных изменений в клетках не обнаружено.

Через 2 часа по-прежнему выявлялись признаки специфической стимуляции фагоцитов. Отмечалась экскреция нейтрофилами биологически активного компонента во внеклеточное пространство. Наблюдалась адгезия и фагоцитирование бактерий. Появлялись внеклеточно расположенные бактерии в процессе деления, что указывало на незавершенность фагоцитоза.

После 6 ч. культивации клеток с *Y. pseudotuberculosis* обнаруживались внеклеточно расположенные бактерии. В культуре макрофагов 5%, а в культуре нейтрофилов – 10% клеток имели апоптотические изменения, что проявлялось маргинацией и конденсацией ядерного хроматина, уплотнением цитоплазмы с уменьшением размеров ядра и клетки в целом. Также, в культуре нейтрофилов было обнаружено формирование нейтрофильных внеклеточных ловушек, которые относят к третьему типу гибели нейтрофилов. Нейтрофилы уплощались, в их цитоплазме появлялись многочисленные вакуоли, происходило расплавление ядерной мембранны, однако морфология органелл оставалась неповрежденной. Затем ядерный хроматин занимал всю клетку, гранулы растворялись, и компоненты формирующейся ловушки распределялись по всему объему клетки. Далее, происходил разрыв плазматической мембраны, и высокоактивное содержимое клетки оказывалось во внеклеточном пространстве.

Через сутки после контакта с бактериями в 20% клеток определялся некроз в виде резкого отека цитоплазмы и дезорганизации клеточных органелл. Помимо этого у 12% макрофагов и 35% нейтрофилов выявлялись признаки апоптоза на последних стадиях, который проявлялся фрагментацией ядра и пузыреобразованием на поверхности клетки; либо разделением клетки на несколько апоптозных тел, которые включали фрагменты ядра. В культурах клеток встречались бактерии *Y. pseudotuberculosis*, расположенные внеклеточно, в фаголизосомах и лизированные в цитоплазме. Часть бактерий претерпевала ультраструктурные изменения клеточной стенки, свидетельствующие об их L-трансформации по сферопластному типу.

Результаты исследования показали, что под воздействием *Y. pseudotuberculosis* повреждение клеток протекает в виде как некроза, так и апоптоза. Количественные параметры таких клеток вариируют в зависимости от срока инфекционного процесса. При этом, отмечена незавершенность фагоцитоза, а нейтрофилы осуществляли внеклеточное бактерицидное воздействие, что подтверждалось образованием внеклеточных ловушек.

Исследование выполнено при поддержке ДВФУ.

1. Г.И. Васильева, А.К. Киселева, М.Б. Мишанькин, В.Н. Козловский, Б.Н. Мишанькин. Апоптоз фагоцитов как один из возможных механизмов патогенетического действия «мышиного» токсина возбудителя чумы. Журнал микробиологии, 2005, 2, 49 – 52
2. H.P Naomi, I.E. Brodsky. Cell death programs in *Yersinia* immunity and pathogenesis. Frontiers in Cellular and Infection Microbiology, 2012, 2 (149), 1-7.

# Ультраструктурные особенности эпидермиса у турбеллярии поликлады (*Plathelminthes*)

И.М. Дробышева

Зоологический институт РАН, 199034, Санкт-Петербург, Россия

Сравнительная морфология эпидермиса у турбеллярий из таксона Polycladida свидетельствует об изменчивости ультраструктурной организации их покровов [1, 2, 3, 4]. Определение границ этой изменчивости, важное при выявлении путей эволюции группы и уточнении филогенетически значимых признаков, предполагает изучение новых видов Polycladida для получения дополнительной информации. В этой связи было предпринято электронно-микроскопическое исследование эпидермиса у турбеллярии поликлады *Notoplana humilis* (Polycladida, Plathelminthes).

Покровы *N. humilis* образованы однослойным ресничным эпителием, покоящимся на мощно развитой базальной мембране. В эпидермисе можно выделить два типа клеток, дифференциация которых происходит непосредственно в эпителиальном пласте: собственно ресничные клетки и рабдитные клетки. По форме ресничные клетки близки кубоидальным, но по краям тела становятся столбчатыми, и в этих случаях эпидермис приобретает характерный «немертино-подобный» вид. Базальное тельце (БТ) локомоторной реснички имеет два поперечно-исчерченных корешка – горизонтальный и вертикальный. Между собой ресничные клетки соединяются опоясывающей десмосомой в апикальной области и нерегулярными септированными контактами вдоль латеральных сторон. Их ядра с неправильными очертаниями занимают срединное или базальное положение в эпителиальном пласте. Ядро содержит крупное, неоднородное по структуре и плотности ядрышко, большие глыбки гетерохроматина и почти непрерывный слой пристеночного хроматина. Митохондрии многочисленны и распределены по всей цитоплазме, но заметно преобладают над ядром при его локализации в основании клетки. Небольшой протяженности контуры цистерн шероховатого эндоплазматического ретикулюма (ШЕР) выглядят произвольно разбросанными. Миниатюрный аппарат Гольджи (АГ), как правило, находится в апикальной половине клетки и представлен стопками очень узких цистерн с электронно-плотным содержимым; от них отпочковываются мелкие пузырьки с плотным секретом. Слиянием последних образуются эпителиосомы, расположенные в один ряд вдоль поверхности клетки. Содержимое эпителиосом гомогенно либо имеет сетчатую структуру. В одной и той же клетке иногда одновременно присутствуют оба типа эпителиосом. Апикальная зона клетки с эпителиосомами и базальными

тельцами локомоторных ресничек подстилается клеточной сетью (cell web). В теле клетки также встречаются элементы клеточной сети в вертикальной позиции. Пучки тонофиламентов базальной клеточной сети крепят эпидермальную клетку к базальной мембране с помощью полудесмосом.

Рабдитные клетки расположены в основании эпителиального слоя. Ядра содержат больше гетерохроматина по сравнению с ресничными клетками. Цитоплазма относительно молодых рабдитных клеток заполнена тесно сближенными цистернами ШЕР. Митохондрии немногочисленны, они зажаты между цистернами ШЕР или прижаты к ядру. В АГ сильно развита трубчатая сеть с электронно-темным секретом. Молодые рабдиты содержат плотный, но светлый гомогенный материал и окружены микротрубочками. В терминально дифференцированных рабдитных клетках контуры ШЕР утрачивают параллельную ориентацию и обычно дробятся на короткие, со вздутиями, отрезки. Зрелые рабдиты – темные, с характерной пластинчатой структурой, оснастка из микротрубочек обычно не выявляется. Кажется, что клетки достигают поверхности только при наличии зрелых рабдитов, вклиниваясь между ресничными клетками и протоками паренхимных желез. При этом часть клетки, в которой скапливаются рабдиты перед выходом на поверхность, функционирует как проток одноклеточной железы, а отверстие, через которое осуществляется выход рабдитов, окружено микротрубочками.

Сравнительные исследования ультраструктурных особенностей эпидермиса турбеллярий проводятся для выявления новых морфологических признаков, имеющих филогенетическую значимость.

Работа выполнена в центре коллективного пользования (ЦКП) "Таксон" при финансовой поддержке гранта РФФИ № 13-04-02002а.

1. *Bedini C., Papi F.* Fine structure of the turbellarian epidermis. In: N.W. Riser, M.P. Morse (Eds.). *Biology of the Turbellaria*. New York: McGraw-Hill, 1974. P. 108-147.
2. *Smith J.P.S., Tyler S., Thomas M.B., Rieger R.M.* The morphology of turbellarian rhabdites; phylogenetic implications // *Trans. Am. Microsc. Soc.* 1982. Vol. 101. P. 209–228.
3. *Tyler S., Hooge M.* Comparative morphology of the body wall in flatworms (Platyhelminthes) // *Can. J. Zool.* 2004. Vol. 82. P. 194–210.
4. *Liana M.K., Quiroga S.Y., Bolaños D.M., Litvaitis M.K.* Comparative morphology of the epidermis of seven species of polyclad flatworms (Platyhelminthes: Rhabditophora) // *Zool. Anz.* 2012. Vol. 251. P. 206–214.

# **Характеристика металлических наночастиц, полученных с помощью экстрактов растений**

**А.О. Дудник, О.В. Синицына, В.В. Макаров, С. Макарова, Н.О. Калинина, И.В. Яминский**

*Московский государственный университет им. М. В. Ломоносова  
Ленинские горы, д.1*

В последние годы все больше растет заинтересованность научной среды в таких объектах, как металлические наночастицы (МНЧ). И это не случайно. Область применения наночастиц довольно широка: это и фармацевтика (адресная доставка лекарств), и медицина (ранняя диагностика и лечение злокачественных опухолей), и электроника (микрочипы на основе самосборки металлических частиц) и др. Однако использование стандартных физико-химических методов для синтеза МНЧ далеко не всегда является безопасным для окружающей среды и требует существенных денежных и временных затрат.

Ранее было показано [1,2,3], что использование таких биологических систем, как водоросли, растения [4], цианобактерии [5], микроорганизмы [6] для восстановления металлов из солей и кислот до МНЧ дает положительный результат, а именно, в таких системах происходит восстановление и стабилизация МНЧ благодаря богатой химии вышеперечисленных систем (аспарагиновая и глутаминовая аминокислоты, тирозин, триптофан, валин и серосодержащие аминокислоты, алкалоиды, терпеноиды и др.).

В данном исследовании нами были изучены металлические наночастицы, полученные с помощью экстрактов растений. Исследование полученных наночастиц производилось с помощью двух основных методов: просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и атомно-силовой микроскопии. В процессе изучения подбирались условия, при которых синтезируемые наночастицы имели узкое распределение по размерам (сравнимое с распределением по размерам для наночастиц, полученных стандартными физико-химическими методами).

Нами были синтезированы наночастицы Au и Fe. В качестве затравки для синтеза наночастиц были использованы химические соединения соответствующих металлов, а именно:  $\text{H}^+[\text{AuCl}_4]$ ,  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  и экстракт растения *Nicotiana Benthamiana*. На следующем этапе исследования в реакционную смесь были добавлены частицы вируса табачной мозаики (ВТМ) с целью использования частиц ВТМ в качестве матриц для формирования МНЧ на поверхности вируса. Исследование ВТМ как с РНК, так и без, было отдельно изучено с помощью АСМ при различных условиях. Наряду с ВТМ, в исследовании были использованы частицы ВТМ, модифицированные пептидом Au2:  $[\text{Au}(\text{L-Ala-L-His-N,N',N"}\text{Cl}]NO_3 \cdot 2.5\text{H}_2\text{O}$ .

Таким образом, в результате исследования:

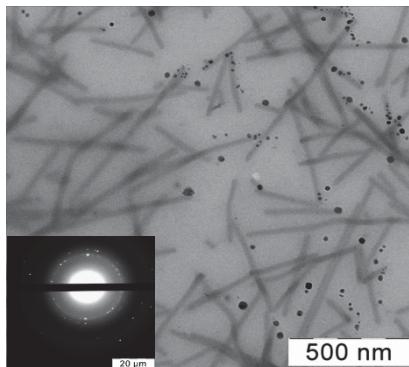
1. Были подобраны оптимальные условия для синтеза МНЧ Au с наиболее узким распределением по размерам по результатам исследования реакционных систем методами АСМ и ПЭМ:

- при 25°C и при наличии экстракта *Nicotiana Benthamiana* получены шарообразные и аморфные МНЧ с размерами (20,0±7,5) нм;

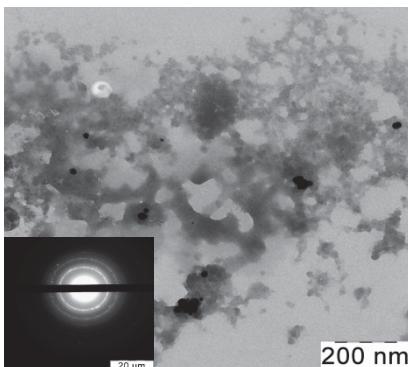
- при 25°C и при 80°C, при наличии экстракта *Nicotiana Benthamiana* и частиц дикого ВТМ, подвергнутого ультразвуку, получены шарообразные, треугольные (возможно, тетраэдры и/или треугольные призмы), прямоугольные (параллелепипеды и кубы) МНЧ с размерами (15±7) нм, (15±5) нм соответственно;

- при 25°C, в отсутствии экстракта и при наличии частиц модифицированного ВТМ получены шарообразные МНЧ с размерами (7±3) нм.

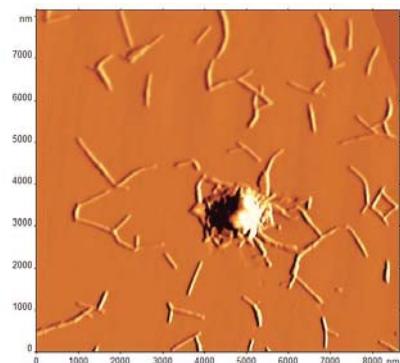
2. Под воздействием пучка электронов ПЭМ в присутствии частиц дикого ВТМ, подвергнутого ультразвуку с целью разрушения РНК, ионы Fe восстанавливались до МНЧ Fe и адсорбировались на поверхности вируса. Средний диаметр таких частиц составил: (13±7) нм, что в два раза меньше размеров МНЧ Fe, полученных стандартными физико-химическими методами.



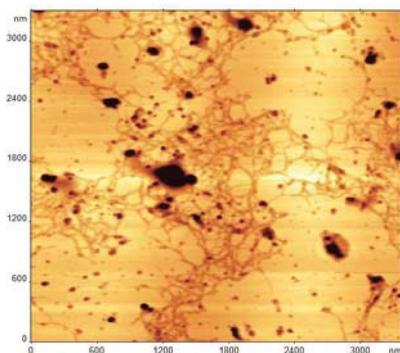
**Рис. 1.** МНЧ Au.  $H^+[\text{AuCl}_4]$ , *Nicotiana Benthamiana*, 25°C.



**Рис. 2.** МНЧ Fe.  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , BTM, 25°C.



**Рис. 3.** BTM, 25°C.



**Рис. 4.** модифицированный BTM, 25°C.

#### Список литературы:

1. Raveendran, P.; Fu, J.; Wallen, S. L. Completely "green" synthesis and stabilization of metal nanoparticles. *Journal of the American Chemical Society* **2003**, *125* (46), 13940-13941.
2. Sharma, V. K.; Yngard, R. A.; Lin, Y. Silver nanoparticles: Green synthesis and their antimicrobial activities. *Advances in Colloid and Interface Science* **2009**, *145* (1-2), 83-96.
3. Narayanan, K. B.; Sakthivel, N. Extracellular synthesis of silver nanoparticles using the leaf extract of Coleus amboinicus Lour. *Materials Research Bulletin* **2011**, *46* (10), 1708-1713.
4. Govindaraju, K.; Basha, S. K.; Kumar, V. G.; Singaravelu, G. Silver, gold and bimetallic nanoparticles production using single-cell protein (*Spirulina platensis*) Geitler. *Journal of Materials Science* **2008**, *43* (15), 5115-5122.
5. Lengke, M. F.; Fleet, M. E.; Southarn, G. Synthesis of palladium nanoparticles by reaction of filamentous cyanobacterial biomass with a palladium(II) chloride complex. *Langmuir* **2007**, *23* (17), 8982-8987.
6. Sadowski, Z.; Maliszewska, I. H.; Grochowska, B.; Polowczyk, I.; Kozlecki, T. Synthesis of silver nanoparticles using microorganisms. *Materials Science-Poland* **2008**, *26* (2), 419-424.

# **Выживание при полном обезвоживании: ультраморфологические аспекты криптобиоза на примере эмбриональной культуры клеток комара-звонца *Polypedilum vanderplanki***

В.Г. Евтюгин<sup>1</sup>, С.А. Кондратьева<sup>1</sup>, Д. Окада<sup>2</sup>, Т. Кикавада<sup>2</sup>, Т. Окуда<sup>2</sup>,  
О.А. Гусев<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Казанский федеральный университет, Институт фундаментальной медицины и  
биологии, 420008, г. Казань, ул Кремлевская 18, Республика Татарстан, Россия

<sup>2</sup> Национальный Институт Агробиологических Наук, Цукуба,

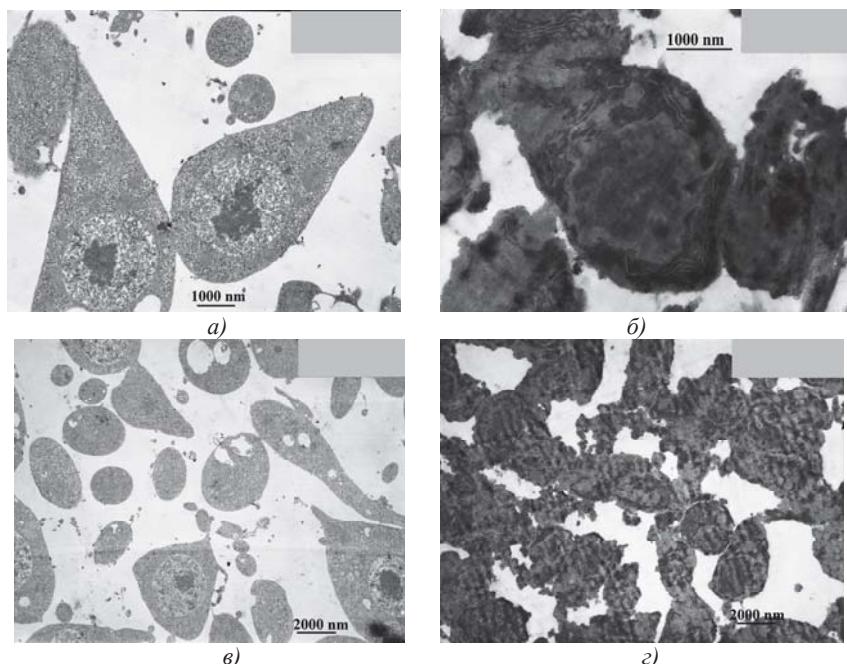
Способность погружаться во временное, аметаболическое состояние - *криптобиоз* - определяет способность ряда организмов выживать в условиях полного отсутствия воды и кислорода. Этот феномен, широко распространенный в растительном (семена) и микробном (цисты) мире, достаточно редко встречается в высших эукариотических животных организмах. Одним из самых высокоорганизованных организмов, способных переносить полное отсутствие воды являются личинки африканской хирономиды (комара-звонца) *Polypedilum vanderplanki*. Уникальной особенностью *P. vanderplanki* является способность к криптобиозу не только самих личинок, но и отдельных изолированных органов, тканей и клеток. В 2012 году была получена стабильная культура эмбриональных клеток *P. vanderplanki* (клеточная линия Pv11). Впервые был разработан протокол, позволяющий сохранять жизнеспособность клеточной культуры при полном обезвоживании, что предоставляет возможность детального анализа молекулярных процессов как при инициации криптобиоза, так и при восстановлении метаболизма после реактивации клеток.

В данной работе представлен ультраморфологический анализ состояния клеток эмбриональной культуры Pv11 в активном и обезвоженном состоянии с использованием методов просвечивающей электронной микроскопии.

Так называемые «влажные» клетки активной эмбриональной культуры имеют звездчатую форму, крупное ядро с хорошо выраженным активными областями хроматина, ядрышком, состояние мембран активное, в цитоплазме наблюдаются вакуоли с равномерным электронно-плотным содержимым, их число варьирует в зависимости от размера и возраста клетки. В целом культура клеток представляет из себя классическую недифференцированную эмбриональную клеточную массу.

Полностью обезвоженные «сухие» клетки в процессе перехода к криптобиозу уменьшились, их форма ближе к шаровидной, поверхность клеток бугристая, ядра сохранили прежнюю форму, но имеют равномерную элек-

тронную плотность, зоны активного хроматина и ядрышко отсутствуют. В целом электронная плотность клеточного содержимого увеличилась, вакуоли наблюдаются редко, их содержимое имеет идентичную цитоплазме электронную плотность. Также в клетках наблюдаются мультиламеллярные образования, стопки мембран, а также мелкие мембранные пузырьки. Состояние мембран изменилось относительно активных клеток, они уплотнились, увеличилось межмембранное расстояние. Ядерно-цитоплазматическое отношение у «сухих» клеток значительно выше чем у активных, площадь ядра занимает до 80% площади клетки.



**Рис. 1.** Изображения ПЭМ (JEOL JEM 100CX II): а,в) Активные «влажные» клетки Pv11; б,г) Обезвоженные «сухие» клетки Pv11.

Проект осуществляется при финансовой поддержке РФФИ (проекты РФФИ №12-08-33157\_мол\_a\_вед и № 14-04-01657\_A.).

# Дифференциация капсулых и бескапсулых штаммов микроорганизмов методом сканирующей зондовой микроскопии

П.С. Ерохин, Д.В. Уткин, О.С. Кузнецов, Е.М. Кузнецова, О.А. Волох

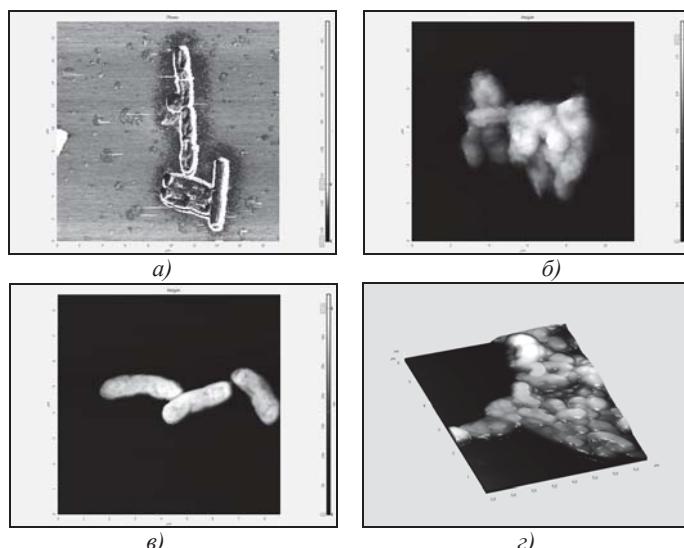
ФКУЗ Российской научно-исследовательский противочумный институт «Микроб»  
Роспотребнадзора, 410005, г. Саратов, ул. Университетская, 46, Россия

Капсула является поверхностной структурой многих бактериальных клеток. Образование капсулы является защитной функцией патогенных бактерий. Она предохраняет их от фагоцитоза и других защитных механизмов макроорганизма, обуславливает иммунохимическую специфичность бактерий и проявление патогенных свойств. Выявление капсулного вещества у микроорганизмов позволяет, в ряде случаев, дифференцировать патогенные штаммы одного вида от непатогенных штаммов. В настоящее время для обнаружения капсулы применяются иммунологические, молекулярно-биологические и микроскопические методы. Традиционно для визуализации капсулы применяются методы световой и люминесцентной микроскопии. Однако, поскольку предел пространственного разрешения светового микроскопа составляет 500 нм, трудно обнаружить наличие бактериальной капсулы с толщиной ниже оптического разрешения микроскопа. В последние годы для изучения бактериальной капсулы применяется микроскопия высокого разрешения – сканирующая зондовая микроскопия [1].

Целью данной работы было изучение методом сканирующей зондовой микроскопии капсулых и бескапсулых штаммов возбудителей чумы, сибирской язвы, туляремии, выращенных в условиях, оптимальных для синтеза капсулы.

В работе использовали штаммы *Yersinia pestis* И-2638 Fra<sup>+</sup>, *Y. pestis* М-493 Fra<sup>-</sup>, *Bacillus anthracis* 71/12 Cap<sup>+</sup>, *Bacillus anthracis* СТИ-1 Cap<sup>-</sup>, *Francisella tularensis* О-328 Cap<sup>+</sup>, *F. tularensis* LVS Cap<sup>-</sup> Государственной коллекции патогенных бактерий «Микроб». Агаровые культуры бактерий фиксировали 2,5% раствором глутарового альдегида, в соответствии с МУ 1.3.3103-13 [2]. Исследования проводили с помощью сканирующего зондового микроскопа Solver P47-PRO (ЗАО «НТ-МДТ», Россия) методом прерывисто-контактной атомно-силовой микроскопии (ACM) в воздушной среде с использованием кремниевых зондов серии NSG01 жесткостью 5,1 Н/м, радиусом кривизны 10 нм и резонансной частотой 150 кГц. Обработку и анализ изображений проводили с использованием программы Image Analysis. Применили следующие методы сканирования: прерывисто-контактный, метод рассогласования, метод отображения фазы.

В результате проведенных исследований установлены дифференциальные морфологические отличия капсулных и бескапсулных штаммов микроорганизмов, причем эти изменения у разных видов микроорганизмов были различными. Методом отображения фазы у штамма *B. anthracis* 71/12 Cap<sup>+</sup> выявлена капсула, общая для группы клеток микроорганизмов, окружающая их на расстоянии до 1 мкм (Рис. 1. а). У штамма возбудителя чумы И-2638 в условиях максимальной продукции капсулы наблюдали гранулярные структуры на поверхности клеток (Рис. 1. б), отсутствующие у штамма M-493, не продуцирующего капсулу (Рис. 1. в). У вирулентного штамма туляремийного микробы *F. tularensis* O-328 клетки были окружены слизистым веществом (Рис. 1. г). Показателем, характеризующим наличие капсулоподобного вещества у возбудителя туляремии, была среднеквадратичная шероховатость поверхности клетки, которая составила 3-5 нм – у капсулного штамма, 15-20 нм – у бескапсулного штамма.



**Рис. 1.** АСМ-изображение клеток бактерий: а) *B. anthracis* 71/12 Cap<sup>+</sup>, б) *Y. pestis* И-2638 Fra<sup>+</sup>, в) *Y. pestis* M-493 Fra<sup>-</sup>, г) *F. tularensis* O-328 Cap<sup>+</sup>

1. Stukalov O., Korenevsky A., Beveridge T.J., Duthie J.R. Applied and Environmental Microbiology, (2008), 74, 5457-5465.
2. Методические указания МУ 1.3.3103-13 «Организация работы лабораторий, использующих методы электронной и атомно-силовой микроскопии при исследовании культур микроорганизмов I-IV групп патогенности».

# **Изучение динамических характеристик поверхности структуры типичных штаммов *Vibrio cholerae* биовара Эль Тор и их геновариантов методом атомно-силовой микроскопии**

П.С. Ерохин, С.П. Заднова, И.М. Крепостнова, Н.П. Коннов, Д.В. Уткин,  
О.С. Кузнецов

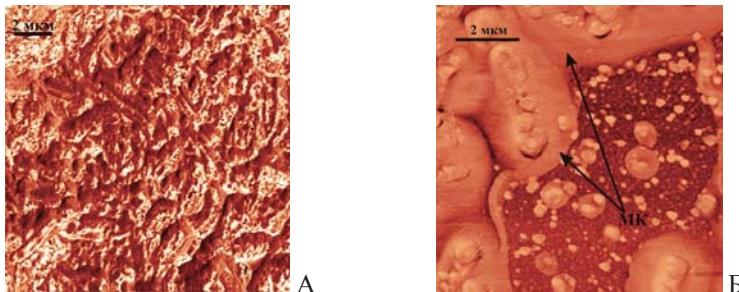
*ФКУЗ Российской научно-исследовательский противочумный институт «Микроб»,  
Роспотребнадзора, 410005 ул. Университетская, 46, Россия*

Возбудителем текущей, седьмой, пандемии холеры являются токсигенные штаммы *V.cholerae* O1 серогруппы Эль Тор биовара. В результате эволюции данного патогена, начиная с 1991 года, причиной холеры во многих странах мира стали новые генетически измененные варианты *V.cholerae* биовара Эль Тор с повышенной вирулентностью, отличающиеся от типичных штаммов по структуре генома ряда мобильных элементов. Во многих эндемичных по холере районах данные геноварианты вытеснили типичного возбудителя холеры Эль Тор и заняли доминирующее положение. Установлено, что, начиная с 1993 г., причиной эпидемических осложнений на территории Российской Федерации также были геноварианты *V.cholerae* биовара Эль Тор. Причины глобального распространения геновариантов до сих пор до конца не выяснены. Высказывается предположение, что геноварианты более устойчивы к действию повреждающих факторов макроорганизма и внешней среды. В этой связи нами были проведены эксперименты по сравнительному изучению устойчивости типичных штаммов *V.cholerae* биовара Эль Тор и геновариантов к действию повышенных концентраций соли (3 моль) и перекиси водорода (20 ммоль). Как известно, холерный вибрион способен длительное время обитать в воде открытых водоемов. При этом перекись водорода постоянно образуется в клетках микроорганизмов под действием ультрафиолетовых лучей солнца, а высокие концентрации соли присутствуют в мелких водоемах с морской водой (место обитания холерного вибриона на эндемичной территории) при их высыхании.

