

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт кристаллографии
им. А.В. Шубникова Российской академии наук
(ИК РАН)

АННОТАЦИОННЫЙ ОТЧЕТ
О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ
ПРОВЕДЕНИЕ ЦЕНТРОМ КОЛЛЕКТИВНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ «СТРУКТУРНАЯ
ДИАГНОСТИКА МАТЕРИАЛОВ» ИК РАН НАУЧНЫМ ОБОРУДОВАНИЕМ
ПОИСКОВЫХ РАБОТ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ КОМПЛЕКСНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ В
РАМКАХ ПРИОРИТЕТНЫХ НАПРАВЛЕНИЙ РАЗВИТИЯ НАУКИ, ТЕХНОЛОГИЙ И
ТЕХНИКИ В РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ В ОБЛАСТИ СТРУКТУРНОЙ
ДИАГНОСТИКИ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ, ВКЛЮЧАЯ
НАНОКРИСТАЛЛЫ, БИОКРИСТАЛЛЫ И ТОНКИЕ ПЛЕНКИ,
по теме
ПРОВЕДЕНИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКИХ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ ПО ТЕМАТИКЕ ЦКП ИК РАН.
(промежуточный)

Этап второй

шифр 2012-5.2-16-552-0002-115

Государственный контракт от «12» июля 2012 г. № 16.552.11.7077

Москва 2013

РЕФЕРАТ

Объект исследований: обоснование объекта исследования, отвечающего целям НИР, составление аналитического обзора, проведение патентных исследований по ГОСТ 15.011-96, проведение теоретических и экспериментальных исследований по тематике ЦКП ИК РАН в области структурной диагностики кристаллических материалов, включая нанокристаллы, биокристаллы и тонкие пленки, в центре коллективного пользования научным оборудованием «Структурная диагностика материалов», заключение договоров и поставка оборудования и комплектующих, поддержание текущего состояния оборудования ЦКП путем снабжения его комплектующими, подготовка оборудования к калибровке и сертификации, сопровождение сертификации и калибровочных работ, периодическая поверка, калибровка и сертификация оборудования и средств измерений ЦКП ИК РАН, реализация комплекса мер по стимулированию использования оборудования ЦКП третьими лицами научно-методическое и приборное обеспечение научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации, с предоставлением возможности использования методов научных исследований, разработанных или освоенных центром коллективного пользования научным оборудованием, составление промежуточного отчета.

Основная поставленная на втором этапе цель работы заключалась в: проведении теоретических и экспериментальных исследований в области структурной диагностики кристаллических материалов, различных функциональных материалов в т.ч. наноматериалов и биоорганических материалов в центре коллективного пользования научным оборудованием «Структурная диагностика материалов», заключении договоров и поставке оборудования и комплектующих, поддержании текущего состояния оборудования ЦКП путем снабжения его комплектующими, проведении периодической поверки и калибровки средств измерений ЦКП ИК РАН, научно-методическом и приборном обеспечении научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации, с предоставлением возможности использования методов научных исследований, разработанных или освоенных центром коллективного пользования научным оборудованием, составлении промежуточного отчета.

Методология проведения работы:

- Проведение комплексных исследований по тематике Центра с использованием различных методов нанодиагностики, включая атомно-силовую микроскопию, рентгеноструктурный анализ, спектрофотомерию, порошковую рентгеновскую дифракцию, монокристалльную рентгеновскую дифракцию при высоких давлениях и методом рентгеноструктурного анализа различных функциональных материалов в т.ч. наноматериалов и биоорганических материалов.
- Заключение договоров на поставку оборудования и комплектующих.
- Поддержание текущего состояния оборудования ЦКП путем снабжения его комплектующими и проведением ремонтно-профилактических работ.
- Периодическая поверка и калибровка средств измерений ЦКП ИК РАН.
- Подготовка высококвалифицированных научных кадров путем использования приборов и методов физических измерений, развитых в ЦКП.
- Научно-методическое и приборное обеспечение научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации, с предоставлением возможности использования методов научных исследований, разработанных или освоенных центром коллективного пользования научным оборудованием.

В рамках Госконтракта получены следующие результаты:

- Выполнены научно-исследовательские работы по комплексным исследованиям ЦКП в области структурной диагностики широкого класса кристаллических материалов, включая наноматериалы, биологические материалы и тонкие пленки (по направлениям атомно-силовой микроскопии, рентгеноструктурного анализа, спектрофотометрии, порошковой рентгеновской дифракции, монокристалльной рентгеновской дифракции при высоких давлениях и рентгеноструктурного анализа), приоритетно обеспеченные приборами и оборудованием ЦКП и ведущиеся в рамках Федеральной целевой научно-технической программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2013 годы»; проведены теоретические исследования по тематике ЦКП, в том числе, в интересах внешних пользователей.

