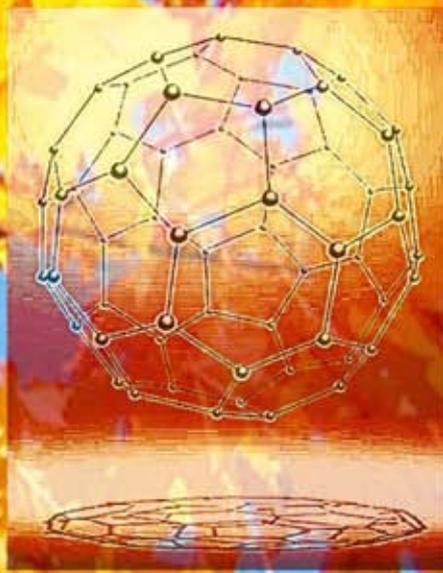




**Методы исследования
состава и структуры
функциональных
материалов**

МИССФМ-2009

**Новосибирск
11-16 октября**





Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск



*Научный совет по аналитической химии РАН
и его Сибирское отделение*

*Научный совет по физико-химическим основам полупроводникового
материаловедения РАН*

1-я Всероссийская научная конференция

**«Методы исследования состава и структуры
функциональных материалов»**

МИССФМ-2009

Новосибирск, 11-16 октября 2009 года

Тезисы докладов

Новосибирск - 2009

Генеральный спонсор конференции



Официальный спонсор конференции



Серебряный спонсор конференции



Бронзовый спонсор конференции



При финансовой поддержке:

ГОСУДАРСТВЕННОЙ КОРПОРАЦИИ
«РОССИЙСКАЯ КОРПОРАЦИЯ
НАНОТЕХНОЛОГИЙ»

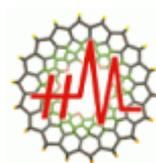
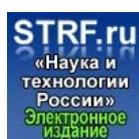


РОСНАНО
Российская корпорация нанотехнологий

РОССИЙСКОГО ФОНДА
ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ



Информационная поддержка конференции:



Программный комитет:

Пармон В.Н. – председатель,
ИК СО РАН, Новосибирск

Бухтияров В.И. – зам. председателя,
ИК СО РАН, Новосибирск

Сидельников В.Н. – зам. председателя,
ИК СО РАН, Новосибирск

Асеев А.Л., *ИФП СО РАН, Новосибирск*

Аношин Г.Н., *ИГМ СО РАН, Новосибирск*

Борисов С.В., *ИНХ СО РАН, Новосибирск*

Бузник В.М., *ИМЕТ РАН, Москва*

Громилов С.А., *ИНХ СО РАН, Новосибирск*

Григорович К.В., *ИМЕТ РАН, Москва*

Грузнов В.М., *КТИ ГЭП, Новосибирск*

Зайковский В.И., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Золотов Ю.А., *ИОНХ РАН, Москва*

Колесов Б.А., *ИНХ СО РАН, Новосибирск*

Коптюг И.В., *МТЦ СО РАН, Новосибирск*

Кочубей Д.И., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Красиков В.Д., *ЗАО НТЦ «ЛЕНХРОМ»,
Санкт-Петербург*

Кузнецов Ф.А., *ИНХ СО РАН, Новосибирск*

Кулипанов Г.Н., *ИЯФ СО РАН, Новосибирск*

Лапина О.Б., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Латышев А.В., *ИФП СО РАН, Новосибирск*

Ляхов Н.З., *ИХТТМ СО РАН, Новосибирск*

Малахов В.В., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Маматюк В.И., *НИОХ СО РАН, Новосибирск*

Мартьянов О.Н., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Мельгунов М.С., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Надолинный В.А., *ИНХ СО РАН, Новосибирск*

Окотруб А.В., *ИНХ СО РАН, Новосибирск*

Сапрыкин А.И., *ИНХ СО РАН, Новосибирск*

Фадеева В.П., *НИОХ СО РАН, Новосибирск*

Федин В.П., *ИНХ СО РАН, Новосибирск*

Цыбуля С.В., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Чурбанов М.Ф., *ИХВВ РАН, Нижний Новгород*

Организационный комитет:

Малахов В.В. – председатель,
ИК СО РАН, Новосибирск

Сапрыкин А.И. – зам. председателя,
ИНХ СО РАН, Новосибирск

Бейзель Н.Ф., *ИНХ СО РАН, Новосибирск*

Болдырева Н.Н., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Власов А.А., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Довлитова Л.С., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Почтарь А.А., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Краевская И.Л., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Крылова Н.С., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Литвак Г.С., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Никуличева О.Н., *НИОХ СО РАН, Новосибирск*

Патрушев Ю.В., *ИК СО РАН, Новосибирск*

Тихова В.Д., *НИОХ СО РАН, Новосибирск*

Замулина Т.В. – секретарь,
ИК СО РАН, Новосибирск

Приветственное слово Генерального спонсора, компании «Интерактив Корпорэйшн»

От имени компании «Интерактив Корпорэйшн» я хотел бы приветствовать участников конференции Методы исследования состава и структуры функциональных материалов. Краткая историческая справка: компания «Интерактив Корпорэйшн» была создана в 1993 г. японскими бизнесменами, которые имели большой опыт работы с республиками бывшего Советского Союза и хотели бы с удвоенной силой продолжать работать с новой Россией и с другими республиками СНГ в области поставок высокотехнологичного японского оборудования.

Первый большой успех на рынке России фирма получила в 2000-2002 г., когда Россия стала инвестировать большие средства в переоснащение своей научно-исследовательской и технологической базы. В эти годы начались массовые поставки электронных микроскопов JEOL, вакуумных печей и напылительных установок ULVAC и другого сложного оборудования.

В 2001 г. наша компания получила аккредитацию московского представительства, а в 2009 г. – аккредитацию своего нового представительства в Республике Казахстан.

За 9 прошедших лет компания поставила в Россию, Казахстан, Узбекистан, Украину и Беларусь около 100 исследовательских комплексов на базе электронных микроскопов, микроанализаторов и спектрометров фирмы JEOL, несколько установок для напыления металлических покрытий фирмы ULVAC, вакуумные печи ULVAC, системы для плазмохимического выращивания углеродных нанотрубок фирмы ULVAC-RIKO, установки газофазного осаждения алмазных пленок фирмы SEKI-TECHNOTRON, электроискровой пресс для спекания нанокерамики фирмы SPS и большое количество другого оборудования.

Также, имеется большой опыт работы с авиапроизводителями России в области поставок 5-координатных станков и центров с ЧПУ. Наша компания своим оборудованием японского производства участвует в создании нового гражданского самолета «Сухой Суперджет-100».

Мы будем рады видеть Вас на нашем семинаре 14 октября в Институте катализа им. Г.К. Борескова.

С уважением,



Сичиро Миура,

Председатель совета директоров
«Интерактив Корпорэйшн»

ПЛЕНАРНЫЕ ЛЕКЦИИ

НОВЫЕ НАНОМАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКИХ ИСТОЧНИКОВ ТОКА

Иткис Д.М.¹, Семененко Д.А.¹, Скундин А.М.², Кулова Т.Л.², Гудилин Е.А.¹,
Померанцева Е.А.¹, Григорьева А.В.¹, Третьяков Ю.Д.¹

¹Факультет наук о материалах МГУ им. М.В. Ломоносова,
119992, Москва, Ленинские горы, itkis@inorg.chem.msu.ru; goodilin@gmail.com

²Институт физической химии и электрохимии РАН им. А.Н. Фрумкина,
Москва, Ленинский пр-кт, д.31

Одним из быстро развивающихся перспективных рынков кристаллических материалов, требующих вложения новых научных идей и технических решений, является рынок высокоэффективных химических источников тока (ХИТ).

Катодные материалы на основе оксидов ванадия в ряде случаев могут существенно превышать по функциональным характеристикам стандартные катодные материалы в отношении емкости и «живучести при циклировании». Так, нитевидные кристаллы на основе оксидов ванадия экспериментально показывают емкость до 500 – 550 мАч/г и отсутствие заметной деградации свойств даже после сотого цикла зарядки – разрядки.

Новым поколением химических источников тока могут стать литий – воздушные аккумуляторы. Основным преимуществом такого химического источника тока является неограниченный запас окислителя во внешней среде (кислорода воздуха) и, соответственно, высокие емкостные характеристики. Для развития данного направления требуются детальные исследования электрохимической, физико-химической и структурно-химической природы процессов, происходящих с участием «катализатора» – металлических или оксидных наночастиц, способствующих протеканию сопряженной реакции восстановления кислорода на внешней мембране – токосъемнике, а также других фундаментальных процессов.

В докладе будут обсуждены современные тенденции развития ХИТ и использования новых функциональных наноматериалов для повышения эффективности их работы, а также структурно-химические и электрохимические аспекты поведения данных материалов.

Работа выполняется в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007-2012 годы» и ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России».

КОМПЛЕКСНАЯ СТРУКТУРНАЯ НАНОДИАГНОСТИКА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СИСТЕМ

Латышев А.В.

*Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН,
630090, Новосибирск
Новосибирский государственный университет, 630090, Новосибирск*

Актуальной задачей для развития функциональных материалов, является диагностика, которая позволяет проводить прецизионное измерение, с точностью до долей нанометров, геометрических параметров этих материалов. Применение взаимодополняющих высокоразрешающих диагностических методов, адаптированных к изучаемым материалам, в совокупности с уникальными объектами анализа обеспечивает получение принципиально новых знаний о процессах формирования их структуры и морфологии, о процессах дефектообразования и расширяет возможности управления структурным совершенством функциональных низкоразмерных систем. В данной работе приводятся результаты исследования микроморфологии и микроструктуры поверхности кристаллов при различных полупроводниковых нанотехнологиях методами электронной и сканирующей зондовой микроскопии. Приводится обзор результатов по исследованию атомного строения поверхности, границ раздела и дефектов структуры в полупроводниковых материалах и развитию методов современной электронной и зондовой микроскопии для анализа и создания твердотельных систем пониженной размерности для наноэлектроники. Основное внимание уделено развитию физико-химических основ наноструктурирования полупроводниковых материалов, анализу основных закономерностей роста и дефектообразования в системах пониженной размерности и созданию экспериментальных элементов наномеханики и наноэлектроники. Полученные данные закладывают основы нанотехнологий для управляемого синтеза наноструктур с заданной конфигурацией и необходимыми электронными, механическими и другими свойствами. Сообщается о результатах совершенствования метрологического обеспечения нанотехнологий, в частности, метрологии линейных измерений в нанометровом диапазоне, и разработки мер малой длины для обеспечения единства прецизионных измерений размеров нанообъектов. Приводятся данные о проведении исследований атомной структуры, морфологии и химического состава поверхности и объема широкого класса материалов из различных областей фундаментальной и прикладной науки, включая полупроводниковое материаловедение, катализ, минералогия и биологию.

МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Сапрыкин А.И.

*Учреждение Российской Академии Наук
Институт неорганической химии им. А.В.Николаева СО РАН
630090 Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 3, saprykin@che.nsk.su*

Развитие современного материаловедения основано на получении чистых веществ и создании на их основе новых материалов, обладающих заданными функциональными свойствами. В значительной степени эти свойства определяются химическим составом и распределением примесей по объему материала. Прогресс в получении новых функциональных материалов во многом определяется аналитическими возможностями современных методов количественного химического анализа.

Перед научными сотрудниками, работающими в области аналитического обеспечения технологий получения функциональных материалов, стоит задача разработки новых и совершенствования существующих методик многоэлементного анализа применительно к десяткам веществ и их соединений. Для решения этой задачи используют арсенал современных атомно-эмиссионных, атомно-абсорбционных и масс-спектрометрических методов. Существенное расширение аналитических возможностей атомно-спектральных методов достигается разработкой способов пробоподготовки, включающих отделение матричных элементов и концентрирование микропримесей.

В докладе будут рассмотрены аналитические возможности современных многоэлементных методов количественного химического анализа, проведено сравнение их метрологических характеристик и показаны преимущества, ограничения и область применимости каждого метода для решения конкретных материаловедческих задач. Разрабатываемый в аналитической лаборатории ИНХ СО РАН комплекс прямых и комбинированных методик количественного химического анализа постоянно совершенствуется и используется для аналитического обеспечения технологий глубокой очистки металлов, оксидов, синтеза оксидных монокристаллов (ортогерманата висмута, парателлурита, вольфрамата и молибдата кадмия и др.) и получения наноразмерных структур на основе платиновых металлов и углерода. Этот комплекс методов позволяет не только наиболее полно охарактеризовать степень чистоты получаемых веществ, но и решать фундаментальные проблемы, связанные с установлением влияния химического состава на функциональные свойства материалов.

СТЕХИОГРАФИЯ В ИССЛЕДОВАНИИ СОСТАВА, СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Малахов В.В.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН
630090, Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 5*

Концепция стехиографии стала результатом поиска эффективных способов решения проблемы определения молекулярного состава смесей, содержащих неизвестные химические соединения. Существо этой концепции заключается в соединении процессов разделения смесей – хроматографии, электромиграции, растворения, экстракции и др. – с определением во времени стехиометрии элементного состава потока вещества. Методы стехиографии основаны на анализе стехиограмм – функций изменения во времени мольных отношений скоростей массопереноса химических элементов из состава анализируемого вещества. Если в потоке содержится единственное соединение, то в этот период стехиограммы сохраняют постоянные значения, равные стехиометрическим коэффициентам в формуле этого соединения. Возникает возможность проводить определение соединений по их первейшему признаку – стехиометрии элементного состава – и исчезает необходимость в эталонных образцах соединений.

Приоритетными объектами для стехиографии стали смеси твердых фаз неорганической природы, для анализа которых был создан новый метод дифференцирующего растворения (ДР). В основе ДР – динамический режима растворения и принципы стехиографии. Этот химический метод можно характеризовать как безэталонный, инструментальный, количественный, высоко чувствительный – на 2-3 порядка выше РФА. Метод ДР позволяет анализировать смеси кристаллических и/или аморфных фаз постоянного и/или переменного состава в виде дисперсные порошков, керамики, кристаллов, тонких пленок и наноразмерных объектов. Можно определять состав поверхности твердых фаз: продукты ионного обмена, адсорбции, а также областей межфазного срастания структур.

В докладе рассмотрены различные аспекты применения стехиографии и метода ДР для исследования разнообразных функциональных материалов.

Работа поддержана Президиумом РАН, проект 20.1, 2009 г.

ЭПР КАК МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОСКОПИЧЕСКИХ СИСТЕМ

Салихов К.М.

*Казанский физико-технический институт им. Е.К. Завойского КазНЦ РАН
Сибирский тракт, 10/7, 420029 Казань
salikhov@kfti.knc.ru*

Я предполагаю обсудить некоторые потенциальные возможности ЭПР спектроскопии для исследования функциональных материалов и привести несколько конкретных примеров применения ЭПР в этих целях.

РАЗВИТИЕ ТЕРМОЭКСТРАКЦИОННЫХ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАЗООБРАЗУЮЩИХ ПРИМЕСЕЙ В ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛАХ

Григорович К.В.