В соответствии с этим, целью работы была морфологическая характеристика штаммов *V.cholerae* биовара Эль Тор методом атомно-силовой микроскопии. Изучение проводилось при помощи сканирующего зондового микроскопа Solver P47-PRO (NT-MDT, Россия), с кремниевыми кантileварами NSG01 (резонансная частота колебаний зонда – 150 кГц, константа жесткости 5,1 Н/м).

В работе было использовано 7 типичных штаммов *V.cholerae* биовара Эль Тор, выделенных в 1970-1972 гг. (Астрахань, Пермь, Башкирия) и 6

штаммов геновариантов, завезенных в 1993-1998 гг. (Дагестан, Краснодар, Татарстан). При изучении влияния осмотического и оксидативного стрессов на сравнительную выживаемость исследованных геновариантов и типичных штаммов было обнаружено, что геноварианты отличаются повышенной устойчивостью к данным стрессовым факторам. При этом установлено, что под действием повышенных концентраций соли и перевиси водорода у всех исследованных штаммов *V.cholerae* биовара Эль Тор происходят изменения поверхности и размеров клеток, а также средней арифметической и среднеквадратичной шероховатостей клеточной стенки. При установлении механизма повышенной устойчивости геновариантов к действию осмотического и оксидативного стрессов нами была изучена продукция экзополисахарида (ЭПС) данными изолятами, так как согласно данным литературы именно ЭПС способствует устойчивости клеток *V.cholerae* к действию указанных стрессовых факторов. Действительно, на поверхности геноварианта *V.cholerae* M1293 методом атомно-силовой микроскопии было выявлено присутствие дополнительного слоя, предположительно экзополисахарида, отсутствующего у типичного изолята - *V.cholerae* M1261 (см. рис. 1). При окраске рутениевым красным было подтверждено наличие слоя ЭПС на поверхности геновариантов *V.cholerae*.



**Рис.1.** АСМ изображения *V.cholerae* на абиотической поверхности. Метод отображения фазы. Время экспозиции NaCl 40 мин.  
А – *V.cholerae* M1261 – типичный, Б - *V.cholerae* M1293 – геновариантный.  
Обозначения: МК – микрокапсула

Таким образом, методом АСМ нами проведена динамическая характеристика штаммов *V.cholerae*, а также подтверждена повышенная продукция ЭПС на поверхности клеток геновариантов *V.cholerae*, которая может способствовать повышению их устойчивости к осмотическому и оксидативному стрессу и лучшему сохранению в окружающей среде.

# Исследования структурной организации хроматина методами корреляционной SIM-иммуноэлектронной микроскопии

О.А. Жиронкина<sup>1,2</sup>, В.Д. Черепанинец<sup>1,2</sup>, О.С. Стрелкова<sup>1,3</sup>, Ш. Денг<sup>4</sup>,  
А. Бельмонт<sup>4</sup>, И.И. Киреев<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Отд. электронной микроскопии НИИ физико-химической биологии им. А.Н.Белозерского МГУ им. М.В.Ломоносова

<sup>2</sup> Каф. клеточной биологии и гистологии Биологический факультет МГУ

<sup>3</sup> Факультет биоинженерии и биоинформатики МГУ

<sup>4</sup> Отделение клеточной биологии и биологии развития

Университет шт. Иллинойс, Урбана-Шампейн, США

Генетический материал клеток эукариот организован в пространстве путем многоуровневой упаковки ДНК в комплексе с белками (хроматина). Способ упаковки хроматина четко коррелирует с функциональным состоянием находящихся в нем участков генома, и может оказывать непосредственное регуляторное влияние на работу генов. Традиционно считается, что активно транскрибирующиеся гены ассоциированы с сильно деконденсированным хроматином (эухроматином), имеющим конформацию нуклеосомных фибрилл. В настоящей работе мы исследовали способ укладки ДНК в составе хроматина используя недеструктивные методы мечения различных функциональных участков генома на основе времени их репликации. Применение методов флуоресцентной микроскопии с суперразрешением (микроскопия со структурированным освещением) в сочетании с иммуноэлектронной микроскопией показали, что рано реплицирующийся эу-хроматин, подобно гетерохроматину, организован в виде фибрилл высшего порядка - хромонем диаметром до 200 нм. Сравнительный анализ линейных параметров этих фибрилл в фиксированных и живых клетках позволяет исключить артефактность наблюдаемых структур. Полученные данные подтверждают ранее высказанное предположение о возможности осуществления синтетических процессов на высокоструктурированной хроматиновой матрице и заставляют пересмотреть традиционные взгляды на структурную организацию хроматина.

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ (грант 13-04-00885 И.И.К)



# Морфологические особенности биопленок, формируемых спорообразующими бактериями

М.В. Зубашева<sup>1</sup>, Т.А. Смирнова<sup>1</sup>, Н.В. Шевлягина<sup>1</sup>, А.И. Кузин<sup>2</sup>,  
М.А. Николаенко<sup>2</sup>, Р.Р. Азизбекян<sup>2</sup>

<sup>1</sup> ФГБУ НИИ эпидемиологии и микробиологии им.Н.Ф.Гамалеи Минздрава РФ,  
123098, Москва, Гамалеи 18, Россия

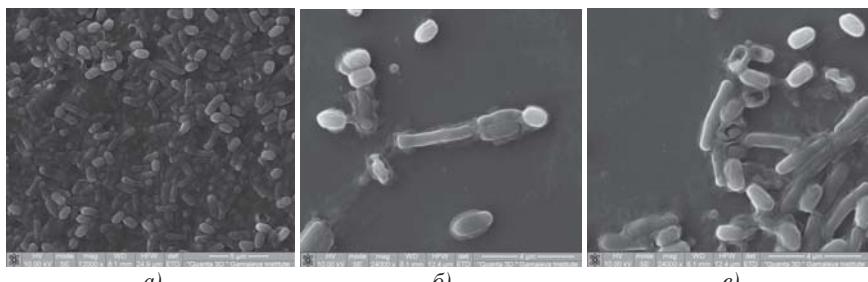
<sup>2</sup> ФГУП Государственный научно-исследовательский институт генетики  
и селекции промышленных микроорганизмов,  
117545, Москва, 1-й Дорожный проезд 1, Россия

Спорообразующие бактерии *Bacillus subtilis* и *Brevibacillus laterosporus* являются продуцентами широкого круга биологически активных веществ (БАВ) (антибиотиков, ферментов, средств защиты растений и др.). Эти бактерии способны формировать биопленки на границе раздела фаз жидкость-воздух (плавающая биопленка). Внутри биопленки из-за нехватки питательных веществ создаются условия для запуска процесса спорообразования, и увеличивается синтез БАВ, способствующий конкуренции бактерий за источники питания. Ультраструктура плавающего микробного сообщества спорообразующих бактерий мало изучена.

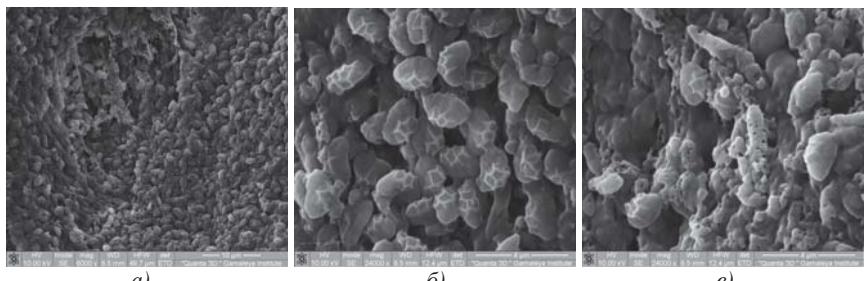
В качестве моделей для исследования морфологических особенностей плавающих биопленок были выбраны два вида бацилл *B. subtilis* и *B. laterosporus*. Биопленки получали на жидкой питательной среде LB при 37°C без встряхивания в течение 96 ч. Полученные биопленки исследовали методами световой и сканирующей электронной микроскопии.

Было показано, что в состав биопленок *B. subtilis* и *B. laterosporus* входят споры и вегетативные клетки. В препарате *B. subtilis* наблюдали покоящиеся споры и споры находящиеся на разных стадиях прорастания (рис.1а). Зрелые споры имели гладкую поверхность, были окружены аморфным веществом, предположительно являющимся экзополимерным матриксом (рис.1б). Выявлялись пустые споровые оболочки (рис.1с). Вегетативные клетки имели гладкую поверхность без признаков нарушения целостности клеточной стенки (КС).

В составе биопленки *B. laterosporus* преобладали зрелые споры с хорошо сформировавшимся параспоральным включением в виде каноэ (рис.2а). Споры этих бацилл имели характерную складчатую оболочку (рис.2б). Наряду со спорами наблюдали вегетативные клетки, на поверхности которых были видны множественные дефекты (рис.2с). В обоих препаратах исследованных бацилл споры и клетки тесно прилегали друг к другу, что является характерным признаком биопленки (рис. 1а, 2а).



**Рис. 1.** Изображения СЭМ (Quanta 200 3D): а) споры и вегетативные клетки *B. subtilis* в составе биопленки; б) покоящиеся и прорастающие споры *B. subtilis*, покрытые экзополимерным матриксом; в) споры, вегетативные клетки и пустые споровые оболочки *B. subtilis*.



**Рис. 2.** Изображения СЭМ (Quanta 200 3D): а) споры *B. laterosporus* в составе биопленки; б) споры *B. laterosporus* со складчатой поверхностью и парапспоральным включением в виде каноэ; в) вегетативные клетки *B. laterosporus* с дефектами в клеточной стенке.

Показано, что в 96 ч плавающей биопленке спорообразующих бактерий преобладают зрелые споры, находящиеся в тесном контакте между собой. Целостность бактериальной биопленки поддерживается межклеточным матриксом. Матрикс удерживает бактериальное сообщество на поверхности жидкой питательной среды, предотвращая ее оседание.

Морфологические исследования являются фундаментальной основой для микробиологических и биотехнологических исследований. Полученные нами данные могут быть учтены при оптимизации/синхронизации биотехнологических процессов с целью увеличения выхода целевых продуктов, например, БАВ.

# **Ультраструктурная оценка влияния светодиодного «душа» на репаративные процессы**

А.Ф. Ибрагимов, А. И. Байбеков, А.Х. Бугаев, Д. Н. Марданов

*Республиканский специализированный центр хирургии им. акад. В. Вахидова,  
Узбекистан, г. Ташкент, e-mail: baibekov@mail.ru;  
Ташкентская медицинская академия, Узбекистан*

Проведенными ранее исследованиями показан высокий стимулирующий эффект на процессы физиологической и репаративной регенерации кожи, желудочно – кишечного тракта и костного мозга общего лазерного облучения мелких животных, так называемый «лазерный душ» [3].

Фотонные аппараты серии «Барва» [2] упрощают применение «фотодуша». Однако экспериментально - морфологического обоснования их использования не проводилось.

Методами трансмиссионной и сканирующей электронной микроскопии – ТЭМ и СЭМ, а также световой микроскопии полутонких эпопон-аралдитовых срезов изучены изменения структур кожи, дерматомных ран и костного мозга при облучении поверхности тела крыс породы «Вистар», светоизлучающими диодами (Light Emitting Diode – LED) синего  $\lambda$  – 470 нм – 12, зелёного -  $\lambda$  -525 нм-12, и инфракрасного-  $\lambda$  -940 нм -12, матриц Барва –Флекс/СИК Барва –Флекс/ЗИК [2], со стандартными дерматомными ранами и интактных. Облучение проводили ежедневно по 2 мин. в течение 10 дней. Мощность излучения каждого светодиода – 5мВт Контрольная группа не подвергалась фотовоздействию.

Дерматомные раны, помимо местных проявлений воспалительной реакции вызывают сдвиги в соотношении нормальных эритроцитов – дискоцитов и их патологических форм – эхиноцитов, стоматоцитов, эритроцитов с гребнями и др. Это сопровождается возрастанием числа патологических форм эритроцитов и в костном мозге. LED «душ» контрольных животных вызывает ультраструктурные изменения клеток кожи, костного мозга кишечника и желудка, указывающие на интенсификацию специфических функций клеток, уже через 2-3 сеанса. При этом наиболее выраженным изменениям, которые свидетельствуют об этом, подвергаются структуры соединительной ткани и, особенно, микрососуды, что обеспечивает интенсификацию микроциркуляции. Возрастает пролиферативная активность, как эпителиальных, так и соединительнотканых клеток желудка, кишечника и кожи. В костном мозге, наряду с увеличением митотической активности и ускорением дифференцировки клеток, как эритроидного, так и лимфоидного ряда, существенно возрастает миграция зрелых клеток в

синусоидные капилляры и в циркуляцию. Возрастает фагоцитарная активность всех типов фагоцитов.

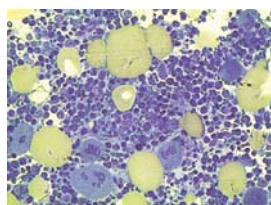
Ультраструктурные исследования показывают, что усиление пролиферации клеток сопровождается интенсификацией процессов их дифференцировки. В костном мозге, периферической крови, особенно крови в зоне раны увеличивается доля дискоцитов.

Ранее показано, что практически любой патологический процесс вызывает сдвиги в соотношении дискоцитов и патологических форм эритроцитов. Лазерное воздействие способствует нормализации соотношения дискоцитов и патологических форм эритроцитов [1]. Аналогичным действием обладает и LED – терапия.

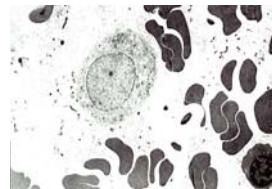
Структурные изменения клеток соответствующих органов при LED душе, особенно с использованием матрицы Барва – Флекс/ЗИК вполне сопоставимы с таковыми при душе лазером на парах меди [3]. Это указывает на то, что LED душ может выступать альтернативой лазерному душу. Возможность облучения с помощью LED больших поверхностей тела, обуславливает безальтернативность этого вида фототерапии при поражении больших поверхностей кожи, в частности, при ожогах.



**Рис. 1.** Патологические формы эритроцитов костного мозга. 3-е сутки после создания дерматомной раны. Контроль. ТЭМ



**Рис 2.** Костный мозг крысы. 3-е сутки после создания дерматомной раны. Облучение синим LED методом «душ». ПТС 10x40.



**Рис 3.** Увеличение количества нормальных эритроцитов в костном мозге LED «душ»

## Литература

1. И.М. Байбеков, Р.Ш. Мавлян-Ходжаев, А.Г. Эрстекис, С.В.Москвин. Эритроциты в норме, патологии и при лазерных воздействиях. / Москвин // Тверь. «Триада», 2008. стр. 256.
2. Коробов А.М. , В.А. Коробов, Т.А. Лесная Фототерапевтические аппараты Коробова серии «Барва». // Харьков.- 2010. с.176.
3. Baibekov I., Musaev E., Kasimov B, Ibragimov A. Influence of low intensive laser irradiation on intercellular intertissue interaction.- Rroc. SPIE. USA 01/95 V. 2323 P. 520-528.

# **Особенности ультраструктурной перестройки эндотелия коронарных микрососудов у детей разного возраста на этапах коррекции тетрады Фалло в условиях различной анестезиологической защиты**

**Г.М. Казанская, Е.Э. Кливер, А.М. Волков**

*ФГБУ «Новосибирский НИИ патологии кровообращения им. акад. Е.Н.Мешалкина  
Минздрав РФ, 630055, г. Новосибирск, Речкуновская 15, Россия*

Проведен сравнительный ультраструктурный анализ популяционного состава эндотелиальных клеток (ЭК) коронарных микрососудов (МС) на этапах коррекции тетрады Фалло (ТФ) в условиях искусственного кровообращения (ИК) в режиме умеренной (33–34°C) и глубокой (24–25°C) гипотермии и защиты миокарда раствором «Кустодиол» (группа 1) и фармакохолодовой калиевой кардиоплегией (ФХКП) (группа 2). В группе 1 диагностические биоптаты правого предсердия получали у 7 пациентов в возрасте 1,5±0,3 лет, а в группе 2 у 8 детей в возрасте 4,9±0,5 лет: I-до окклюзии аорты при температуре организма 33,7±0,3°C и 24,3±0,5°C в группе 1 и 2 соответственно, II-в конце окклюзии аорты (65,7±4,8 мин и 61,8±7,1 мин), III-после реперфузии миокарда при температуре 36,1±0,3° и 37,0±0,3°C.

До окклюзии аорты в группе 1 преобладают ЭК основного типа и темные (43,53±4,43% и 41,60±4,20% соответственно), светлые клетки выявляются значительно реже (10,12±2,73%). Число отечных и гиперосмированных ЭК составляет 0,98±0,45% и 3,77±2,55%. В группе 2 чаще всего встречаются ЭК основного типа (44,88±3,98%), тогда как светлых (21,86±2,33%) и темных (27,60±3,91%) существенно меньше. Количество отечных и гиперосмированных ЭК в группе 2 составляет 3,72±0,98% и 1,90±1,56%. В группе 1 объемная плотность микропиноцитозных везикул (МПВ) в ЭК основного типа, светлых и темных не имеет значимых различий и составляет 0,199±0,015, 0,161±0,011 и 0,186±0,014 соответственно. В группе 2 в ЭК основного типа объемная плотность МПВ не имеет достоверной разницы с группой 1 и составляет 0,174±0,020. Напротив, в светлых и темных ЭК доля объема, занимаемого МПВ ниже ( $P<0,05$ ), чем в группе 1 и составляет 0,123±0,006 и 0,147±0,009 соответственно. Кроме того, в группе 2 в отличие от группы 1 объемная плотность МПВ в ЭК основного типа и темных выше ( $P<0,05$ ), чем в светлых ЭК. В конце периода ишемии миокарда в группе 1 популяционный состав эндотелия МС не имеет значимых различий с доокклюзионным этапом операции, тогда как в группе 2 регистриру-

ется уменьшение ( $P<0,05$ ) числа темных ЭК ( $16,69\pm3,32\%$ ) и увеличение доли отечных ЭК ( $13,56\pm2,19\%$ ). Сходно с первым этапом операции количество темных ЭК в группе 2 ниже ( $P<0,05$ ), чем в группе 1, а количество отечных значительно превышает таковое у детей раннего возраста. Объемная плотность МПВ в светлых ЭК в обеих группах сохраняется на доокклюзионном уровне и составляет  $0,152\pm0,010$  и  $0,134\pm0,008$  соответственно. В отношении клеток основного типа в группе 1 регистрируется снижение ( $P<0,05$ ) доли объема, занимаемого МПВ по сравнению с первым этапом операции ( $0,160\pm0,008$ ), тогда как в группе 2 этот показатель не имеет значимой разницы с доокклюзионным периодом ( $0,219\pm0,016$ ). На этом фоне в группе 1 объемная плотность МПВ в ЭК основного типа становится ниже ( $P<0,01$ ), чем в группе 2. В темных ЭК, напротив, объемная плотность МПВ в группе 1 сохраняется на доокклюзионном уровне ( $0,174\pm0,012$ ), тогда как в группе 2 увеличивается при  $P<0,05$  ( $0,203\pm0,007$ ) относительно первого этапа операции. На этапе реперфузии миокарда в группе 1 растет лишь доля отечных ЭК относительно доокклюзионного этапа операции. В группе 2 количество ЭК основного типа становится ниже ( $P<0,05$ ) по сравнению с доокклюзионным этапом и периодом ишемии ( $35,78\pm0,67\%$ ), а рост числа светлых ЭК ( $31,42\pm5,42\%$ ,  $P<0,05$ ) сопровождается усилением в них локального отека цитоплазмы. Доля отечных ЭК снижается относительно предыдущего этапа операции ( $4,94\pm1,35\%$ ). Объемная плотность везикул в темных ЭК не имеет значимой разницы ни между группами, ни в группах по сравнению с каким либо из предшествующих этапов. Клетки основного типа демонстрируют иные реакции: в группе 1 отмечается увеличение при  $P<0,01$  объемной плотности МПВ, относительно предыдущего этапа ( $0,205\pm0,009$ ), тогда как в группе 2 этот показатель, напротив, снижается при  $P<0,05$ . Объемная плотность МПВ в светлых ЭК в группе 1 не изменяется, но в отличие от доокклюзионного и окклюзионного периодов становится ниже ( $P<0,01$ ), чем в клетках основного типа ( $0,149\pm0,012$ ). В группе 2 объемная плотность МПВ в светлых ЭК уменьшается относительно двух первых этапов операции ( $0,102\pm0,06$ ).

Таким образом, у детей, оперированных под защитой раствора «Кустодиол», интраоперационные сдвиги популяционного состава эндотелия МС ограничиваются увеличением доли отечных ЭК на этапе реперфузии. Изменения объемной плотности МПВ регистрируются только в ЭК основного типа. У детей, оперированных под защитой калиевой ФХКП изменения популяционного состава ЭК, индуцированные длительной ишемией миокарда, выражаются в увеличении доли отечных клеток и уменьшении числа темных ЭК, а вызванные реперфузией сердца – в снижении доли клеток основного типа. При этом изменения объемной плотности МПВ во второй группе детей затрагивают все морфологические разновидности клеток.

# **Effects of low-energy laser irradiation on human blood lymphocytes studied by electron microscopy**

**T.I. Karu, V.M. Manteifel**

*Institute of Laser and Information Technologies, Russian Academy of Sciences,  
Troitsk, Moscow region, Russia*

Exposure of lymphocytes with low-energy laser irradiation (LELI) results in synthesis of cytokines, participating in immunological response [1]. It was supposed that light sensitive reactions were evolved due to increasing mitochondria energetic metabolism through primary absorbing photons by cytochrome c oxidase [2]. Subsequent ATP synthesis activation as well formation of some other signals in mitochondria results in modulation of gene expression [3]. Electron microscopic study of lymphocytes, exposed by He-Ne laser ( $\lambda$  632.8 nm) is useful in interpretation of else unanswered mechanisms of low intensive laser therapy. The lymphocytes, isolated from human peripheral blood by Ficoll-Paque gradient, were irradiated at  $56 \text{ J/m}^2$  and analyzed 1 h after exposition. The dose- and time- regimes were taken on the basis of our lab data. Mitochondria, nucleus condensed chromatin, nucleoli and cytoplasm polysomes were well distinguished on thin cell sections, treated with heavy metal salts (dispersed chromatin is not revealed [4]). Changes of these organelles under LELI are presented below.

Changes of mitochondria. Exposed cells contain  $\sim 10$  lengthened mitochondria (to  $1.2 \mu$ ), whereas control cells have  $\sim 40$  short mitochondria; in both cases total mitochondrial volume per cell is the same. Thus, LELI induces fusion of mitochondria. Similar process was linked by some investigators to increase of ATP synthesis giving rise to activating cellular functions [5]. Thus, observed changes may be consequence of the activation of electron transport chain. In addition, a comparison of experimental and control cell populations shows that more 50% irradiated lymphocytes contain mitochondria with "light" matrix, while  $\sim 90\%$  control cells have mitochondria with "dark" matrix. It was supposed, that turnover of proteins in light mitochondria was accelerated due to decreasing matrix viscosity resulting in oxidative phosphorylation activation [6].

Loosening of condensed chromatin. The protein complexes and transcriptional factors were demonstrated to have the property of penetrating within interphase condensed chromatin to cause global unfolding high-order (30 nm) chromatin fibers [7]. We demonstrate that LELI result in reducing optical density (by 8.5%,  $p < 0.01$ ) of the bulk of chromatin masses (adjacent to nuclear membrane) occupying  $\sim 87\%$  of total condensed chromatin in the nuclear section. This shift reflects loosening majority of mentioned chromatin which may be consequence of unfolding DNP- fibers, constituting the chromatin areas. The irradiation also results in dispersion and decrease of condensed chromatin clumps in the centre

of nucleus. These changes may be connected with unfolding chromatin fibers in clump-nucleoplasm interface. We cannot also exclude unfolding chromatin fibers in the perichromatin regions of the main condensed chromatin masses, as theoretically their loosening have to be result in increasing of chromatin masses. In actuality this fact was not supported. Absence of increase of the chromatin may be consequence unfolding chromatin fibers on boundary of the condensed chromatin masses with nucleoplasm. It was established that unfolding DNP-fibers in perichromatin region was responsible for pre-mRNA synthesis [4]. So unfolding chromatin fibers under LELI may take place not only outside but inside of condensed chromatin areas as well.

Change of nucleolus. It was known that resting lymphocytes have ring-shaped (inactive) nucleolus with one fibrillar centre (FC) involving DNA-filaments; the FC is surrounded by dense fibrillar components (DFC). The nucleolus has a few of pre-ribosomes. In such nucleoli pre-rRNA synthesis is extreme low. Proportion of control lymphocytes with ring-shaped nucleolus is ~90%. Laser irradiation brings into appearance two or more FCs, fragmentation of DFC and increasing pre-ribosomes content. Proportion of exposed cells with such nucleoli is ~ 60%. Loss of ring-shaped structure of nucleolus in significant part of irradiated cells may be associated with active formation of pre-ribosomes.

Increase of cytoplasm polysomes. Two types of polysomes are usually found in eukaryotic cell: aggregates of ribosomes in cytoplasm and ribosomes attached to endoplasmic reticulum membranes. The former synthesize intracellular proteins, the latter synthesize excreted proteins. About 90% lymphocytes in the control are predominantly contained free ribosomes (no capable to protein synthesis) and only ~10% cells have a few polysomes. Contrary, 70-80% of irradiated lymphocytes are characterized by presence of considerable content of polysomes, involving polysomes attached to ER. So, enhancing protein synthesis for early post irradiation period is inherent for substantial proportion of the cells.

Thus, LELI results in increasing ATP synthesis in mitochondria, raising DNA transcription to mRNA (in the nucleus) and DNA transcription to rRNA (in nucleoli) as well elevating mRNA translation to proteins (in cytoplasm). Retaining high ATP level for 1 h may be essential for activation of gene expression, regulated on transcription and translation levels.

1. E.G. Novoselova, O.V. Glushkova, D.A. Chernenko, V.M. Chudnovsky, E.E. Fesenko. Photodermatol. Photoimmunol. Photomed. 2006, 22, 33-38.
2. T.I. Karu. Photochem. Photobiol. B: Biol. 1999, 49, 1-17.
3. T.I. Karu. Photochem. Photobiol. 2008, 84, 1091-1099.
4. S. Fakan. Histochem. Cell. Biol. 2004, 122, 83-93.
5. H. Chen, A. Chomyn, D.C. Chan. J. Biol. Chem. 2005, 280, 26185-26192.
6. B.A. Scalettar, J.R. Abne. Proc. Natl. Acad. Sci. USA. 1999, 88, 8057-8061.
7. G.L. Hager, J.G. McNally, T. Misteli. Cell. 2009, 35, 741-753.