Проведены экспериментальные исследования по тематике ЦКП в том числе, в интересах внешних пользователей.

- Проведены мероприятия по закупке оборудования, материалов и комплектующих.
- Поддержано текущее состояние оборудования ЦКП путем снабжения его комплектующими и выполнением ремонтно-профилактических работ.
- Проведена периодическая поверка и калибровка средств измерений ЦКП ИК РАН.
- Осуществлено научно-методическое и приборное обеспечение научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации, с предоставлением возможности использования методов научных исследований, разработанных или освоенных центром коллективного пользования научным оборудованием.
- Обеспечена подготовка научных и научно-педагогических кадров высшей квалификации путем предоставления услуг по использованию оборудования ЦКП и выполнения НИР.
- Составлен промежуточный отчет.

Рекомендации по внедрению и прогнозные предположения о развитии объекта исследования:

- дальнейшее развитие работ в группах ЦКП ИК РАН по направлениям электронной микроскопии, рентгеновской рефлектометрии, электронографии и оптических и других методов измерения, получение новых результатов по нанодиагностике конденсированных сред, включая нанокристаллы, биокристаллы и тонкие пленки.

Введение

ЦКП ИК РАН создан в 2002 г. В результате выполнения пяти Государственных контрактов №02.451.11.7003 (2005-2006 гг.), №02.552.11.7011 (2007-2008 гг.), №02.552.11.7023 (2008-2009 гг.), №02.552.11.7062 (2009-2010 гг.), №16.552.11.7041 (2011-2012 гг.) и в рамках программ ФЦНТП существенно пополнился парк контрольно-измерительного оборудования ЦКП ИК РАН. Однако потребности постоянно развивающейся науки о наноматериалах, развитие нанотехнологий и продукции наноиндустрии выдвигают новые требования к расширению и углублению научных исследований наноматериалов, совершенствованию методов структурной нанодиагностики, к обеспечению единства измерений и стандартизации в области нанотехнологий и продукции наноиндустрии.

Темой настоящего контракта является «Проведение центром коллективного пользования «Структурная диагностика материалов» ИК РАН научным оборудованием поисковых работ для обеспечения комплексных исследований, в рамках приоритетных направлений развития науки, технологий и техники в Российской Федерации в области структурной диагностики кристаллических материалов, включая нанокристаллы, биокристаллы и тонкие пленки»

Работа второго этапа заключалась в проведении теоретических и экспериментальных исследований по тематике ЦКП ИК РАН.

Осуществлено научно-методическое и приборное обеспечение научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации, с предоставлением возможности использования методов научных исследований, разработанных или освоенных центром коллективного пользования научным оборудованием, составлении промежуточного отчета.

Были проведены мероприятия по закупке оборудования, материалов и комплектующих, поддержанию текущего состояния оборудования, поверке и калибровке средств измерений ЦКП ИК РАН, выполнению индикативных показателей, разработана методика выполнения измерений или калибровки на существующем оборудовании ЦКП.

1. Анализ объекта и предмета исследований

Объекты и предметы исследований были определены в соответствии с Техническим заданием к контракту и включили в себя комплексные теоретические и экспериментальные исследования в области структурной диагностики кристаллических материалов, включая нанокристаллы, биокристаллы и тонкие пленки, и получение значимых научных и прикладных результатов. При этом обращалось особое внимание на объекты и проведение исследований, имеющих важное теоретическое значение для понимания фундаментальных основ структурной диагностики материалов, развиваемых в ЦКП, а также имеющие существенный практический выход.

Тематики (в рамках приоритетных направлений ФЦП), по которым оборудование ЦКП ИКРАН позволяет проводить исследования на современном уровне развития науки и техники относятся к направлениям («Индустрия наносистем и материалов»):

- развитие методов расчета структуры наноматериалов, включая биообъекты и моделирования реальной структуры на нано- и микроуровне, сопоставление теоретических моделей с результатами экспериментальных измерений методами электронной микроскопии, рентгеноструктурными и оптическими для разработки методов расчетов физических свойств;

– исследование реальной структуры кристаллов, структуры поверхностных слоев твердых тел, кристаллов и жидкостей методами дифракции рентгеновского излучения;

– разработка рентгенооптических методов исследования поверхностей и объемной структуры материалов микро- и наноэлектроники;

– исследование атомной структуры белков и вирусов с использованием рентгеновского излучения;

– исследование возможностей синтеза и изучение наноструктуры тонких полимерных и органических пленок, растворов полимеров, биомакромолекул и систем с наночастицами методами рентгеновской малоугловой дифракции, электронной и зондовой микроскопии («Живые системы», «Индустрия наносистем и материалов»);

– развитие методов электронной просвечивающей высокоразрешающей и сканирующей зондовой микроскопии применительно к задачам исследования наноразмерных материалов

– исследования оптическими методами реальной структуры кристаллических материалов, биокристаллов и тонких пленок («Индустрия наносистем и материалов»;

2. Разработка методик выполнения измерений и калибровки на существующем или вновь закупаемом оборудовании ЦКП, обоснование их использования

В рамках 2 этапа контракта была разработана и утверждена методика калибровки рентгеновского спектрометра стоячих рентгеновских волн АССВ, а так же разработан проект методики выполнения измерений для дифрактометров X'Pert Pro.