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН,
Москва, 119991, Москва, Ленинский пр. 49, grigorov@imet.ac.ru*

Потребительские свойства функциональных материалов определяются набором свойств гарантирующих способность удовлетворять запросам рынка. Эти свойства, в свою очередь, неразрывно связаны с химическим составом, микро и макроструктурой, однородностью распределения легирующих элементов и примесей, количеством и распределением неметаллических включений. Газообразующие элементы могут образовывать в металлах, сплавах соединениях растворы внедрения и различные оксидные, карбидные, нитридные и т.д. фазы, существенно изменяющие прочностные и пластические свойства металла. Поэтому важно знать не только общее содержание водорода, азота, кислорода, и углерода, но и количественно определять основные формы их присутствия. Содержание и распределение форм присутствия газообразующих примесей в порошках, особенно наноразмерных, может оказывать определяющее влияние на свойства изделий, что связано с существенной удельной поверхностью порошков, достигающей величин $100\text{м}^2/\text{г}$. Прогресс в современных технологиях невозможен без развития методов диагностики материалов, обладающих соответствующими показателями экспрессности, точности и повторяемости. Низкая трудоемкость, сравнительная простота, надежная и высокопроизводительная аппаратура, обеспечили методам высокотемпературной экстракции широкое распространение в промышленности и научных исследованиях. Принципиальным различием методов определения общего содержания ГП и фракционного газового анализа (ФГА) является изменение импульсного режима нагрева на монотонный. Это позволило сделать переход от элементного анализа к вещественному и определило ряд принципиально новых задач количественного анализа сложных аналитических кривых. Продемонстрированы возможности оригинальных методик определения форм присутствия кислорода, азота и углерода в металлах и сплавах, сплавах на основе железа, в порошках, в том числе наноразмерных, металлов, карбидов WC, NbC, нитридов - Si_3N_4 , AlN, для контроля качества функциональных материалов. Показана корреляция полученных результатов с данными количественной металлографии и микрорентгеноспектрального анализа.

ЭЛЛИПСОМЕТРИЯ ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ

Рыхлицкий С.В., Швец В.А., Спесивцев Е.В.

*Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН
630090, Новосибирск, просп. ак. Лаврентьева, 13,
E-mail: rhl@isp.nsc.ru, тел.: 8(383) 333-38-84, факс: 8(383) 333-27-71*

Современные технологии создания новых композиционных тонкопленочных наноматериалов со сложной и переменной стехиометрией основаны на использовании наноразмерных многослойных структур и требуют повышенной точности определения их физическо-химических свойств, в первую очередь, состава и структурного совершенства.

Существует достаточно обширный арсенал методов анализа поверхности и эллипсометрия занимает в нем особое место, благодаря своим уникальным свойствам: это бесконтактный, прецизионный и высокопроизводительный метод, основанный на анализе состояния поляризации отраженного от образца света. Метод позволяет с высокой точностью измерять толщины тонких слоев композиционных структур, характеризовать кристаллическую структуру и состав материалов, изучать переходные слои, исследовать адсорбционные процессы на границе раздела фаз и многое другое. В основе этих измерений лежит зависимость оптических спектров материалов от кристаллической модификации, состава и фазовых микровключений, механических напряжений и других факторов.

Для кремниевой технологии актуальное значение имеет технологический контроль многослойных структур типа «кремний на изоляторе», и метод спектральной эллипсометрии оказывается наиболее эффективным для этих целей. В технологии полупроводниковых соединений A_2B_6 и A_3B_5 одна из важных задач заключается в определении их состава. Метод эллипсометрии позволяет измерять состав и контролировать другие технологические параметры непосредственно в процессе роста таких структур.

Для реализации перечисленных возможностей нами разработано аппаратно-методическое обеспечение измерений, отвечающее всем требованиям проводимых научных исследований. Представлены эллипсометры различного функционального назначения: спектральные (от ближнего УФ до ближнего ИК-излучения), быстродействующие лазерные эллипсометры, а также приборы для картирования с высоким разрешением распределения физических параметров по площади.

РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Ревенко А.Г.

*Институт земной коры СО РАН, ул. Лермонтова, 128, Иркутск;
e-mail: xray@crust.irk.ru*

Различные версии рентгеноспектрального метода анализа (РСА), вследствие присущих им специфических потенциальных возможностей, нашли широкое применение при исследовании новых функциональных материалов: электронно-зондовый микроанализ (EPMA), установки с протонным возбуждением (PIXE) и с полным внешним отражением (TXRF), энергодисперсионные рентгеновские анализаторы (ЭДРФА), РФА с использованием для возбуждения флуоресценции исследуемого образца синхротронного излучения (СИРФА) и РФА с использованием капиллярной оптики (μ -РФА). В докладе более подробно рассмотрены варианты μ -РФА, TXRF и СИРФА.

Вариант «микро-РФА» характеризует размеры исследуемой области образца – от микрон до сотни микрон. Разработка рентгеновских спектрометров, основанных на использовании капиллярной оптики, позволяющей фокусировать рентгеновское излучение на относительно небольшие участки исследуемых образцов, расширило возможности РФА при исследовании объектов малых размеров. Ряд исследовательских групп и коммерческих фирм использовали комбинации маломощных рентгеновских трубок и фокусирующих капиллярных линз и предложили конструкции рентгеновских спектрометров различного назначения. Для последнего десятилетия характерно бурное развитие рентгеновской оптики, детекторов и источников возбуждения. Это позволило обеспечить своего рода прорыв в рассматриваемой области исследований. Рассмотрены характеристики отдельных моделей микро-РФА спектрометров.

В настоящее время TXRF представляет собой универсальный способ определения содержания следов элементов в образцах различного типа. Подробно обсуждены особенности применения варианта TXRF для исследования полупроводниковых материалов. Развитие технологии получения отдельных оптических элементов для рентгеновской спектрометрии (многослойных кристаллов, поликапиллярной рентгеновской оптики и др. технические усовершенствования) позволило существенно снизить пределы детектирования для СИРФА. Рассмотрены возможности применения РСА для определения толщины и химического состава тонких слоёв из различных материалов.

НОВОСИБИРСКИЙ ЛАЗЕР НА СВОБОДНЫХ ЭЛЕКТРОНАХ: ВОЗМОЖНОСТИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ

Князев Б.А.

*Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН,
630090 Новосибирск, пр. Лаврентьева, 11,
Новосибирский государственный университет
630090 Новосибирск, ул. Пирогова, 2,
knyazev@inp.nsk.su*

Новосибирский лазер на свободных электронах (ЛСЭ) был пущен в эксплуатацию пять лет назад и является сегодня самым мощным в мире источником излучения терагерцового (субмиллиметрового) диапазона. Он входит в качестве составной части в «Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения» и является центром коллективного пользования (ЦКП). На шести действующих рабочих станциях пользователей сотрудниками целого ряда институтов СО РАН, РАН, РАНХ, а также НГУ и НГТУ ведется широкий спектр исследований: от физики полупроводников до биомедицинских экспериментов. Дальнейший их рост сдерживается, на наш взгляд, недостаточной информированностью возможных пользователей ЛСЭ о его характеристиках и доступной для пользователей аппаратной базе. Целью данного доклада является восполнение этого пробела. ЛСЭ генерирует монохроматическое излучение в виде непрерывной последовательности 100-пикосекундных импульсов, следующих со скважностью 178 нс. Оно может перестраиваться в диапазоне 120 – 240 мкм при относительной ширине линии 0,3–1 %. Лазерный пучок, поступающий по длинному транспортному каналу на рабочие станции, имеет диаметр 5–8 см. Его средняя мощность в стандартном режиме достигает 100 – 200 Вт. Он линейно поляризован и полностью пространственно когерентен. К настоящему времени на рабочих станциях ЛСЭ разработано значительное число методов и устройств для измерения характеристик терагерцового излучения и его визуализации. Эти устройства, равно как и уникальное оборудование, приобретенное по программе поддержки ЦКП, могут быть предоставлены пользователям. В заключение доклада будет выполнен краткий обзор исследований по темам, соотносящимся с программой конференции, на Новосибирском и нескольких зарубежных ЛСЭ. В настоящее время ведется запуск второй очереди ЛСЭ с длиной волны 30 – 80 мкм и более высокой мощностью излучения, что значительно расширит экспериментальные возможности.

ДИФРАКЦИОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ МЕЗОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СИЛИКАТНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Кирик С.Д.

*Институт химии и химической технологии СО РАН, 660036 г. Красноярск,
Сибирский федеральный университет, 660045 г. Красноярск, Kirik@icct.ru*

Мезоструктурированные мезопористые силикаты (ММС) и их аналоги, получаемые методом жидкокристаллического темплатирования, по праву позиционируются в классе наноматериалов. Перспективы их применения связывают с катализом, адсорбцией, молекулярной сепарацией, созданием разнообразных композитных материалов, молекулярным кастингом и т.п. Материалы характеризуются высокой удельной поверхностью (до 1200 м²/г), внутренним объемом пор (до 1.5 см³/г), геометрически строгим расположением одинаковых по форме и размеру пор. Несмотря на аморфность кремнезема в стенках пор, наличие периодичности в мезомасштабе (2-50 нм) обеспечивает дифракцию рентгеновских лучей, электронов и нейтронов как от кристаллических веществ. Именно это свойство позволило Беку с соавторами [1] открыть их замечательные свойства.

Настоящее сообщение посвящено обзору применения дифракционных методов к исследованию строения ММС. Первые попытки количественной интерпретации дифракции основывались на моделировании структуры монолитными геометрически правильными блоками. Атомные модели, построенные методами молекулярной динамики, в целом давали правильное описание, но были непригодны для уточнения структурных деталей. В методе функции непрерывной электронной плотности [2] в сочетании полнопрофильным уточнением (метод Ритвельда) имеется возможность детального моделирования и уточнения структуры мезоструктурированного тела. Методика была применена к изучению материалов MCM-41, MCM-48, SBA-15 и некоторых других. Развитая методика моделирования помогает интерпретировать данные электронной микроскопии, которая в свою очередь, очень эффективна при определении трансляционной симметрии. Результаты, полученные дифракционными методами, позволили значительно продвинуть понимание вопросов строения и формирования мезоструктурированных объектов, объяснить некоторые их свойства. В сообщении также будет сделан краткий обзор работ по применению рентгеновской дифракции к изучению ММС в режиме «in situ».

1. J.S. Beck, J.C. Vartuli, W.J. Roth, M.E. Leonowicz, C.T. Kresge, K.D. Schmitt, C.T.-W. Chu, D.H. Olson, E.W. Sheppard, S.B. McCullen, J.B. Higgins, and J.L. Schlenker, *J. Am. Chem. Soc.*, 114 (1992) 10834.
2. Solovyov, L.A.; Kirik, S.D.; Shmakov, A.N.; Romannikov, V.N. *Microporous Mesoporous Mater.* 2001, 44-45, 17.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОЙ НЕОДНОРОДНОСТИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Васильева И.Г.

*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
630090 Новосибирск, пр. акад. Лаврентьева, 3, kamarz@che.nsk.su*

Успешное решение задач синтеза материалов с заданными свойствами немислимо без развития средств прецизионной характеристики материалов на всех стадиях их получения.

В докладе рассматриваются проблемы определения реальной стехиометрии и дефектных состояний материалов, приводящих к химической неоднородности, проявляющейся гетерофазностью и/или спецификой межзеренных/поверхностных состояний однофазных материалов.

Решение проблем демонстрируется на разных примерах, где объектами исследования были перспективные для практики соединения со свойствами чувствительными к термодинамическим условиям синтеза. Это были порошки красного пигмента $\gamma\text{-Ce}_2\text{S}_3\text{-Na}_2\text{S}$, люминесцентные ZnS:MnS и ZnS:EuS и сверхпроводящие $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ пленки, многослойные $\text{Cu}_2\text{S/Cu/Cr/SiO}_2/\text{Si}$ структуры, оптические кристаллы LiInS_2 , LiInSe_2 , ZnGeP_2 и AgGaGeS_4 , магнитные порошки и кристаллы LiCuVO_4 и $\text{CuCr}_{1-x}\text{V}_x\text{S}_2$, композиты наночастиц MnFeO_4 в K-Al-боратных стеклах. Для решения поставленных задач детально обсуждаются возможности и ограничения методов газового анализа, статической тензиметрии и дифференцирующего растворения.

Обобщены полученные экспериментальные данные о нестехиометрии изучаемых объектов на макро-, микро- и - наноуровне, ответственные за формирование представлений о пространственной химической неоднородности материалов разной природы с оценкой вкладов от объемных и поверхностных состояний, включая также и межзеренные границы. Примерами иллюстрируется и влияние примесных фаз, присутствующих в низких концентрациях и/или в аморфном состоянии на функциональные свойства материалов.

Совокупность представленных результатов рассмотрена как с позиций общих вопросов химии нестехиометрических материалов, так и проблем, направленных на достижение высокой функциональной способности изученных материалов.

Работа поддержана Президиумом РАН, программа ОХНМ, проект № 5.2.2.

СОВРЕМЕННЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА НАНОКРИСТАЛЛОВ

Цыбуля С.В.

Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 5, tsybulya@catalysis.ru
Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск, ул. Пирогова, 2

Нанокристаллические материалы представляют собой специфические объекты структурного исследования, требующие особых подходов. В сегодняшнем арсенале рентгеноструктурного анализа имеется целый ряд методик, позволяющих получать информацию об атомной структуре, форме, размерах частиц для наноразмерных и наноструктурированных объектов.

Метод радиального распределения атомов эффективно используется для изучения ближнего порядка в аморфных и нанокристаллических объектах, в том числе, катализаторах [1].

Метод Ритвельда является основным методом установления и уточнения кристаллических структур по порошковым дифракционным данным. Однако этот алгоритм (как и многочисленные его модификации, в основу которых положена модель бесконечно большого кристалла) не учитывает диффузной составляющей рассеяния рентгеновских лучей, возникающей вследствие краевых эффектов, большой доли поверхностных атомов, а также когерентных способов стыковки кристаллических частиц (кристаллических блоков) друг с другом. Для 1D наноструктурированных материалов эффективным является алгоритм расчета дифракции от модели одномерно разупорядоченного кристалла [2].

В последнее время в связи с возросшими возможностями вычислительной техники начинают активно развиваться алгоритмы, основанные на первых принципах, которые длительное время оставались мало востребованными из-за значительного времени расчетов на компьютерах предыдущих поколений. К такого рода *ab initio* алгоритмам относятся метод Дебая и недавно реализованный нами алгоритм прямого интегрирования интенсивности по сферам отражения [3].

В докладе приводятся многочисленные примеры конкретных исследований наноструктурированных систем.

1. Мороз Э.М. Рентгенографическое исследование носителей и нанесенных металлических катализаторов // Успехи химии.-1992.-Т.61, вып.2.-Р.356-383.
2. Cherepanova S.V., Tsybulya S.V. Simulation of X-ray powder diffraction patterns for one-dimensionally disordered crystals // Materials Science Forum.-2004.-V.443(4).-Р.87-90.
3. Яценко Д.А., Цыбуля С.В. Метод моделирования дифракционных картин для наноразмерных кристаллических систем // Вестник НГУ. Серия физ., 2008, №4. С.45-50.

ГОЛОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ФОТОПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Шелковников В.В.*, Васильев Е.В.*, Ковалевский В.И.*,
Пен Е.Ф.**, Твердохлеб П.Е.**, Щепеткин Ю.Н.**, Штейнберг И.Ш.**

*Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН,
г. Новосибирск, 630090, пр. ак. Лаврентьева, 9, e-mail: vsh@nioch.nsc.ru;

**Институт автоматики и электрометрии СО РАН,
г. Новосибирск, 630090, пр. ак. Коптюга, 1, e-mail: pen@iae.nsk.su

Голография является областью фундаментальных научных исследований и высокодоходных практических приложений. В качестве регистрирующей среды в настоящее время все большую популярность приобретают голографические фотополимерные материалы (ГФПМ), не требующие мокрой обработки и, позволяющие получать эффективные объемные фазовые голограммы [1]. ГФПМ представляют собой многокомпонентную смесь органических веществ, нанесенную в виде аморфной пленки толщиной 10-100 мкм на стеклянной или пленочной основе. Регистрирующий слой содержит полимерный носитель, фотополимеризующиеся мономеры, систему фотоинициирования, пластификаторы. В результате химической реакции, инициированной воздействием света в виде интерференционной картины, происходит полимеризация мономеров, приводящая к локальному изменению показателя преломления в облученных участках слоя.