# **Влияние электромагнитного излучения нетепловой интенсивности на митохондрии клеток Сертоли в семенниках крыс при стрессе**

Ю.Н.Королев, М.С.Гениатулина, Л.А.Никулина

*ФГБУ «РНЦ Медицинской реабилитации и курортологии»*

*Министерство здравоохранения РФ, Москва, Борисоглебский пер, д.9*

В настоящей работе проведено изучение действия электромагнитного излучения сверхвысокой частоты (ЭМИ СВЧ) нетепловой интенсивности на состояние митохондрий (Mx) клеток Сертоли при иммобилизационном стрессе. Постановка этого вопроса связана, в частности, с тем, что биологические эффекты ЭМИ СВЧ нетепловой интенсивности являются следствием не энергетического, а информационного его воздействия на организм [1]. Поэтому в условиях действия этого фактора представляло интерес выяснить реакцию биоэнергетических структур клетки – Mx при стрессе, действие которого приводит к усиленному расходу энергии.

Эксперимент проведен на беспородных крысах-самцах, которых подвергали иммобилизационному стрессу (однократное привязывание крыс к станку в течение 6 часов). До стресса (профилактический режим) и после стресса (лечебное воздействие) применяли курс ЭМИ СВЧ нетепловой интенсивности (аппарат «Акватон-2», ППМ – меньше 1 мкВт/см<sup>2</sup>, частота около 1000 мГц, всего на курс 8 процедур, время воздействия 2 мин.). Контролем служили животные, подвергнутые только действию стресса, без применения ЭМИ СВЧ. Забой животных проводили через 1 час (профилактика) и через 9 суток (при лечении). Исследование проводили на электронном микроскопе Libra 120 (Германия) с программой Carl Zeis SMT Technology system Division, включающей в себя как режим трансмиссионного исследования, так и математическую обработку внутриклеточных элементов.

Установлено, что уже через 1 сутки после стресса у животных контрольной группы суммарная площадь Mx в клетках Сертоли снижалась на 44,3%, ( $p < 0,01$ ) за счет уменьшения их средней площади почти в 3 раза ( $p < 0,01$ ). Mx становились более мелкими, их число повышалось по сравнению с таким у интактных животных на 56% ( $p < 0,01$ ). Однако эта реакция не компенсировала убыль общей массы Mx в клетках Сертоли после стресса. Деструктивные изменения Mx проявлялись в виде набухания и просветления матрикса, исчезновения крист, а также явлений миелиновой дегенерации. В дальнейшем, к 9 суткам после стресса, суммарная площадь Mx по-прежнему оставалась значительно сниженной, деструкция Mx сохранялась, а в отдельных клетках даже усиливалась. Эти сдвиги свидетельствовали о существен-

ном снижении уровня биоэнергетических процессов в клетках Сертоли после действия стресса. При применении ЭМИ СВЧ как до, так и после стресса обнаруживались отчетливые признаки повышения биоэнергетического обеспечения клеток Сертоли. В условиях профилактики суммарная площадь Mx не снижалась как в контроле, а оставалась на уровне интактных животных. Это происходило, в основном, за счет увеличения средней площади Mx почти в 1,5 раза ( $p<0,01$ ), однако их численность, наоборот, была снижена по сравнению с контролем на 27,7% ( $p<0,01$ ). При лечебном использовании ЭМИ СВЧ проявлялся тот же характер сдвигов: как суммарная, так и средняя площадь Mx превышала уровень контроля (соответственно на 50,9%,  $p<0,01$  и на 78,3%,  $p<0,01$ ), численность Mx уменьшалась на 16,2%. Следовательно, в указанных двух вариантах применения ЭМИ СВЧ при стрессе в клетках Сертоли наблюдалось укрупнение Mx, которое происходило за счет гиперплазии внутримитохондриальных структур, а также, возможно, в результате слияния мелких Mx. Значительно реже встречались деструктивные изменения Mx, уменьшалась степень их выраженности, миelinоподобные структуры обнаруживались в единичных клетках. Mx обычно имели умеренно просветленный матрикс и высокое содержание крист с расширенными просветами. Все эти сдвиги в размерах, численности и внутренней структуре Mx являлись отражением развития адаптационно-компенсаторных реакций, возникающих под влиянием ЭМИ СВЧ.

Таким образом, нетепловое информационное воздействие ЭМИ СВЧ в условиях иммобилизационного стресса оказало эффективное действие на механизмы регуляции энергетического гомеостаза в клетках Сертоли, что позволило организму противостоять негативному влиянию стресса как в условиях профилактики, так и лечения.

1. Синицин Н.И.. Петросян В.И., Елкин В.А. СПЕ-эффект//Радиотехника, 2000. №8. С.83-93.

# Конфокальная микроскопия срезов мозга мыши после трансплантации клеток нервного гребня

А.В. Косых, К.К. Сухинич, Е.А. Воротеляк, М.А. Александрова

*Институт биологии развития им. Н.К. Кольцова РАН,  
119334, г. Москва, Вавилова 26, Россия*

В настоящее время одним из основных направлений исследований в нейробиологии является изучение нейродегенеративных заболеваний, а также процессов восстановления спинного и головного мозга после повреждений. Уже показана эффективность трансплантаций эмбриональной нервной ткани для коррекции нарушений функций нервной системы при патологиях, однако использование эмбрионов человека в качестве донора тканей для трансплантаций невозможно. Кроме того, невозможно получение подобных аутологичных трансплантов. Таким образом, необходим другой клеточный источник для создания трансплантов.

Одним из возможных источников материала для создания аутотрансплантов могут быть клетки нервного гребня, расположенные в области балдж волоссянного фолликула. Балдж является эпителиальным компонентом волоссянного фолликула, располагается в области прикрепления мышцы, поднимающей волос, и сальной железы. В области балдж, помимо эпителиальных стволовых клеток, были обнаружены клетки, происходящие из нервного гребня, сохраняющие потенции нейральных стволовых. Анализ трансплантов клеток нервного гребня волоссянного фолликула мыши позволит оценить их потенции, а также возможность применения в рамках клеточных технологий.

В данной работе с помощью конфокальной микроскопии были исследованы транспланты клеток нервного гребня в головном мозге мыши на 7 сутки после операции. Клетки нервного гребня были выделены из выбрисс трансгенных мышей, несущих ген GFP под промотором  $\beta$ -актина. На 3 пассаже суспензию клеток вводили в мозг реципиента на 2,5 мм в глубину. Таким образом, трансплант был расположен в трех областях головного мозга: коре, мозолистом теле и стриатуме. На 7 сутки после операции мозг извлекали, готовили криосрезы толщиной 20 мкм, изучали трансплант с помощью методов иммуногистохимии на конфокальном микроскопе Leica TCS SP5.

Было показано, что к исследуемому сроку происходит интеграция транспланта, наблюдается прорастание GFP+ волокон в мозг реципиента, а также миграция клеток донора под оболочками мозга. Со стороны реципиента происходит глиальная реакция, без образования рубца, наблюдается прорастание волокон астроцитов в трансплант.

На 7 сутки после операции клетки трансплантата перестают экспрессировать маркеры нервного гребня, однако дифференцировка в нейральном направлении выявлена на низком уровне. Клетки, расположенные вне трансплантата после миграции под оболочками мозга, способны дифференцироваться в глиальном направлении.

Таким образом, клетки нервного гребня волосяного фолликула мыши способны интегрироваться в мозг реципиента, вступают в дифференцировку *in vivo*, однако на 7 сутки после трансплантации единичные клетки достигают терминальной дифференцировки. Необходимо продолжить исследование на более поздних сроках после операции для изучения взаимодействия клеток трансплантата и мозга реципиента, а также для определения судьбы клеток нервного гребня, чтобы определить их клинический потенциал. Изучение клеток нервного гребня волосяного фолликула является актуальным, поскольку наличие легкодоступных клеток с нейральным потенциалом позволит создать аутотрансплантаты, а также прояснить их функции в норме и патологии.

# Морфология и структура полисахаридных и полисахарид-неорганических частиц

А.Н. Красковский<sup>1</sup>, А.С. Егоров<sup>2</sup>, К.С. Гилевская<sup>1</sup>, В.И. Куликовская<sup>1</sup>,  
В.Е. Агабеков<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт химии новых материалов НАН Беларуси,  
220141, г. Минск, Ф. Скорины 36, Беларусь

<sup>2</sup> Институт физиологии НАН Беларуси,  
220072, г. Минск, Академическая 28, Беларусь

Биополимерные и неорганические нано- и субмикронные частицы представляют большой интерес для современной медицины и фармакологии. Морфологию и структуру полисахаридных и полисахарид-неорганических частиц изучали с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ, ЛЕМ-100СХ, Япония, ускоряющее напряжение 80 кВ, разрешающая способность по точкам 0,3 нм). Частицы хитозана и пектината кальция синтезировали методом ионотропного гелеобразования [1, 2]. Наночастицы пектин- $\text{Ag}^0$  получали восстановлением серебра из  $\text{AgNO}_3$  пектином (Пект – низкометоксилированный пектин, ПектА – амидированный низкометоксилированный пектин). Синтезированные частицы наносили на подслой поливинилформала или коллоция на медной сеточке, т.к. эти пленки обладают сравнимой механической прочностью и устойчивостью к электронной бомбардировке [3].

Сравнительный ПЭМ-анализ морфологии частиц хитозана и пектината кальция показал, что они имеют округлую близкую к сферической форму (рис. 1). Диаметр частиц пектината кальция и хитозана составляет 140–350 и 80–90 нм, соответственно. Частицы пектината кальция являются более полидисперсными по сравнению с хитозановыми.

Золь наночастиц пектин- $\text{Ag}^0$ , полученный в присутствии Пект, характеризуется узким пиком плазмонного резонанса с максимумом поглощения при 400 нм (рис. 2а), что характерно для частиц с диаметром ~10 нм. При восстановлении серебра ПектА образуется золь с более широким пиком с максимумом при 410 нм (рис. 2а), что соответствует полидисперсному образцу наночастиц с диаметром ~ 20 нм. Размер наночастиц пектин- $\text{Ag}^0$ , оцененный на основании положения максимума поглощения золей, хорошо соглашаются с результатами ПЭМ. Так, диаметр синтезируемых в присутствии Пект наночастиц пектин- $\text{Ag}^0$  составляет 6÷14 нм (рис. 2б), а полученных в присутствии ПектА – 17÷28 нм (рис. 2в). Полученные сферические наночастицы серебра заряжены отрицательно, что связано, вероятно, с формированием на их поверхности полимерной оболочки отрицательно заряженно-го пектина.

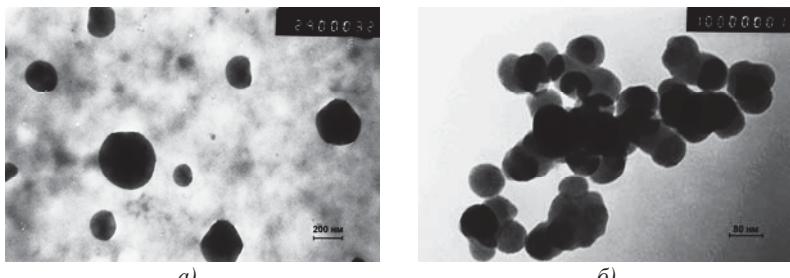


Рис. 1. ПЭМ-изображения частиц пектината кальция а) и наночастиц хитозана б).

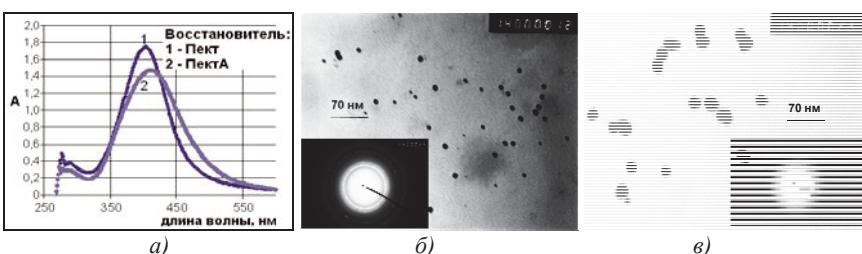


Рис. 2. Спектры поглощения (а) и ПЭМ-изображения наночастиц пектин- $\text{Ag}^0$  и соответствующие им электронограммы (б, в). Восстановитель: б) Пект; в) ПектА.

Измеренная методом динамического светорассеяния величина  $\zeta$  – потенциала сформированных частиц имеет как положительные, так и отрицательные значения, и составляет +23 мВ, -20 мВ и -37 мВ для частиц хитозана, пектината кальция и пектин- $\text{Ag}^0$ , соответственно.

Таким образом, с помощью метода ПЭМ можно исследовать морфологию и структуру как положительно, так и отрицательно заряженных полисахаридных и полисахарид-неорганических частиц.

1. O. Masalova, V. Kulikouskaya, T. Shutava, V. Agabekov. Physics Procedia, 2013, 40, 69-75.
2. A.H. Красковский, К.С. Гилевская, В.И. Куликовская, В.Е. Агабеков. Весці НАН Беларусі. Сер. хім. науки, 2013, в печати.
3. А.Н. Пилинкевич. Практика электронной микроскопии, 1961, 176.

# **Морфологические изменения свойства эритроцитов при их инкубации в криопротекторных растворах**

**А.О. Красникова<sup>1</sup>, А.В. Зинченко<sup>2</sup>, И.Ф. Коваленко<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> Институт сцинтилляционных материалов НАН Украины,  
61001, г. Харьков, просп. Ленинина 60, Украина

<sup>2</sup> Институт проблем криобиологии и криомедицины НАН Украины,  
61015, г. Харьков, ул. Переяславская 23, Украина

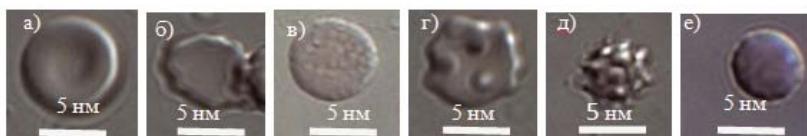
Эритроциты обладают высокой чувствительностью к изменениям физико-химических параметров окружающей среды. В частности, добавление органических соединений, в качестве криопротекторов и инкубация в них клеток приводят к определённым морфо-функциональным изменениям эритроцитов. Важным этапом криоконсервирования клеточных суспензий является их подготовка к замораживанию, предусматривающая ряд процедур, способных повлиять на морфологическое состояние клеток еще до низкотемпературного воздействия. Необходимо оценить воздействие, оказываемое криопротектором на клетку на этапе инкубации, для дальнейшего разделения факторов, связанных с процедурой криоконсервирования.

В связи с этим, целью данной работы являлось исследование морфологического состояния эритроцитов после эквилибрации в растворах глицерина (Гл), оксиэтилированного глицерина со степенью полимеризации  $n=5$  ( $O\bar{E}G_{n=5}$ ), диметилацетамида и  $O\bar{E}G_{n=5}$  в соотношении 1:2 ( $DMA\bar{C}+O\bar{E}G_{n=5}$ ) в зависимости от их концентрации методом оптической микроскопии. Эритроциты получали из венозной крови и трижды отмывали физиологическим раствором (0,145 mM NaCl) ( $pH\ 7,4$ ) центрифугированием при 800 g в течение 5 минут. Плотный осадок отмытых эритроцитов ресусPENDИРОвали этим же буфером в соотношении 1:5. Конечная концентрация криопротектора в суспензии составляла 20%, 40%, 60% и 80%. Изменение формы эритроцитов и их размеров контролировали при помощи инвертированного микроскопа Axio Observer.Z1, (Carl Zeiss, Германия). Использовали масляно-иммерсионный объектив х63.

Исследование эритроцитов донорской крови в норме показало, что популяция эритроцитов гетерогенна и состоит из различных типов клеток (рис. 1), включающих в себя дискоциты (88,7% от общего числа клеток, средний диаметр 7,8 мкм) и предгемолитические формы эритроцитов.

Популяция клеток, при концентрации 20% глицерина в растворе, представлена в основном тутовыми клетками (54,8% эритроцитов), предгемолитических форм до 30%. При увеличении концентрации неэлектролита до

60% в супензии клеток количество предгемолитических форм сокращается, что может быть связано с гемолизом клеток. Диаметры клеток увеличиваются, что связано с обезвоживанием эритроцитов.



**Рис. 1.** Фотографии морфологических форм эритроцитов, а - нормоциты; б - дискоцит с зубчатым краем; в - дискоцит с отростками; г - дискоцит «тутовая ягода»; д - сфероцит с отростками; е - гладкий сфероцит.

Для 20% концентрации ОЭГ<sub>n=5</sub>, также как и для Гл, в популяции преобладают «тутовые клетки» и сфероциты с отростками (59%, 29% соответственно). При дальнейшем повышении концентрации ОЭГ<sub>n=5</sub> в поле попадаются тени эритроцитов, что свидетельствует о гемолизе эритроцитов. Кренированные эритроциты проявляют склонность к образованию конгломератов. Клетки увеличиваются в диаметре, происходит обезвоживание. При концентрации 80% более 62% клеток гемолизировали.

Смесь проникающего криопротектора DMAЦ и ОЭГ<sub>n=5</sub> приводит к различным морффункциональным изменениям. Количество дискоцитов в популяции клеток взаимодействовавших с чистым ОЭГ<sub>n=5</sub> меньше, чем в растворах с добавлением DMAЦ+ОЭГ<sub>n=5</sub> соответствующей концентрации. Сохраняется склонность эритроцитов к слипанию, в результате чего образуются «монетные столбики» и более крупные конгломераты. Эквилибрация эритроцитов человека при 20°C в 72% растворе DMAЦ+ОЭГ<sub>n=5</sub> приводит к гибели 70% клеток.

Механизм трансформации формы эритроцитов под влиянием различных факторов до настоящего времени остается малоизученным. В литературе существуют две гипотезы, объясняющие изменение формы эритроцитов. Одна гипотеза связана с липидным бислоем, другая с белками цитоскелета. Различные вещества, способны встраиваться в мембрану, это приводит к возникновению сжимающих напряжений, ее деформациям и в конечном итоге, могут индуцировать изменения формы клеток.

Таким образом, проведенные качественный и количественный анализы изменения формы эритроцитов после инкубации их с криопротектором ОЭГ<sub>n=5</sub> и со смесью криопротекторов DMAЦ+ОЭГ<sub>n=5</sub> (1:2). Глицерин, при данных условиях эксперимента, показал лучшие результаты. При эквилибрации эритроцитов с DMAЦ+ОЭГ<sub>n=5</sub> (1:2) (концентрация до 60%) эритроциты подвержены изменениям в меньшей степени по сравнению с действием раствора ОЭГ<sub>n=5</sub>.

# Тест-система для поиска *in vivo* фармакологических агентов, способных влиять на экспрессию диоксинового рецептора человека

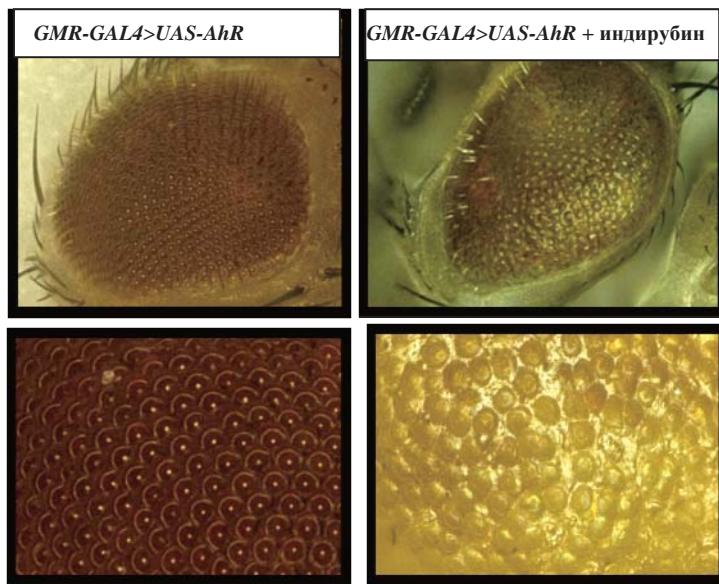
Б.А. Кузин, А.А. Акишина, Б.И. Мерцалов, Д.А. Куликова, О.Б. Симонова

Институт биологии развития им. Н.К. Кольцова РАН,  
119334 Москва, ул. Вавилова, д. 26

Одним из ключевых факторов регуляции метаболического ответа клеток млекопитающих на действие токсина является Арил-гидрокарбоновый (диоксиновый) рецептор (AhR). Белок AhR является фактором транскрипции. В цитоплазме он связывается с лигандом (токсином), после чего активируется и перемещается в ядро, где связывается с Xenobiotic Response Element в районе генов-мишеней и участвует в регуляции их транскрипции. AhR также является важным регулятором процессов пролиферации и дифференциации клеток. Однако о регуляции этой функции AhR известно не много. Не известны многие, регулирующие его активность, эндогенные факторы и лиганды, хотя потребность в их поиске очевидна, так как AhR играет важную роль в возникновении ряда онкологических заболеваний. Их поиск в условиях *in vivo* можно существенно упростить, создав в качестве тест-системы специально сконструированную для этих целей «гуманизированную» линию дрозофилы, что явилось предметом данного исследования. Нами были получены трансгенные мухи дрозофилы *UAS-AhR*, трансформированные конструкцией, содержащей ген *AhR* человека, способные экспрессировать белок AhR под контролем дрожжевого промоторного элемента *UAS*. Промотор *UAS* активируется дрожжевым фактором транскрипции GAL4, который можно привносить в геном *UAS*-содержащих трансгенных мух путём простых скрещиваний. Для специфической индукции AhR в глазных структурах мы использовали дрозофил линии-драйвера *GMR-GAL4*, у которых белок GAL4 нарабатывается в глазном имагинальном диске. Без своего лиганда эктопическая экспрессия человеческого рецептора AhR в глазных структурах мухи не нарушает их упорядоченность (Рис. 1), поскольку белок AhR неактивен. Однако потенциальный лиганд, способный активировать экспрессию AhR, должен повлиять на морфогенез и морфологию глаза, что позволит проводить поиск лигандов AhR и тестировать влияние различных генетических и фармакологических агентов на регулируемые белком AhR процессы.

В качестве тестового испытания фармакологического агента, способного влиять на экспрессию белка AhR, мы испытали – индирубин. Добавление его в питательную среду личинок дрозофил дикого типа не влияло на

морфологию глаз взрослых особей. Добавление его в питательную среду личинок *UAS-AhR/GMR-GAL4* привело к серьёзным дефектам в развитии глаза (Рис. 1) с частотой 100%: нарушение рядности омматидиев, почти полное отсутствие пигментных клеток. Эти дефекты говорят о подавлении пролиферации клеток глаза в процессе его развития, что свидетельствует о способности индирубина выполнять функции лиганда по отношению к AHR-человека и соответствует его статусу антиракового средства. Приведены фотографии глаз трансгенных дрозофил, сделанные с помощью цифрового микроскопа Keyence VHX-1000E. Мы признательны В.И. Папенко и О.Г. Козьма (ИМБ РАН) за помощь в изготовлении фотографий.



**Рис. 1.** Результат активации индирубином белка AhR человека в глазном имагинальном диске дрозофилы. Слева – глаз трансгенных мух с эктопической экспрессией неактивного AhR (контроль). Справа – глаз трансгенных мух с эктопической экспрессией активированного индирубином AhR (опыт). Внизу – фрагменты верхних фотографий с крупным изображением фасеточных структур.

Работа финансировалась Российским фондом фундаментальных исследований (проекты № 13-04-00074-а, № 12-04-00839-а) и Программой фундаментальных исследований Президиума РАН № 30П «Живая природа: современное состояние и проблемы развития» (подпрограмма «Динамика и сохранение генофондов»).

# **Обработка и анализ АСМ-изображений микроорганизмов с помощью программного модуля Image Analysis (группа методов Grain Analysis)**

**О.С. Кузнецов, Д.В. Уткин, П.С. Ерохин, Н.П. Коннов, В.Е. Куклев**

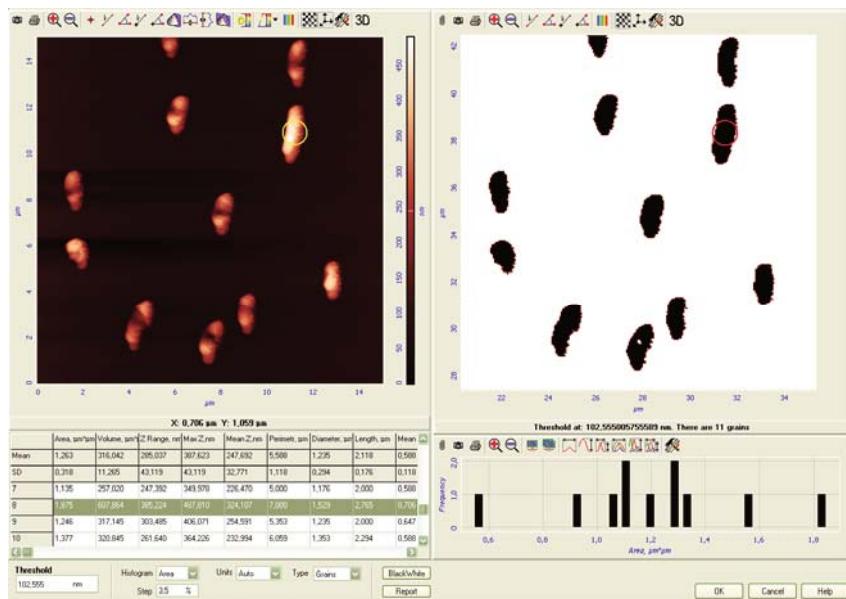
*ФКУЗ Российской научно-исследовательский противочумный институт «Микроб»  
Роспотребнадзора, 410005, г. Саратов, ул. Университетская, 46, Россия*

В настоящее время атомно-силовая микроскопия (АСМ) является методом, положительно зарекомендовавшим себя в ряде исследований по изучению особенностей поверхности микробных клеток. Входящее в комплект АСМ-микроскопа программное обеспечение позволяет не только получить двумерные изображения бактериальных клеток, но и производить дополнительную обработку их с помощью большого спектра встроенных фильтров, а также выполнять трехмерное моделирование и анимацию исследуемых объектов. Помимо получения сугубо морфологических данных, возможности встроенных программных модулей позволяют провести измерения морфометрических показателей группы объектов и последующую их статистическую обработку в ручном и автоматическом режимах.

Целью данной работы является обработка и анализ полученных АСМ-изображений бактерий на примере *Legionella pneumophila* (Рис. 1. А) с помощью модуля обработки изображений Image Analysis (группа методов Grain Analysis), входящего в стандартный комплект программного обеспечения сканирующего зондового микроскопа Solver P47-PRO (НТ-МДТ, Россия).

С использованием программы Grain Analysis (Рис. 1. Б) определены морфометрические показатели клеток бактерий (длина, ширина, высота, площадь, объем, периметр, среднеквадратичная шероховатость поверхности клетки (Рис. 1. В), максимальный размер, максимальная высота, средняя высота (Рис. 1. Г). Характеристики, полученные с использованием АСМ, включены в паспорта отдельных штаммов микроорганизмов Государственной коллекции патогенных бактерий «Микроб».

Таким образом, атомно-силовая микроскопия позволяет дополнить традиционные методы морфологического представления полученных данных возбудителей инфекционных болезней, добавив и расширив показатели морфометрических характеристик микроорганизмов.



**Рис. 1.** Полученные морфометрические показатели в окне программы анализа данных Grain Analysis (на примере клеток *Legionella pneumophila*).

# **Особенности локализации белка ТТН в эмбрионах дрозофилы и клеточной линии Шнайдер S2**

Д.А. Куликова, И.Б. Мерцалов, О.Б. Симонова

*Институт биологии развития им. Н.К. Кольцова РАН.  
119334 Москва, ул. Вавилова, д. 26*

Белок ТТН является продуктом гена *toothrin* (*tth*, *CG12175*), который ранее был обнаружен нами в геноме *D. melanogaster* и является одним из ортологов генов семейства *d4* позвоночных животных. Предполагается, что данный белок является транскрипционным кофактором и компонентом комплекса ремоделирования хроматина Brahma. Данный комплекс является гомологичным комплексу ремоделирования хроматина дрожжей *swi/snf* и *BAF* позвоночных, и является эпигенетическим регулятором транскрипции. Однако связь ТТН с хроматином и хроматин-ремоделирующим комплексом, а также его распределение в клетках дрозофилы не была показана.