Использование этих методик дополняет и развивает имеющиеся в распоряжении ЦКП ИК РАН рентгеновские методы и позволяет повысить точность измерений и стабильности работы оборудования.

2.1. Разработка и утверждение методики калибровки автоматического спектрометра стоячих волн АССВ

В ходе выполнения 2 этапа НИР Государственным научным метрологическим центром (ГНМЦ) ОАО «НИЦПВ» разработана методика калибровки автоматического спектрометра стоячих волн (далее АССВ), предназначенного для анализа поверхностной и объемной структуры кристаллических объектов методами рентгеновского рассеяния и рентгеновской дифракции.

2.2. Разработка проекта методики выполнения измерений на рентгеновском дифрактометре X'PERT PRO

На 2 этапе выполнения НИР был разработан проект новой методики выполнения измерений на рентгеновском дифрактометре X'PERT PRO: «ГСИ. Параметры кристаллической решётки поликристаллических материалов. Методика прецизионных измерений методом внутреннего стандарта с помощью рентгеновского дифрактометра X'PERT PRO»

3. Проведение теоретических исследований по тематике ЦКП (перечень тематик вошедших в отчет):

3.1 Уточнение структурных данных для кристаллов семейства лангасита, включая $Ba_3TaGa_3Si_2O_{14}$, $Nd_3Ga_5SiO_{14}$, данные о подвижности атомов и установление взаимосвязи атомных параметров с пьезоэлектрическими и мультиферроидными свойствами;

3.2 Построение атомной модели структуры одномерного кристалла и установление соответствия параметров кристалл-нанотрубка;

3.3 Установление корреляции между строением и физическими свойствами монокристаллов $Nd_5Mo_3O_{16}$, определение причин подавления перехода $\alpha \rightarrow \beta$ и

стабилизации высокопроводящей кубической фазы в случаях различных степеней замещения лантана ванадием в сложных окислах типа $\text{La}_2\text{Mo}_{1.80}\text{V}_{0.20}\text{O}_{8.50}$.

4. Проведение экспериментальных исследований по тематике ЦКП (перечень тематик вошедших в отчет).

4.1 Изучение многокомпонентных органических структур для исследования процессов ионного транспорта методом стоячих рентгеновских волн;

4.2 Исследование размерных параметров и морфология белковых макромолекул в растворе методом малоуглового рентгеновского рассеяния;

4.3 Структурные исследования наночастиц Au и ZnO методами дифракции электронов и рентгеновских лучей с целью создания стандартных образцов для метрологического обеспечения малоугловой рентгеновской дифрактометрии;

4.4 Исследования пространственного распределения элементного состава костных тканей методом рентгеновской микротомографии для гравитационной физиологии

4.5 Исследование возможности использования регулярных доменных структур на кристаллах ниобата бария-стронция при приложении поля к зонду АСМ для преобразования частот оптического излучения;

4.6 Исследование наносистем на основе оксидов титана и оксидов алюминия;

4.7 Электронная микроскопия композитов металл-углеродный носитель для создания каталитических систем топливных ячеек;

4.8 Исследование методами порошковой дифракции и малоуглового рентгеновского рассеяния возможности создания на основе карбоната кальция микроконтейнеров для доставки лекарственных соединений.

5. Калибровка средств измерений и аттестация чистых зон ЦКП ИК РАН (перечень работ).

5.1. Исследования концентрации взвешенных в воздухе частиц и аттестация чистых климатических зон и помещений ИК РАН;

5.2 Калибровка электронографа малоуглового регистрирующего ЭМР-110К.

Заключение

Выполнены научно-исследовательские работы по комплексным исследованиям ЦКП в области структурной диагностики широкого класса кристаллических материалов, включая нанокристаллы, биокристаллы и тонкие пленки по направлениям электронной микроскопии и электронографии, измерений автоэлектронной эмиссии и свойств, спектрофотометрии, рентгеновской рефлектометрии и порошковой рентгеновской дифракции.