Для выяснения свойств и возможностей ГФПМ необходима разработка адекватных методов и средств их тестирования. В докладе рассмотрены методы зондирования пропускающих и отражающих голограмм, позволяющие путем исследования динамики их дифракционной эффективности, спектральных, шумовых и других характеристик определить механизм фотомодификации в исследуемых материалах, оценить его основные параметры, в частности, константы скоростей фотохимических реакций, коэффициенты поглощения света в линейном и двух-фотонном режимах. Подробно рассмотрены методы и стенды для исследований механизма импульсной записи голограмм, особенностей характеристики угловой селективности голограмм, динамики спектрального отклика отражающей голограммы в процессе ее записи. Экспериментальные методы исследований свойств ГФПМ дополнены средствами их компьютерного моделирования. Предложен и апробирован новый метод лазерной доплеровской томографии для изучения неоднородностей структуры толстых фотополимерных материалов.

1. В.В. Шелковников, Е.Ф. Пен, Е.В. Васильев, П.Е. Твердохлеб. Развитие голографических фотополимерных материалов и методов их исследований. // Сб. трудов Всероссийского семинара «Юрий Николаевич Денисюк – основоположник отечественной голографии». 2007. ФТИ им. А.Ф. Иоффе, с.241-261.

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ
СТРУКТУРЫ ОБРАЗЦОВ В УСЛОВИЯХ ВЫСОКИХ
ДАВЛЕНИЙ *IN SITU***

Болдырева Е.В.

*Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, ул. Кутателадзе, 18,
Новосибирск, 630128; Новосибирский государственный университет, ул.
Пирогова, 2, Новосибирск, 630090, eboldyreva@ngs.ru*

Высокие давления все более широко используются для изучения свойств химических связей, для получения известных веществ в необычных состояниях, для синтеза новых полиморфных модификаций и химических соединений, в том числе – перспективных для создания новых материалов. Исследования влияния давления на молекулярные кристаллы широко применяются при разработке методов получения и улучшения лекарственных форм.

Для того чтобы охарактеризовать структуру вещества при высоком давлении необходимо использовать *in situ* методы, так как при «закалке» образца до нормального давления его состояние нередко изменяется. В настоящее время разработаны методы создания высокого давления в портативных ячейках, которые могут быть установлены на дифрактометр, так что структурное исследование может быть проведено *in situ*. В докладе будет дан общий обзор методов создания давления в таких ячейках и проведения дифракционных исследований с их использованием. Будут рассмотрены требования к образцам, проблемы выбора среды, передающей давление, методы и проблемы измерения дифракционной картины при монокристалльном и порошковом вариантах экспериментов, а также проблемы, связанные с обработкой первичных экспериментальных результатов. На нескольких примерах будут проиллюстрированы современные возможности структурных исследований веществ в условиях высоких давлений.

МЕТОДЫ РЕНТГЕНОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ЭЛЕКТРОННОГО И ПРОСТРАНСТВЕННОГО СТРОЕНИЯ МАТЕРИАЛОВ

Мазалов Л.Н.

*Учреждение Российской Академии Наук
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН
630090 Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 3, lm@che.nsk.su*

Наиболее широко рентгеноспектральные методы используются для качественного и количественного элементного анализа различных веществ и материалов. В то же время рентгеновские спектры являются мощным и эффективным методом изучения электронного строения атомов, молекул и твердых тел. В связи с появлением мощных источников рентгеновского излучения (синхротронное излучение) рентгеновская спектроскопия в последние два десятилетия испытывает подлинный ренессанс.

Метод резонансного упругого REXS (resonant emission X-ray spectroscopy) и неупругого RIXS (resonant inelastic X-ray spectroscopy) рассеяния рентгеновского излучения дает возможность построить экспериментальные кривые дисперсии и сопоставить их с кривыми, полученными методом зонного расчета. Высокая чувствительность метода дает возможность применять метод для исследования электронной структуры слоистых материалов. Большие возможности для изучения электронной структуры и времени жизни возбужденных состояний представляет изучение спектров поглощения и резонансной рентгеновской эмиссии (REXS). Форма спектров зависит от энергии возбуждения квантов и, следовательно, от того, в какое состояние попадает выбитый фотоэлектрон. Одним из эффективных методов исследования веществ в конденсированном состоянии в настоящее время является метод анализа ближней тонкой структуры спектров рентгеновского поглощения (XANES), дающий информацию о локальной атомной структуре исследуемых материалов, а также о распределении свободных электронных состояний в зоне проводимости изучаемых соединений. На основе совместного применения методов рентгеновской эмиссионной и рентгеноэлектронной спектроскопии в последние годы успешно развивается новый метод изучения поверхности твердых тел Total Reflection X-ray Fluorescence Analysis (TXRF).

В докладе будут рассмотрены примеры применения рентгеноспектральных методов для изучения различных функциональных материалов: интеркалированных слоистых материалов на основе сульфидов переходных металлов; комплексов переходных металлов с хелатными лигандами, используемыми в качестве прекурсоров для создания различных покрытий; твердых электролитов, магнитных полупроводников и т.д.

РАЗМЕРНЫЕ ЭФФЕКТЫ В СПЕКТРОСКОПИИ ЭЛЕКТРОННОГО МАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА МАГНИТОУПОРЯДОЧЕННЫХ ФАЗ В КАТАЛИТИЧЕСКИХ СИСТЕМАХ

Мартьянов О.Н., Бухтиярова Г.А.

Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 5, oleg@catalysis.ru

В настоящее время существует большое количество подходов в области приготовления нанесенных катализаторов на основе Fe, Co, Ni. Однако во многих случаях по-прежнему отсутствуют методы воспроизводимого синтеза однородных по размеру и фазовому составу металлических и оксидных наночастиц. Это связано с недостатком информации о начальных стадиях формирования и эволюции активного компонента. Именно на ранних стадиях термообработки и/или разложения соединений-предшественников особое значение имеет термическая стабильность зародышей новых фаз, их склонность к агрегации, в том числе за счет магнитных межчастичных взаимодействий.

Магнитные свойства веществ неразрывно связаны с электронным строением и поэтому высокочувствительны к изменению структуры и физико-химических свойств веществ. При исследовании наноразмерных частиц благодаря большой доле поверхностных атомов, использование ферромагнитного резонанса (ФМР) позволяет изучать процессы адсорбции, взаимодействия нанесенных частиц с носителем, химическую модификацию частиц, термическую стабильность катализаторов, а также процессы перестройки атомов внутри самой частицы. Основные достоинства метода ФМР заключаются в его высокой чувствительности и возможности проведения экспериментов в режиме *in-situ* в условиях контролируемой атмосферы. Благодаря этому ФМР является одним из немногих методов исследования, который позволяет получать информацию о начальных стадиях формирования активных фаз с магнитным порядком и их эволюции в ходе химического процесса.

В настоящей работе представлены результаты исследований начальных стадий образования магнитоупорядоченных металлических и оксидных наночастиц в ряде каталитических систем на основе Pd, Fe, Co, Ni. Продемонстрированы возможности ферромагнитного резонанса для получения недоступной ранее информации о строении границ раздела в нанесенных каталитических системах.

ЯМР-СПЕКТРОСКОПИЯ ТВЕРДОГО ТЕЛА В ИССЛЕДОВАНИИ НЕОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Лапина О.Б.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 5, olga@catalysis.ru*

ЯМР спектроскопия в твердом теле является одним из самых информативных методов в определении строения материалов и происходящих в них динамических процессов. Открытый 63 года назад метод ЯМР в приложении к исследованию твердых неорганических материалов прошел долгий путь становления. Первоначально из-за большой ширины линии возможности метода были весьма ограничены и сводились в основном к исследованию монокристаллов. Значительный прогресс был достигнут с появлением импульсной Фурье-спектроскопии и с разработкой методики вращений угла под магическим углом 54.7° (magic angle spinning MAS). При достаточной скорости вращения диполь-дипольные взаимодействия, анизотропия химического сдвига полностью усредняются, однако для квадрупольных ядер, каковыми является большинство ядер неорганической химии, вращения под магическим углом не достаточно. Для полного усреднения квадрупольного взаимодействия необходимо либо вращать образец одновременно под двумя углами, что сложно технически, либо в дополнение к вращению под магическим углом применять импульсные последовательности, позволяющие усреднять квадрупольные взаимодействия. За последние два десятилетия были разработаны десятки методик, опубликованы сотни работ, посвященных новым подходам и методам в ЯМР спектроскопии квадрупольных ядер. Однако до настоящего времени универсальных подходов для исследования квадрупольных ядер не существует. К наиболее признанным и распространенным методикам ЯМР спектроскопии высокого разрешения квадрупольных ядер следует отнести многоквантовую ЯМР спектроскопию MQMAS (multi quantum magic angle spinning), детальную спектроскопию сателлитов вращения SATRAS (Satellite Transition Spectroscopy), одновременный анализ статического и MAS спектров – MASSA (static and magic angle spectra analysis), детальную спектроскопию отдельных переходов SSTMAS (satellite spectroscopy of the selected transition in MAS). В докладе на примере исследования ряда неорганических систем (стекловолокна, V-, Nb- поликристаллические соединения и катализаторы) будут обсуждены критерии выбора, возможности и ограничения ЯМР методик для каждой конкретной задачи, для каждого конкретного ядра (^1H , ^{23}Na , ^{27}Al , ^{29}Si , ^{31}P , ^{45}Sc , ^{51}V , ^{93}Nb , ^{133}Cs и др).

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА EXAFS ДЛЯ КОНТРОЛЯ ПРОЦЕССОВ СИНТЕЗА НОВЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Кочубей Д.И.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
Новосибирск, пр. Акад. Лаврентьева, 5, kochubey@catalysis.ru*

Отличие метода EXAFS от других структурных методов заключается в том, что он позволяет определять структуру локального окружения заданного химического элемента в диапазоне расстояний 1.5-6 Å вне зависимости от агрегатного состояния исследуемого объекта, его окристаллизованности и наличия других химических элементов. Это делает метод перспективным для контроля состояния реагентов на всех стадиях синтеза новых функциональных материалов, включая катализаторы.

В докладе показаны возможности такого контроля, начиная с состояния исходных реагентов для различных процессов.

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ КАТАЛИЗАТОРОВ И ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ МЕТОДОМ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Зайковский В.И.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
г. Новосибирск, пр. Лаврентьева, 5, viz@catalysis.ru*

В настоящее время метод просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), дает возможность исследования дисперсных объектов с пространственным разрешением атомного уровня (до 1 Å) в сочетании с определением комплекса характеристик, включающих химический состав и молекулярное строение частиц.

В связи с этим ПЭМ успешно применяется в исследованиях состояния активного компонента и носителей катализаторов, а также адсорбентов и других дисперсных систем. Отметим, что прогресс в создании нового поколения мезопористых адсорбентов в значительной мере обязан исследованиям ПЭМ, с помощью которых эти материалы получают полное описание трехмерной структуры.

Измерение каталитической активности в сочетании с исследованиями ПЭМ показали, что дисперсные частицы, закрепленные на носителях, чаще всего активны в таких химических процессах, в которых массивные соединения не работают. Вместе с тем, применение высокоразрешающих методик показало, что «сильное» взаимодействие нанесенного компонента с носителем в катализаторах носит характер эпитаксии, модифицирующей свойства частиц.

В исследовании многокомпонентных каталитических систем метод ПЭМ высокого разрешения в сочетании с элементным анализом высокой локальности (EDX) дает наибольшую среди других методов, эффективность, что было показано нами при изучении катализаторов глубокого окисления, насчитывающих до нескольких десятков компонентов, с взаимодействием их между собой.

Неоспоримо, что прогресс в области исследования углеродных материалов обязан развитию ПЭМ высокого разрешения. Методом ПЭМ атомного уровня разрешения были получены уникальные данные о структуре и морфологии нанотрубок и других морфологических модификаций углерода, металл-углеродных композитов. Метод ПЭМ внес свой значительный вклад в определение механизма роста углерода разнообразных морфологий.

**СОЧЕТАНИЕ МЕТОДОВ ЗОНДОВОЙ И ЭЛЕКТРОННОЙ
МИКРОСКОПИЙ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ ДИСПЕРСНОСТИ,
ТЕКСТУРЫ И ЭЛЕКТРОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК
СЛОЕВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ НАНОЧАСТИЦ**

**Макаренко И.В., Дементьев П.А., Дунаевский М.С., Гуревич С.А.,
Кожевин В.М., Явсин Д.А., Титков А.Н.**

ФТИ им. А.Ф.Иоффе, Политехническая 26, Санкт-Петербург, 194021, Россия
Alexander.Titkov@mail.ioffe.ru

В настоящее время существует значительный интерес к изучению различных металлических наночастиц, находящих все больше применений. В представляемой работе рассматриваются возможности изучения дисперсности, текстуры и электронных свойств слоев металлических наночастиц различной плотности методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), атомно-силовой микроскопии (АСМ) и сканирующей туннельной микроскопии в сверхвысоком вакууме (СВВ СТМ). Показано существенное снижение эффективности ПЭМ метода при необходимости наблюдения наночастиц размерами менее 1-2 нм, особенно в плотных слоях. Падение чувствительности обуславливается малым объемом частиц, что затрудняет их разрешение в слое и выделение на фоне материала несущей поверхности. Определение высоты наночастиц при ПЭМ наблюдении вдоль несущей поверхности также затруднено из-за сложности анализа изображений, имеющих интерференционную природу. В отношении АСМ методов показано, что они не обладают достаточным разрешением для выделения наночастиц в плотных слоях, но весьма полезны для отображения общей текстуры слоев. Оптимальным при изучении дисперсии наночастиц по размерам является применение СВВ СТМ метода, который обладает наиболее высоким пространственным разрешением, дает корректные значения высот наночастиц, а латеральные размеры частиц могут быть уточнены при сопоставлении с данными ПЭМ для крупных частиц. АСМ и СТМ методы позволяют также изучать локальные электронные свойства планарных слоев металлических наночастиц на проводящих и изолирующих поверхностях. Особенности применения вышеназванных методов демонстрируются в работе на примере характеристики слоев металлических наночастиц Pt и Co с линейными размерами частиц в диапазоне 0.5 – 3.5 нм, полученных методом лазерного электродиспергирования. Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ N 09-02-00129-а и научной школы РФ НШ 2951.2008.2.

ПРЕЗЕНТАЦИОННЫЕ ДОКЛАДЫ

ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ И ПОЛУЧЕНИЯ НАНОМАТЕРИАЛОВ ПОСТАВЛЯЕМОЕ КОМПАНИЕЙ «ИНТЕРАКТИВ КОРПОРЭЙШН»

Ильин А.В.

*Московское представительство АО «Interactive Corporation»
117312, Москва, E-mail: iac@microanalysis.ru*

Компания «Интерактив Корпорэйшн» была создана в 1993 г. японскими бизнесменами, которые имели большой опыт работы с республиками бывшего Советского Союза и хотели бы с удвоенной силой продолжать работать с новой Россией и с другими республиками СНГ в области поставок высокотехнологичного японского оборудования.

Первый большой успех на рынке России фирма получила в 2000-2002 г., когда Россия стала инвестировать большие средства в переоснащение своей научно-исследовательской и технологической базы. В эти годы начались массовые поставки электронных микроскопов JEOL, вакуумных печей и напылительных установок ULVAC и другого сложного оборудования.

Оборудование предоставляемое компанией Интерактив Корпорэйшн:

- JEOL – лидер в области электронной микроскопии и электронно-зондового микроанализа, представляет растровый электронный сверхвысокого разрешения JSM-7500F и двухлучевую систему пробоподготовки JIB-4500 на базе растрового микроскопа для характеристики наноматериалов и наноструктур с помощью электронных и ионных пучков.
- ULVAC – Системы для селективного роста углеродных нанотрубок на катализаторе CN-CVD.
- Seki Technotron – Оборудование для плазмохимического газофазного осаждения алмазных пленок.