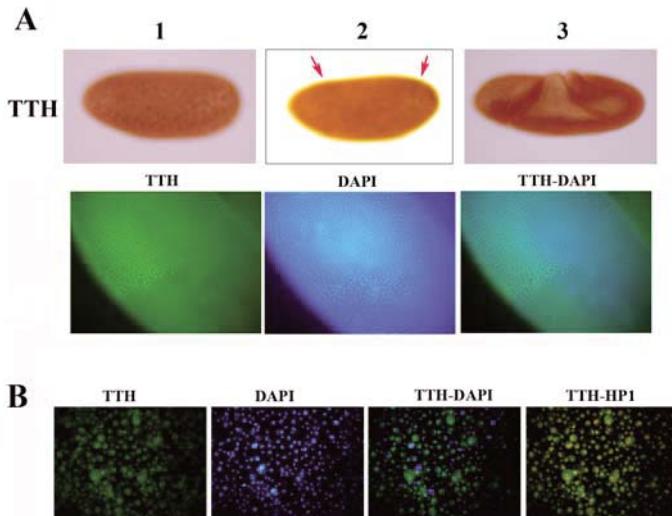
С использованием специфических антител мы изучили локализацию белка ТТН с помощью иммуногистохимического и иммунофлюоресцентного окрашивания эмбрионов и клеток Шнайдера S2. Нами было обнаружено, что белок ТТН локализуется в цитоплазме и ядре. В ядрах клеток S2 белок ТТН локализован в активном хроматине и отсутствует в гетерохроматине.

Было показано, что на стадии прецеллюлярной бластодермы, когда эмбрион представляет собой многоядерный синцитий, белок ТТН локализуется вокруг ядер. После целлюляризации белок обнаруживается в ядрах тех клеток приполярных областей эмбриона, где происходит активное деление. Во время деления клеток эмбриона белок ТТН находится в цитоплазме и не ассоциирован с метафазным хроматином. Подобная картина распределения характерна для белка Snr1, который также является компонентом хроматин-ремоделирующего комплекса Brahma дрозофилы. Гомологи этого белка есть у дрожжей - Snf5 и млекопитающих - hSnf5/INI1. У человека мутации гена *hsnf5* найдены в большинстве злокачественных ракоидных опухолей (malignant rhabdoid tumors - MRTs). Эти опухоли чрезвычайно агрессивны и смертельны в раннем детстве и возникают изначально в мозгу и почках. Наследственные мутации *snf5* классифицируют как семейный наследственный рак, называемый синдромом ракоидной предрасположенности (rhabdoid predisposition syndrome). Многочисленные данные свидетельствуют о том, что Snf5 эпигенетически контролирует пути, необ-

ходимые для правильного регулирования клеточного цикла, и отсутствие этого регулятора приводит к формированию опухоли. Мы предполагаем, что белок TTH также участвует в регулировании клеточного цикла у дрозофилы и возможно взаимодействует с белком Snr1.

Приведены фотографии, сделанные с помощью светового микроскопа VANOX-T (Olympus) и флуоресцентного микроскопа Axioskop 40 (Zeiss).

Работа финансировалась Российским фондом фундаментальных исследований (проекты № 11-04-02047-а, № 13-04-00074-а, № 12-04-00839-а) и Программой фундаментальных исследований Президиума РАН № 30П «Живая природа: современное состояние и проблемы развития» (подпрограмма «Динамика и сохранение генофондов»).



**Рис.1.** (А) Иммуногистохимическое окрашивание эмбрионов дрозофилы с помощью антител к белку TTH, вторичных анти-кроличьих антител, коньюгированной с пероксидазой хрена и субстрата пероксидазы Диаминобензидина-DAB. (1) стадия прецеллюлярной бластодермы; (2) стадия цепллюлярной бластодермы; (3) стадия 8-9 развития. Красные стрелки указывают районы ядерной локализации TTH. (В) Иммунофлуоресцентное исследование локализации белка TTH в ранних эмбрионах дрозофилы (вверху), и клетках Шнайдера S2 (внизу). Обозначения: DAPI-окрашивание ядерной ДНК; TTH - окрашивание антителами против белка TTH дрозофилы; HP1-окрашивание антителами против белка гетерохроматина HP1.

# **Использование сканирующей электронной и конфокальной лазерной микроскопии для исследования ультраскельптуры и микробиоты поверхности плода *Malus Mill. (Rosaceae)***

Т.Х. Кумахова<sup>1</sup>, О.О. Белошапкина<sup>1</sup>, А.В. Бабоша<sup>2</sup>, А.С. Рябченко<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Российский государственный аграрный университет – МСХА имени К.А. Тимирязева, Москва

<sup>2</sup> Главный ботанический сад имени Н.В. Цицина РАН, Москва

Исследование микроструктуры поверхности плодов и оценка их состояния на воздействие грибных патогенов относится к числу наиболее приоритетных направлений современной биологии и практической фитопатологии в связи с проблемой лежкости. Эффективность защитных мероприятий, направленных на снижение потерь при хранении плодов, во многом определяется достоверной информацией об особенностях тонкого строения их поверхности и динамики изменений видового состава микробиоты. Однако взаимосвязь ультраскельптуры поверхности и микробиоты плодов практически не изучена [1–3].

Зрелые плоды разных представителей *Malus domestica* Borkh. собирали с плодовых растений, произрастающих на горных экспериментальных площадках в Кабардино-Балкарии и в Мичуринском саду РГАУ-МСХА имени К.А. Тимирязева. Материал отбирали в конце июля и начале августа из средней части кроны 3-х модельных деревьев. Плоды изучали непосредственно в ходе созревания и после хранения в течение 2–6 мес. в холодильной камере при температуре +4°С. Поверхность исследовали при помощи сканирующей электронной микроскопии (СЭМ, LEO-1430 VP, Carl Zeiss, Германия) и конфокальной лазерной микроскопии (*Olympus FV1000D*, Япония). Для исследований методом СЭМ образцы вырезали в области экватора плода на одинаковом расстоянии от долей чашечки и плодоножки, помещали на столик замораживающей приставки «*Deben CoolStage*», охлаждали до –30°С и просматривали в режиме высокого вакуума. На конфокальном микроскопе автофлуоресценцию поверхностных срезов изучали при возбуждении светом 405, 473 и 560 нм.

При исследовании методом СЭМ на поверхности плодов яблони обнаружена толстая кутикула и мощные восковые отложения разной конфигурации, а также устьица (на ранних стадиях развития) и чечевички, которые, возможно, впоследствии становятся основными путями внедрения в ткани перикарпия грибных патогенов и сапротрофов. Ультраскельптура поверхности изученных плодов сортоспецифична. Кроме того, при хранении пло-

дов в кутикуле образуются микротрешины, представляющие особую нишу со специфическим составом микробиоты. Механизм появления микротрешин малоизучен. Предполагается, что они являются результатом деятельности грибных ферментов, таких как кутиназа и целлюлаза [4]. Поскольку у некоторых из изученных плодов микротрешины были заполнены многочисленными гифами грибов, можно предположить, что они представляют собой наиболее уязвимые участки поверхности, заселение которых происходит в первую очередь.

При исследовании поверхности яблок с помощью конфокального микроскопа гифы гриба обнаружены в полости чечевичек. Клеточные стенки гиф обладали интенсивной флуоресценцией в синей части спектра, благодаря чему хорошо выделялись на фоне клеток заполняющей ткани чечевички флуоресцирующих преимущественно в желтой и красной области. В наших экспериментах наличие грибных гиф в тканях перикарпия наблюдали у плодов, сохраняющих хороший товарный вид. Можно предположить, что обнаруженный нами мицелий относится не к патогенным видам, а к сапрофитным грибам с онтогенетическими свойствами, для которых характерен синтез веществ фенольной природы. Вместе с тем наличие подобной микробиоты может служить индикатором состояния плодов, их способности к длительному хранению.

1. Кумахова Т.Х., Меликян А.П. Ультраструктура кутикулы плодов разных сортов *Malus domestica* (Rosaceae) // Бот. ж. 1989. Т. 74. № 3. С.328–332.
2. Пшихачев Т.Х. Хозяйственно-биологическая характеристика иммунных к парше сортов яблони и некоторые приемы их возделывания в лесогорной плодовой зоне Кабардино-Балкарии // Автореф. канд. дис. 2000.
3. Климова Е.В. Особенности экологизированной защиты от фитопатогенов в горных садах КБР (Захист яблони від парши і інших хвороб) // Экологическая безопасность в АПК. Реферативный журнал. 2006. №. 1.
4. Страсбургер Э. и др. Ботаника. (Физиология растений). Изд. «Академия». 2008. 491 с.

# 3D электронномикроскопический анализ структур, формируемых структурным белком Gag ретровируса *gypsy* при экспрессии в бактериальной клетке

О.Г. Леонова<sup>1</sup>, Б.В. Сёмин<sup>2</sup>, В.И. Попенко<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт молекулярной биологии им. В.А.Энгельгардта РАН, Москва, Россия;

<sup>2</sup> ГНУ Всероссийский научно-исследовательский и технологический институт биологической промышленности,

Московская область, Щёлковский район, п. Биокомбината, Россия

Ретровирус дрозофилы *gypsy* является важным модельным объектом для изучения биологии эндогенных ретровирусов. *Gypsy* привносит вклад в нестабильность генома за счёт внутригеномных транспозиций. В то же время *gypsy* - пример способности эндогенного ретровируса распространяться между разными геномами [1].

*Gypsy* прост в своей организации и содержит только обязательные для ретровирусов гены: *gag*, *pol* и *env*. Организация структурного полипротеина (Gag) *gypsy* имеет ряд характерных особенностей, к которым относится, в том числе, отсутствие процессинга [2]. В открытой рамке считывания (OPC), кодирующей Gag *gypsy*, имеются два ATG кодона. Первый ATG открывает OPC, а второй находится на расстоянии в 120 нуклеотидов от первого в окружении предпочтительного нуклеотидного контекста для старта трансляции [3].

Мы электронномикроскопически на срезах клеток *Escherichia coli* исследовали структуры, которые формирует Gag *gypsy* при экспрессии в бактериальной системе. Экспрессия белка в бактериальных системах удобна для выявления его потенциала образовывать макромолекулярные структуры в отсутствие факторов эукариотической клетки. Мы создали две конструкции для синтеза двух теоретически возможных форм белка в *E. coli*: I – белок начинается с предпочтительного места инициации трансляции, II – белок соответствует полноразмерной OPC Gag *gypsy*.

При экспрессии конструкции II в клетках *E.coli* выявлялись тельца включения в виде рыхлых аморфных структур, занимающих значительную часть цитоплазмы клеток. При экспрессии конструкции I в клетках *E.coli*, на срезах были обнаружены структуры, имеющие на ультратонких срезах вид протяженных тяжей из параллельных нитей. Подобные структуры ранее были описаны на ультратонких срезах при экспрессии структурного белка Gag ретранспозона дрозофилы *copia* в бактериальных и дрожжевых

клетках [4, 5], а также делетированной формы белка Gag вируса обезьян M-PMV в клетках *E.coli* [6].

Для выяснения пространственной организации этих структур в клетке была проведена трехмерная реконструкция на основе серийных ультратонких срезов с помощью разработанной нами программы STERM. На 3D моделях показано, что они представляют собой сложные конструкции в виде плоских ламеллярных структур из параллельно расположенных плоскостей.

В клетках *E.coli*, экспрессирующих конструкцию I, но культивируемых при пониженных температурах, мультиламеллярные структуры не были выявлены, однако в них появлялись тельца включения в виде аморфных агрегатов, характерных для экспрессии конструкции II. По всей видимости, такие тельца включения состоят из глобулярных вирусоподобных частиц (~27 нм) сходных по размеру с теми, которые образуются в клетках *Drosophila*. Такие частицы были очищены и выделены из лизатов бактериальных клеток, экспрессирующих как конструкцию I, так и конструкцию II.

Полученные данные доказывают, что в бактериальных клетках Gag *gurpsu* способен самостоятельно, без участия факторов эукариотической клетки и полноразмерной вирусной РНК, формировать два принципиально различных структурных типа: ламеллярные структуры и вирусоподобные частицы. Причём условия экспрессии белка существенно влияют на формирование того или иного структурного типа. Ламеллярные структуры образуются, по-видимому, без участия РНК и при высокой локальной концентрации белка. Напротив, мультимеризация белка в вирусоподобные частицы происходит в присутствии нукleinовой кислоты. По-видимому, для образования вирусоподобной частицы мономерами Gag в бактериальных системах экспрессии не важны механизмы специфического белок-нуклеинового узнавания, которые имеют место при репликации вируса в хозяйских клетках.

1. Syomin B.V., Fedorova L.I., Surkov S.A., Ilyin Yu.V. 2001. Mol. Gen. Genet. 264: 588-594
2. Syomin B., Ilyin Yu. 2006. Dokl. Biochem.Biophys. 408: 120-122
3. Syomin B.V., Leonova O.G., Trendeleva T.A., Zviagil'skaiia R.A., Ilyin Yu. V. Popenko V.I. 2012. Molecular Biology. 46: 298-307.
4. Yoshioka K. et al., Kanda H., Kondo S., Togashi S., P, Miyake T., Shiba T. 1991. FEBS Lett. 285: 31-34
5. Yoshioka K., Fujita A., Condo S., Miyake T., Shibab T. 1992. FEBS Lett. 302: 5-7
6. Rumlova-Klikova M., Hunter E., Nermut M.V., Pichova I., Ruml T. 2000. J. Virology. 74 :8452-8459

# Ультраструктура нейтрофилов, зараженных вирулентным и авирулентным штаммами хантавируса

И.Н. Ляпун<sup>1</sup>, Н.Г. Плехова<sup>1,2</sup>, Е.В. Пустовалов<sup>2</sup>, Е.И. Дробот<sup>1</sup>,  
Л.М. Сомова<sup>1</sup>, Г.Г. Компанец<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ФГБУ «Научно-исследовательский институт эпидемиологии и микробиологии имени Г.П. Сомова» СО РАМН, 690087, г. Владивосток, Сельская, 1, Россия

<sup>2</sup> Дальневосточный Федеральный университет, 690950, г. Владивосток, Суханова 8, Россия

При инфицировании вирусом в эукариотической клетке наблюдаются специфические морфологические и цитофизиологические изменения, которые не встречаются при других патологических состояниях клеток. Клетки врожденного иммунитета (нейтрофилы и моноциты/макрофаги) одними из первых подвергаются инфекционному воздействию вирусов и принимают активное участие в развитии заболевания, в частности геморрагической лихорадки с почечным синдромом, инфекционным агентом которой является хантавирус (ХВ) [1]. Цель исследования – изучить морфологические изменения клеток врожденного иммунитета под влиянием штаммов хантавируса с разной вирулентностью.

Первичную культуру нейтрофилов морских свинок получали, вызывая внутрибрюшинное воспаление путем введения стерильного 1 % мясопептонного бульона (5 мл). Через 18 ч, собирали лейкоконцентрат, концентрацию клеток доводили до  $4 \times 10^6$  кл/мл и заражали вирулентным ПМ95 и адибулентным 212 штаммами вируса Hantaan, исходя из посадочной концентрации клеток и величины титра вируса, используемого для заражения, не менее 5 инфекционных ед. на клетку. После завершения эксперимента клетки на покровных стеклах подвергали специальной обработке для исследования методом СЭМ, изображения образцов были получены на электронном микроскопе Ultra 55 с ускоряющим напряжением 800 В – 1 кВ.

В трехмерном пространстве неактивированные нейтрофилы имели характерные треугольной формы выросты на поверхности и, в целом, поверхность клеток была гладкая с небольшими выемками. При адгезии на стекле выросты исчезали, сглаживалась поверхность плазмалеммы, нейтрофилы приобретали округленную форму и по их периметру наблюдались псевдоподии. После 15 мин контакта с ХВ обнаруживались признаки стимуляции нейтрофилов. Это проявлялось появлением многочисленных округлой формы складок на поверхности нейтрофилов, которые свидетельствовали об их специфической активации, также в этот период на поверх-

ности клеток определялись вирусные частицы. Через 45 мин специфическая стимуляция клеток была более выражена, складчатость поверхности нейтрофилов увеличивалась, усиливалась адгезия клеток к поверхности, что приводило к их уплощению, выявлялись ветвящиеся псевдоподии при заражении вирулентным штаммом ХВ, тогда как при заражении авирулентным штаммом ХВ псевдоподии располагались по периметру клетки и имели округлую форму. С течением времени, при заражении вирулентным штаммом ХВ, определялись нейтрофилы с наличием на их поверхности экзоцитированных компонентов, количество клеток со сглаженной поверхностью увеличивалось, в то время как при заражении авирулентным штаммом ХВ поверхность нейтрофилов все еще имела складчатую структуру. Помимо этого, появлялись уплощенные клетки, где обнаруживалось большое количество вирусных частиц. После 6 ч контакта с вирулентным штаммом ХВ все нейтрофилы округлялись с появлением многочисленных выемок их поверхность приобретала пенистый вид, между клетками обнаруживались фибрillоподобные псевдоподии. При заражении авирулентным штаммом ХВ такие клетки выявлялись в небольшом количестве, а полное округление поверхности нейтрофилов, исчезновение складок и появление многочисленных выемок выявлялись только через 7 ч контакта.

После 18-24 ч инфицирования ХВ вне зависимости от вирулентности штамма, общее количество клеток уменьшалось вследствие их деградации, оставшиеся нейтрофилы были округленной формы без псевдоподий.

Таким образом, метод СЭМ дает возможность обнаружить способность различных штаммов хантавируса адгезировать к поверхности нейтрофилов, а также позволяет более точно охарактеризовать изменения архитектоники клеток, происходящие под воздействием инфекционного агента.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (государственный контракт № 16.740.11.0182).

1. *Markotić A., Hensley L., Daddario K., Anderson K., Schmaljohn C., Coll. Antropol.*, 2007, 31(4): 1159-1167.

# Ультраструктурные исследования структуры вируса гриппа в зависимости от pH-перестройки

А.А. Маныкин, О.П. Жирнов,

ФГУП «НИИ Вирусологии им. Д.И. Ивановского РАМН» Минздравсоцразвития РФ.  
г. Москва, Россия

Вирус гриппа имеет два структурных модуля: внутренний рибонуклеопротеид (РНП), содержащий вирусную геномную РНК, и наружную липидную оболочку, в которую встроены трансмембранный белок ионных каналов M2 и вирусные гликопротеиды HA (гемагглютинин) и NA (нейраминидаза), формирующие шипы («спайки») на поверхности вирионов. Оба модуля связаны в вирионе посредством белкового матрикса M1. Изучено влияние кислой среды с pH 4,2-4,5 на вирус гриппа, выращенный в культуре клеток почки собаки (линия МДСК). Вирус A/Aichi/2/68 (H3N2), синтезированный в МДСК содержал нерасщепленную форму гемагглютинина HA0 (м.м. 78 кД). Такие вирионы были резистентными к кислой среде и непроницаемыми для фосфорно-вольфрамовой кислоты (ФВК), используемой в качестве контрастирующего красителя для электронной микроскопии, и не снижали своих инфекционных свойств после кислотной обработки. После расщепления поверхностного гемагглютинина HA0 на HA1+HA2 трипсином вирус приобретал чувствительность к кислой среде и после кислотной обработки становился проницаемым для ФВК, а также терял инфекционную активность и имел более жесткую связь вирусного РНП с белковым матриксом M1. Эти данные указывают на то, что структурная форма расщепленного гемагглютинина на поверхности вириона координирует трансмембранное взаимодействие между внешними и внутренними компонентами вируса гриппа.

Образцы культуральной жидкости, полученной в МДСК-Н, осветляли для удаления клеточных обломков, делили на две части, одну из которых обрабатывали трипсином для расщепления HA0→HA1+HA2. Затем образцы 2 и 4 обрабатывали при pH 4,2 в течение 30 мин и нейтрализовали до pH 8,0. Препарат 1 – интактный вирус с HA0; 2 – интактный вирус с HA0, обработанный pH 4,2; 3 – активированный вирус с HA1/HA2; 4 (а-г) – активированный вирус с HA1/HA2, обработанный pH 4,2 (а и б – при обычном увеличении, в и г – при высоком увеличении).

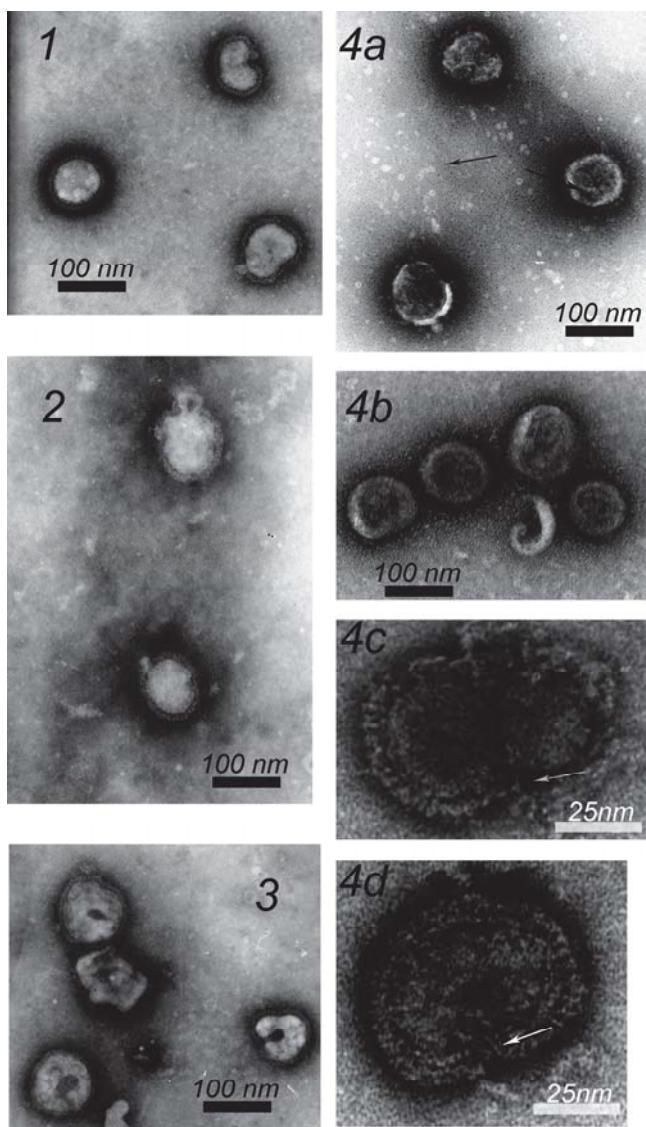


Рис.1. Электронная микроскопия вируса гриппа А после обработки кислым pH.

# **Ультраструктурные изменения микобактерий лепры под влиянием препаратов растительного происхождения**

А.К.Маслов

*ФГБУ «НИИЛ» Минздрава России 414057, г. Астрахань, проезд Н.Островского, 3*

При использовании препаратов растительного происхождения значительно редки случаи индивидуальной непереносимости и проявления нежелательных побочных эффектов. Все многообразие веществ, содержащихся в растениях и сложная система связей между ними, определяют эффективное комплексное гармонизирующее влияние на организм при низкой токсичности и высокой эффективности. Основываясь на предыдущих исследованиях, мы использовали в качестве терапевтических препаратов лиофилизированную пероксидазу из корня хрена и молотый корень хрена (в дозах 100 мг/кг комбикорма). У мышей линии СВА, зараженных материалом от человека (модель Шепарда) изучали через 3, 6, и 9 мес. после начала лечения активность миелопероксидазы (МП) нейтрофильных гранулоцитов крови, количественное содержание микобактерий лепры (МЛ) в подушечках лап мышей и морфологическое состояние МЛ при помощи электронного микроскопа. Лечение препаратами сопровождалось изменениями ультраструктуры *M.leprae* (частичное или полное отсутствие электроноденплотной части клеточной стенки, отсутствие микрокапсулы, деструкции внутрицитоплазматических структур), что способствует большей доступности бактериальной клетки для фагоцитоза. Продолжительное лечение способствует повышению МП-системы нейтрофилов периферической крови мышей. Ряд положительных свойств, которыми обладают фитопрепараты, позволяют рекомендовать их использование в комплексной терапии лепры.



# On processing field samples of the desmids (Desmidiales, Viridiplantae) for scanning electron microscopy

A.N. Neretina<sup>1</sup>, O.G. Grishutkin<sup>2</sup>

<sup>1</sup> A.N. Severtsov Institute of Ecology and Evolution,  
119071, Moscow, Leninsky Prospekt 33, Russia

<sup>2</sup> Mordovian Natural Reserve named after P.G. Smidovich,  
431230, Pushta, Lesnaya 9A, Temnikovskii raion, Republic Mordoviya, Russia

Desmids (Desmidiales, Viridiplantae) are beautiful microscopic green algae which occur in freshwaters all around the world. Desmid cell size ranges from 10 µm to more than 1 mm. For over 150 years desmids were fascinating the professional microscopists and amateurs because of elegant shape, complex symmetry and elaborate ornamentation of their cellulose cell wall. During this period more than 6000 species of the desmids have been described based only on light microscopy. However most desmid genera have been regarded as artificial and need a taxonomic revision [1]. Difficulties with definition of taxa slow down development of important applied hydrobiological and ecological researches.

It is well known that scanning electron microscopy (SEM) allows to solve some taxonomic problems. For example, modern taxonomy of diatoms is established mainly on the observations with SEM. It is very likely that SEM (in combination with other methods) will be the useful tool for taxonomic revisions of some large and presumably artificial desmid genera. So far in the western literature there are few publications dedicated to the techniques for processing field samples of desmids for SEM. Russian desmidologists use SEM in the investigations very rarely as well. Therefore the aim of our study is to test different methods of the desmid preparation for SEM.

As a material for our study we used several formaldehyde-fixed samples of squeezings from *Sphagnum* mosses with high abundance of the desmids. We tested three techniques: air drying of cells from water (AD) [2], critical point drying (CPD) [3] and hexamethyldisilazane drying (HMDS) [4]. For AD the drop of field material was dried simply on the aluminum stub. For CPD and HMDS, the material was placed on the square pieces of filter paper covered by thin sticky layer of gelatin to ensure better adhesion of desmid cells. Foreign desmidologists commonly use glass coverslips coated with poly-L-lysine in order to increase adhesion of desmids [5]. We replaced this commercial reagent on more accessible and cheap gelatin. Then the samples were dehydrated in the graded ethanol series (30, 50, 70, 96%, 10 min each) and transferred to 100% acetone. Further operations for CPD and HMDS respectively were conducted

following previous articles [3, 4]. Dried specimens were coated with Au-Pd in Giko IB-3 Ion Coater. SEM observations were conducted using a CamScan microscope.

AD is the most rigorous method, leading in obvious artifacts. Many deformed cells are observed. Large delicate cells are always damaged. However some small species are found to be in a good state. AD allows us to avoid lack of rare taxa (with low abundance in the samples) during the multi-step procedures described for CPD and HMDS. This method also takes little time. AD does not require expensive reagents or chemical substances that are dangerous for human health as well. CPD and HMDS yield good stable results without artifacts both for large and small desmid cells, although a small amount of damaged cells is usually found in each sample. Nevertheless preparation using these two methods occupies much time and requires special reagents and instruments. CPD is the most frequently used method for desmid preparation [3]. HMDS is rarely used in the work with a plant material. In general, HMDS is more usually applied for animal specimens [4]. In our work we revealed that HMDS can be used successfully for desmids.

Thus CPD and HMDS allow to achieve the best quality of specimens, while AD is quite suitable only for small-sized desmids. The choice of method depends on tasks of a researcher, accessibility of the reagents and instruments for CPD and HMDS. In total, all three tested methods are not difficult and we hope that SEM will become a common tool in the investigations of the desmids.