Изучены различные функциональные материалы в т.ч. наноматериалы и биоорганические материалы, а именно: кристаллы НБС; гипергенные минералы рудных месторождений из ряда регионов России и зарубежья; белки аминокислот в процессе кристаллизации; углеродные нанотрубки; наночастицы оксидов железа II и III, синтезированные на оболочках полиэлектролитных капсул из полистиролсульфоната и полиаллиламина, а так же изучены новые фазы высокого давления в кристаллах AsS и AsS₂.

Проведены мероприятия по закупке оборудования, материалов и комплектующих.

Поддержано текущее состояние оборудования ЦКП путем проведения наладочных и юстировочных профилактических работ.

Проведена периодическая поверка и калибровка средств измерений ЦКП ИК РАН
Разработана и представлена методика калибровки анализатора ТГ-ДСК.

Осуществлено научно-методическое и приборное обеспечение научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации, с предоставлением возможности использования методов научных исследований, разработанных или освоенных центром коллективного пользования научным оборудованием.

Обеспечена подготовка научных и научно-педагогических кадров высшей квалификации путем предоставления услуг по использованию оборудования ЦКП и выполнения НИР.

Составлен промежуточный отчет.

Индикативные показатели работ по Госконтракту соответствуют требованиям технического задания и календарного плана 3 этапа.

Выполнены научно-исследовательские работы по комплексным исследованиям ЦКП в области структурной диагностики широкого класса кристаллических материалов, включая нанокристаллы, биокристаллы и тонкие пленки, проведены НИР по тематике ЦКП, приоритетно обеспеченные приборами и оборудованием ЦКП и ведущиеся в рамках

Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2013 годы».

В рамках Госконтракта получены следующие результаты:

- проведен анализ объекта и предмета исследований;
- разработаны методики выполнения измерений или калибровки на существующем или вновь закупаемом оборудовании ЦКП и обосновано их использование;
- реализованы мероприятия по развитию ЦКП (в т.ч. развитие методического, информационного и метрологического обеспечения ЦКП);
- проведены теоретические исследования по тематике ЦКП, в том числе, в интересах внешних пользователей:
 - уточнение структурных данных для кристаллов семейства лангасита, включая $\text{Ba}_3\text{TaGa}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$, $\text{Nd}_3\text{Ga}_5\text{SiO}_{14}$, данные о подвижности атомов и установление взаимосвязи атомных параметров с пьезоэлектрическими и мультиферроидными свойствами;
 - построение атомной модели структуры одномерного кристалла и установление соответствия параметров кристалл-нанотрубка;
 - установление корреляции между строением и физическими свойствами монокристаллов $\text{Nd}_5\text{Mo}_3\text{O}_{16}$, определение причин подавления перехода $\alpha \rightarrow \beta$ и стабилизации высокопроводящей кубической фазы в случаях различных степеней замещения лантана ванадием в сложных окислах типа $\text{La}_2\text{Mo}_{1.80}\text{V}_{0.20}\text{O}_{8.50}$;
- проведены экспериментальные исследования по тематике ЦКП:
 - изучение многокомпонентных органических структур для исследования процессов ионного транспорта методом стоячих рентгеновских волн;
 - исследование размерных параметров и морфологии белковых макромолекул в растворе методом малоуглового рентгеновского рассеяния;
 - структурные исследования наночастиц Au и ZnO методами дифракция электронов и рентгеновских лучей с целью создания стандартных образцов для метрологического обеспечения малоугловой рентгеновской дифрактометрии;
 - исследование пространственного распределения элементного состава костных тканей методом рентгеновской микротомографии для гравитационной физиологии;
 - исследование использования регулярных доменных структур на кристаллах ниобата бария-стронция при приложении поля к зонду АСМ для преобразования частот оптического излучения;

- исследование наносистем на основе оксидов титана и оксидов алюминия;
- электронная микроскопия композитов металл-углеродный носитель для создания каталитических систем топливных ячеек;
- исследование структуры наночастиц различных материалов на атомном уровне методами электронной микроскопии, электронной дифракции, порошковой дифрактометрии;
- исследование методами порошковой дифракции и малоуглового рентгеновского рассеяния возможности создания на основе карбоната кальция микроконтейнеров доставки лекарственных соединений;
- проведена закупка оборудования;
- проведена закупка материалов, приспособлений и комплектующих;
- реализован комплекс мер по стимулированию использования оборудования ЦКП третьими лицами;
- проведена калибровка средств измерений и аттестация чистых зон ЦКП ИК РАН;
- проведена поддержка текущего рабочего состояния оборудования ЦКП;
- подведены итоги этапа НИР и разработан промежуточный отчет.

Индикативные показатели работ по Госконтракту соответствуют требованиям Технического задания и календарного плана 2 этапа.