Помимо рассмотрения конкретного оборудования будет представлен метод исследования материалов в комбинированных приборах для характеристики наноматериалов методами РЭМ, ФИП и АСМ.

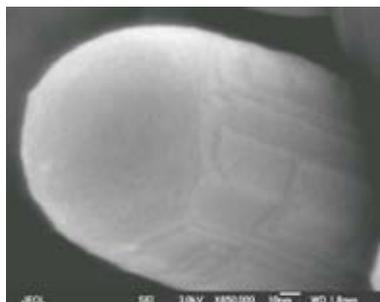


Рис. 1. Наблюдение кристаллических ступенек на поверхности катализатора

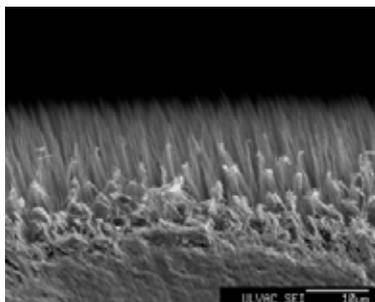


Рис. 2. Изображение углеродных нанотрубок в РЭМ

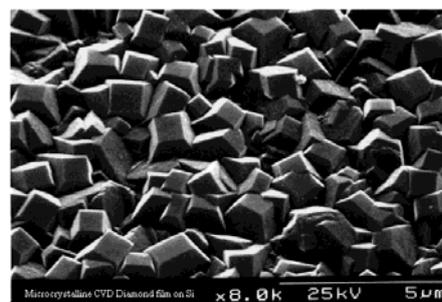


Рис. 3. Алмазное покрытие

**СОВРЕМЕННОЕ ОБОРУДОВАНИЕ КОМПАНИИ HORIBA SCIENTIFIC
ДЛЯ АНАЛИЗА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ
ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Нехин М.Ю., Кузнецов Г.Б., Аникин К.В.*

*ЗАО «Найтек Инструментс», г. Москва, 125438, а/я 29, mnehin@nytek.ru
Московское представительство Horiba Scientific, г. Москва

Horiba Scientific – одна из крупнейших мировых компаний-производителей аналитического и тестового оборудования. Производственные площадки компании, в которой работают более 4000 человек, расположены в 8 ведущих странах мира, включая Россию. Jobin Yvon, SPEX, Sofie, Dilor – хорошо известные торговые марки, давно зарекомендовавшие себя в научном сообществе.

Приборы дочерних компаний Horiba Scientific более 30 лет работают в лабораториях России и СНГ. Так, один из первых Рамановских (КР) спектрометров Jobin Yvon (Dilor) в СССР, более 20 лет эксплуатируется в Институте геологии г. Новосибирск. Приборы нового поколения работают в крупнейших научных центрах России, таких как МГУ, НГУ, СФУ, ВНИИЭФ, Гиредмет, ФТИ им. Иоффе, ИОФ им. Прохорова, МИСИС, ВНИИОФИ и многих других.

Дополнительно в докладе рассмотрено исследование, проведенное специалистами компании Horiba Scientific совместно с исследовательской ассоциацией ANRT, а также компаниями Peugeot-Citroen и Renault. Целью исследования была попытка оценить использование различных техник анализа при решении актуальных задач современной промышленности, таких как анализ хромированных покрытий для автомобильной промышленности на содержание Cr6, анализ свойств составляющих органических светодиодов, определение толщины градиентного слоя в многослойных полупроводниках типа sSi/SiGe.

Все образцы были проанализированы на трех спектральных приборах Horiba Scientific – Рамановским (КР) спектрометром LabRam HR, спектрометром тлеющего разряда Profiler-2 и спектральным эллипсометром Uvisel.

Несмотря на то, что все аналитические техники различны и каждая имеет свои преимущества и недостатки, полученные результаты получились схожими. Очевидно при этом, что использование нескольких методов анализа позволяет пользователям оборудования анализировать более широкий круг образцов, получать больше информации от одного образца, дополнять информацию, полученную различными методами.

СОВРЕМЕННОЕ РЕНТГЕНОВСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ Bruker AXS**Прибора В.Н.***ООО «Брукер», Москва, 119991, Ленинский проспект 47, www.bruker.ru*

Наша фирма специализируется в разработке и производстве рентгенофлуоресцентных спектрометров и дифрактометров на протяжении долгого периода времени. Эти рентгеновские системы уже в течение нескольких десятилетий работают в научных учреждениях и предприятиях России и СНГ. (До 1997 года наше оборудование выпускалось под маркой Siemens).

Широкий спектр рентгенофлуоресцентного оборудования (волнодисперсионные спектрометры S8 TIGER, энергодисперсионные спектрометры S2 RANGER, спектрометры с полным внешним отражением S2 PICOFOX, система EDX анализа для электронной микроскопии QUANTAX) позволяет проводить исследования химического состава на макро- и микро- уровнях.

Современные дифрактометры D2 PHASER, D8 ADVANCE и D8 DISCOVER фирмы Bruker AXS предназначены для проведения фундаментальных и прикладных исследований в области физики твердого тела, сверхпроводимости, создания катализаторов, физики тонких пленок, радиационного материаловедения, поведения материалов в экстремальных условиях, изучения свойств наноструктур, квазикристаллов.

Система NANOSTAR служит для изучения малоуглового рассеяния в лабораторных условиях. Возможно применение генераторов с вращающимся анодом. В состав систем входят источник рентгеновского излучения с мишенями из меди или кобальта, вакуумный блок, модуль позиционирования пробы, блоки детектирования и система управления, сбора и обработки данных. Модуль позиционирования пробы дает возможность изучать структуру образца в разных точках. Регистрация дифракционной картины осуществляется при помощи двумерного газонаполненного детектора.

Дифрактометры KAPPA APEX II и SMART APEX II для химической кристаллографии основаны на уникальных CCD детекторе APEX II с большим размером матрицы, широким энергетическим и динамическим диапазоном.

Дифрактометр для изучения белковых кристаллов X8 PROTEUM с генератором с вращающимся анодом MICROSTAR по эффективности сравним с синхротронным источником.

Системы CRYSTAL FARM позволяют проводить кристаллизацию белков в автоматическом режиме с возможностью удаленного контроля и управления процессами кристаллизации.

**СОВРЕМЕННОЕ ОБОРУДОВАНИЕ
КОМПАНИИ «ТЕРМО ТЕХНО» ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ
СОСТАВА, КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ,
МИКРОСТРУКТУРЫ И МОРФОЛОГИИ НАНООБЪЕКТОВ**

Бессонов Е.В., Чижов П.С.

ООО «Термо Техно», Москва, Колпачный пер., д. 9а
info@thermot techno.ru

Современные исследования наносистем и наноматериалов требуют привлечения широкого спектра аналитических методов и подходов, в полной мере представленных в предложении компании «Термо Техно». Так, рентгенофлуоресцентные спектрометры «Thermo ARL» позволяют определять содержание практически всех элементов Периодической системы (Be – U) в диапазоне 0.1 ppm – 100%. Порошковый дифрактометр X'tra дает возможность быстро и с высокой точностью определить фазовый состав образцов, исследовать текстурирование фаз, определить размеры ОКР, изучить структуру и рассчитать толщины тонких пленок. Использование уникального энергодисперсионного детектора позволяет отказаться от применения β -фильтров и монохроматоров. Для прецизионного анализа кристаллических структур соединений «Термо Техно» предлагает монокристалльный дифрактометр STOE IPDS II с 2D Image Plate детектором.

Анализ наносистем невозможен без подробного исследования микроструктуры образцов. Для этих целей мы рекомендуем использовать сканирующие электронные микроскопы Jeol, возможности которых лежат в широчайшем диапазоне: от рутинного анализа морфологии керамик до исследования частиц размерами < 1 - 5 нм и кристаллической структуры отдельных включений (методом EBSD). Применение просвечивающих микроскопов Jeol позволяет методами ED и HREM изучать локальную структуру частиц, а применение новейших электронно-оптических устройств дает возможность исследовать образцы с разрешением < 1 Å.

Дополнительно микроструктура образцов может быть охарактеризована методами эталонной порозиметрии («Porotech») и малоуглового рентгеновского рассеяния (Anton Paar SAXSess).

Наша компания обеспечивает всестороннюю техническую и аналитическую поддержку пользователей, активно развивает новые формы сотрудничества в части совместной разработки новых аналитических методов, создания и утверждения методик анализа, подготовки соответствующего программного обеспечения.

НОВЫЕ РАЗРАБОТКИ И ПРИБОРЫ ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ФИРМЫ NETZSCH

Ветрова Т.И.

Представительство NETZSCH-Geraetebau GmbH в России
Москва, Ленинский пр-т, 95 А, оф.641, 635. ngb@netzcsh.ru

Фирма NETZSCH-Gerätebau GmbH производит полную линейку приборов для термического анализа, такие как дифференциально-сканирующие калориметры (ДСК), термовесы (ТГ), приборы для синхронного термического анализа (СТА, синхронное получение ТГ и ДСК (ДТА) данных), дифференциального термического анализа ДТА, дилатометры, приборы термомеханического анализа (ТМА) и динамического механического анализа ДМА и т.д., а также приборы для определения температуро- и теплопроводности в соответствии с ГОСТами РФ.

Фирма Netzsch имеет более 40 лет опыта в производстве исследовательских и рутинных приборов синхронного ДСК и ТГ анализа. На основе этого опыта и последних технических инноваций была разработана новая уникальная серия приборов STA 449 *Jupiter*[®] и DSC 404 *Pegasus*[®] моделей F1 и F3.

Дополнительными особенностями новых серий являются по сравнению с приборами предыдущей серии являются: расширенный температурный диапазон: -150...1000°C, комн...1500°C, комн...1650°C, комн...2000°C, комн...2400°C, комн...1250°C для работы в среде водяного пара, а также уникальная печь с возможностью линейного нагрева до 1000 К/мин; новые типы сенсоров для регистрации ДСК, ДТА, ТГ данных; возможность работы с автосэмплером; улучшенные технические характеристики.

STA 449 F1 *Jupiter*[®] – это приборы с цифровым разрешением термовесов в нанодиапазоне 25 нг.

STA 449 F1 *Jupiter*[®] и DSC 404 F1 *Pegasus*[®] – это первые приборы в мире с возможностью проведения модуляционного нагревания до высоких температур, которое позволяет проводить разделение обратимых и необратимых процессов и определять реальную удельную теплоемкость.

Дополнительными возможностями для исследования металлических материалов на новых приборах является проведение измерений в магнитном поле и уменьшение содержания давления кислорода до 1 ppm при измерениях в среде инертных газов для исключения окисления исследуемых материалов.

В линейке приборов появились адиабатические, реакционные калориметры.

**СЕКЦИЯ 1. Общие вопросы диагностики
состава и структуры**

КЛЮЧЕВЫЕ И УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

МИКРОСПЕКТРОСКОПИЯ КР – ЭФФЕКТИВНЫЙ МЕТОД ДИАГНОСТИКИ ВЕЩЕСТВЕННОГО СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Стрекаловский В.Н., Вовкотруб Э.Г., Салюлев А.Б.

*Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН
620219, г. Екатеринбург, ГСП-146, С. Ковалевской, 22*

E-mail: v.strekalovsky@ihte.uran.ru

При создании новых неорганических соединений и материалов существенную роль может оказать метод лазерной КР-микроспектроскопии. Современная спектроскопия КРС, использующая лазерные спектрометры последнего поколения, является сегодня наиболее адекватным инструментом для структурных спектральных исследований различных наноструктур, включая нанотрубки, различных модификаций sp^2 углерода (стеклоуглерод, углеродные волокна, фуллериты, графиты, алмазы и т.д.), композиционных материалов, а также процессов разупорядочения – упорядочения в оксидных твёрдых растворах, что представляет интерес для корреляции структурных, электрофизических и других свойств электролитов. Этот метод дает возможность работать с микроколичествами образца, исследовать ориентированные монокристаллы, динамику кристаллических решёток и фазовые переходы, открывает широкие возможности для исследования агрессивных веществ и образцов, устойчивых лишь при особых условиях (например, в среде активных жидкостей и газов, под высоким давлением паров и т.д.).

Подключение КР-микроскопа позволяет, дополнительно, проводить локальный распределительный микроанализ – например, для определения неоднородностей вещественного состава на микроучастках (размером ~ 1 мкм²) образца, исследования тонких поверхностных плёнок, микровключений и дефектов. Неразрушающий контроль состава образцов, находящихся непосредственно в реакционных стеклянных ячейках, после проведения поэтапных реакционных воздействий, разрешает подбирать оптимальные режимы технологических процессов и исследовать функциональные материалы в различных агрессивных средах.

Отдельные методические приёмы, отработанные на базе рамановских микроанализаторов «Microprobe MOLE» и «Renishaw U1000», рассмотрены на примере вещественного и структурного анализа высокочистых галогенидов одновалентного таллия, твёрдых оксидных и низкоплавких хлоридных электролитов, так же нанопорошков оксидов редкоземельных элементов.

**МНОГОПРОФИЛЬНЫЙ ЦКП ЛОКАЛИЗОВАННОГО ТИПА ИОФХ
КазНЦ РАН. ОПЫТ, ПРОБЛЕМЫ И ПЕРСПЕКТИВЫ**

Литвинов И.А., Сinyaин О.Г.

*Институт органической и физической химии им. А.Е. Арбузова КазНЦ РАН,
420088, Россия, г. Казань, ул. Арбузова, 8,
E-mail: litvinov@iopc.knc.ru. Тел.: (843) 272 75 73, fax: (843) 273 22 53.*

– Коллективный спектро-аналитический центр физико-химических исследований строения, свойств и состава веществ и материалов (ЦКП САЦ) был организационно оформлен в 1996 г. как Центр коллективного пользования РФФИ. За 13 лет в ЦКП САЦ накоплен уникальный опыт работы в режиме центра коллективного пользования локализованного типа, разработке методик исследований органических веществ и материалов. Материальная база Центра постоянно развивается и обновляется в соответствии с потребностями ИОФХ и организаций-заказчиков Поволжского федерального округа. В настоящее время в состав Центра входят 4 отдела: дифракционных методов исследования, спектроскопии ЯМР, Оптической спектроскопии, и отдел масс-спектрометрии. Руководителем ЦКП является директор института, академик О.Г. Сinyaин.

– В соответствии с разработанной концепцией развития и оснащения ЦКП новыми приборами за последние 5 лет была полностью обновлена приборная база Центра. В настоящее время стоимость приборов ЦКП превышает 320 млн. руб. В последние годы приборная база дополнена приборами и методами анализа материалов, в том числе наноматериалов, и исследования их свойств.

По опыту работы, выполнение отдельных «измерений» и анализов не является основной задачей многопрофильного ЦКП. Основной целью нашего ЦКП является проведение научных исследований по установлению закономерностей структуры, пространственного строения, механизма реакций, супрамолекулярной организации, строения, свойств и динамики органических молекулярных систем, в том числе наноразмерных частиц и материалов.

– Второй важной функцией ЦКП САЦ является научно-методическая деятельность по разработке новых методик исследования веществ и материалов, и в частности, комплексное применение различных физико-химических методов исследования, сосредоточенных в ЦКП локализованного типа.

– Особое внимание уделено образовательной функции в деятельности ЦКП САЦ, подготовке и переподготовке кадрового потенциала. В последние годы в Отделах центра проходят подготовку и переподготовку сотрудники научно-исследовательских организаций, ВУЗов и промышленных предприятий России.