We are much indebted to Alfred van Geest (Amsterdam, the Netherlands) and Marien van Westen (Assen, the Netherlands) for assistance with search of references; to Dr. A.A. Kotov and Prof. N.N. Smirnov (Laboratory for Ecology of Aquatic Communities and Invasions, A.N. Severtsov Institute of Ecology and Evolution) for improving the manuscript.

1. *A.J. Brook*. The biology of desmids, (1981), Botanical Monographs, 16, 1-42.
2. *F.A.C. Kouwets*. Br. phycol. J., 1984, 19, 333-347.
3. *S.B. Gough, T.W. Garvin, W.G. Woelkerling*. Br. phycol. J., 1976, 11, 245-250.
4. *C. Laforsch, R. Tollrian*. Arch. Hydrobiol., 2000, 149, 587-596.
5. *J. Šťastný*. Fottea, 2010, 10 (1), 1-74.

# Трехмерная структура вируса штриховатой мозаики ячменя с разрешением 0,55 нм.

Е.В. Печникова<sup>1</sup>, D. Clare<sup>2</sup>, Е.В. Скурат<sup>3</sup>, А.Г. Соловьев<sup>4</sup>, О.С. Соколова<sup>1,3</sup>, Е.В. Орлова<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт кристаллографии им. Шубникова, Москва, Ленинский пр-т, 59

<sup>2</sup> Birkbeck College, University of London, Malet St, London WC1E 7HX, UK

<sup>3</sup> МГУ им. Ломоносова, Биологический ф-т, Москва, Ленинские горы, 1, корп 12

<sup>4</sup> МГУ им. Ломоносова, Институт Физико-Химической биологии имени

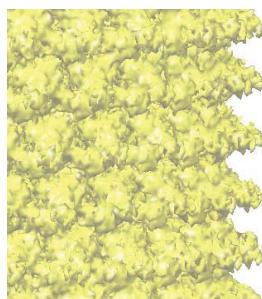
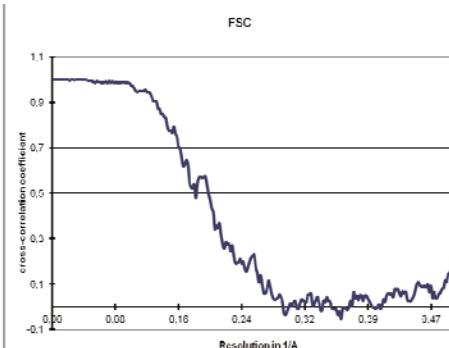
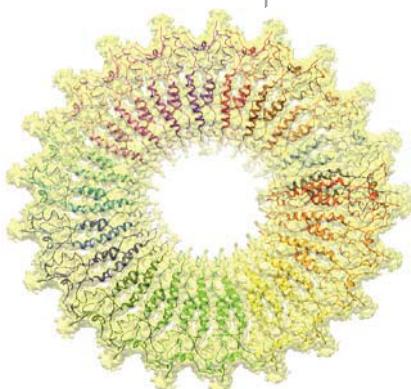
А.Н. Белозерского Москва, Ленинские горы, 40.

Вирус штриховатой мозаики ячменя (ВШМЯ) принадлежит к роду *Hordeivirus*, который включает в себя растительные вирусы с трехчастным геномом, представленным РНК положительной полярности. Части генома упакованы в отдельные вирусные частицы. Вирус передается при контакте между растениями, через семена и пыльцу и вызывает заболевания от легкой мозаики до летального некроза. Вирусная инфекция приводит к потере до 20% урожая ячменя. Вирион имеет форму жесткой палочки с каналом внутри и со спиральной укладкой РНК и белка оболочки.

Структура представителей рода *Hordeivirus* мало изучена, хотя близкий род *Tobamovirus* (семейство *Virgaviridae*) описан весьма хорошо. Целью данной работы является получение 3-х мерной структуры вириона ВШМЯ с субнанометровым разрешением. Для этого использовали методы электронной крио-микроскопии и обработки изображений[1].

Статистический анализ изображений вирионов ВШМЯ выявил структурную гетерогенность: частицы различались по диаметру. Узкие частицы, с диаметром 216 Å, были отобраны и использованы для построения 3-х мерной структуры вириона ВШМЯ (рис. 1а); при этом использовались параметры спирали, определенные из анализа негативно-контрастированных изображений вирионов. Разрешение полученной карты составило 5,5 Å (рис. 1б). На срезе структуры видна борозда между белковыми субъединицами, в которой уложена вирусная РНК. Разрешение 5,5 Å позволяет различить  $\alpha$ -спирали, образующие основу субъединицы белковой оболочки (рис. 1в). Определены места контактов белков оболочки с РНК.

Полученная 3-х мерная карта электронной плотности будет использована для определения типа сворачивания вирусного белка оболочки ВШМЯ.

**A****B****B**

**Рис.1** (а) Поверхность структуры ВШМЯ. Диаметр частицы составляет 216 Å. Стрелками показаны вершины белковой субъединицы; (б) Разрешение реконструкции, рассчитанное по частотной корреляции Фурье; (в) Поперечный срез структуры ВШМЯ.

1. Clare DK, Orlova EV. 4.6 Å Cryo-EM reconstruction of tobacco mosaic virus from images recorded at 300 keV on a 4k x 4k CCD camera. J Struct Biol., 2010

# **Электронная микроскопия в диагностике бактериоспермии**

С.В. Пичугова, Л.Г. Тулакина, Я.Б. Бейкин,

*МАУ «Клинико-диагностический центр»,  
620142 г. Екатеринбург, ул. Декабристов, дом 38*

Одной из важнейших социальных и медицинских проблем, как в нашей стране, так и за рубежом, является бесплодный брак. По данным ВОЗ частота бесплодных супружеских пар составляет 10-15% от общего количества супружеских пар и тенденции к их снижению не наблюдается[1].

Статистика свидетельствует о возрастании роли мужского фактора в бесплодии, а результаты стандартизованных исследований выявляют ухудшение показателей спермограмм за последние десятилетия[2]. Репродуктивная система мужского организма очень уязвима и одним из факторов, повреждающим ее, являются инфекционно-воспалительные заболевания урогенитального тракта[3,4].

Существует большая группа условно патогенных микроорганизмов (энтробактерии, стафилококки, стрептококки и др.) которые могут и не вызывать клинических проявлений инфекционного процесса[5]. Бессимптомная бактериоспермия нередко становится причиной бесплодия, поскольку одним из проявлений инфекции следует считать астенозооспермию, нарушение морфологии сперматозоидов. Установлено несколько механизмов, которые вызывают повреждение сперматозоидов при бактериоспермии. Бактерии вызывают обеднение семенной жидкости фруктозой и цинком, что приводит к нарушению метаболизма в сперматозоидах[6]. Поддержание бактериями хронического воспаления приводит к увеличению количества нейтрофильных гранулоцитов, которые вырабатывают активные формы кислорода[7]. Если антиоксидантная защита оказывается недостаточной, развивается оксидантный стресс, который описан как основной механизм повреждения не только ультраструктур сперматозоида, но и сперматогенного эпителия[8]. Избыток активных форм кислорода приводит к фрагментации ядерной ДНК, повреждению митохондриальной ДНК, что вызывает нарушение реконструкции хроматина, а также потерю подвижности сперматозоидов.

В данной работе проводилось электронно-микроскопическое исследование эякулята пациентов с диагностированной астенозооспермией с целью выявления бактериоспермии и обусловленных ею изменений сперматозоидов на ультраструктурном уровне. Выраженность бактериоспермии варьируется от единичных бактерий до их массивных скоплений(рис.1). Бактерии обнаруживались адгезированные на тяжах слизи(рис.2) и фрагментах клеток, замурованные в слепках канальцев и фагоцитированные макрофагами.

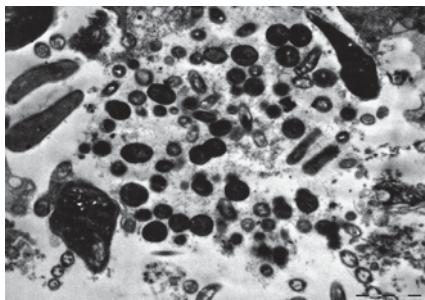


Рис. 1. Бактериоспермия.  
Колония бактерий в эякуляте.

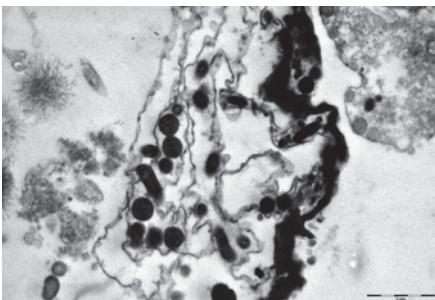


Рис.2. Бактериоспермия.  
Адгезия бактерий на тяжах слизи.

При бактериоспермии регистрируются тяжелые повреждения митохондрий сперматозоидов, вплоть до их полной деструкции, вакуолизация и гранулярность хроматина, изменение структуры акросомы. Нарушение дифференцировки сперматозоидов при бактериоспермии чаще всего проявлялось образованием клеток со сдвоенными жгутиками или сдвоенными головками.

Данное исследование свидетельствует, что результатом негативного воздействия бактериоспермии на репродуктивную систему мужчин становится повреждение ultraструктур сперматозоидов.

1. Долгов В.В., Луговская С.А., Миронова И.И. и др. Лабораторная диагностика мужского бесплодия. М.; Тверь: Триада, 2006, 146 с.
2. Никитин А.И. Исчезающий пол? // Морфология, 2003. № 6. С. 80-85.
3. Fraczek M, Kurpisz M. Inflammatory mediators exert toxic effects of oxidative stress on human spermatozoa // J. Androl., 2007. Mar.- Apr. Vol.28, No.2. P. 325 – 331.
4. Kullisaar T., Turk S., Punab M. et al. Oxidative stress in leucocytospermic prostatitis patients: preliminary results // Andrologia, 2008. Jun. Vol.40, No.3. P. 161-172.
5. Савичева А.М. Этиологическая диагностика и терапия репродуктивно значимых инфекций// Трудный пациент, 2007. Т. 1, №5. с. 21-28.
6. Bukharin O.V., Kuz'min M.D., Ivanov Yu.B. The role of the microbial factor in the pathogenesis of male infertility// Zh. Mikrobiol. Epidemiol. Immunobiol., 2000. Mar.- Apr. Vol. 2. P. 106-110.
7. El-Taieb M.A., Herwig R., Nada E.A. et al. Oxidative stress and epididymal sperm transport, motility and morphological defects// Eur. J. Obstet. Gynecol. Reprod. Biol., 2009. May. Vol.144, No.1. P. 199-203.
8. Pons-Rejraji H., Sion B., Saez F. et al. Role of reactive oxygen species (ROS) on human spermatozoa and male infertility// Gynecol. Obstet. Fertil., 2009. Jun. Vol.37, No.6. P. 529-535.

# **Сравнительная оценка действия равноразмерных наночастиц серебра и золота на фагоцитирующие клетки глубоких дыхательных путей**

**С.В. Пичугова<sup>1</sup>, Л.Г. Тулакина<sup>1</sup>, Б.А. Кацнельсон<sup>2</sup>, Л.И. Привалова<sup>2</sup>, М.П. Сутункова<sup>2</sup>, Я.Б. Бейкин<sup>1</sup>, В.Я.Шур<sup>3</sup>, Н.В. Логинова<sup>2</sup>, Е.В. Шишкина<sup>3</sup>**

<sup>1</sup> МАУ «Клинико-диагностический центр», 620142, г. Екатеринбург, ул. Декабристов, дом 38

<sup>2</sup> ФБУН «Екатеринбургский медицинский научный центр профилактики и охраны здоровья рабочих промпредприятий» Роспотребнадзора , 620014, г. Екатеринбург, ул. Попова, 30.

<sup>3</sup> Уральский Федеральный университет, 620002, Екатеринбург, ул.Куйбышева, 48.

Активное применение нанотехнологий в различных областях науки, техники и медицины и ряд особых свойств наночастиц (НЧ), обуславливающих их потенциально высокую биологическую агрессивность, делают крайне актуальным изучение общих и частных закономерностей вредного действия наноматериалов на организм. В ранее проведенных исследованиях [1, 2,3,4] было установлено на примере оксида железа  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (магнетита), что при равных массовых долях и заданном химическом составе НЧ обладают высокой цитотоксичностью для лёгочных макрофагов и вызывают активную и эффективную защитную реакцию лёгочного (альвеолярного) фагоцитоза. Необходимо было выяснить, является ли это закономерностью, присущей также действию других металлических НЧ, и зависит ли характер их взаимодействия с фагоцитирующей клеткой и внутриклеточная локализация от химической природы НЧ при той же форме и близком размере. Эксперименты проведены с сферическими НЧ 99,9% золота и серебра, имевшими средний диаметр 50 и 49 нм соответственно, суспензии которых вводились крысам интрапротрахеально в дозе 0,2 мг в 1 мл. С помощью ТЭМ исследовались альвеолярные макрофаги из отцентрифужированного клеточного осадка жидкости, полученной путём бронхопульмонального лаважа через 24 ч после введения НЧ.

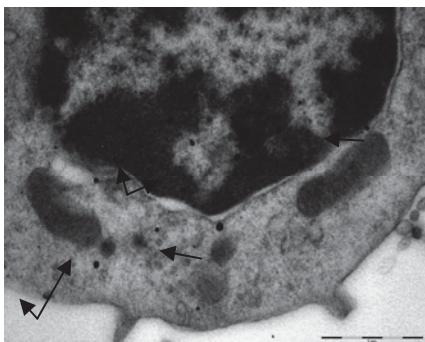
## ***Взаимодействие клеток с наночастицами золота(НЗ)***

В цитоплазме НЧ золота обнаруживаются одиночно, конгломераты наночастиц не выявлены. Единичные частицы обнаружены внутри митохондрий, локализованные на кристах или на внутренней поверхности митохондриальной мембраны. У таких митохондрий отмечается выраженная деструкция крист, гомогенизация митохондриального матрикса. НЧ золота выявляются в ядрах просмотренных клеток. В некоторых случаях частицы проникают внутрь ядра без выраженного изменения ядерных мембранны; в других случаях проникновение частиц сопровождается разрывлением ядерной мембранны, нарушением ее двухконтурности.

## ***Взаимодействие клеток с наночастицами серебра(НС)***

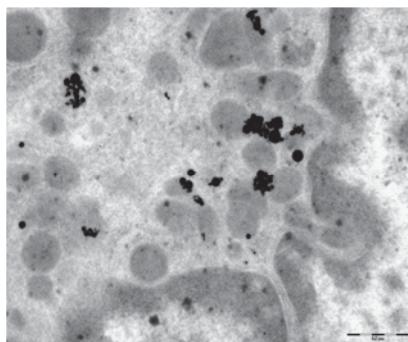
НЧ серебра локализуются в глубине цитоплазмы, обнаруживаются как одиночные частицы, так и их скопления. Наиболее часто выявляются скопления частиц, локализованные внутри митохондрий либо на кристах, либо на внутренней поверхности мембран (рис.2). В некоторых митохондриях скопления занимают почти всю органеллу. У мито-

хондрий взаимодействующих с частицами, выявляются признаки деструкции: сохранены лишь единичные кристы или видны только их фрагменты, отмечается гомогенизация митохондриального матрикса. Внутри ядра НЧ серебра не выявлены, но обнаруживаются вблизи ядра, при этом отмечается разрыхление ядерной мембраны.



**Рис.1**

Взаимодействие альвеолярного макрофага Взаимодействие альвеолярного макрофага с НЧ золота. с НЧ серебра..



**Рис.2**

Таким образом, основные различия электронно-микроскопической картины лёгочных фагоцитов после воздействия нанозолота и наносеребро сводятся к следующему:

- Частицы НЗ чаще видны в единичном состоянии и относительно равномерно распределёнными, а частицы НС более склонны к образованию конгломератов.
- Частицы НС, в отличие от частиц НЗ, не обнаружены внутри ядер.
- Частицы НС проявляют больший, чем частицы НЗ, тропизм к митохондриям, накапливаясь в них в большем количестве и вызывая более выраженную деструкцию мембрани и крист.

1. Кацнельсон Б.А., Привалова Л.И., Кузьмин С.В. и др. // Токсикол. Вест. 2010. №2. С. 18-25.
2. Кацнельсон Б.А., Привалова Л.И., Сутункова М.П и др. // Бюлл. экспер. биол. и медиц. 2011. №11. С.560-563.
3. Katsnelson B.A., Privalova L.I., Kuzmin S.V. et al. // Internat J. Occupat. and Environm. Health. 2010. Vol.16. – P. 508-524.
4. Katsnelson B.A., Privalova L.I., Degtyareva T.D. et al. // Central Eur. J. Occup. and Environm. Medic. 2010. Vol.16, № 1-2. P. 47-63.

# **Особенности структурной организации ядра и его компартментов в соматических ядрах с "неканонической" организацией генома**

В.И. Попенко<sup>1</sup>, Б.П. Караджян<sup>2</sup>, Ю.Л. Иванова<sup>1</sup>, Ю.Ф. Ивлев<sup>3</sup>,  
О.Г. Леонова<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт молекулярной биологии им. В.А. Энгельгардта РАН, Москва, Россия

<sup>2</sup> Институт цитологии РАН, Санкт-Петербург, Россия

<sup>3</sup> Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова РАН, Москва, Россия

В настоящее время, которое часто называют «постгеномной эрой», вопросам организации клеточного ядра и его эволюционного происхождения уделяется особое внимание. Ядра Metazoa имеют сложно компартментализованную и иерархическую организацию по принципу «хромосомных территорий». Картина распределения сайтов репликации на протяжении S-фазы во всех изученных до настоящего времени Metazoa оказалась сходной, что свидетельствует об эволюционной консервативности организации генома и высших уровней хроматина в этих клетках [1-3]. Однако вопрос о том, как распределяются сайты репликации в ядрах одноклеточных эукариот и как они соотносятся со структурной организацией хроматина в последних, практически не исследован.

Каждая клетка инфузорий содержит ядра 2 типов: активные соматические ядра (макронуклеусы) и транскрипционно неактивные микронуклеусы. Геном макронуклеусов представлен нанохромосомами - молекулами ДНК генного (5-20 т.п.н) или субхромосомного (100-1000 т.п.н.) размера.

В данной работе было исследовано распределение сайтов репликации в макронуклеусах инфузорий *B. truncatella* и *Paramecium* определяли в конфокальном микроскопе Leica TCS SP5 с использованием галогенпроизводных дезоксиуридина. Обнаружено, что распределение ранне- и позднереплицирующихся генов в макронуклеусах *B. truncatella* и *Paramecium* отличается как между собой, так и от наблюдаемой в клетках Metazoa. С помощью электронной микроскопии на серийных ультратонких срезах определена структура хроматина в районах макронуклеуса *B. truncatella*, содержащих ранне- и позднее реплицирующиеся гены. Хроматин макронуклеуса *B. truncatella* имеет вид телец размером 0.06-0.2 мкм. Внешне хроматиновые тельца в объеме макронуклеуса выглядели одинаково. Однако при снижении активности ядра динамика и характер процесса компактизации в участках расположения разных генов отличались. В участках познереплицирующихся генов хроматиновые тельца, увеличивались в размере, сбли-

жались и агрегировали в тяжи толщиной 0.1-0.2 мкм, в то время как остальные оставались одиночными. Эти данные хорошо коррелируют с данными о том, что в ядрах многоклеточных раннереплицирующиеся гены также располагаются в деконденсированном эухроматине [4]. Полученные данные свидетельствуют о разной пространственной организации ядер высших эукариот и соматических ядер инфузорий, обусловленной различной молекулярной организацией их геномов.

Наиболее изученным структурным доменом клеточного ядра является ядрышко. С использованием метода 3D реконструкции на основе серийных ультратонких срезов были получены принципиально новые данные об организации ядрышек в инфузории *Didinium nasutum*. Было обнаружено, что такие ядрышки представляют собой сложные большие структуры: фибрillлярный компонент в пространстве макронуклеуса образует сложную сеть, внутри которой расположен гранулярный компонент. Показано, что структуры, которые на одиночных срезах выглядят как отдельные обособленные ядрышки, в действительности являются частями разветвленных ядрышковых сетей.

Анализ расположения структур ядрышкового хроматина, проведенный на трехмерных реконструкциях, показал, что все хроматиновые тельца, которые по морфологическим критериям могли рассматриваться как ядрышковые организаторы, располагаются снаружи ядрышек, по периферии фибрillлярного компонента. Это является прямым доказательством того, что в ядрышках *D. nasutum* вектор процессинга рРНК направлен не так, как в «классических» ядрышках высших эукариот, а извне, от периферии ядрышка к его центру, где расположен гранулярный компонент.

Ранее было показано, что ядрышки с подобным «неканоническим» направлением вектора процессинга рРНК есть в макронуклеусе *Stylochichia lemnae*, геном которой представлен молекулами ДНК генного (0.4-20 тпн) размера [5]. Наши данные показывают, что такая ситуация наблюдается и в макронуклеусах инфузорий с субхромосомным размером ДНК.

1. O'Keefe *et al.* 1992. J.Cell Biol. **116**:1095-1110
2. Nemeth *et al.* 2010. PLoS Genet. **6**: e1000889
3. Neusser *et al.* 2007. Chromosoma. **116**: 307-320
4. Ferreira *et al.* 1997. J. Cell Biol. **139**: 1597-1610
5. Postberg *et al* 2006 Chromosome Res. **14**:161-175

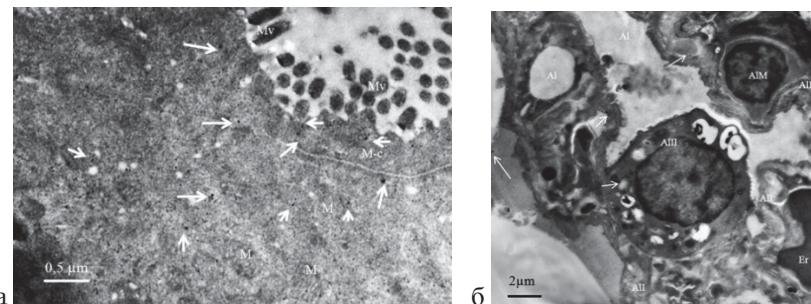
# **Идентификация наночастиц TiO<sub>2</sub> в тканях слизистой оболочки тонкой кишки, пейеровой бляшки, печени, селезенки, головного мозга и легкого крыс методом просвечивающей электронной микроскопии**

С.М.Придворова, Т.А.Платонова, А.В.Жердев, Б.Б.Дзантиев.

*Институт биохимии им.А.Н.Баха РАН, 119071, г. Москва, Ленинский пр.33.*

Оценка характера воздействия наночастиц диоксида титана (НЧ TiO<sub>2</sub>) на организм человека актуальна в связи с их широким распространением в окружающей среде. Возрастает возможность экспонирования человека этими НЧ, в том числе, через пищеварительный тракт. Вопрос о способности НЧ преодолевать защитные биологические барьеры, накапливаться в различных органах животных и вызывать нежелательные эффекты требует особого изучения. Цель работы- электронно-микроскопическое изучение влияния НЧ TiO<sub>2</sub> на состояние тканей органов крыс (тонкой кишки, Пейеровой бляшки, печени, селезенки, коры головного мозга и легких) в эксперименте по острой токсичности НЧ TiO<sub>2</sub>, где животным перорально вводили НЧ TiO<sub>2</sub> в трех концентрациях (30, 100 и 250 мг/кг веса животного). Электронно-микроскопическое изучение проводили по стандартной методике. В качестве контроля анализировали те же органы крыс без добавления НЧ. Дополнительного контрастирования срезов не проводилось во избежании маскировки НЧ в тканях. Детекцию НЧ в срезах тканей проводили на электронном микроскопе JEM-100CX («Jeol» Япония). Для определения кристаллической природы обнаруженных НЧ был использован метод дифракции электронов. Изучение показало присутствие одиночных НЧ TiO<sub>2</sub>(5-10нм), агрегатов НЧ (до 100нм) и крупных конгломератов в тканях тонкой кишки, Пейеровой бляшки, печени и очень редко в тканях легкого. Исключение составляли ткани селезенки и головного мозга животных, где крупные агрегаты и конгломераты НЧ обнаружены не были. НЧ TiO<sub>2</sub> были детектированы в следующих тканях опытных животных: в микроворсинках энteroцитов и подлежащих тканях слизистой оболочки, в просвете кровеносных сосудов и эритроцитах крови тонкой кишки; - на поверхности и внутриrudиментальных микроворсинок Пейеровой бляшки, в М-клетках самой бляшки, в лимфоидной ткани Пейеровой бляшки (рис.1а); - в гепатоцитах, в просвете кровеносных сосудов и эритроцитах печени животных; - в просветах кровеносных сосудов, элементах крови и тканях белой и красной пульпы селезенки; - в миелинизированных аксонах, в

безмякотных нервных волокнах, в кровеносных капиллярах и в форменных элементах крови нервной ткани коры головного мозга крыс; - в альвеолоцитах I и II типа, в полостях альвеол, в просвете гемокапилляров, в эритроцитах крови, в альвеолярных макрофагах (рис.1б). Детектированные НЧ  $\text{TiO}_2$  локализованы во многих внутриклеточных структурах. Установлено усиленное накопление НЧ тканями Пейеровых бляшек тонкой кишки, что объясняется физиологической ролью Пейеровых бляшек, связанной с изоляцией и элиминацией чужеродных агентов. Показано, что НЧ способны проникать через эпителиальный барьер тонкой кишки в печень и селезенку, и, в меньшей степени, в головной мозг и легкие животных при всех исследуемых дозах. Таким образом, концентрация НЧ в головном мозгу и в тканях легкого значительно снижена по сравнению с другими изученными органами. Не наблюдается прямой зависимости между уровнем функциональной нагрузки НЧ  $\text{TiO}_2$  на органы животных и их содержанием в срезах тканей.



**Рис.1 а,б.** Фрагменты срезов тканей Пейеровой бляшки (а) и легких (б) с НЧ  $\text{TiO}_2$  в различных участках клеток (Al-альвеола, All-альвеолоцит I типа, AllII-альвеолоцит II типа, AlM-альвеолярный макрофаг, Er-эритроциты, Cf-коллагеновые фибриллы; Fb-фибробласт, L-лизосомы, Lm-лимфоцит, M-митохондрии, Mb-мультивезикулярные тельца, M-c-M-клетки, Mv-микроворсинки; стрелками обозначены НЧ).

Работа выполнена при поддержке Managing risks of nanomaterials (Управление рисками наноматериалов) Седьмой Рамочной Программы Европейского Сообщества, Контракт №236215 (MARINA).

# **Высокое разрешение в атомно-силовой микроскопии белков на примере белков системы свертывания крови**

**А.Д. Протопопова<sup>1</sup>, Н.А. Баринов<sup>1</sup>, Е.Г. Завьялова<sup>2</sup>, А.М. Копылов<sup>2</sup>,  
Д.В. Клинов<sup>1</sup>**

*1 ФГБУН НИИ Физико-химической медицины ФМБА России,  
г. Москва, 119435, Малая Пироговская, д. 1а*

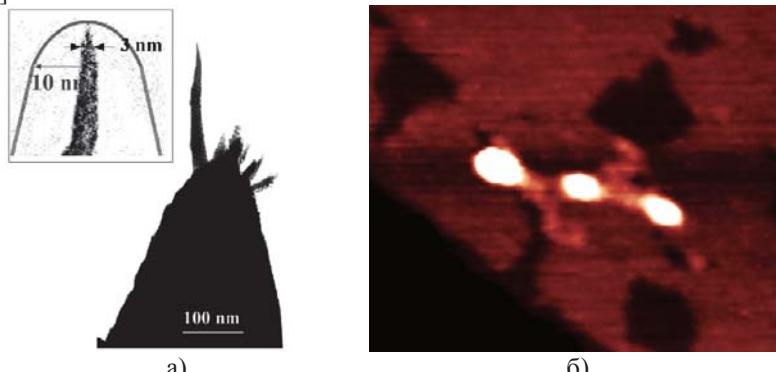
*2 Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова,  
химический факультет, г. Москва, 119991, Ленинские горы, д. 1, стр. 2*

Подготовка образцов к наблюдению – ключевой шаг для всех микроскопических методик. Образцы для АСМ, как правило, готовят на высокореализованном пиролитическом графите (ВОПГ) или на слюде.

Слюда – материал, часто используемый для приготовления биологических образцов, после скальвания на ее поверхности образуются атомарно-гладкие участки большой площади. Она гидрофильна, что облегчает адсорбцию исследуемых молекул из водных растворов, но отрицательно заряжена, и это необходимо учитывать при адсорбции белков и нуклеиновых кислот. Существуют способы химической модификации поверхности свежесколотой слюды для нейтрализации заряда с сохранением ее гидрофильных свойств, при этом несколько возрастает шероховатость поверхности. Важной структурной особенностью слюды является наличие ионов калия, которые при нанесении на поверхность капли водного раствора, растворяется в ней и смешиваются с растворенным в воде CO<sub>2</sub>. Образуется бикарбонат калия, который при высыхании тонкой пленки воды кристаллизуется с образованием солевого слоя высотой 0,3–1,0 нм [1, 2, 3]. Из-за солевого слоя задача получения топографических изображений высокого разрешения на слюде становится практически не выполнимой.

Свежесколотый ВОПГ также имеет атомарно-гладкие ступени большой площади. Поверхность графита не заряженная, но сильно гидрофобная, что затрудняет его использование для визуализации биологических объектов. Как и в случае со слюдой, графит допускает ряд модификаций поверхности для нанесения биомакромолекул. В нашей работе использовался модификатор GM, который представляет собой водный раствор полимера с гидрофобной (углеводородный хвост) и гидрофильной (полипептид, оканчивающийся аминогруппой) частями. При нанесении на свежесколотый ВОПГ он образует однородную пленку толщиной 0,5–0,7 нм и средней шероховатостью 0,1–0,2 нм. В этой пленке гидрофобная часть полимера примыкает к графиту, а гидрофильный полипептид и аминогруппа на его конце экспо-

нированы в раствор. Таким образом, в широком диапазоне pH поверхность приобретает положительный заряд и способность адсорбировать как отрицательно заряженные биомолекулы (ДНК), так и в целом нейтральные белки [4].



**Рис. 1.** а) ПЭМ-изображение кончика острого кантилевера [4], б) высокоразрешенное ACM-изображение отдельной молекулы фибриногена, размер кадра 100 нм.

Для получения ACM-изображений высокого разрешения использовали микроскоп Ntegra-Prima (НТ-Мдт, Россия) и острые кантилеверы, приготовленные на основе стандартных кремниевых кантилеверов NSG01 (НТ-Мдт, Россия) как описано в [5] (рис. 1а).

На воздухе, в резонансном режиме сканирования были получены изображения ключевых белков системы свертывания крови: фибриногена (рис. 1б), тромбина, ассоциатов фибрина на ранних стадиях взаимодействия, а также аптамеров ингибиторов тромбина – коротких последовательностей ДНК длиной 15–30 нт.

Разрешение в плоскости XY составляло около 1 нм, что позволило нам визуализировать основные особенности молекул фибриногена, известные из кристаллографии. Кроме того, удалось визуализировать подвижные части белка, не поддающиеся кристаллизации, и ранее не наблюдавшиеся непосредственно ни одним из микроскопических методов –  $\alpha$ -С домены [6].

1. R. K Workman, S. Manne. Langmuir, (2002), 18, 661.
2. F. Moreno-Herrero, J. Colchero, A. M. Baro. Ultramicroscopy, (2003), 96, 167.
3. V. Prokhorov. Structure and Properties of Polyolefin Materials, 2012: 53–96.
4. J. Adamcik, D. V. Klinov, G. Witz, S. K. Sekatskii, G. Dietler. FEBS Letters, (2006), 580, 5671–5675.
5. D. Klinov, S. Magonov, Appl. Phys. Lett., (2004), 84, 2697–2699.
6. Yu. L. Veklich, O.V. Gorkun, L.V. Medved, W. Nieuwenhuizen, J. W. Weisel. J. Biol. Chem., (1993), 268, 18, 13577–13585.

# **Электронно-микроскопические особенности рака из клеток Меркеля**

Е.А. Смирнова, В.В. Делекторская

*Федеральное государственное бюджетное учреждение «Российский онкологический научный центр имени Н.Н.Блохина» Российской академии медицинских наук. г. Москва. Каширское шоссе, 24, Россия.*

Рак из клеток Меркеля - это редкий рак кожи высокой степени злокачественности, который представляет трудности для рутинной патоморфологической диагностики. В 1978 году C. Tang и C. Toker на основании обнаружения в опухолевых клетках электронно-плотных гранул данную форму рака кожи отнесли к нейроэндокринным. В 2008 году Feng H. и соавторы выделили из клеток опухоли Меркеля неизвестный ранее полиомавирус, обнаружение которого может быть использовано наряду с другими методами, как диагностический тест при верификации опухоли.

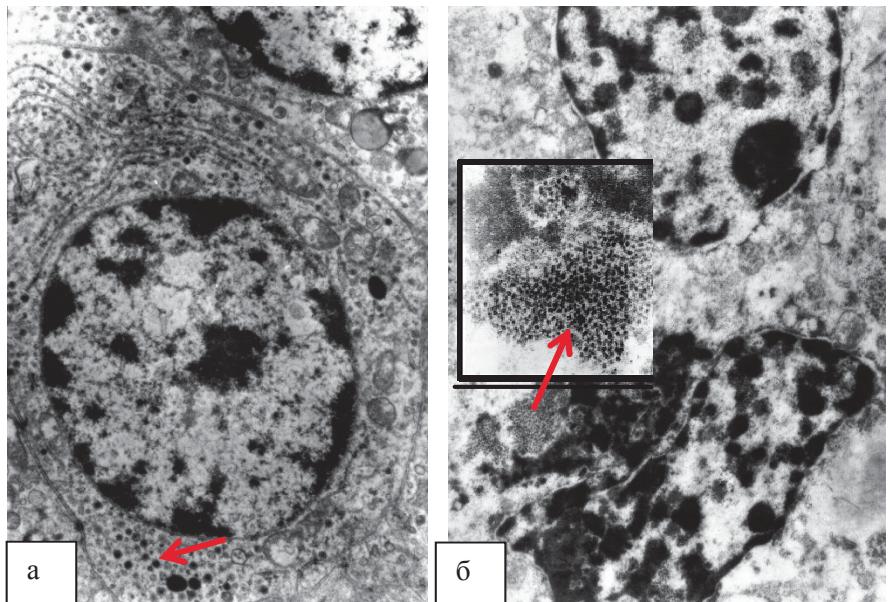
Целью данной работы явилось выявление ультраструктурных дифференциально-диагностических критериев рака из клеток Меркеля.

В нашей работе материалом для исследования послужили 5 наблюдений рака кожи из клеток Меркеля. Пациенты оперированы в ФГБУ Российского онкологического научного центре им. Н.Н.Блохина РАМН. Выполнено электронно-микроскопическое изучение опухолей.

В результате проведенного исследования было обнаружено, что опухоль во всех наблюдениях представлена солидными полями мелких, полигональной формы клеток. Ядра неправильной формы с мелкодисперсным или частично конденсированным хроматином, разбросанным в виде глыбок по всей кариоплазме. В цитоплазме определяется незначительное количество митохондрий, фрагменты гранулярного эндоплазматического ретикулума, рибосомы, полисомы субплазмалеммально расположенные нейро-секреторные гранулы. В определенном количестве клеток, внутриядерно и внутрицитоплазматически (в результате фрагментации ядер в процессе апоптоза) можно видеть вирионы полиомавируса размером 40-50 нм, округлой формы с электронноплотной серцевиной и светлым ореолом (полиомавирус клеток Меркеля). Диагноз рака из клеток Меркеля во всех случаях подтвержден при гистологическом и иммуногистохимическом исследовании. В клетках опухоли выявлена экспрессия цитокератина 20, хромогранина А и синаптофизина.

Таким образом, обнаруженные ультраструктурные признаки опухолевых клеток рака из клеток Меркеля дают основание для использования электронной микроскопии с целью установления гистогенетической при-

надлежности новообразования и последующего выбора врачебной тактики ведения больного.



**Рис. 1.** Электронно-микроскопические особенности клеток рака Меркеля: а. Нейро-секреторные гранулы в цитоплазме клетки. Ув. 4000. б. Полиомавирус Меркеля в нейроэндокринной клетке. Ув. 4000.

# **Электронно-микроскопическая дифференциальная диагностика солидных псевдопапиллярных и нейроэндокринных опухолей поджелудочной железы**

Е.А.Смирнова, И.Н.Соколова, Н.Т.Райхлин, О.В.Чистякова,  
А.Д.Гахраманов

*Федеральное государственное бюджетное учреждение «Российский онкологический научный центр имени Н.Н.Блохина» Российской академии медицинских наук.  
Г. Москва. Россия*

Целью данной работы было изучение ультраструктурных особенности солидных псевдопапиллярных и нейроэндокринных опухолей поджелудочной железы, дифференциальная диагностика которых на светооптическом уровне затруднена.

**Материал и методы:** Изучено 9 наблюдений солидной псевдопапиллярной опухоли и 6 нейроэндокринных опухолей поджелудочной железы. Для электронно-микроскопического исследования был использован стандартный способ обработки материала.

При ультраструктурном анализе было обнаружено, что солидные псевдопапиллярные опухоли представлены в различных комбинациях и пропорциях участками солидного строения и псевдопапиллярными структурами, состоящими преимущественно из клеток полигональной формы с округлыми, овальными или неправильной формы ядрами с незначительным количеством конденсированного хроматина, чаще расположенного по периферии ядерной мембранны или в виде глыбок, разбросанных по всей цитоплазме. В некоторых ядрах можно видеть маленьких размеров ядрышки. В цитоплазме клеток имеется большое количество различных по форме и размеру митохондрий с разной конфигурацией крист, цистерны гладкого и гранулярного эндоплазматического ретикулума, часть цистерн образуют спиралевидные фигуры. В отдельных клетках встречались различной степени зрелости гранулы, заполненные мелкозернистой субстанцией. Между клетками определяются десмосомоподобные контакты.

Электронно-микроскопическое исследование нейроэндокринных опухолей показало, что опухоль состоит преимущественно из полей округлых или овальных клеток, плотно прилегающих друг к другу. Ядра окружной или овальной формы с маргинально расположенным конденсированным хроматином. В цитоплазме клеток, кроме обычных органелл имеется большое количество округлых электронноплотных гранул нейроэндокринного типа.

Таким образом, обнаруженные ультраструктурные особенности солидных псевдопапиллярных и нейроэндокринных опухолей могут быть использованы с целью дифференциальной диагностики этих новообразований, что имеет важное практическое значение при выборе лечебной тактики.

# **Исследование морфологических свойств надмолекулярных структур, образуемых при агрегации белков, с помощью трансмиссионной электронной микроскопии**

Е.Ю. Смирнова, В.А. Штейн-Марголина, Б.Я. Гурвиц.

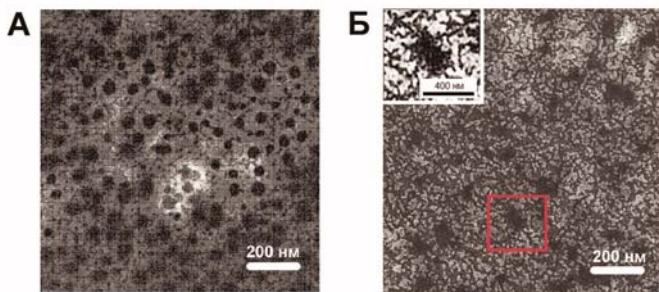
*Институт биохимии им. А.Н. Баха РАН,  
119071, Москва, Ленинский проспект 33, Россия.*

Исследования механизмов действия низкомолекулярных регуляторных агентов биогенного происхождения на структурные характеристики белков, компетентных к агрегации, в настоящее время представляются весьма актуальными. Морфологические свойства надмолекулярных структур, образуемых при стресс-индуцируемой агрегации белков, изучали с помощью трансмиссионной электронной микроскопии (TEM) с использованием микроскопа JEOL JEM-100CX (Япония) с ускоряющим напряжением 80 кВ. Образцы агрегированного белка в отсутствие или в присутствии эффекторов наносили на медные сетки (300 меш), покрытые пленкой формвара и углерода, и окрашивали 2% фосфорновольфрамовой кислотой, pH 7,2. Электронные микрографии получали при увеличении в 30000–50000 раз.

С использованием динамического лазерного светорассеяния, турбидиметрии, флуориметрии и кругового диахроизма показано, что в присутствии положительно заряженных свободных аминокислот L-Arg и L-Lys в концентрациях 10–100 мМ значительно возрастала скорость индуцируемой дитиотреитолом агрегации противоположно заряженных модельных белковых субстратов. Оказалось, что этим свойством обладает и ряд коротких пептидов, в числе которых амфифильные пептиды Arg-Phe и Asp-Phe в концентрациях 1–2 мМ. Более того, процесс агрегации дестабилизированных белков индуцировался аминокислотами и пептидами в условиях, при которых белки в отсутствие лигандов не агрегировали. В роли модельных белков использовали альфа-лактальбумин коровьего молока (pI 4,8), лизоцим куриного яйца (pI 11), дрожжевую алкогольдегидрогеназу (pI 6,3) и рекомбинантный инсулин человека (pI 5,4).

На начальном этапе агрегации с помощью TEM выявлено образование гетерогенных надмолекулярных структур, главным образом, дисперсных асимметричных гранул и компактных глобулярных частиц с кажущимся диаметром 2–15 нм, способных выстраиваться в цепи длиной 10–500 нм (один из примеров приведен на рисунке). Аналогичные изображения получены с помощью атомно-силовой микроскопии [1–3]. Структуры, образо-

вание которых индуцировалось аминокислотами или пептидами, отличались по форме и размерам от аморфных агрегатов индивидуальных белков.



**Рис.** Электронная микрофотография агрегатов альфа-лактальбумина, полученных в отсутствие (А) и в присутствии Arg-Phe (Б).

Полученные данные свидетельствуют о том, что наряду с гидрофобными взаимодействиями, которые, главным образом, лежат в основе ассоциации и агрегации белков, частично развернутых в состоянии стресса, на структурирование агрегатов могут влиять электростатические взаимодействия. Предположено, что с использованием различных низкомолекулярных лигандов можно усиливать процесс агрегации за счет экранирования заряженных групп белка, или тормозить его за счет увеличения числа одноименных зарядов на поверхности комплексов лиганд–белок. Полученные результаты свидетельствуют о возможности направленного структурирования белковых агрегатов с помощью биогенных низкомолекулярных агентов, таких как короткие пептиды, содержащие аминокислоты с полярными группами, а также свободные заряженные аминокислоты, что может быть использовано при решении биотехнологических и медицинских задач.

Работа поддержана Президиумом РАН «Молекулярная и клеточная биология» и грантом РФФИ 14-04-01530.

1. Artemova N.V., Bumagina Z.M., Stein-Margolina V.A., Gurvits B.Ya. Biotechnology Progress, 2011, V. 27. No 2. P. 359-368.
2. Artemova N., Stein-Margolina V., Smirnova E., Gurvits B. FEBS Letters, 2012, V. 586. No. 2. P. 186-190.
3. Smirnova E., Safenkova I., Stein-Margolina V., Shubin V., Gurvits B. Amino Acids, 2013, V. 45. P. 845-855.

# **Структурное и иммуноцитохимическое выявление протеасом в апоптозных клетках U937 *in situ***

Е.С. Снигиревская, А.В.Мошков, Я.Ю. Комиссарчик

*Институт цитологии РАН, Санкт-Петербург 194064, Тихорецкий пр., д.4, Россия*

Протеасомы описаны в литературе как клеточные органеллы, участвующие в одном из путей гидролиза внутриклеточных белков. Они хорошо изучены на биохимическом и молекулярно-биологическом уровнях, но до сих пор нет работ, визуализирующих эти органеллы в клетке на ультраструктурном уровне.

Известно, что регуляция клеточного цикла и сохранение баланса между процессами синтеза и деградации белков обеспечивается в клетке не только хорошо изученным лизосомным путем, но и убиквитин-протеасомным, осуществляющим протеолиз убиквитинированных протеинов с помощью протеасом АТФ-зависимым образом [1,2,3]. В последние годы особенно большое значение в функционировании клетки придается именно убиквитин-протеасомной системе.

Один из наиболее важных подходов к изучению протеасом связан с анализом их участия во многих клеточных процессах, например, их роли в неопластическом росте и в апоптозе. Распространенной моделью для изучения механизмов апоптоза являются клетки культуры гистиоцитарной лимфомы U937, которые входят в состояние апоптоза под воздействием различных факторов и, в частности, гипертонического раствора сахарозы, который мы использовали в нашей работе. Применение рутинных и иммуноцитохимических методов конфокальной и электронной микроскопии клеток U937 позволило нам выявить области локализации протеасом в клетках и впервые описать их ультраструктурную организацию *in situ*.

После инкубации клеток U937 в гипертоническом растворе сахарозы они приобретают морфологические особенности, типичные для апоптозных клеток. Причем, можно наблюдать клетки, находящиеся на разных этапах запрограммированной смерти. Одни из первых изменений касаются формы клеток – они сморщиваются, округляются, теряют микроворсинки. При развитии процесса апоптоза уплотняются ядра и цитоплазма, образуются апоптозные тела, отпочковывающиеся от цитоплазмы клеток.

Одной из характерных особенностей клеток U937, находящихся в состоянии апоптоза, является наличие более светлых зон в их ядрах и цитоплазме, содержащих неописанные ранее внутриклеточные структуры, имеющие вполне определенное строение. Это – довольно большие, не

ограниченные мембраной агрегаты разной плотности и размеров (до 1 мкм в диаметре) палочковидных структур, которые мы интерпретируем как протеасомы. Их толщина – 15-20 нм, длина 20- 40 нм. На строго продольных срезах отдельных протеасом видна их периодическая структура, определяемая чередованием светлых и темных полос с периодом повторения порядка 10 нм. Размеры этих структур превышают размеры выделенных и негативно окрашенных протеасом, что, возможно, связано с сохранением их состояния, более близкого к нативному, чем при их выделении [4].

Для идентификации этих органелл в электронном микроскопе была проведена иммуноцитохимическая реакция на ультратонких срезах с использованием коллоидного золота. Оказалось, что агрегаты в ядре и цитоплазме клеток U937, содержащие протеасомы, метятся антителами к субъединице протеасомы  $\alpha 7$ , хотя и с небольшой интенсивностью. Однако специфичность этой реакции и отсутствие реакции в контроле говорит о протеасомной природе этих структур. Более интенсивная метка наблюдается на протеасомах, экструзирующихся из клеток. Возможно, это связано с конформационными изменениями протеасомных субъединиц в процессе их выделения, в результате чего детерминанты связывания антигена с АТ к субъединице  $\alpha 7$  могли стать для них более доступными.

Прямое выявление протеасом на ультратонких срезах апоптозных клеток U937 представляется очень важным, т.к до сих пор они не были визуализированы *in situ*. Более тщательный анализ выявленных протеасом с использованием криосрезов, электронно-микроскопической томографии, расширенного иммуноцитохимического анализа (использование антител против различных субъединиц), позволит значительно расширить наши представления об их составе, ультраструктурной и молекулярной организаций.

1. Glickman M.H. and Ciechanover A. Physiol. Rev. 2002. 82: 373-428.
2. Hershko A., Ciechanover A., and Varshavsky A. Nat. Med. 2000. 6: 1073-1081.
3. Цимоха А.С. Цитология, 2010. 52,4: 277-300.
4. Zoeger A., M.Blau, K.Egerer, E.Feist, and B.Dahlmann. Clinical Chemistry, 2006. 52,11: 2079-2086.
5. Savulescu A.F., A.Rotem, and A. Harel. Nucleus, 2011. 2, 4: 258-263

# **Различное влияние эмбриональных стволовых клеток двух линий на ультраструктурную организацию ранних химерных эмбрионов мыши**

**Л.А. Сульдина, Е.А. Кизилова, А.И. Железова, А.Н. Голубица,  
А.Г. Мензоров, Н.М. Матвеева, Е.В Киселева.**

*Федеральное государственное учреждение науки Институт цитологии и генетики  
СО РАН, 630090, г.Новосибирск, п-т Лаврентьева, 2, Россия.*

Эмбриональные стволовые клетки (ЭСК) могут быть использованы для клеточной терапии различных заболеваний, однако их структурно-функциональная организация в разных условиях окружения остается слабо изученной. При формировании ЭСК из клеток внутренней массы бластоциты (ВКМ) строение последних существенно меняется [1]. Что будет происходить с морфологией ЭСК при их переносе обратно в условия *in vivo*? Химерные эмбрионы являются наиболее подходящим объектом для исследования этого вопроса. Ранее было показано, что метод инъекции ЭСК в полость бластоциты эмбриона обеспечивает менее эффективное, по сравнению с агрегационным методом, заселение клеток ВКМ эмбрионов ЭСК [2], однако выживаемость эмбрионов в первом случае существенно выше. Причина этого до сих пор во многом не исследована.

Целью работы был сравнительный анализ строения клеток двух линий ЭСК до и после инъекции в бластоцель эмбриона мыши, а также особенностей морфологии клеток ВКМ и трофобласта химерных эмбрионов на ранних этапах их формирования. Для контроля исследовалось строение некультивированных бластоцит; бластоцит, культивировавшихся *in vitro* в течение суток, заключенных в блестящую оболочку и покинувших её; бластоцит, уколотых без введения ЭСК, а также агрегационных бластоцит, полученных с использованием и без использования ЭСК. Установлено, что при культивировании бластоцит в матриксе митохондрий исчезают вакуоли, а в цитоплазме пучки промежуточных филаментов, что характерно для последующих стадий дробления эмбриона *in vivo*. Это свидетельствует о том, что бластоциты продолжают своё нормальное развитие. В то же время в клетках ВКМ и, особенно, трофобласта увеличивается количество лизосом, мультивезикулярных телец и аутофагосом, что может быть реакцией на изменение окружающих условий. Аналогичные изменения наблюдались и в уколотых без введения ЭСК бластоцитах.

Установлено, что влияние ЭСК разных линий на морфологию клеток ВКМ химерных бластоцит существенно отличалось. Клетки ВКМ бластоцит, инъецированных ЭСК линии *MA01 3E* содержали большое количе-

ство дефектных митохондрий и цистерн шероховатого и гладкого эндоплазматического ретикулума, что не наблюдалось при использовании ЭСК линии *Tau GFP*. В ВКМ как инъекционных так и агрегационных бластоцист присутствовали клетки с разрушающимися органеллами и большим количеством лизосом и фагосом. В ВКМ агрегационных бластоцист визуализированы клетки с типичной для ЭСК организацией, число которых могло составлять более половины клеточной популяции. Морфология клеток трофобласта в инъекционных и интактных бластоцистах практически не отличалась. Клетки трофобласта в агрегационных бластоцистах полученных с использованием ЭСК линии *MA01 3E* не содержали характерных для интактных бластоцист прозрачных вакуолей в цитоплазме, в то время как в клетках трофобласта бластоцист инъецированных ЭСК линии *Tau GFP*, они выявлялись. Таким образом, организация клеток агрегационных зародышей более зависит от линии ЭСК, что, вместе с нарушением функций трофобласта, может быть причиной сниженной выживаемости агрегационных химер.

1. Морозова К.Н, Мензоров А.Г., Кизилова Е.А., Короткевич Е.Ю., Сульдина Л.А., Голубица А.Н., Железова А.И., Киселева Е.В. Изменение ультраструктурной организации при получении ЭС клеток мыши de novo. Тезисы V Международной школы молодых ученых по молекулярной генетике «Непостоянство генома», 2012. Звенигород. С. 84-85.
2. Lee K. Methods to Generate Chimeric Mice from Embryonic Stem Cells. Embryonic Stem Cells - Basic Biology to Bioengineering. 2011. P. 193-212

# Кальций фосфатная минерализация в органах кровообращения

А.Т. Титов<sup>1,2</sup>, П.М. Ларионов<sup>2</sup>, А.С. Иванова<sup>3,2</sup>, В.И. Зайковский<sup>3,2</sup>,  
М.А.Черняевский<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Институт геологии и минералогии СОРАН, г. Новосибирск, Россия

<sup>2</sup> Новосибирский государственный научно-исследовательский университет,  
г. Новосибирск, Россия

<sup>3</sup> Институт катализа СОРАН им.Борескова, г. Новосибирск, Россия

<sup>4</sup> Институт патологии кровообращения МЗ, г. Новосибирск, Россия

Методами локального структурного и химического анализа - просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (JEM 2010) и сканирующей электронной микроскопии (LEO 1430VP и TESCAN MIRA3) вместе с микрозондовым анализом (INCA-OXFORD) проведено исследованиеnanoструктуры морфологии и химического состава кальцинозных образований на сердечных клапанах, их биопротезах (свиных), а также в магистральных и коронарных артериях пациентов. В работе использовался интраоперационный материал - минерализованные аортальные и митральные клапана сердца, полученные от пациентов с приобретенными пороками сердца ревматического и септического генеза. Материалом для исследования являлись также кальцинозные включения на природных клапанах сердца и их биопротезах, осложненные бактериальной инфекцией. Обнаружена способность некоторых бактерий формировать гидроксилапатит (ГА) на своей поверхности. Установлено, что инфицирующие в организме человека бактерии не вносят существенного вклада в образование кальцинозных включений на клапанах сердца.

Предложена физико-химическая модель кальций фосфатной физиологической (костной) и патологической минерализации органов кровообращения и некоторых мягких тканей организма. В отличие от существующих в настоящее время моделей клеточной или обусловленной клетками минерализации мягких тканей организма [1] мы доказываем существование внеклеточного механизма образования фосфата кальция (ГА). По нашим данным кровь является источником образования нанокристаллов гидроксилапатита, который может участвовать как в физиологической, так и патологической минерализации.

Модель минерализации основывается на экспериментальных результатах: а) обнаруженных нами нанокристаллов гидроксилапатита в плазме крови здоровых доноров, которые по структуре и морфологии аналогичны костному апатиту и минеральным включениям в сердечных клапанах [2];

б) результатах синтеза гидроксилапатита в регулируемых условиях ( $T=37^{\circ}\text{C}$ ,  $\text{pH}=7,4$ ) с участием основного белка крови – альбумина [3], моделирующих ионный состав крови здорового взрослого человека ( $\text{Ca} = 1,33 \text{ mM}$ ;  $\text{P} = 1,5\text{mM}$ ;  $\text{Mg} = 0,75 \text{ mM}$  и  $\text{NaCl} = 0,15 \text{ M}$ ) и болезней минерализации, возникших в связи с превышением нормальных показателей концентраций ионизированного  $\text{Ca} > 2 \text{ mM}$  и  $\text{P} > 2,5 \text{ mM}$  в плазме крови человека. Также оценена роль  $\text{Mg}$  как ингибитора образования гидроксилапатита в плазме крови. Выяснено, что превышение концентрации ионизированного фосфора в крови, особенно часто встречаемое у пациентов гемодиализа даже в три раза ( $\text{P} > 4,5 \text{ mM}$ ) выше нормального, не приводит к образованию ГА, когда концентрация  $\text{Mg}$  в крови находится на верхнем уровне его нормального содержания ( $1,25 \text{ mM}$ ).

Физико-химическая модель была применена для объяснения остеопорозных явлений в кортикальной кости позвоночника у пожилых людей и их связи со склеротическими проявлениями в капиллярной кровеносной системе костной ткани.