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ И СТРУКТУРЫ НАНОРАЗМЕРНЫХ МЕМБРАН ДЛЯ АКУСТООПТИЧЕСКИХ ПРИБОРОВ

Аюпов Б.М.*, **Баковец В.В.***, **Паулиш А.Г.****,
Федоринин В.Н.**, **Данилович В.С.***

**Учреждение РАН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
630090 Новосибирск, пр. Лаврентьева, 3, E-mail: becambe@che.nsk.su.*

***Новосибирский филиал Института физики полупроводников СО РАН
«КТИ ПМ», 630090 Новосибирск, пр. Лаврентьева, 2/1.*

Свободновисящие мембраны толщиной от десятков до сотен нанометров являются основным функциональным элементом ряда акустооптических преобразователей, таких как микрофоны, датчики давления и детекторы ИК-излучения. Повышение чувствительности данных приборов непосредственно связано с уменьшением толщины мембраны. Это ставит задачу более детального исследования свойств и структуры таких мембран с целью разработки технологии их воспроизводимого получения.

В данной работе изучались полиимидные плёнки, сформированные на стеклянной подложке, которые в дальнейшем переносятся на приборную структуру. Измерение оптических параметров пленок проводилось методом монохроматической нулевой эллипсометрии на приборе ЛЭФ-3М. Для решения обратной задачи в эллипсометрии углы гашения определялись, как минимум при семи углах падения света на образец. Результаты измерений позволили предположить, что между пленкой и подложкой имеет место слой толщиной порядка двух нанометров и показателем преломления близким к единице – показателем преломления воздуха. Для проверки данного предположения образцы были выдержаны во влажной атмосфере при комнатной температуре в течение двух суток. Решение обратной задачи после измерения такого образца, показало, что слой между подложкой и пленкой имеет показатель преломления воды. Таким образом, было установлено наличие воздушного слоя между пленкой и подложкой. Дальнейшие эксперименты по отделению плёнки от подложки погружением структуры в водную среду показали, что концентрация воды в данном воздушном слое существенно влияет на силу адгезии между плёнкой и подложкой и, тем самым, на воспроизводимость процедуры отделения.

Структурные свойства полиимидных плёнок были изучены с помощью сканирующего электронного микроскопа JEOL JSM 6700F. На микрофотографиях видно, что полиимидная плёнка состоит из образований без ярко выраженной формы размером от 10 до 50 нм. Данная структура определяет минимальную толщину сплошной полиимидной плёнки, равную 50 нм, которая наблюдается в эксперименте.

ПРОБЛЕМА ДИАГНОСТИРОВАНИЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ СВОЙСТВ НАНОПОРОШКА ФОНОННЫХ РЕЗОНАТОРОВ

Алексеев Н.В.², Андреев В.Г.¹, Кравчук Л.В.¹, Лебедев С.Г.¹, Самохин А.В.²

¹Институт ядерных исследований РАН, г. Москва, 117312,

Проспект 60-летия Октября, 7а, e-mail: lebedev@inr.ru

²Институт металлургии и материаловедения им. А.А.Байкова РАН, г. Москва, Ленинский проспект, 49

Нанокристаллиты имеют конечное число мод колебаний кристаллической решетки, уменьшающееся пропорционально кубу характерного размера. При этом спектр колебаний становится дискретным, а отдельные моды колебаний не взаимодействуют друг с другом, что значительно усиливает все фонномодулированные процессы в кристалле. Покрытие нанокристалла наноболочкой материала с более высоким атомным весом позволит создать фоннный резонатор [1], все моды которого будут представлять собой стоячие волны и, соответственно будут резонансным образом усиливаться. Если полученные резонансные моды совпадают с основными модами электрон – фоннного взаимодействия, то в композите, составленном из фоннных резонаторов, все фонномодулированные процессы будут также резонансным образом усилены. Интенсификация электрон – фоннного взаимодействия в композитах фоннных резонаторов может усилить Бозе – конденсацию электронных пар, что может привести к повышению температуры сверхпроводящего перехода, улучшению тепловых и оптических свойств [2], уменьшению теплового расширения из-за отсутствия взаимодействия между различными модами. В докладе представлен опыт авторов по разработке фоннных резонаторов [3-4]. Излагаются подходы к решению проблем получения нанокристаллов и покрытия их наноболочками, отбора ультрадисперсной фракции фоннных резонаторов с размерами частиц 3-5 нм, а также измерению электромагнитных свойств нанопорошков фоннных резонаторов.

Литература:

1. V.G. Andreev, N.N. Mofa and T.V. Chernoglasova, *Resonant phonon cavity*, Herald of Russian Acad. Tech. Sci. 1994, V.1, N7, P. 791.
2. T.G. Brown, *Phonon resonator and method for its production*, US Patent 5,917,195.
3. В.Г. Андреев, Л.В. Кравчук, С.Г. Лебедев, Г.С. Лебедева, А.В. Самохин, Н.В. Алексеев, *Функциональные особенности нанокластеров «фоннных резонаторов»*. Препринт ИЯИ РАН, №1192/2008, 2008.
4. V.G. Andreev, L.V. Kravchuk, S.G. Lebedev, A.V. Samokhin, N.V. Alekseev, *Phonon Resonant Cavities as a Promising Building Blocks of Hand-Made Nanocrystalline Matter*, eprint arXiv: 0712.3680, 2007.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ЭПР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОРИЕНТАЦИОННОГО РАСПОЛОЖЕНИЯ МОЛЕКУЛ В ПЛЕНКАХ И ТЕКСТУРАХ

Богуславский Е.Г.

Институт неорганической химии СО РАН, Новосибирск

Данная работа посвящена разработке методики исследования частично упорядоченных образцов. Такая методика может использоваться для описания материалов, анизотропные свойства которых определяются пространственным ориентированием молекул. Молекулярные пленки, полученные осаждением летучих комплексов на поверхность, как правило, частично упорядочены. Способы и степень упорядочения определяются взаимодействием осаждаемых молекул друг с другом и с решеткой подложки, а также экспериментальными условиями получения образцов. Другим примером использования методики являются текстурированные пористые материалы, в которых внедренные молекулы зонды ориентируются матрицей. Различия в функциях ориентирования разных молекул зондов, позволяет судить о положении и размерах полостей в материале матрицы. Методика использует высокую анизотропию магнитных взаимодействий. Так положение линии магнитного резонанса парамагнитного центра (ПЦ) может сильно меняться при изменении направления приложенного магнитного поля. Соответственно, вся совокупность ПЦ образца создает спектр, в некотором диапазоне магнитного поля. Интенсивность поглощения при конкретном значении поля определяется вероятностью нахождения ПЦ с определенной ориентацией. Для упорядоченных образцов наблюдается довольно сильная зависимость спектров ЭПР при их повороте в резонаторе спектрометра. Основная идея работы заключается в использовании компьютерного моделирования спектров ЭПР для получения количественных характеристик распределения ПЦ образца. В качестве исходных данных выбраны экспериментальные угловые зависимости спектров ЭПР. Теоретические угловые зависимости рассчитывались в рамках определенной модели с числовыми параметрами. В докладе показаны результаты применения данной методики для отработки оптимальных условий осаждения молекулярных пленок, исследование реакции с газовой фазой, а также обсуждаются выявленные ограничения.

УД-1-4

РЕГИСТРАЦИЯ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В НЕКОТОРЫХ МЕТАЛЛАХ С ПОМОЩЬЮ ТОНКИХ ПОЛИМЕРНЫХ ПЛЕНОК

Набиуллин И.Р., Лачинов А.Н.

*Институт физики молекул и кристаллов УНЦ РАН, Уфа, пр. Октября, 151,
ilsurufa82@mail.ru*

В работе показана возможность регистрации структурных изменений в металлах с помощью тонких пленок полимерного диэлектрика. Предлагается новая методика диагностики структурных превращений в металлах основанная на регистрации изменения положения уровня Ферми металла.

Суть метода заключается в создании потенциального барьера между исследуемым металлом и измерительным электродом. Для создания барьера использовалась тонкая пленка несопряженного полимерного диэлектрика с нелинейными электрофизическими свойствами. Ток через такую структуру является инжекционным, поэтому изменение уровня Ферми в металле вносит вклад в характер протекающего тока.

Экспериментальные образцы представляли собой многослойную структуру металл1 – полимер – металл2. Где металл1 (исследуемые металлы) – металлы претерпевающие фазовые переходы 1-го (Ga, сплав Вуда, In, Sn) и 2-го (Cr, Gd) рода, а так же субмелкозернистые структуры, полученной методом интенсивной пластической деформацией (нк-Cu, нк-Ni). Металл2 (измерительный электрод) – медь.

В качестве полимерной прослойки был выбран полидифениленфталид (ширина запрещенной зоны 4,2 эВ, температура размягчения – 420 °С). В этом полимере ранее наблюдались аномалии в проводимости при относительно небольших внешних воздействиях.

В ходе проведенных исследований было установлено что, при фазовых переходах 1-го и 2-го рода наблюдается скачкообразное изменение тока при температуре плавления и точке Кюри соответственно. В случае наноструктурированных металлов наблюдаются аномалии в проводимости системе при температурах возврата соответствующих металлов.

В докладе обсуждается механизм работы многослойной металл-органической структуры и перспективы использования предложенного метода.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 08-02-97003-р_поволжье_а.

ПОВЕРХНОСТНЫЕ НАНОРАЗМЕРНЫЕ ФАЗЫ: ОСОБЕННОСТИ РОСТА, МИКРОСТРУКТУРА И ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ

Акимов В.В.*, Герасимов И.Н.*, Михлин Ю.Л.****, Белозерова О.Ю.***

**Институт геохимии СО РАН, Иркутск, 664033, ул. Фаворского 1а,
vladlen.akimov@mail.ru*

***Институт химии и химической технологии, Красноярск, 660036,
Академгородок, 50*

В настоящее время в науках о Земле проявляется особый интерес к поверхностным фазам, образующимся как на внешней поверхности минералов, так и на внутренних поверхностях раздела (границах зерен и блоков). В первую очередь, это обусловлено развитием современных методов микроскопии и спектроскопии поверхности. В частности, сканирующей зондовой (СЗМ) и электронной микроскопии, рентгеновской фотоэлектронной (РФЭС), туннельной и Оже-спектроскопии, рентгеноспектрального микроанализа (РСМА). Именно эти методы использовались в настоящей работе для диагностики микро- и наноструктур, а также химического состава поверхностных фаз. Информативность этих фаз очень велика для генетической минералогии, геохимии и кристаллохимии, поскольку их образование и развитие во времени позволяет не только реставрировать физико-химические условия минералообразования, но также существенным образом дополнить наши представления о механизмах концентрирования химических элементов в природных системах.

Синтез поверхностных фаз осуществлялся в два этапа. На первом этапе методом магнетронного распыления металлических мишеней (Fe и Cu) формировались одно- или двухслойные тонкие пленки наноразмерной толщины на поверхности полированных монокристаллов сульфидов (FeAsS и CuFeS₂). По данным СЗМ, металлические пленки представляли собой поверхностные образования из плотноупакованных наночастиц соответствующих металлов. Для РСМА данные пленки оказались «прозрачными». На следующем этапе полученные образцы отжигались в кварцевых ампулах при температуре 550 °С при заданной активности серы в системе в течение 0.5 – 7 сут. Данные СЗМ показали существенные изменения в микро- и наноструктуре поверхностных фаз, связанные с увеличением размеров частиц. Данные туннельной спектроскопии свидетельствовали о том, что после отжига частиц каких-либо металлов на поверхности образцов нет. По данным РФЭС и Оже-спектроскопии (с ионным травлением) полученные поверхностные фазы можно отнести к сульфидам железа и меди. Работа выполняется в рамках гранта РФФИ №08-05-00636.

ОСОБЕННОСТИ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНЫХ НАНОПОРОШКОВ МЕТАЛЛОВ

Коршунов А.В., Ильин А.П.

Томский политехнический университет, 634050 Томск, пр. Ленина, 30

E-mail: korshunov@tpu.ru

Нанопорошки металлов (НПМ) применяются при получении функциональных материалов с особыми свойствами (механическими, электрическими, магнитными, оптическими). НПМ обладают повышенной химической активностью, что позволяет достигать высокой скорости процессов с их участием. С другой стороны, высокая реакционная способность обуславливает необходимость более строгого, чем для грубодисперсных порошков, соблюдения условий хранения и использования НПМ. Повышение химической активности связано с проявлением размерного и структурного эффектов, обусловленных увеличением доли атомов на поверхности с уменьшением размеров частиц, возрастанием роли межзеренных границ и дефектов. Кроме того, в зависимости от способа получения нанопорошки, как правило, содержат большую долю примесей, оказывающих влияние на структуру и свойства НПМ. Вместе с тем, в работах по изучению свойств НПМ наночастицы зачастую рассматриваются как бесструктурные и беспримесные объекты, что приводит к плохой воспроизводимости экспериментов и искажению в интерпретации полученных данных.

В настоящей работе рассмотрено влияние структуры и состава пассивированных в воздухе НПМ, полученных методом электрического взрыва проводников (Al, Fe, Mo, Cu), на их реакционную способность в процессах окисления при нагревании в воздухе, при взаимодействии с водой и растворами электролитов. Исследовано влияние времени и условий хранения на структуру металлического ядра частиц НПМ, состав и структуру их оксидной оболочки. Изучены макрокинетические закономерности реакций окисления НПМ в воздухе и воде при различных режимах нагрева, предложены модели протекания этих процессов. Изучено содержание и состояние примесей в НПМ, показано их влияние на скорость протекания исследованных процессов. С применением электрохимических методов изучено состояние частиц НПМ в растворах. Показано, что в жидкой дисперсионной среде происходит определенное нивелирование размерного эффекта и большую роль, в отличие от процессов в воздухе, играют равновесные процессы на границе раздела «оксидная оболочка/раствор».

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 08-08-12077-офи.

ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ СТРУКТУРНЫХ СВОЙСТВ НАНОКЛАСТЕРОВ СИЛИЦИДА ЖЕЛЕЗА В ГЕТЕРОСИСТЕМАХ Si/FeSi МЕТОДОМ МАГНИТОЭЛЛИПСОМЕТРИИ

**Косырев Н.Н., Заблуда В.Н., Варнаков С.Н., Швец В.А.* , Рыхлицкий С.В.* ,
Спесивцев Е.В.* , Прокопьев В.Ю.***

*Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН,
660036 г. Красноярск, Академгородок. E-mail: kosyrev@inbox.ru*

**Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова,
630090 Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 13. E-mail: shvets@isp.nsc.ru*

При получении сложных многослойных наноструктур в условиях сверхвысокого вакуума актуальна проблема контроля их свойств непосредственно в процессе изготовления – исследование таких структур *ex situ* на воздухе зачастую невозможно, в связи с высокой химической активностью многих материалов, используемых в данной области. Эллипсометрия давно используется как метод исследования структуры и оптических свойств материалов, в том числе для *in situ* диагностики наноструктур.

В предлагаемой работе для идентификации и исследования структурных свойств нанокластеров силицида железа, самоорганизующихся на поверхности кремния на начальных этапах роста пленок Fe/Si был применен комбинированный метод магнитной эллипсометрии. Измерения проводились с помощью лазерного эллипсометра ЛЭФ-757 (ИФП СО РАН), оптимизированного для измерения не только традиционных эллипсометрических параметров ψ и Δ , но и магнитооптического отклика системы. Магнитоэллипсометр был интегрирован в сверхвысоковакуумную камеру установки молекулярно-лучевой эпитаксии, что позволило непосредственно в процессе роста контролировать оптические и магнитные свойства тонких пленок. В результате анализа магнитооптического отклика было установлено, что на поверхности Si образуется силицид железа в магнитной фазе, а при решении обратной задачи эллипсометрии для измеренного массива эллипсометрических параметров ψ и Δ были идентифицированы нанокластеры и найдены их геометрические размеры.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 07-03-00320, интеграционного проекта СО РАН-ДВО РАН №22, а также проекта №10 программы Президиума РАН №27.

ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОМАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ГАЗОСТРУЙНЫМ ОСАЖДЕНИЕМ, МЕТОДАМИ СПЕКТРОСКОПИИ И РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА

Варнек В.А.*, **Оглезнева И.М.***, **Асанов И.П.***,
Ребров А.К.***, **Сафонов А.И.****, **Тимошенко Н.И.****

*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
Новосибирск, пр. Акад. Лаврентьева, 3, varnek@che.nsk.su

**Институт теплофизики им. С.С. Кутателадзе СО РАН, Новосибирск

Методами рентгенофазового анализа, ИК, РЭС и мессбауэровской спектроскопии изучены полимерные и металлополимерные пленки на основе политетрафторэтилена (ПТФЭ), синтезированного из различных предшественников: тетрафторэтилена (C_2F_4) и гексафторацетона (C_3F_6O). Пленки получены методом газоструйного осаждения на подложку паров металлов (Fe и Ag) с одновременной полимеризацией предшественника.

Показано, что пленки органической фазы без металлов, полученные осаждением ПТФЭ, имеют структуру, типичную для ультрадисперсных порошков ПТФЭ. Характерной их особенностью является деполимеризация цепочек $(-CF_2-)_n$, образование концевых групп $-CF_3$ и терминальных двойных связей $-CF=CF_2$.

Пленки на основе Ag (без органической фазы) имеют нанокристаллическую структуру, при этом атомы серебра в нанокластерах находятся в металлическом состоянии. Малым размером кластеров серебра в пленках можно объяснить рентгеноаморфное галло в дифрактограммах образцов.

Основная информация о строении пленок на основе ПТФЭ, содержащих нанокластеры Ag, получена методом РЭС. Анализ обзорных спектров дает содержание Ag в поверхностных слоях этих пленок на уровне 2-3 ат.%. Установлено, что линия серебра $3d_{5/2}$ заметно смещается в область высоких энергий (до 3 эВ) при переходе от металлической пленки к образцам на основе ПТФЭ. Это говорит о неоднородной подзарядке частиц Ag в полимерной матрице и об отсутствии электрических контактов между ними и поверхностью. При облучении образцов электронным пучком этот эффект исчезает. Анализ спектров облученных образцов показал, что Ag в полимерной матрице находится в двух состояниях – металлическом (~85%) и примеси продукта взаимодействия Ag с полимерной матрицей.

Мессбауэровские спектры Fe в полимерной матрице свидетельствуют о многофазности образцов. Выявлены фаза продукта взаимодействия Fe с ПТФЭ, Fe_3C , FeF_2 , Fe_3O_4 и металлическое железо. На основе полученных результатов сделаны выводы о перспективах метода газоструйного осаждения для синтеза функциональных материалов.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 08-08-00344-а.

КОМПЛЕКСНЫЙ АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ ПЛЕНОК КАРБИДА КРЕМНИЯ, ВЫРАЩИВАЕМЫХ НА КРЕМНИИ В УСТАНОВКАХ ВАКУУМНОЙ ЭПИТАКСИИ ИЗ ГИДРИДОВ И УГЛЕВОДОРОДОВ

Орлов Л.К., Дроздов М.Н., Вдовин В.И.*, Штейнман Э.А.**, Подъячева О.А.***

*Институт физики микроструктур РАН, Нижний Новгород,
ГСП-105, orlov@ipm.sci-nnov.ru*

**Институт химических проблем микроэлектроники, Москва*

***Институт физики твердого тела РАН, Черноголовка*

****Нижегородский государственный технический
университет им. Р.Е. Алексеева, Нижний Новгород*

В последнее десятилетие пленки кубического карбида кремния (3C-SiC), выращиваемые на кремнии привлекают повышенное внимание в связи с появившимися прикладными задачами. Значительное рассогласование решеток данной гетеропары приводит, однако, к появлению ряда проблем как выращивания слоев с высоким кристаллическим совершенством и хорошей морфологией поверхности, так и получения качественного гетероперехода с необходимыми инжекционными, температурными и излучающими характеристиками. В настоящей работе с использованием разнообразных методов исследования проведен комплексный анализ структуры и морфологии пленок 3C-SiC, наращиваемых на подложки Si различной ориентации. Структуры выращивались в высоковакуумной установке с газовыми источниками либо методом химической конверсии (карбидизация в потоке углеводородов при температуре около 1000°C), либо путем эпитаксиального роста из смеси гидридов с углеводородами. Фазовый состав выращиваемых пленок анализировался нами с использованием методов рентгеноструктурного анализа, электронографии, вторичной ионной масс-спектрометрии (SIMS), фотолюминесценции. Морфология поверхности выращенных пленок изучалась методами интерференционной оптической, сканирующей зондовой и просвечивающей электронной микроскопии. Значительное внимание уделено изучению степени шероховатости поверхности слоев и анализу фигур роста, наблюдаемых на поверхности пленок 3C-SiC/Si. Особое внимание уделено структуре гетерограницы между слоями 3C-SiC и Si. Характер распределения углерода в окрестности гетероперехода анализировался методами SIMS-анализа и CV-профилирования. Полученные данные сопоставляются с расчетами диффузионного прохождения атомов углерода через карбидизируемый слой, позволяющие оценить толщину выращиваемой карбидной пленки и характер диффузионного расплывания углерода в окрестности гетерограницы, а соответственно и ширину формируемого 3C-SiC/Si гетероперехода.

МЕТОД НАНЕСЕНИЯ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ ЧАСТИЦ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО МАТЕРИАЛА НА ПОДЛОЖКУ

**Иванов Д.А., Фролов Ю.В., Пивкина А.Н., Моногаров К.А.,
Мееров Д.Б., Муравьев Н.В., Орджоникидзе О.С.**

*Учреждение Российской академии наук
Институт химической физики им. Н.Н. Семенова,
119991 г. Москва, ул. Косыгина 4, a7777@center.chph.ras.ru*

Ультрадисперсные материалы благодаря своим исключительным свойствам находят все большее применение в различных областях науки и техники, в том числе и в проблеме создания новых энергетических композиций.

Для успешного использования ультрадисперсного материала необходимо знать не только свойства этого материала, как совокупности частиц, но и свойства отдельных частиц.

В связи с этим необходимо создать метод отбора отдельных частиц для дальнейшего исследования, так как для таких частиц, в силу их малого размера, не применимы методы, используемые для порошков с частицами микронного размера.

В данной работе предложен и опробован метод нанесения ультрадисперсного порошка на подложку путём создания взвеси частиц в жидкости, с последующим ее выпариванием в режиме плёночного кипения.

Объектом исследования выбраны порошки со средним $d_{cp} < 1$ мкм. Взвесь частиц создавалась в ультразвуковой ванне, после чего наносилась на подложку, предварительно нагретую до температуры, превышающую температуру кипения используемой жидкости. В качестве подложки использовалась графитовая пластина.

Далее, исследование нанесённых частиц проводилось на сканирующем зондовом микроскопе NTEGRA prima Basic.

Подтверждена принципиальная возможность нанесения индивидуальных частиц наноразмерного порошка на подложку для дальнейшего их исследования.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИОННЫХ ПРОФИЛЕЙ В СТРУКТУРАХ НА ОСНОВЕ АНОДНЫЙ ОКСИД – КАДМИЕВЫЙ ТЕЛЛУРИД РТУТИ МЕТОДОМ РЕЗЕРФОРДОВСКОГО ОБРАТНОГО РАССЕЯНИЯ

Ланская О.Г., Лиленко Е.П.¹

ИМКЭС СО РАН, Томск, 634055, e-mail: lanskaya@yandex.ru

¹ОСП «СФТИ ТГУ», 634050, Томск, пл. Ново-Соборная, 1

Тройное полупроводниковое соединение $Cd_xHg_{1-x}Te$ (КРТ) и структуры на его основе являются основными элементами конструкции приемников ИК излучения. Анодное окисление КРТ – наиболее подходящий низкотемпературный способ пассивации поверхности полупроводника, содержащего летучую ртутную компоненту. Изучение стабильности и надежности работы приборов, во многом определяемых процессами происходящими на границе раздела анодный оксид (АО)-КРТ, требует использования неразрушающих методов. Метод Резерфордовского обратного рассеяния (РОР) ионов позволяет проводить эксперименты, связанные с изучением явлений, чувствительных к отклонениям от стехиометрии. Нами исследована кинетика образования окисных слоев в КРТ состава $x=0,2-0,24$ путем изучения концентрационных профилей элементов за различные периоды времени. Hg и O в системе АО-КРТ являются наиболее подвижными компонентами. Начальная энергия $^4He^+$ изменялась от 1.8 МэВ до 2,9 МэВ, что позволило увеличить глубину профилирования по ртути от 100 нм до 200 нм, не нарушая материал. Выбор низких токов пучка $^4He^+$ и повторяемость результатов позволяют гарантировать, что наблюдаемые изменения не индуцированы процессом РОР. Для получения достоверных данных исследования проводились в течение длительного времени, когда накопленная концентрация кислорода в переходном слое АО-КРТ значительно отличалась от фоновой. Наблюдаемый эффект глубокого проникновения атомов O в КРТ объясняется их диффузией по вакансиям Hg, о чем свидетельствует скачкообразный характер кислородного профиля, и равные по величине коэффициенты диффузии Hg и O. Установлено, что потоки Hg и O через границу раздела зависят от условий анодного окисления. Модельные и экспериментальные исследования позволяют предположить, исходя из соотношений между числом атомов O и матрицы, что для состава переходного слоя характерно наличие субоксида теллура (в основном, $TeO_{0,5}$) при условии образования CdO и HgO. Увеличение со временем исходной толщины диэлектрика согласуется с результатами исследований вольт-фарадных характеристик МОП-структур на основе АО-КРТ.

ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДА ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ ДЛЯ ОЦЕНКИ МОЛЕКУЛЯРНОЙ УПАКОВКИ В ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ ПОЛИМЕРОВ

Лебедев Д.В., Калачев А.А.*, Мясникова Л.П., Марихин В.А.

ФТИ им. А.Ф. Иоффе, С.-Пб., 194021 Политехническая ул. 26, post@mail.ioffe.ru
*PlasmachemGmbH, Germany, Berlin, D-12489 Rudower Chaussee 29

Термолюминесценция – явление испускания света при нагревании вещества, предварительно подвергнутого воздействию ионизирующего излучения при низкой температуре. С середины прошлого века метод термолюминесценции использовался в релаксационной спектроскопии полимеров, так как было показано, что пики на кривой свечения (зависимости люминесценции от температуры) совпадают по положению с релаксационными переходами. Явление структурной релаксации в полимерах обусловлено молекулярной упаковкой и молекулярной динамикой. Использование в качестве ионизирующих источников высокоэнергетических излучений позволяло получать информацию о подвижности сегментов молекул во всем объеме полимерного образца [1]. Возрастающий интерес к строению поверхности полимеров заставил исследователей задуматься над использованием плазмы тлеющего разряда в качестве активирующего воздействия, возбуждающего только поверхностные слои полимера. Взаимодействие плазмы с приповерхностными слоями может приводить к их модификации (возникновение сшивок цепей или разрывов молекул). Для того чтобы наблюдать термолюминесценцию с приповерхностных слоев и свести модифицирующее воздействие плазмы к минимуму был разработан прибор Нанолюминограф. В настоящей работе будут представлены результаты исследования с помощью Нанолюминографа релаксационных свойств приповерхностных слоев полиэтилена, приготовленных при различных условиях. Также будут приведены результаты исследования модифицирующего действия тлеющего разряда на образцы при использовании ИК-спектроскопии. Обсуждается соотношение релаксационных процессов в приповерхностных слоях полимера с составом неупорядоченной фазы, и их влияние на физические свойства полимера.

1. И.В. Кулешов, В.Г. Никольский «РТЛ полимеров», М.: «Химия», 1991г.

ДИАГНОСТИКА СТРУКТУРЫ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ КОМПОНЕНТОВ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ КОНДЕНСИРОВАННЫХ СИСТЕМ

**Муравьев Н.В., Фролов Ю.В., Пивкина А.Н., Моногаров К.А., Мееров Д.Б.,
Иванов Д.А., Орджоникидзе О.С.**

*Учреждение Российской академии наук
Институт химической физики им. Н.Н. Семенова,
119991 г. Москва. Ул. Косыгина 4, a7777@center.chph.ras.ru*

Алюминий и октоген (НМХ) являются одними из основных компонентов современных энергетических конденсированных систем. Переход от микронных компонентов на ультра- и наноразмерные материалы может приводить к улучшению их функциональных свойств (параметров горения). В работе методами атомно-силовой (АСМ), растровой электронной (РЭМ) микроскопии исследован ультрадисперсный порошок октогена (УДО). На основе данных лазерной дифрактометрии, АСМ, РЭМ и величины удельной поверхности порошка (БЭТ) показано, что УДО имеет сложную иерархическую структуру: наиболее мелкие частицы размером 20-50 нм механически связаны в агломераты размером 100-200 нм, которые, в свою очередь, объединены в капиллярно-пористые тела размером около 15 мкм. Рентгенофазовый анализ выявил, что УДО состоит из β - и α -модификаций. Синхронный термический анализ ДСК/ТГ показал, что отсутствуют существенные различия в величинах температур плавления и разложения ультрадисперсного и микронного образцов, однако температура фазового перехода УДО на 11 °С выше. Скорости горения монотоплив для обоих материалов практически совпадают в диапазоне давлений азота 20-100 атм. По данным АСМ и РЭМ для ультрадисперсного алюминия, полученного электровзрывом проволоочки (ALEXTM), определено распределение частиц по размерам. Термоаналитическим методом определено содержание активного металла в микронном Al марки АСД-6 и в ультрадисперсном алюминии. Для порошка ALEX среднеобъемный диаметр составил 180 нм при активности 84%, а для АСД-6 – 3.3 мкм и 94.7%, соответственно. Проведено исследование микроструктуры, качества смешения, и параметров горения композиции 25%Al/75%НМХ при изменении дисперсности компонентов. Показано, что при использовании ультрадисперсных компонентов ультразвуковое смешение в жидкости приводит к увеличению скорости горения на 18%, по сравнению с обычным (сухим) смешением.

ТЕКСТУРНЫЕ И СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ МОДИФИЦИРОВАННЫХ НАНОУГЛЕРОДНЫХ СОРБЕНТОВ

Левченко Л.М.

*Учреждение Российской академии наук Институт неорганической химии
СО РАН, Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 3, e-mail: luda@che.nsk.su*

Известно, что основные черты строения композиционных углеродных материалов и нанопористых углеродных модифицированных сорбентов (НУМС) аналогичны сажам и активированным углям. Композиционные углеродные материалы состоят преимущественно из sp^2 – гибризованных атомов углерода, имеющих определенную упорядоченность расположения атомов в пространстве (протяженные сетки или микрокристаллиты). Размеры микрокристаллитов углеродных композитов и НУМС могут изменяться (по литературным и нашим данным) в пределах $L_a = 0.7-10$ нм и $L_c = 0.9-6.0$ нм, в зависимости от условий их получения и модификации.

Микрокристаллы углерода ориентированы на поверхности случайным образом, что приводит к образованию турбостратных структур, для которых характерна высокая степень дефектности базисных слоев, где предположительно в процессе окисления и возникают кислородсодержащие функциональные группы, ответственные в дальнейшем за сорбционные свойства получаемых материалов.

Текстурные характеристики (удельная поверхность $A_{БЭТ}, M^2/g$; $A_{\text{мезо-макропор}}, M^2/g$ (поры с диаметрами 1.5-150 нм); $V_{\mu}, \text{cm}^3/g$, (поры с диаметрами до 1.5 нм); dV/dD – распределение объема мезопор по диаметрам; $V_{\Sigma}, \text{cm}^3/g$ – суммарный объем пор с диаметрами до 150 нм) для НУМС рассчитывали из изотерм низкотемпературной адсорбции азота (при 77К, СОРБОМЕТР-М) с погрешностью измерения величин адсорбции не более 3%. Определено, что характерной особенностью НУМС является тип мезопористой структуры с характерным распределением пор, максимум которых приходится на размер 4 нм.