Работа поддержана грантом РФФИ № 13-05-00921

1. *Johnson R. C., Leopold J. A., Loscalzo J.* Circulation Research. (2006), (99), 1044-50.
2. *Titov A.T., Larionov P.M., Shchukin V.S. et al.* Doklady Biochemistry. 2000,373, Julu-August, 132.
3. *Titov A.T., Larionov P.M., Ivanova A.I. et. al.* Applied Mineralogy, ICAM- BR, Sao-Paulo, 2004. 1: 207-210

# Электронно-микроскопические исследования поверхности слизистой оболочки рубца жвачных

Р.М. Хацаева

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем экологии и эволюции им. А.Н. Северцова РАН, 117071, Москва, Россия

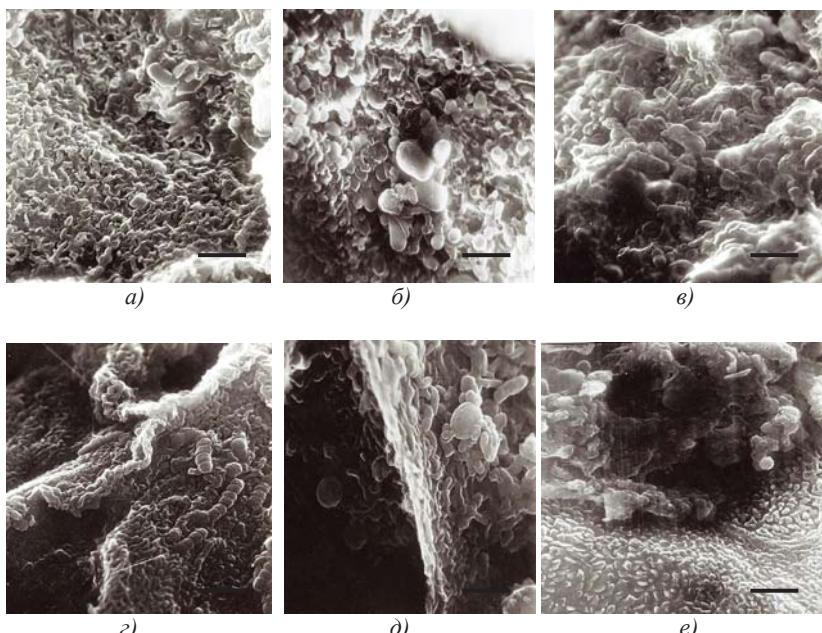
Возможность питания определенными видами растительности у жвачных копытных определяется многими факторами, основными из которых являются морфологические особенности строения и функции рубца и специфика его эндосимбиоза [1].

Электронномикроскопические исследования поверхности эпителия рубца у 6 видов жвачных: сайгака (*Saiga tatarica* L., 1766), архара (*Ovis ammon polii* Blyth, 1841), путоранского снежного барана (*Ovis nivicola borealis* Severtzov, 1873), домашней овцы (*Ovis ammon f. aries* L., 1758), безоарового козла (*Capra aegagrus* Erxleben, 1777) и дагестанского тура (*Capra cylindricornis* Blyth, 1841) выявили общие закономерности и особенности ее строения.

Поверхность ороговевающего эпителия рубца у всех исследованных животных имеет однотипное ячеистое строение. Ячейки представляют собой поверхностные эпителиоциты с разрушенными апикальными стенками, а стенки ячей – боковые стенки эпителиоцитов. Между эпителиоцитами и внутри них имеются многочисленные щели. Вся поверхность эпителия рубца у всех видов покрыта пленкой и густо заселена эндосимбионтами. Характер расположения симбионтов у всех видов одинаковый – нижний слой образуют самые мелкие формы бактерий, а верхние – более крупные. Основной фон симбионтов у всех животных образуют мелкие и средние формы палочковидных, шаровидных и овальных кокк.

Однако архитектоника поверхности эпителия у каждого из исследованных видов имеет свои особенности. Размер, форма и строение стенок поверхностных эпителиоцитов, являющихся нишней для симбиоценозов, у всех животных разные. Самые крупные эпителиоциты рубца наблюдаются у домашней овцы. Величина, форма, глубина и количество щелей на поверхности эпителия, также служащих убежищами для симбионтов, тоже различны у всех видов. Наиболее крупные, сложные по форме и глубокие щели имеются у домашней овцы и снежного барана, чуть меньше – у безоарового козла и архара, меньше всех – у сайгака и тура. Общее количество, размеры, форма, видовое разнообразие и характер расположения симбионтов также специфичны у всех животных. Большее количество и разнообразие форм бактерий наблюдается у домашней овцы и снежного барана, меньше – у архара и безоарового козла и меньше всех – у тура и

сайгака (рис. 1). Соотношение бактерий разных форм и размеров различно у всех животных (рис.1). Палочковидные формы бактерий превалируют над остальными у домашней овцы, снежного барана и безоарового козла, шаровидные – у архара, тура и сайгака. Самые крупные формы бактерий также встречаются у домашней овцы и снежного барана, у безоарового козла, архара и сайгака имеются единичные очень крупные бактерии, у тура их нет. Крупных бактерий много у домашней овцы, снежного барана и архара, у безоарового козла и тура – мало, у сайгака – нет. Средних и мелких бактерий, составляющих основной фон, у всех животных много.



**Рис. 1.** Изображения (JEM – 100 CX («JEOL»)). Бактерии на поверхности эпителия рубца: *а)* сайгак; *б)* архар; *в)* снежный баран; *г)* домашняя овца; *д)* безоаровый козел; *е)* тур. Масштаб 2 мкм.

1. *P.M. Хацаева.* Морффункциональные особенности желудка в онтогенезе в связи с пищевой специализацией представителей Caprinae. Дисс. ... докт. биол. наук. М. 2005. 433 с.
2. *P.M. Хацаева.* Экологическая детерминированность морфологических особенностей развития желудка в онтогенезе диких и домашних жвачных. International Journal of Advanced Studies и Publishing House "Science & Innovation Center" (St. Louis, Missouri, USA). 2012. Р. 37-41.

# **Применение атомно-силовой микроскопии для исследования молекулярной структуры тонких пленок на основе природных полисахаридов**

**Ю. В. Чудинова<sup>1,2</sup>, Д. В. Курек<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> ФГБОУ ВПО «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова», 119991, г. Москва, Ленинские горы 1, Россия

<sup>2</sup> ФГБУН Центр «БиоИнженерия» РАН,  
117312, г. Москва, пр-т 60-летия Октября д.7, корп.1, Россия

В настоящее время пленочные структуры на основе природных полисахаридов представляют значительный интерес. Они могут применяться в медицине, фармацевтике, биотехнологии, косметологии, пищевой промышленности, для производства новых упаковочных материалов.

Большинство исследований тонких пленок чаще всего базируются на оптимизации их макроскопических параметров путем усовершенствования методики получения или варьирования соотношения компонентов пленки. Однако понимание устройства молекулярной структуры и путей образования таких пленок позволит предсказывать свойства получаемых пленок и создавать покрытия с заданными параметрами.

Цель данной работы – изучение формирования многослойных самоорганизующихся пленок из природных полисахаридов (хитозан, пектин, целлюлоза и их производные) методами атомно-силовой микроскопии (АСМ). Тонкие полимерные пленки могут быть сформированы с помощью метода послойной сборки, который основан на последовательном осаждении из растворов монослоев полимеров на подложку. С помощью данного метода возможно получение тонких пленок заданной толщины и состава.

Атомно-силовая микроскопия позволяет изучать адгезию пленки к подложке, поверхность пленки, ее рельеф, размер агрегатов на поверхности разнозаряженных слоев, особенности роста слоев. Кроме того АСМ применяется для изучения индивидуальных молекул полисахаридов, что дает информацию о структуре и параметрах отдельных молекул, их взаимодействий между собой.



# **Морфология шелковых нитей – биологических нанотрубок, – продуцируемых водяными клещами (Acariformes, Hydrachnidia)**

А..Б. Шатров

*Федеральное Государственное бюджетное учреждение науки Зоологический институт Российской академии наук, 191034, С.-Петербург, Университетская наб., 1*

Впервые получены лабораторные данные об уникальном феномене шелкопрядения у взрослых фаз развития водяных клещей следующих родов: *Piona*, *Limnesia*, *Hydryphantes*, *Mideopsis*. Впервые в мире показано, что все исследованные клещи с разной степенью интенсивности продуцируют тончайшие полые белковые нити, биологические нанотрубки, двух размерных категорий – тонкие  $730\pm130$  нм, и толстые 1–2.5 мкм. Эти нити было подвергнуты морфологическим исследованиям с использованием: (1) дифференциально-интерференционного контраста в микроскопах Leica DM 5000-B, оснащенного камерой Leica DFC 320, и Leica 2500, оборудованной камерой Leica DFC 500, (2) режимов высокого вакуума и естественной среды в SEM Quanta 250, (3) режима автофлуоресценции в конфокальном микроскопе Leica TCS SP 5 при длинах волн возбуждения 488, 543 и 633 нм и (4) просвечивающего электронного микроскопа Morgagni 268 D. Для исключения подозрения в том, что эти нити могут являться трихомами бактерий или актиномицетами, были поставлены следующие специфические реакции: (1) реакция с горячим генциан-виолетом, который специфически реагирует с бактериальной стенкой и ДНК бактерий и грибов, (2) ДНК-специфическое окрашивание живого и фиксированного материала с помощью 4',6-diamidino-2-phenylindole (DAPI) и (3) стандартное окрашивание по Граму для выявления грам-положительных и грам-отрицательных бактерий. Все полученные данные показали, что ДНК бактерий и грибов не содержится в шелковых нитях, а сами нити не содержат клеточного материала и в основном свободны от какого-либо материала. Вместе с тем часть нитей содержит неклеточный субстрат (Рис. 1), имеющий высокую электронную плотность при исследовании в ТЕМ (Рис. 2). Стенки нитей образованы тонковолокнистым либо тонко-гранулярным материалом, в котором иногда может обнаруживаться определенная слоистость (Рис. 2). Есть основание полагать, что стенки нитей в основном содержат хитин. Производство шелка не связано с репродуктивной деятельностью клещей и может обслуживать много важных функций, связанных с питанием и перезимовкой, анализ которых в природной среде чрезвычайно затруднителен. Вместе с тем, это открытие, которое трудно переоценить, показывает, что био-

логические нанотрубки могут использоваться зоологическими объектами в природной среде в различных целях, значение которых еще предстоит выяснить. Настоящее исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ по исследовательскому проекту № 12-04-00354-а с использованием оборудования ЦКП «Таксон» на базе ЗИН РАН.



Рис. 1. SEM нитей *Limnesia undulata* (O.F. Müller, 1776). Видно, что в вакууме нити сминаются, причем часть нитей содержит субстрат. SEM Quanta-250.



Рис. 2. Поперечные ультратонкие срезы нитей *Limnesia undulata* (O.F. Müller, 1776). Одна из нитей содержит электронно-плотный материал. TEM Morgagni 268 D.

# **Особенности строения яичников морских свинок при рецидивирующем генитальном герпесе**

Н.В.Шевлягина, Л.В. Диденко, Т.Г.Боровая, А.М. Иванова,  
А.Н. Наровлянский

*ФГБУ «НИИЭМ им.Н.Ф.Гамалеи» Минздрава России, г. Москва, ул. Гамалеи, 18*

По данным ВОЗ 530 млн. человек инфицировано вирусом простого герпеса 2 типа (HSV-2), являющегося возбудителем генитального герпеса. В 50-75% случаях генитальный герпес имеет хроническое течение и может быть причиной бесплодия и патологии беременности, приводящей к невынашиванию плода[1,2].

Целью исследования являлось изучение структурных особенностей яичников морских свинок при рецидивирующем генитальном герпесе, методами световой, трансмиссионной и сканирующей электронной микроскопии. Иммуноцитохимическими методами проводили детекцию HSV-2, и в качестве первых антител использовали кроличьи поликлональные антитела к HSV-2 (ЛабДиагностика, Россия), в качестве вторых – коньюгаты антикроличьих антител с FITZ и коллоидным золотом размером 10 нм.

## **Результаты.**

С помощью световой микроскопии в яичниках инфицированных морских свинок было показано значительное снижение объема популяции овариальных фолликулов за счет активации процесса атрезии, в фолликулярном отделе яичников выявлены изменения на всех стадиях фолликулогенеза: вакуолизация цитоплазмы фолликулоцитов и овоцитов примордиальных фолликулов; диссоциация гранулезы и отсутствие в ней митозов в первичных фолликулах; гипертрофия текальной оболочки с наличием в ней расширенных микрососудов, инфильтрация гранулезы лейкоцитами во вторичных фолликулах; третичные фолликулы отсутствовали. В стромальном отделе яичников инфицированных морских свинок обнаружено скопление фибробластов в виде тяжей вокруг фолликулов, кистозное перерождение сети яичника.

Ультраструктурное исследование выявило хроматолиз и маргинацию хроматина в ядрах фолликулярных клеток, локальную деструкцию ядерной оболочки с экструзией кариоплазмы, увеличение количества гипертрофированных ядрышек. В цитоплазме фолликулоцитов отмечалась вакуолизация цитоплазмы и деструктивные изменения мембранных органелл (отсутствие комплекса Гольджи и эндоплазматической сети, увеличение численности митохондрий с признаками набухания и лизированными кристаллами).

В текацитах - цитолемма утрачивала четкость слоев, цитоплазма была вакуолизирована, происходила маргинация ядерного хроматина.

Исследование яичников методом СЭМ показало повреждение цилиарного аппарата эпителиальных клеток, выстилающих канальцы сети яичника.

При исследовании препаратов яичников на ультраструктурном уровне было обнаружено, что иммунная метка к HSV-2 локализовалась в ядре, околоядерном пространстве и митохондриях фолликулоцитов и текацитов. При иммунофлуоресцентном исследовании метка выявлялась в фолликулоцитах и эпителиоцитах кист.

Таким образом, при рецидиве генитального герпеса наиболее выраженные структурные изменения выявлены на полостных стадиях фолликулогенеза. Нарушение овариального фолликулогенеза может быть причиной генеративной дисфункции яичников. Положительные результаты иммуноцитохимической детекции HSV-2 в фолликулоцитах, текацитах, и эпителиоцитах кистах позволяют расценивать выявленные особенности моррофункциональной организации яичников морских свинок при рецидиве инфекционного процесса прямым следствием цитопатического действия вируса.

Литература:

1. Генитальный герпес (клиника, диагностика, лечение и профилактика). /Под ред. Молочкова В.А. Москва, 2005.
2. Неизвестная эпидемия: герпес. /Под ред. Хахалина Л.Н. Смоленск: фармографикс, 1997.

# **Взаимодействие кремниевых нанонитей с вирусом гриппа**

**С.Н.Шевченко<sup>1</sup>, В.Ю.Тимошенко<sup>1</sup>, А.А.Маныкин<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> *Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова, физический факультет, 119991, г.Москва, ГСП-1, Ленинские горы, д.1, Россия*

<sup>2</sup> *ФГБУ «НИИ вирусологии им. Д.И. Ивановского» Минздрава России, 123098, г. Москва, ул. Гамалеи, д.16, Россия*

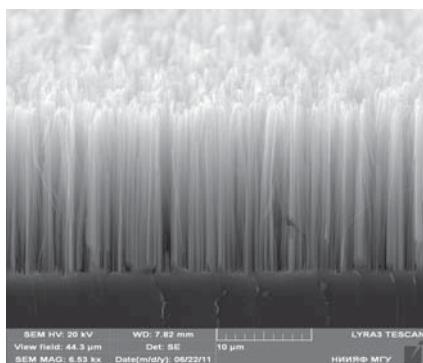
В настоящее время ученые стоят на пути к открытию новых, совершенно иных методов подавления активности вирусных инфекций – с помощью различных типов наночастиц. В первую очередь данные исследования направлены на изучение взаимодействия нанообъектов с наиболее часто встречающимися и опасными вирусами. В настоящей работе впервые продемонстрировано связывание кремниевых нанонитей (SiNWs) с вирусом гриппа.

Для получения SiNWs был применен двухступенчатый MACE метод. Образцы были сформированы химическим травлением пластин c-Si с двусторонней полировкой, р-типов проводимости, кристаллографической ориентацией (100) и удельным сопротивлением 0,001  $\Omega^*\text{см}$  и 10  $\Omega^*\text{см}$ . MACE метод получения SiNWs можно разделить на несколько этапов. Сначала исходную пластину c-Si помещали в раствор AgNO<sub>3</sub>/HF (0,02 моль AgNO<sub>3</sub> / 5 моль HF) на 15-60 секунд. В результате на поверхность пластины осаждались частицы серебра. Затем пластину помещали во второй раствор H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/HF (30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> / 5 моль HF в соотношении 1:10 по объёму) при комнатной температуре. В результате происходили окислительно – восстановительные реакции. Это приводило к химическому протравливанию тех участков пластины, которые были покрыты частицами Ag. В зависимости от времени травления, менялась толщина слоя образовавшихся нитевидных структур. Полученные образцы промывались дистиллированной водой и высушивались при комнатной температуре. Если необходимо было удалить частицы серебра, образцы промывались в 65% растворе HNO<sub>3</sub> в течение 15 минут. Таким образом были получены регулярные нитевидные структуры на подложке объёмного кремния (рис.1а) как из высоколегированных пластин (удельное сопротивление ~0,001  $\Omega^*\text{см}$ ), так из низколегированных (удельное сопротивление 1-10  $\Omega^*\text{см}$ ).

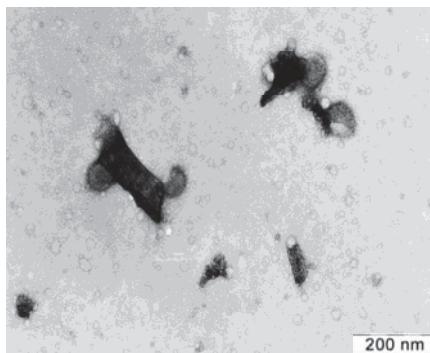
Структура кремниевых нанонитей изучалась на сканирующем электронном (СЭМ) и просвечивающем электронном микроскопах (ПЭМ). По данным ПЭМ и СЭМ можно сделать вывод, что образцы SiNWs, полученные на подложке кристаллического кремния с высоким удельным сопротивлением, обладают непористой структурой, в то время, как

образцы, полученные на подложке с более низким удельным сопротивлением – пористые. Отметим, что пористость образцов может оказывать значительное влияние на их оптические и фотолюминесцентные свойства.

Впервые в экспериментах с помощью ТЕМ было зафиксировано связывание кремниевых нанонитей с вирусом гриппа (рис.1б). Такой результат был получен путем простого смешивания вирусной суспензии и суспензии SiNWs в равных концентрациях и последующего суспендирования.



а)



б)

**Рис. 1** а) Изображение СЭМ скола образца: пористые нанонити на кремниевой подложке; б) изображение ПЕМ нанонитей связанных с вирионами вируса гриппа.

Данные эксперимента не показали сильную зависимость от времени контакта вируса и нанонитей. Был также подсчитан процент связанных вирусных частиц. Оказалось, что около 80% всех вирионов были в контакте в поверхностью нанонитей. На основе данных эксперимента предложен механизм вирулицидного действия SiNWs, согласно которому вирусы адсорбируются на пористую поверхность нанонитей, частично теряя при этом способность к заражению клеток.

На основе SiNWs могут быть созданы фильтры способные адсорбировать на своей поверхности вирусы, тем самым очищая жидкие среды от микробиологических объектов.

# Исследование папиллообразования в ходе морфогенеза листа *Alnus incana* (*Betulaceae*) с помощью методов сканирующей электронной микроскопии

К. А. Шибзухова<sup>1</sup>, А. С. Рябченко<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Москва

<sup>2</sup> Главный ботанический сад имени Н.В. Цицина РАН, Москва

В настоящее время исследование эпидермы листьев цветковых растений относится к числу актуальных направлений структурной ботаники и экологии растений. Одни авторы связывают особенности формообразования эпидермы с условиями произрастания, другие с характером роста листа, а, по мнению третьей группы исследователей, адаптивное значение морфологических признаков остается до конца не выясненным [1–3]. Характерной чертой эпидермы листьев некоторых видов растений является способность к папиллообразованию. Папиллы представляют сосочковидные выросты наружных стенок эпидермальных клеток. Им приписываются такие функции, как водозапасающая, влияние на транспирацию и улавливание света в затененных местах и т.д. [2, 3].

Цель данной работы – изучение строения эпидермы у формирующихся и закончивших рост листьев ольхи серой, в частности, папиллообразования.

Материал для исследований собран с трёх модельных деревьев, произрастающих в Ботаническому саду МГУ имени М.В. Ломоносова начиная с момента выхода из почки до стадии зрелости. Поверхность листьев *Alnus incana* изучали при помощи метода сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), (LEO - 1430 VP, Carl Zeiss, Германия) и крио-приставки «Deben CoolStage», на замороженных до -30 °C образцах, вырезанных из средней части листовой пластиинки.

Исследования поверхности листа ольхи в ходе морфогенеза, проведенные с помощью СЭМ, показали, что для абаксиальной эпидермы, наряду с описанными нами ранее структурами [4], характерна выраженная папиллизость (Рис. 1). Согласно нашим данным, папиллы образуют, как и основные клетки эпидермы, так иколоустичные. На замыкающих клетках они отсутствуют. Сформированная папилла состоит из расширенной верхней части – головки округлой формы и ножки. На микрографиях СЭМ на долю папилл приходится большая часть наружной поверхности клетки. Иногда папиллы могут быть соединены друг с другом перемычками. По мере формирования листа происходит увеличение размеров папилл, вплоть до полного покрытия всей поверхности эпидермальной клетки, и приобрет-

тение ими шаровидной формы. У зрелых листьев папиллы покрываются мощными хлопьевидными восковыми отложениями.

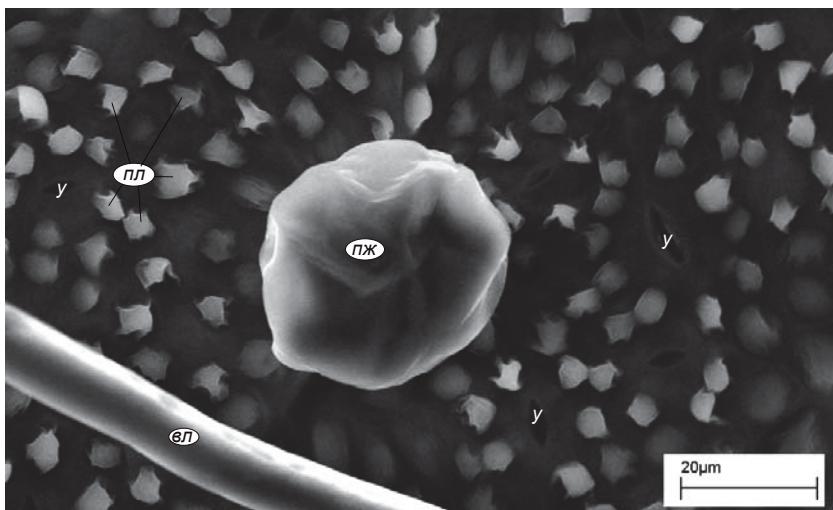


Рис. 1. Фрагмент абаксиальной поверхности листа *Alnus incana* L.

Обозначения: вл – волосок, пж – пельтатная железка, пп – папиллы, у – устьица

Таким образом, можно предположить, что интенсивное папиллобразование клетками нижней эпидермы направлено на регуляцию транспирации, что является ответной реакцией *Alnus incana* на условия произрастания.

1. Васильев Б.Р. Строение листа древесных растений различных климатических зон. Л., 1970. 208 с.
2. Паутов А.А. Структура листа в эволюции тополей СПб., 2002. 163 с.
3. Паутов А.А., Скорионова Ю.В. Роль папиллообразования в морфогенезе листа *Idesia polycarpa* (*Flacourtiaceae*) // Бот. ж. Т. 91. N 2. 2006. С. 193-200.
4. Шибзухова К.А., Рябченко А.С. Использование методов сканирующей электронной микроскопии для исследований поверхности листьев *Alnus glutinosa* и *Alnus incana* (*Betulaceae*) // Тезисы докладов XVIII Российского симпозиума по растровой электронной микроскопии». Черноголовка. 2013. С. 508-509.