В работе были рассмотрены текстурные и структурные особенности НУМС на примере сорбентов селективных на ртуть. Было проведено комплексное изучение структурных особенностей НУМС методами дифракции СИ, малоугловой дифракции, прецизионной рентгенографии, ИК, КР спектроскопии. Показано, что ближняя координация атомов углерода в НУМС соответствует одновременному наличию двух различных типов углерода: sp^3 – от фрагментов алмазной структуры и sp^2 – от графитовых кристаллитов.

***IN SITU* ЯЧЕЙКА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ КАТАЛИЗАТОРОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ**

**Велигжанин А.А.^{1,2}, Зубавичус Я.В.^{1,2}, Чернышов А.А.¹, Тригуб А.Л.^{1,2},
Хлебников А.С.¹, Низовский А.И.³, Худорожков А.К.³, Бекк И.Э.³,
Бухтияров В.И.³**

¹Российский Научный Центр «Курчатовский Институт», Москва,
123182, пл. Курчатова, д.1, alexey.veligzhanin@gmail.com

²Московский физико-технический институт (государственный университет),
Москва

³Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск

Станция «Структурное Материаловедение» Курчатовского центра синхротронного излучения и нанотехнологий является установкой коллективного пользования, ориентированной на комбинированные структурные исследования функциональных материалов методами XRD, EXAFS/XANES и SAXS. В 2008-2009 годах совместными усилиями Института катализа СО РАН и РНЦ «Курчатовский институт» спроектирована, изготовлена и установлена на синхротронный пучок специальная *in situ* ячейка для исследования наноструктурированных нанесенных катализаторов. Ячейка позволяет проводить синхротронную диагностику методами XRD и EXAFS/XANES в геометрии пропускания для образцов, находящихся в контролируемой газовой среде. Возможно приготовление тройных смесей газов, включая различные комбинации H₂, O₂, CO, CH₄, Ar, N₂ и пр.; давление в ячейке варьируется в пределах от 1 атмосферы до 10 Па; температура образца контролируемо изменяется в пределах -120 ÷ 500 °С.

В докладе представлена конструкция ячейки и на ряде примеров продемонстрированы ее исследовательские возможности. Кроме того, приведены первые результаты исследования эволюции наноструктуры катализаторов Pt, γ -Al₂O₃, Pd/ γ -Al₂O₃ и др. в ходе различных обработок – окисления в токе кислорода, восстановления в токе H₂/N₂, а также при отжиге в вакууме.

Обсуждаются возможные направления модернизации ячейки и программа исследований катализаторов с ее использованием. Работа выполнена при частичной финансовой поддержке РФФИ (проект 09-03-12327-офи-м).

ПРИМЕНЕНИЕ XAFS-СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАРЯДОВОГО СОСТОЯНИЯ И ЛОКАЛЬНОЙ АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ ЗОЛОТА В КАТАЛИЗАТОРАХ Au/C

Недосейкина Т.И., Мороз Б.Л.*, Пыряев П.А.*, Бухтияров В.И.*

*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
Новосибирск 630090, пр. Академика Лаврентьева, 3, nti@che.nsk.su*

**Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск*

Большой интерес исследователей к наноструктурированному золоту во многом обусловлен его уникальными каталитическими свойствами. Рентгеновская абсорбционная спектроскопия (XAFS) наряду с другими методами используется для изучения каталитически активных форм золота, нанесенных на оксиды Ti, Al, Fe и др. Хотя углеродные носители обладают важными преимуществами перед оксидными во многих областях применения, нанодисперсные системы Au/C изучены значительно хуже, вероятно, из-за того, что способы их синтеза еще только разрабатываются.

Методом XAFS исследовано состояние нанесенного компонента катализаторов 1-2% Au/C, приготовленных следующим образом: (1) нанесение комплексов $[\text{Au}(\text{OH})_x\text{Cl}_{4-x}]^-$ из водного раствора $\text{HAuCl}_4 + \text{NaOH}$; (2) иммобилизация нейтральных комплексов Au^{III} из органических растворителей; (3) адсорбция катионных комплексов Au^{III} с N-донорными лигандами. Анализ спектров XAFS на L_3 -крае Au показал, что комплексы $[\text{Au}(\text{OH})_x\text{Cl}_{4-x}]^-$ уже на стадии нанесения (метод 1) восстанавливаются поверхностью угля с образованием крупных частиц Au^0 . Нейтральные комплексы Au^{III} , наносимые из неводных растворов, и катионные комплексы Au^{III} с прочными N-донорными лигандами не восстанавливаются поверхностью угля до металла и закрепляются на его поверхности с образованием молекулярно-дисперсной фазы «ионного» золота. Спектры катализаторов, приготовленных методами 2 и 3 и обработанных H_2 при 300 °C, подобны спектрам Au фольги, но с меньшей амплитудой EXAFS осцилляций. Это означает, что поверхностные формы Au^{III} при восстановлении превращаются в малые ($d_i < 10$ нм) частицы металла. Для наночастиц Au с координационным числом первой сферы менее 9.4(3) в XANES спектре наблюдается уменьшение интенсивности пика, который соответствует электронному переходу $2p \rightarrow 5d$, в сравнении с массивным золотом, указывающее на то, что количество $5d$ электронов в наночастицах Au^0 больше, чем в массивном металле.

В докладе проведено сопоставление локальной атомной структуры и электронного состояния золота в катализаторах Au/C с наблюдаемым для образцов Au/Al₂O₃, приготовленных методом 1 и прокаленных на воздухе при 200-500°C.

ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЙ КОНТРОЛЬ ПРОЦЕССОВ САМОСБОРКИ «СНИЗУ-ВВЕРХ» И СВОЙСТВ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ГИДРОКСОСОЕДИНЕНИЙ ДВУХ- И ТРЕХЗАРЯДНЫХ КАТИОНОВ В РАСТВОРАХ И В ПОРОВОМ ПРОСТРАНСТВЕ HZSM-5

Криворучко О.П., Ларина Т.В.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 5, E-mail: opkriv@catalysis.ru*

В докладе обсуждаются принципы и подходы при выборе совокупности адекватных методов эффективной диагностики формирования и свойств промежуточных и целевых функциональных наноматериалов различной мерности в растворах и поровом пространстве цеолита HZSM-5 (на примере гидроксосоединений M^{2+} и M^{3+}). Обнаружена общность механизма "самосборки" наногидроксидов Al^{3+} и Fe^{3+} . Конечными продуктами являются сферические частицы (~2 нм) – Al_{13} и Fe_{13} . В центре таких частиц наблюдаются Al^{3+}_{Td} или Fe^{3+}_{Td} , служащие диагностической «меткой» количественного и качественного содержания M^{3+}_{13} в реакционной среде.

Разработаны методы диагностики содержания в HZSM-5 внекаркасного Al^{3+} и стабилизации части ионов M^{2+} в состоянии M^{2+}_{Td} за счет взаимодействия их с внекаркасным Al^{3+} при модифицировании цеолита. Впервые количественно исследовано распределение Co^{2+} , Ni^{2+} и Cu^{2+} -содержащей модифицирующей компоненты в поровом пространстве HZSM-5 в зависимости от ее суммарного количества в образцах (0.5-5.0 мас. %). Для Cu^{2+} обнаружено необычное орбитальное упорядочение ионов вследствие проявления кооперативного эффекта Яна-Теллера в форме линейных наноассоциатов Cu^{2+}_{Oh} со «слабым» обменным взаимодействием (спектры ЭПР ионов Cu^{2+} имеют «обращенные» значения g-фактора: $g_{||} < g_{\perp}$).

Впервые установлено, что вследствие проявления размерного эффекта эффективная плотность M^{2+} -модифицирующей компоненты, размещенной в поровом пространстве HZSM-5, в 3-6 раз меньше плотности массивных фаз MO. Представленные в докладе результаты получены с использованием совокупности методов диагностики функциональных наноматериалов (ЭСДО, ЯМР, ЭПР, МУРР, ПЭМВР, ИК, адсорбционные методы, ДР, РФА и др.).

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 06-03-33107).

**ПРЕЦИЗИОННЫЙ ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ПРИ
ВЫРАЩИВАНИИ НАНОСТРУКТУР КРТ МЕТОДОМ МЛЭ**

Швец В.А.^{*}, Михайлов Н.Н.^{*}, Дворецкий С.А.^{*}, Спесивцев Е.В.^{*},
Рыхлицкий С.В.^{*}**

**Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН,
630090, г. Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 13, e-mail: shvets@isp.nsc.ru*

***Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск*

Твердые растворы $Cd_xHg_{1-x}Te$ (КРТ) в широких пределах изменяют свои электронные свойства в зависимости от состава x , что позволяет создавать фоточувствительные структуры для ИК диапазона, обладающие предельными характеристиками. Такие структуры выращиваются методом молекулярно-лучевой эпитаксии (МЛЭ) с прецизионным эллипсометрическим контролем толщины и состава. Определение состава КРТ из эллипсометрических измерений основано на сильной зависимости оптических постоянных этого соединения от x .

Для реализации эллипсометрического контроля был проведен теоретический анализ задачи отражения поляризованного света при формировании оптически неоднородного слоя КРТ с переменным составом. Установлены общие закономерности в поведении эллипсометрических параметров при росте слоя. Разработаны эллипсометрические методики, которые позволяют решать обратную задачу и восстанавливать профиль распределения состава по глубине растущего слоя для различных типов структур: тонких однородных слоев (квантовые ямы, потенциальные барьеры), неоднородных слоев с плавным изменением состава, а также градиентных слоев нанометрового диапазона толщин. Рассмотрены также вопросы контроля периодических по составу структур – сверхрешеток.

Данные методики были использованы при выращивании различных структур на установке МЛЭ КРТ, оснащенной специально разработанным лазерным эллипсометром, обладающим высокой точностью измерений и высоким быстродействием. Представлены экспериментальные результаты, которые демонстрируют точность измерения состава до 0.001 мольных долей и точность измерения толщин слоев не хуже 1 нм.

МЕТОД QUICK XAFS В РЕЖИМЕ *IN SITU* ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ВОЗДЕЙСТВИЯ РЕАКЦИОННОЙ СРЕДЫ НА НАНОРАЗМЕРНЫЕ АЭРОГЕЛЕВЫЕ КАТАЛИЗАТОРЫ ТИПА DENOX

Исмагилов И.З.^{1,5}, Hair L.M.^{1,2}, Wong J.^{1,2}, Fröba M.^{1,3}, Frahm R.^{1,4}

¹Lawrence Livermore National Laboratory, P.O. Box 808, Livermore, CA 94551, USA

²EXAFS Materials Inc., 871 El Cerro Blvd., Danville, CA 94526, USA,

E-mail: exafs_materials@sbcglobal.net

³Justus-Liebig-Universität Gießen, Heinrich-Buff-Ring 58, 35392 Gießen, Germany,

E-mail: michael.froeba@anorg.chemie.uni-giessen.de

⁴Bergische Universität Wuppertal, Gaußstraße 20, 42097 Wuppertal, Germany,

E-mail: frahm@uni-wuppertal.de

⁵Институт катализа им Г.К. Борескова СО РАН,

пр. Лаврентьева, 5, Новосибирск, 630090, E-mail: iismagilov@catalysis.ru

В последнее десятилетие для исследования кинетики изменений электронных и структурных свойств каталитических материалов в ближайшем атомном окружении всё чаще применяется метод быстрой спектроскопии тонкой структуры рентгеновского поглощения Quick XAFS (X-ray Absorption Fine Structure), что позволяет проводить измерения с высоким разрешением по времени, около 1000 эВ/сек [1]. Аэрогелевые катализаторы обладают рядом достоинств, например, высокой пористостью и возможностью локализовать активные компоненты на уровне наноразмеров, что делает перспективным их использование в технологиях для защиты окружающей среды, в частности снижения выбросов оксидов азота (DeNOx) [2]. В данной работе мы изучили быстрые спектры XANES и EXAFS катализаторов Pt-Si/TiO₂ и Ag/TiO₂ (сигналы Pt L₃, Ag K, Ti K) в ходе DeNOx путём селективного каталитического восстановления NO пропаном и пропиленом при избытке кислорода в режиме *in situ* (температуры 25-500 °C). Измерения проводились на станции BL-10 Стэнфордской Лаборатории Синхротронного Излучения (SSRL). Мы коррелируем наши данные с результатами исследований Pt-Si/TiO₂ и Ag/TiO₂ другими методами (РФЭС, ПЭМ, активность в зависимости от температуры) [3], и обсуждаем закономерности формирования электронных и структурных свойств этих катализаторов в реакционной среде.

1. B.S. Clausen, H. Topsøe, R. Frahm, Adv. Catal. 42 (1998) 315-344.
2. L.M. Hair, L. Owens, T. Tillotson et al, J Non-Cryst. Solids 186 (1995) 168-176.
3. A.J. Nelson, J.G. Reynolds, R.D. Sanner et al, J. Vac. Sci. Technol. A 19 (2001) 1121-1125.

ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА И ПАРАМЕТРОВ ЦВЕТА НОВЫХ ПИГМЕНТОВ НА ОСНОВЕ СЛОЖНЫХ МОЛИБДАТОВ**Золотова Е.С., Аюпов Б.М., Солодовникова З.А., Солодовников С.Ф.***Учреждение РАН Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, 630090 Новосибирск, пр. Лаврентьева 3, E-mail: zolotova@che.nsk.su*

В системах $A^+_2MoO_4-NiMoO_4$ ($A^+ = Li, Na, K, Rb, Cs$) синтезированы новые функциональные материалы – пигменты. Синтез проводили методом твердофазных реакций и методом кристаллизации из раствора в расплаве. Получены двойные молибдаты никеля $A_2Ni_2(MoO_4)_3$ ($A = Li, Na, K, Rb, Cs$) и $A_2Ni(MoO_4)_3$ ($A = K, Rb$). Для литий- и натрий-никелевых молибдатов определены области гомогенности: $Li_{2-2x}Ni_{2+x}(MoO_4)_3$ ($0 \leq x \leq 0.07$), $Na_{2-2x}Ni_{2+x}(MoO_4)_3$ ($0 \leq x \leq 0.10$), $Na_{4-2x}Ni_{1+x}(MoO_4)_3$ ($0.05 \leq x \leq 0.30$). Определение составов соединений и их исследование осуществляли с использованием методов РФА, ДТА, РСА. Все синтезированные соединения окрашены в желтый цвет. На спектрофотометре СФ-18, снабженным фотометрическим шаром, сняты спектры отражения этих соединений, что позволяет получать полную (интегральную) интенсивность порошка пигмента с выровненной с помощью штатного калибра поверхностью. Выравнивание поверхности пигмента с помощью штатного калибра приводит к увеличению на несколько процентов интенсивности отраженного света. Кроме спектров отражения для вычисления параметров цвета (насыщенности, светлоты и тона) необходимо иметь спектры источников света и чувствительность трёх видов рецепторов человеческого глаза. Эти два вида данных собраны в работе [1], способы вычисления параметров цвета материалов приведены в работе Sule [2]. Параметры цвета пигментов были рассчитаны по стандарту CIE-Lab-76 по программам, написанным и отлаженным одним из авторов данной работы. Все синтезированные соединения имеют следующие пределы характеристик: насыщенность 49.5 – 66.8 %; светлота 67.7 – 84.6 %; тон 68.2 – 84.3 град.

Высокие цветовые характеристики, отсутствие токсичных компонентов и дешевизна позволяют использовать образцы полученных соединений в качестве пигментов.

Литература:

1. Джадд Д., Вышецки Г. Цвет в науке и технике. М.: Мир. 1978. 592 с.
2. Sule A.D. The Lab system of specification of color // Colorage. 1992. No. 9. P. 23-43.