## Авторский указатель

Acosta M.	94	Alexeev P.A.	292
Baranov A.	292	Alijeva V.R.	122
Bauer S.	250	Altunin P.P.	174
Bauerdick S.	350	Альбот Д.В.	342
Bdikin I.K.	312	Амеличев В.В.	368
Bruchhaus L.	350	Аммон Л.Ю.	410
Buffat P.A.	2	Амрастанов А.Н.	266
Cheng H.-H.	156	Анашкина Н.Е.	508
Clare D.	618	Андрюхович И.М.	388
Glaum J.	94	Антипов Е.В.	116, 164
Grishutkin O.G.	616	Антонов А.С.	358
Grund C.	250	Аристов В.Ю.	48, 336
Helbing J.	250	Аристова И.М.	48
Hocker M.	250	Аронин А.С.	50, 130
Hombourger C.	526	Арсентьев К.Ю.	260
Jede R.	350	Артемов В.В.	64, 68, 240, 354
Jo Wook	94	Архарова Н.А.	172
Karu T.I.	590	Атаханов А.А.	52
Kirchner M.	350	Афанасенкова Е.С.	64, 66, 68
Kleebe H.-J.	94	Ашуроев Н.Ш.	52
Lupascu D.C.	296	Ашуроев Н.Ш.	542
Mantefel V.M.	590		
Mazarov P.	350		
Neklyudova M.	464		
Neretina A.N.	616		
Norman E.D.	526		
Outrequin M.	526		
Portail M.	336		
Sanchez-Barriga J.	336		
Schmitt L.A.	94		
Severtsov A.N.	616		
Shvartsman V.V.	296		
Thonke K.	250		
Tischer I.	250		
Zakhzheva M.	94		
Zandbergen H.W.	464		
Zielinski M.	336		

**А**

Абдоханов Э.М.	100
Абросимова Г.Е.	50, 130
Авилов А.С.	90, 92, 168, 184
Авилов В.И.	278
Автандилов А.Г.	568
Агабеков В.Е.	530, 596
Агеев О.А.	280, 326
Азизбекян Р.Р.	584
Акберрова Э.М.	506
Акишина А.А.	600
Алекперов Э.Ш.	170
Александрова М.А.	594
Алексеев М.В.	100

**Б**

Бабаев В.А.	96
Бабоша А.В.	606
Баденко Н.В.	198
Бадрутдинов А.Р.	272, 480
Баикин Р.М.	458
Байбеков А.И.	554, 586
Байбеков И.М.	544
Байдусь Н.В.	34
Бакеева Л.Е.	546
Бакиров А.В.	32
Баклагина Ю.Г.	172
Баклагина Ю.Г.	28
Баньковская И.Б.	360
Барабанова Е.В.	362
Баран Л.В.	54
Баранов А.В.	352
Баринов Н.А.	628
Баринов С.М.	418
Бархина Т.Г.	548, 566
Баскаев С.А.	162
Баталова Ф.М.	550
Батенина И.В.	56
Бахтеева Н.Д.	108
Бацанов С.А.	58
Башкиров С.А.	364
Бейкин Я.Б.	620, 622
Белавцева Е.М.	380
Белов Н.А.	488
Белоногов Е.К.	60, 62

Белоусов С.И.	32	Васильева В.И.	506
Белошапкина О.О.	606	Васильевский В.В.	378
Белугина Н.В.	286	Вдовичев С.Н.	44
Бельмонт А.	582	Вербицкий Н.И.	26
Беляков В.А.	366	Вергелес П.С.	230, 244, 408
Березкина Н.Г.	64, 66	Верховцева Е.В.	42
Березкина Н.Г.	68, 70, 70	Викторов С.Д.	512
Бешенков В.Г.	368	Вильде Г.	376
Бияев Д.А.	338	Виноградов Д.И.	10
Билоконь С.А.	282	Виола Б.	452
Бланк В.Д.	152, 524	Владимиров Л.В.	70
Бобров А.И.	36, 38, 40, 128, 528	Власенко Н.С.	110
Боголюбов Д.С.	550	Власов В.П.	96
Бойченко Н.В.	442	Власукова Л.А.	132
Болотов В.В.	284, 370, 372	Внуков В.И.	426, 490
Большакова Н.Н.	366	Внукова А.В.	280
Бондарев С.А.	552	Войтенко О.В.	224
Бондаренко А.В.	498	Волк Т.Р.	344
Бондаренко В.И.	4	Волков А.В.	216
Бондаренко В.П.	498	Волков А.М.	556, 588
Бондаренко М.А.	308	Волков В.Т.	78, 104
Бондаренко Ю.Ю.	308	Волков И.О.	380
Боргардт Н.И.	8, 18, 80, 142, 440, 444, 476	Волков Р.Л.	80, 382
Борик М.А.	20	Волкова Е.И.	34
Борисовский С.Е.	420	Волонин М.В.	460
Боровая Т.Г.	568, 648	Волох О.А.	578
Боряков А.В.	228, 254	Воробьев В.В.	76
Брагин А.А.	64	Воробьева А.Е.	100
Броздниченко А.Н.	374	Воронова Е.А.	358
Бублик В.Т.	20	Воронцов А.М.	458
Бубликов Е.И.	72	Воротеляк Е.А.	594
Буданов Б.А.	306	Воротилов К.А.	86
Булыгина Л.Г.	536	Вывенко О.Ф.	248, 342
Бунин И.Ж.	508	Вылегжанина М.Э.	146, 396
Буранова Ю.С.	376	Ятигин А.Ф.	78, 368
Бурмистров А.А.	380		
Буслаева Е.Ю.	90, 92		
Бугаев А.Х.	544, 554, 586		
Буташин А.В.	74, 96, 98		
Бухареев А.А.	300, 338, 442		
Быков А.С.	296, 312		
Быков В.А.	10		

## B

Вайс В.Б.	546
Валиев Х.Х.	320
Валишева Н.А.	494
Валуева С.В.	146
Ванг Ди	134
Вангели И.М.	546
Варнаков С.Н.	174
Варфоломеев И.А.	510
Варыхалов А.	336
Васильев А.Л.	100
Васильев А.Л.	4, 26, 32, 74, 102, 108, 116, 124, 158, 164, 214

## Г

Гагарин Ю.Е.	384
Газизова Г.Р.	558
Гайнутдинов Р.В.	286, 288, 290, 344
Галеев А.А.	76
Ганчев А.С.	252
Гасанов О.В.	386
Гасенкова И.В.	388
Гатин А.К.	304, 334
Гахраманов А.Д.	632
Генатуллина Г.Н.	560
Гениатуллина М.С.	562, 592
Гилевская К.С.	596
Гинзгеймер С.А.	266
Гирсова С.Л.	118, 390
Глаголев В.А.	538
Глеб Л.К.	496
Гнесин Б.А.	392, 394
Гнесин И.Б.	392, 394
Голованова В.Е.	548, 566

Голубев Е.А.	514
Голубева В.Н.	460
Голубица А.Н.	638
Голубь А.С.	436
Гольберг Д.В.	500
Горбачук В.В.	300
Горкунов М.В.	354
Городкин Г.Р.	496
Горыкаев Д.А.	458
Гостев А.В.	232
Грачев А.В.	70
Гременов В.Ф.	364
Грефнер Н.М.	564
Гречишkin Р.М.	200, 366, 386
Григорьев Е.И.	416
Григорьев Т.Е.	32
Гришанин А.В.	468
Гришин М.В.	304, 334
Гришина Я.С.	80, 382
Громова Л.В.	564
Грудин Б.Н.	82, 190, 192, 194, 224, 456
Грузинцев А.Н.	88
Губанова Г.Н.	396
Губин С.П.	90, 92, 168
Гуменик С.А.	548, 566
Гурвиц Б.Я.	634
Гурьев В.В.	102
Гусев О.А.	576
Гусев С.А.	44
Гутаковский А.К.	6, 22, 58, , 494
Гущин М.Ю.	548, 566

## Д

Даванков В.А.	446
Давлеткильдеев Н.А.	284
Дайнеко А.В.	362, 448
Далидчик Ф.И.	306
Делекторская В.В.	630
Демиденов К.В.	32
Демчук Ж.А.	398
Денг Ш.	582
Денисюк А.И.	400
Дергунова Е.А.	100
Деревянко А.П.	452
Дерягина И.Л.	402
Джумалиев А.С.	404
Дзантхиев Б.Б.	626
Дзеранова К.М.	568
Дивинский С.В.	376
Диденко Л.В.	568, 648
Дикан В.	346
Дицман С.А.	196
Дмитриева Т.Г.	422
Добаткин С.В.	418
Добровольская М.В.	452
Долгинцев Д.М.	374

Домкин К.И.	302
Дорохин М.В.	244, 254
Дробот Е.И.	570, 610
Дробышева И.М.	572
Дрштичка М.	210
Дубинец А.В.	82, 84, 140, 154, 224
Дубкот С.В.	80
Дудник А.О.	574
Дунаевский М.С.	292
Дюков В.Г.	234
Дюшарм С.	288

## Е

Евстафьева Е.Н.	232
Евтигин В.Г.	576
Егоров А.С.	596
Егоров Д.И.	530
Елисеев А.А.	26
Елисеев А.Ю.	448
Елисеев В.В.	468
Емельченко Г.А.	88, 406
Еременко В.Г.	244
Еременко В.Г.	78, 408
Ермаков Р.П.	420
Ермолаева О.Л.	294
Ермолаева Ю.В.	88
Ерохин П.С.	578, 580, 602
Ершов А.В.	228, 450
Ефимов А.А.	114
Ещик Д.Е.	132, 364

## Ж

Жабрев В.А.	410
Жарков С.М.	174
Жданов Г.С.	236, 238
Железова А.И.	638
Желтякова И.С.	490
Жердев А.В.	626
Жигалина В.Г.	24, 26, 66, 86
Жигалина О.М.	24, 30, 66, 68, 86
Жигач А.Н.	64, 66, 68
Жирнов О.П.	612
Жиронкина О.А.	582
Жохов А.А.	406
Жуков В.А.	198
Жуков Р.Н.	296, 312
Журавлев О.Е.	200
Журавлева Г.А.	552
Журавлева Т.С.	416, 436

## З

Забавин Е.В.	458
Заботин Я.И.	558
Завин Б.Г.	380
Завьялов С.А.	416

Завьялова Е.Г.	628
Загорский Д.Л.	240, 298
Заднова С.П.	580
Зайтб М.	476
Зайковский В.И.	640
Зайцев С.В.	88, 196
Зайцев С.И.	348
Зайцева Л.В.	516
Занавескин М.Л.	124
Запорожец М.А.	90, 92, 168, 184
Захаров А.А.	336
Зверькова И.И.	88
Здоровейщев А.В.	244
Зеер Г.М.	412
Зенкевич А.В.	288
Зиганшин М.А.	300
Зиганшина С.А.	300, 338
Зинченко А.В.	598
Зленко А.С.	420
Злобин В.А.	414
Зубашева М.В.	584
Зыков А.В.	18, 142

## И

Ибрагимов А.Ф.	586
Ибрагимов Р.А.	324
Иванов В.В.	114
Иванов В.К.	518
Иванова А.Г.	108
Иванова А.И.	200, 366, 386, 448
Иванова А.М.	648
Иванова А.С.	640
Иванова О.И.	436
Иванова О.П.	416
Иванова Ю.Л.	624
Ивлев К.Е.	370
Ивлев Ю.Ф.	624
Иевлев В.М.	60, 62, 418
Ильин В.А.	242
Иржак А.В.	346
Исмагилов Р.Р.	332
Исмаилов А.М.	96, 98
Исхакова Л.Д.	420

## Й

Йигиталиев С.Х.	544
-----------------	-----

## К

Казаков И.П.	444
Казаков С.М.	116, 164
Казаковский Н.Т.	460
Казанская Г.М.	556, 588
Казанский П.Р.	60, 274, 422, 452
Казанцева Н.В.	112
Казьмирук В.В.	202, 204, 206, 208, 210, 212

Калимуллина Э.Т.	386
Калинина А.С.	10
Калинина Н.О.	574
Калмыков А.Е.	42
Каминская Т.П.	302
Каневский В.М.	74, 96, 98
Караджян Б.П.	624
Карасев В.Ю.	150
Каратеев И.А.	100
Каратеева К.Г.	102
Карнаух И.М.	136, 138
Карнет Ю.Н.	320
Карпов М.И.	424, 426
Карпов М.И.	490
Кастро Р.А.	374
Касумов Ю.А.	78, 104
Кацнельсон Б.А.	622
Кизилова Е.А.	638
Кийко В.М.	424, 426, 428, 430
Кикавада Т.	576
Кильмаметов А.Р.	418
Киреев И.И.	582
Кириллов А.В.	456
Кирсанкин А.А.	304
Киселёв А.М.	550
Киселев Д.А.	296, 312, 484
Киселев Н.А.	26
Киселева Е.В.	638
Клевачев А.М.	74
Клечковская В.В.	28, 172
Кливер Е.Э.	556, 588
Клименко Г.Л.	120
Климов А.Э.	62
Клинкова Л.А.	106
Клинов Д.В.	332, 628
Кнотько А.В.	518
Князев Е.В.	370, 372
Князев М.А.	144, 348
Князькова Л.Г.	556
Коблов Э.А.	36
Ковалевский А.А.	432
Ковалевский С.А.	306
Коваленко И.Ф.	598
Коваленко Ю.И.	308
Ковалский А.М.	56
Ковальский В.А.	244
Ковалчук М.В.	4
Ковалчук М.Н.	120
Козырев К.С.	360
Кокатев А.Н.	310
Кокурина Н.Ю.	534
Коларжик В.	210
Коледов В.В.	346
Колесников С.С.	260
Колобылина Н.Н.	108
Коловертнов Д.В.	360
Коломиец В.В.	72

Коломийцев А.С.	280, 326	Куликаускас В.С.	474
Колоницкий П.Д.	110	Куликова Д.А.	600, 604
Колосов В.Ю.	112	Куликова И.М.	520, 522
Колотовкина Д.А.	22	Куликовская В.И.	596
Колченко Н.Н.	334	Кулинич В.И.	72
Колчина А.С.	78	Куломзин Е.К.	378
Комар О.М.	432, 502	Кульницкий Б.А.	152, 524
Комаров Ф.Ф.	132	Кумахова Т.Х.	606
Комисаренко Ф.Э.	400	Күмсков А.С.	26
Комисарчик Я.Ю.	564, 636	Күпreeнko C.Ю.	196
Комлев В.С.	418	Курганов И.Г.	202
Компанец Г.Г.	610	Курганов И.Г.	204, 206, 208, 210, 212
Кондратьев В.Е.	548	Күрек Д.В.	644
Кондратьева С.А.	576	Курилкин М.В.	100
Коннов Н.П.	580, 602	Курлов В.Н.	428
Конова Е.М.	478	Күсков М.Л.	64, 66, 68
Кононова С.В.	28, 396	Кускова А.Н.	30
Копорулина Е.В.	148, 508, 512	Күтин А.А.	146
Копылов А.М.	628	Кюбель К.	134
Корепанова А.Г.	506	Кязумов М.Г.	176
Коржов В.П.	424, 426, 490	<b>Л</b>	
Корнейчук С.А.	422	Лабунов В.А.	432
Коробков Д.А.	510	Лавренюк А.В.	452
Коровушкин В.В.	434	Лазарев В.А.	328, 438
Королев Ю.Н.	562, 592	Лалая В.М.	70
Коротков В.В.	240	Лапшин Р.В.	316
Коршунов К.В.	460	Ларионов П.М.	640
Костюк Д.В.	368	Ларионов Ю.В.	246
Костюченко А.В.	418	Латникова Н.Б.	242
Косых А.В.	594	Лебедев Д.В.	338
Котвицкий А.Н.	84	Лебедев Д.В.	442
Котов Д.А.	432, 502	Леесмент С.И.	10
Коханчик Л.С.	344	Лейпунский И.О.	64, 66, 68, 70
Кочанов А.Н.	512	Лененко Н.Д.	436
Красковский А.Н.	596	Леонова О.Г.	608, 624
Красникова А.О.	598	Леонюк Н.И.	148
Крашенинников С.В.	32	Лизункова Я.С.	466
Крепостнова И.М.	580	Лизунова А.А.	114
Кривошеев Р.М.	132	Лобов И.А.	284
Кривулин Н.О.	38	Ловыгин М.В.	178, 444
Кривулин Н.О.	40	Логинова Н.В.	622
Криничная Е.П.	416, 436	Ложкин М.С.	236
Кручинина Е.В.	28	Ломонова Е.Е.	20
Крюков Р.Н.	254	Лотков А.И.	118, 182
Кесенич С.В.	296, 312	Лубенцов К.И.	446
Кубасов И.В.	312	Лукичев В.Ф.	158
Кудренко Е.А.	88	Лукьянов А.Е.	196
Кудрявцев В.В.	290	Лундин В.В.	42
Кузин А.И.	584	Лучинин В.В.	242
Кузин Б.А.	600	Лядов Н.М.	442
Кузнецов О.С.	578, 580, 602	Ляпун И.Н.	212, 570, 610
Кузнецова Е.В.	438		
Кузнецова Е.М.	578		
Кузнецова Т.А.	314		
Кукин В.Н.	440		
Куклев В.Е.	602		
Кулеякин А.В.	20		

Макаренков А.М.	264
Макаров В.В.	574
Макарова И.П.	116, 164
Макарова Л.И.	380
Макарова С.	574
Максименко А.А.	60
Максимов К.С.	178, 180
Максимов С.К.	178, 180
Максимова К.Ю.	288
Максимюк И.Е.	520
Малехонова Н.В.	34, 36, 128, 528
Малинович М.Д.	296, 312
Маловичко М.И.	318
Малышев А.Я.	458
Малышева Е.И.	244
Мальшина О.В.	362, 448
Малышко А.Н.	186
Мальцев В.	148
Малыров А.А.	440
Манухова А.Д.	238
Маныкин А.А.	612, 650
Марголин В.И.	410
Марданов Д.Н.	554, 586
Маркевич М.И.	186
Мартыненко В.А.	468
Марченко Д.	336
Масалов В.М.	406
Маслов А.К.	560, 614
Матвеев А.Т.	500
Матвеев Д.В.	130
Матвеева Г.Н.	146
Матвеева Н.М.	638
Матюк В.М.	492
Машанов В.И.	156
Машин А.И.	450
Машинский В.В.	420
Медникова М.Б.	452
Мееров Д.Б.	64
Мезрин А.М.	462, 488
Мейнер Л.Л.	118, 182
Мейнер С.Н.	118
Мельников А.А.	220, 222
Мензоров А.Г.	638
Мерзляков А.И.	454
Мерцалов Б.И.	600
Мерцалов И.Б.	604
Мехрабова М.А.	122
Милович Ф.О.	20, 162, 420
Милушева Р.Ю.	542
Мирзоев Э.И.	122
Миронов В.Л.	294
Мисуркин И.А.	416
Митко С.	288
Митрофанова Е.С.	116
Митюхляев В.Б.	234
Михайлов В.И.	98
Михайлова О.В.	358
Михайловский В.Ю.	248, 342
Михеев Н.Н.	250, 252, 384
Михуткин А.А.	116, 124, 214
Мишкин В.П.	468
Модин Е.Б.	140, 154, 192, 456
Моисеенко Е.Т.	174
Мокрушин В.В.	458, 460
Молодцова О.В.	48, 336
Монахов А.М.	292
Моногаров К.А.	64
Морозов А.В.	462
Мошков А.В.	636
Мошников В.А.	330
Муравьева Т.И.	462, 488
Муслимов А.Э.	74, 96, 98
Мухин И.С.	400
Мызина В.А.	20
Мясоедов А.В.	42

## Н

Набелкин О.А.	522
Назаров А.М.	122
Наровлянский А.Н.	648
Науменко В.Ю.	320
Нежданов А.В.	450
Нейман А.А.	182
Некрасов А.Н.	392, 394, 490
Непомнящих А.И.	260
Низов Г.В.	306
Никифорова Г.Г.	380
Никифорова Н.А.	250, 252, 384
Николаев А.Е.	42
Николаенко М.А.	584
Николайчик В.И.	90, 92, 106, 120, 184
Николичев Д.Е.	228, 254
Никулин Ю.В.	404
Никулина А.А.	466
Никулина Л.А.	562, 592
Нищев К.Н.	468
Новак А.В.	322
Новиков И.В.	430
Новиков Ю.А.	256, 258
Новожилов Н.В.	358
Новопольцев М.И.	468
Новохатская Н.И.	430
Нуждин Е.В.	272, 328, 438, 454, 480, 482
Нургазизов Н.И.	338
Нуриев И.Р.	122

## О

Образцова Е.А.	332, 500
Овчаров А.В.	124
Окада Д.	576
Окуда Т.	576
Омаров А.Ю.	422
Орехов А.С.	28, 32, 108, 124, 126, 172

Орлов В.И.	470, 472
Орлова Е.В.	618
Осин Ю.Н.	76
Осипов Н.Н.	210, 212
Остапенко Е.В.	388
<b>П</b>	
Павлов Д.А.	34, 36, 38, 40, 128, 528
Павлова Л.А.	260
Панкратов А.Н.	216
Парфенов Н.М.	486
Пархоменко Ю.Н.	296, 312
Пастухов А.В.	446
Патлажан С.А.	70
Патраков Е.И.	402
Пашера Е.И.	56
Пашаев А.М.	324
Пережогин И.А.	152, 524
Пермяков Н.В.	330
Першина Е.А.	130
Петлицкий А.Н.	132, 364, 498
Петров К.А.	190, 194
Петров Ю.В.	248, 342
Петрова В.А.	28
Печникова Е.В.	14, 618
Пещерова С.М.	260
Пирогов А.В.	38, 40, 128, , 528
Пискунова Н.Н.	514
Пичугова С.В.	620, 622
Платонова Т.А.	626
Плехова Н.Г.	570, 610
Плотников В.С.	82, 84, 140, 154, 190, 192, 194, 456
Плотниченко В.Г.	90
Плотниченко В.Г.	92
Подкопаев А.А.	208
Полетика Т.М.	118, 390
Полищук В.А.	150, 352
Полищук С.В.	190, 192, 194
Польнер С.А.	548, 566
Поляков А.Н.	270
Поляков В.В.	10
Попенко В.И.	608, 624
Попов В.А.	134, 136, 138
Попов В.В.	302
Попов М.Ю.	152
Попова Е.Н.	402
Постников А.Ю.	460
Потапкин О.Д.	218
Потапкин О.Д.	220, 222
Пресняков М.Ю.	4, 74, 108, 116, 124, 164, 456
Привалова Л.И.	622
Привезенцев В.В.	474
Придворова С.М.	626
Приходько А.С.	476
Пронин В.П.	352

Пронин И.П.	484
Просвириков А.С.	136, 138
Протопопова А.Д.	628
Прохоров Д.В.	424, 426, 490
Прутченко С.Г.	268
Пряникова Е.В.	74
Пугачёв К.Э.	360
Пулатова Х.П.	542
Пустовалов Е.В.	82, 84, 140, 154, 194, 224, 456, 570, 610

## P

Рабухин А.Л.	10
Разгулина О.В.	532, 536
Райхлин Н.Т.	632
Ракова Е.В.	74
Расулова А.М.	548, 566
Рау Э.И.	196, 232
Рашидова С.Ш.	52, 542
Рева И.А.	308
Редькин А.Н.	144, 262
Резник И.А.	386
Рёснер Х.	376
Рогов О.Ю.	354
Росликов В.Е.	370
Рошан Н.Р.	60
Рубашкина М.В.	326
Руденко К.В.	158
Рудич Н.В.	18, 142
Русаков К.А.	216
Русейкина А.В.	398
Рустамова Л.В.	176
Рыбалко В.В.	378
Рыжова М.В.	262
Рябченко А.С.	606, 652
Рязанцева М.В.	508

## C

Савицкая Т.Н.	202, 204, 206, 208
Саврасов К.В.	468
Сагалова Т.Б.	138
Садовская Н.В.	478, 492
Садыгов Р.М.	122
Садыков Н.С.	544
Самохина А.И.	272, 454, 480
Самылина О.С.	516
Сапурина И.Ю.	330
Сарычев О.Э.	186
Сафарзаде А.А.	324
Сафина И.Р.	482
Сахаров А.В.	42
Сачек Б.Я.	462, 488
Свинцов А.А.	348
Сдобняков Н.Ю.	358
Севостьянов Е.Н.	242
Седловец Д.М.	144

Селенских Я.А.	112	Стрелкова О.С.	582
Сёмин Б.В.	608	Стрганова Т.С.	426, 490
Сёмин В.О.	182	Суворова Е.И.	12, 126, 160
Сенкевич С.В.	484	Судин В.В.	518
Сергеева О.Н.	484	Сульдина Л.А.	638
Серегин Д.	86	Суродин С.И.	228
Серегина Е.В.	264	Сутункова М.П.	622
Симонова О.Б.	600, 604	Суханова Т.Е.	146, 396
Синицына О.В.	380, 574	Сухинич К.К.	594
Ситанская А.В.	518	Сызганцева М.А.	518
Склизкова В.П.	290		
Скопцов Е.А.	530		
Скороходов Е.В.	294		
Скрылева Е.А.	162		
Скурат Е.В.	618		
Слоан Дж.	26		
Слуцкий В.Г.	334		
Смирнов А.И.	466		
Смирнов В.А.	278, 280, 326		
Смирнов Н.В.	44		
Смирнова Е.А.	630, 632		
Смирнова Е.Ю.	634		
Смирнова Т.А.	584		
Снегирева Н.С.	320		
Снигирев А.А.	212		
Снигиревская Е.С.	636		
Соболев Б.П.	184		
Соколов В.Н.	532, 536		
Соколов Д.Н.	358		
Соколов Л.В.	486		
Соколова И.Н.	632		
Соколова М.П.	146		
Соколова О.С.	618		
Соловьев А.Г.	618		
Соловьев Я.А.	186		
Соловьева А.Ю.	90, 92		
Солодуха В.А.	186		
Солоницына Е.А.	328		
Сомова Л.М.	570, 610		
Сорокин Д.С.	34, 128		
Сорокин Л.М.	42		
Сорокин Ю.Г.	414		
Спивак Ю.М.	330		
Старков В.В.	144		
Стебельков В.А.	234		
Стегно Е.В.	70		
Стенников А.В.	148		
Стенькин Ю.А.	284, 372		
Степанов А.Л.	76		
Степанова И.С.	550		
Степанова К.В.	310		
Степанцов Е.А.	164		
Степина Н.Д.	290		
Степович М.А.	250, 264, 266, 270, 302, 384, 434		
Стецько Д.В.	284		
Столярова О.О.	488		
Стрелкова О.С.	582		
Стрганова Т.С.	426, 490		
Суворова Е.И.	12, 126, 160		
Судин В.В.	518		
Сульдина Л.А.	638		
Суродин С.И.	228		
Сутункова М.П.	622		
Суханова Т.Е.	146, 396		
Сухинич К.К.	594		
Сызганцева М.А.	518		
<b>Т</b>			
Табачкова Н.Ю.	20		
Тагиев Б.Г.	324		
Татаринцев А.А.	232		
Татарский Д.А.	44		
Твердохлебова А.В.	118		
Тимошенко В.Ю.	650		
Титков А.Н.	292		
Титов А.Т.	640		
Титов С.В.	416		
Ткачев В.В.	82, 140, 154, 224		
Тодорова Е.В.	108		
Толмачев А.В.	88		
Толстыхина А.Л.	286, 288, 290		
Томаев В.В.	150, 352		
Томашпольский Ю.Я.	268, 492		
Трифонов А.А.	272, 328, 438, 454, 480, 482		
Трифонов А.Ю.	474		
Трифонов Ю.Г.	422		
Тулакина Л.Г.	620, 622		
Туманов А.В.	442		
Тупик В.А.	410		
Туртин Д.В.	270		
Турцевич А.С.	132, 186, 364, 498		
Туякова Ф.Т.	332		
Тюкалова Е.В.	152		
<b>У</b>			
Убайловк Е.В.	342		
Урьян В.Ф.	534		
Уткин Д.В.	578, 580, 602		
<b>Ф</b>			
Файерштейн К.Л.	500		
Фарзалиев С.С.	122		
Федорец А.Н.	82, 84, 140, 154, 224		
Федотов А.Ю.	418		
Феклисова О.В.	470, 472		
Филатова А.Г.	380		
Филимонов Ю.А.	404		
Филимонова Л.В.	380		
Фридкин В.М.	288		
Фролов К.В.	240		
Фролов Н.Н.	462		

## **X**

Хабарова И.А.	508
Хазова О.А.	24
Хамидуллин Д.Р.	272
Хандархава С.Е.	494
Харитонов В.А.	334
Хатипов С.А.	478
Хацаева Р.М.	642
Хмеленин Н.	24
Хмеленин Д.М.	66
Хмеленин Д.Н.	86
Ходос И.И.	48, 104, 120, 134, 136, 138, 406
Холостов К.И.	498
Хомутов М.Г.	138
Хорошилов В.В.	234
Хохлов Э.М.	90, 92
Хрипунов А.К.	172
Худолей А.Л.	496

## **Ц**

Царёв М.В.	458, 460
Царёва И.А.	458, 460
Цоуфалова Е.	210
Цыбульский В.В.	132, 364, 498

## **Ч**

Чайка А.Н.	336
Чапланов А.М.	186
Чареев Д.А.	116
Чвалун С.Н.	32
Чевакинская А.А.	466
Чевелева Е.А.	450
Чердынцева С.В.	32
Черезова В.А.	274
Черепанинец В.Д.	582
Черков А.Г.	156, 494
Черников В.П.	566
Чернов Б.Б.	136
Чернов И.В.	274
Чернов М.С.	536
Черных И.А.	124
Чернявский М.А.	640
Чесноков Ю.М.	158
Чижики С.А.	314
Чистякова О.В.	632
Чонг Шъ Чу	410
Чувилин А.Л.	24
Чудинова Ю.В.	644
Чуков Н.А.	478

## **Ш**

Шабанова Т.А.	538
Шавкин С.В.	102
Шакиров И.И.	338
Шалашина А.Я.	90, 92

Шапиев И.М.	98
Шарифова А.К.	170
Шатров А.Б.	646
Шаулов А.Ю.	70
Шахобутдинов С.Ш.	52, 542
Шведов С.В.	132, 364
Шведченко Д.О.	160
Шевлягина Н.В.	584, 648
Шевченко С.Н.	650
Шелягин Р.В.	372
Шемерянкин А.А.	280
Шемухин О.В.	474
Шестакова Ю.А.	86
Шибзухова К.А.	652
Шиловских В.В.	110
Шипко М.Н.	434
Шишкина Е.В.	622
Шкловер В.Я.	452
Шлянников В.Н.	442
Штанский Д.В.	56, 500
Штейнман А.Э.	500
Штейн-Марголина В.А.	634
Шуб Б.Р.	304, 334
Шульга Н.Ю.	162
Шульга Ю.М.	162
Шумманн Х.	476
Шуньков М.В.	452
Шур В.Я.	622
Шушакова Е.А.	216

## **Щ**

Щербакова Е.Н.	186
Щербина А.Н.	390
Щичко И.О.	116, 164

## **Ю**

Югай С.М.	52, 542
Юмашев О.Б.	320
Юнкин В.А.	212
Юрковец Д.И.	532, 536
Юровских А.С.	112

## **Я**

Яговкина М.А.	42
Якимов Е.Б.	230, 348, 470, 472
Якимов Е.Е.	262
Якимчук И.В.	510
Яковлева Н.М.	310
Яминский И.В.	380, 574
Яновский Ю.Г.	320
Ясионас А.А.	502