**СЕКЦИЯ 2. Методы определения химического
состава функциональных материалов**

КЛЮЧЕВЫЕ И УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ВЫСОКОЧИСТЫХ ВЕЩЕСТВ С КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ ПРИМЕСЕЙ ОТГОНКОЙ МАТРИЦЫ В АВТОКЛАВЕ

Пименов В.Г.

*Институт химии высокочистых веществ РАН,
г. Нижний Новгород, ул. Тропинина, 49, pim@ihps.nnov.ru*

Рассмотрены возможности методик атомно-эмиссионного (АЭ), атомно-абсорбционного (АА) и масс-спектрального (МС) методов анализа высокочистых веществ с концентрированием примесей отгонкой матрицы: отгонка летучей матрицы; отгонка после химических превращений матрицы в летучие соединения (в открытых системах, специальных камерах, автоклавах). В значительной степени пределы обнаружения примесей распространенных элементов ограничены при концентрировании отгонкой после превращения матрицы в летучее соединение. Именно этот способ концентрирования используется при анализе важнейших полупроводниковых и оптических материалов: кремний, германий, мышьяк, кварцевое стекло и др. В ряде примеров в сочетании с методами АЭ и МС анализа с ИСП пределы обнаружения примесей распространенных элементов ограничены загрязнениями на стадиях пробоподготовки уровнем $10^{-5} - 10^{-6}$ % масс. Наименьшими значениями поправки контрольного опыта характеризуется перевод матрицы в летучее соединение с последующей отгонкой в парогазовой фазе реагентов в условиях автоклава. На примере методик АЭ, АА и МС анализа высокочистых германия и кремния рассмотрены варианты пробоподготовки с концентрированием примесей в условиях автоклава с уровнем загрязнений менее $10^{-9} - 10^{-11}$ г/г пробы: непосредственно в графитовых электродах с насадками без коллектора примесей; на фторопластовой подложке с получением концентрата примесей в капле жидкости; на поверхности анализируемой пробы. Концентрирование выполняли отгонкой после химических превращений матрицы в летучие соединения в условиях парофазного автоклавного вскрытия пробы дифторидом ксенона или смесью кислот. Поправка контрольного опыта по распространенным примесям не превышает $10^{-9} - 10^{-10}$ г на 1 г аналитической навески, при концентрировании примесей на поверхности анализируемой пробы – $10^{-10} - 10^{-12}$ г/г. Используемые способы прободготовки позволяют реализовать возможности современных методов элементного анализа, включая определение примесей распространенных элементов до уровня $10^{-8} - 10^{-10}$ % масс.

ПРИМЕНЕНИЕ ВТОРИЧНОЙ ИОННОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ДЛЯ АНАЛИЗА СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЁВ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Иванов В.П.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090 Новосибирск, пр. акад. Лаврентьева 5,
E-mail: vpivanov@catalysis.nsk.su*

В обзоре приводятся фундаментальные аспекты применения вторичной ионной масс-спектрометрии (ВИМС) для анализа состава и структуры поверхностных слоёв, сложных по составу высокодисперсных материалов. Наиболее информативными являются сравнительные исследования материалов, которые представляют серии образцов или отличных по составу, или по их температурной обработке в процессе приготовления ... и т.д. На примере результатов исследований нанесённых катализаторов, атмосферных аэрозолей и ценосфер показано, что анализ элементного состава и профилей концентрации элементов по глубине позволяет решать следующие задачи:

- изучать сегрегацию элементов на поверхности частиц с разрешением < 1 нм,
- определять среднюю толщину оксидного слоя частиц,
- устанавливать стехиометрию взаимодействия активный компонент-носитель и определять долю поверхности, занимаемую активным компонентом,
- устанавливать причину дезактивации катализаторов: закоксование, обогащение или обеднение поверхности активными или примесными элементами
- определять глубину дефектов поверхности образцов,
- проводить структурный анализ поверхностных слоёв катализаторов. Такой анализ может проводиться как по эмиссии ионов отдельных элементов, так и по эмиссии молекулярных ионов.

НОВЫЕ МЕТОДОЛОГИЧЕСКИЕ ПОДХОДЫ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ ЛОКАЛЬНОГО ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО СТРОЕНИЯ СВЕРХТОНКИХ СЛОЕВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Быстров С.Г.

*Физико-технический институт УрО РАН,
426000, г. Ижевск, ул. Кирова, 130, bystrov@udm.net*

В последние десятилетия в связи с развитием нанотехнологий отчетливо прослеживается тенденция использования полимерных материалов не только в качестве конструкционных, но и в тех областях науки и техники, где требуется проявление специфических свойств молекулярных кластеров или отдельных макромолекул. В качестве примеров можно привести использование полимеров в оптоэлектронных устройствах, устройствах записи информации, наноэлектронике и наномеханике, в биохимических и биофизических технологиях.

Для целенаправленного регулирования свойств полимерных материалов и создания материалов с заданными характеристиками необходимо иметь достоверную информацию о строении внешней поверхности и межфазных слоев с разрешением по глубине и по площади в нанометровом диапазоне размеров. Существующие физические методы исследования строения поверхности полимеров имеют ряд ограничений, в том числе недостаточное разрешение по площади.

Нами создана методология диагностики на наноразмерном уровне особенностей локального физико-химического строения поверхности и межфазных слоев полимерных композиционных материалов, объединяющая возможности методов рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, химической силовой микроскопии и селективных химических реакций с использованием ряда оригинальных и усовершенствованных методик.

Методология позволяет получать информацию о локальной физической структуре поверхности полимеров (морфологии, ориентации макромолекул, физико-механических свойствах) и локальном химическом строении поверхности (элементном химическом составе, типах химических связей между атомами на поверхности, наличии и пространственном расположении определенных функциональных групп).

С помощью разработанной методологии получены данные об особенностях локального физико-химического строения поверхности и межфазных слоев ряда полимерных композиционных материалов с пространственным разрешением порядка 20 нм. Установлена взаимосвязь локального физико-химического строения исследованных материалов с их свойствами и предложены модели формирования данных полимерных композиций.

Работа поддержана РФФИ (проект 07-06-96011-р-Урал-а).

ОЦЕНКА ФАЗОВОГО СОСТАВА ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ ОСАДКОВ СОДЕРЖАЩИХ ЗОЛОТО И ПЛАТИНУ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Колпакова Н.А., Горчаков Э.В., Габдурахманова Э.М.

*Томский политехнический университет, 634050, Томск, пр. Ленина, 30
nak@anchem/chttd.tpu.ru*

Для оценки фазового состава сплавов обычно используют различные физические методы исследования, требующие значительной массы вещества. Электролитические осадки по массе очень малы. В литературе описаны способы оценки фазового состава электролитических осадков путем изучения зависимости равновесного потенциала окисления-восстановления сплава от состава сплава. При этом для оценки равновесного потенциала на циклических вольтамперных кривых фиксируют кривые электровосстановления компонентов сплава и вольтамперные кривые электроокисления компонентов сплава. Для электролитических осадков, содержащих золото или платину, катодные вольтамперные кривые зафиксировать не удастся, потому что они перекрываются токами каталитического выделения водорода. При электроокислении электролитических осадков, содержащих платину, на анодных вольтамперных кривых не удастся зафиксировать процессы электроокисления платины, так как они перекрываются процессами электроразложения воды.

Нами разработан способ оценки фазового состава электролитических осадков, содержащих золото или платину, по величине смещения потенциала анодного пика селективного электроокисления электроотрицательного компонента, входящего в сплав осадка. Разработан метод, позволяющий предсказывать величину смещения потенциала анодного пика металла при его селективном электроокислении из сплава, представляющего собой твердый раствор или интерметаллическое соединение (ИМС). При селективном электроокислении компонента из бинарного сплава, когда компоненты образуют одно или несколько интерметаллических соединений (ИМС), потенциал анодного пика отличается от потенциала анодного пика чистого компонента и зависит от состава ИМС. Однако он остается постоянным и не зависит от мольной доли компонента в сплаве. Методом ИВ установлено, что электролитические осадки ртуть-платина, висмут-платина и др., образуют на электроде несколько фазовых структур, отвечающих разным ИМС. Описано теоретически и установлено экспериментально как смещается потенциал селективного электроокисления компонента из твердых растворов: палладий-золото, медь-золото, серебро-золото.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ № 06-05-64091.

ИЗУЧЕНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ СТРУКТУР МЕТАЛЛОВ И СУЛЬФИДОВ МЕТАЛЛОВ, ОБРАЗУЮЩИХСЯ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ, С ПОМОЩЬЮ СЗМ, РФЭС, XAS

Михлин Ю.Л., Лихацкий М.Н., Романченко А.С., Томашевич Е.В.,
Карачаров А.С., Сайкова С.В.*, Воробьев С.А.*,
Трубина С.В.**, Эренбург С.Б.**

Институт химии и химической технологии СО РАН, Красноярск

**Сибирский федеральный университет, Красноярск*

***Институт неорганической химии СО РАН, Новосибирск*

Методы «мокрой» химии являются наиболее гибким и простым путем получения различных наноразмерных материалов. Однако исследование образующихся структур и, особенно, механизма их образования в водных растворах осложняется во многих случаях возможной модификацией высокореакционных частиц *ex situ* и потому необходимостью применения методов *in situ*. Так, нами были сопоставлены результаты полуконтактной атомно-силовой микроскопии непосредственно в нескольких реакционных растворах и на воздухе после иммобилизации наночастиц (НЧ) золота на пирографите, а также электронной микроскопии. Измерения на воздухе дают, в частности, существенно большие значения толщины Au нанопластин, образующихся при сульфидном восстановлении, чем непосредственно в растворе из-за агрегации при высушивании. Кроме того, показано, что в ходе восстановления образуются субмикронных размеров «капли» как прекурсоры НЧ золота. Изменения, происходящие с материалами на воздухе и в сверхвысоком вакууме, влияние способа подготовки образцов, в том числе осаждение наноразмерных структур из сульфидных зольей золота на углеродных, оксидных и сульфидных подложках, изучены с помощью РФЭС, рентгеновской спектроскопии поглощения (XANES, EXAFS) и др. методов на примере НЧ золота и сульфида золота, получаемых при восстановлении тетрахлоаурата сульфид- и цитрат-ионами, и наночастиц серебра и меди – при действии серии восстановителей. Установлено, что частицы сульфиды золота (менее 5 нм диаметром) разупорядочены, их поверхность разлагается на воздухе и в вакууме, образуя металлическое золото и полисульфидный адсорбционный слой; важную роль играет также адсорбция комплексов металла из раствора. В случае меди обнаруживаются многослойные покрытия НЧ оксигидроксидом Cu^{2+} и оксидом Cu^+ , зависящие от условий синтеза; для НЧ серебра подобные эффекты выражены слабо.

МЕТОД ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО ФАЗОВОГО АНАЛИЗА В ИССЛЕДОВАНИИ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ

Морозова Г.И.

ФГУП ВИАМ, 105005, г. Москва, ул. Радио, 17, E-mail: admin@viam.ru

Метод физико-химического фазового анализа (ФХФА) применяется для исследования фазовых превращений в сплавах на различных металлических основах, в том числе жаропрочных никелевых сплавов, применяемых в авиастроении для деталей горячего тракта двигателей. Метод основан на электрохимическом изолировании фаз (интерметаллидов, карбидов, боридов и др.) в разных электролитах, с последующим рентгеноструктурным и химическим анализом изолятов. В результате получаем информацию о кристаллической структуре фаз, их химическом составе и количестве в зависимости от легирования, технологического состояния и условий эксплуатации сплава. Метод применим для разработки новых жаропрочных материалов, отличающихся сложным химическим и фазовым составом, а также при исследовании причин брака продукции и преждевременного разрушения изделий.

Именно этим методом впервые была открыта в сплаве типа Нимоник γ' -фаза на основе соединения Ni_3Al , частицы которой размером в 50–200 нм, когерентно связанные с γ -матрицей, обеспечивают высокую жаропрочность сплавов в процессе их эксплуатации. Установлено, что феномен γ' -фазы заключается в её способности растворять практически все ds-элементы таблицы Менделеева в различном сочетании в соответствии с правилом компенсационного изоморфизма. При этом сохраняется высокая степень порядка и координации структуры $L1_2$ вплоть до температуры плавления.

На основании экспериментального материала, получено уравнение баланса легирования. Введён показатель дисбаланса ΔE , позволяющий установить допустимое отклонение от разрешённого уровня легирования сплава для сохранения его фазовой стабильности и служебных характеристик без предварительного проведения экспериментов. Значение $\Delta E=0$ является показателем предельной растворимости легирующих элементов в никеле при их совместном присутствии в сплаве. На примере литейных и деформируемых сплавов установлено, что положительное или отрицательное отклонения от нулевого значения дисбаланса вызывает образование избыточных фаз, снижающих жаропрочность сплавов.

Метод ФХФА эффективен для определения кристаллической структуры, химического состава и количеств фаз, размер частиц которых и содержание в сплаве ниже порога чувствительности рентгеноспектральных методов анализа монолитных сплавов с применением современного оборудования.

ЛАЗЕРНЫЙ ФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ КОНТРОЛЬ МОЛЕКУЛЯРНОГО СОСТАВА ГАЗОВОЙ ФАЗЫ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА ПРИ РЕАКТИВНОМ РАСПЫЛЕНИИ МАТЕРИАЛОВ

Хвостиков В.А., Гражулене С.С., Бурмий Ж.П.

*Учреждение Российской академии наук
Институт проблем технологии микроэлектроники и
особочистых материалов РАН, 142432, Московская обл.,
г. Черноголовка, ул. Институтская, 6, khvos@iptm.ru*

Предложено использовать метод лазерной флуоресцентной спектроскопии для контроля молекулярного состава газовой фазы тлеющего разряда при реактивном распылении материалов, что является весьма важным и актуальным с точки зрения напыления пленок нужного стехиометрического состава высокого качества.

С этой целью исследованы эмиссионные и флуоресцентные (с лазерным возбуждением флуоресценции) спектры газовой фазы в диапазоне длин волн 580-650 нм при реактивном распылении иттрия, циркония и их сплавов в тлеющем разряде в обычном и магнетронном режимах. Найдено несколько серий спектральных линий в диапазонах длин волн 584-587, 613-618, 647-650 нм. Для идентификации молекулярных линий оксида иттрия проведены дополнительные исследования динамики изменения во времени интенсивностей спектральных линий при выключении тлеющего разряда, а также спектры переизлучения для каждой линии в спектре возбуждения флуоресценции. Энергии электронных переходов молекул оксида иттрия были рассчитаны на основе результатов этих измерений с учетом относительного положения и интенсивностей флуоресцентных линий, принадлежащих различным спектральным сериям. Флуоресцентные линии 584.2, 585.9, 587.4; 613.2, 614.8, 616.5, 617,9; и 647.1, 648.7, 650.3 нм идентифицированы как молекулярные линии оксида иттрия. Установлена корреляция в поведении эмиссионных и флуоресцентных спектров газовой фазы в диапазоне длин волн 580-650 нм при распылении Y в тлеющем разряде и изменении концентрации кислородно-аргоновой смеси. Исследована зависимость интенсивности флуоресцентных и эмиссионных линий молекул оксида иттрия от парциального давления кислорода в диапазоне 1×10^{-3} – 5×10^{-1} Па.

АНАЛИЗ МИКРО- И НАНОДИСПЕРСНЫХ ПРОБ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДВУХСТРУЙНОГО ДУГОВОГО ПЛАЗМОТРОНА

Закас Н.П., Комиссарова Л.Н., Сапрыкин А.И.

*Учреждение Российской Академии Наук
Институт неорганической химии им. А.В.Николаева СО РАН
630090 Новосибирск, просп. акад. Лаврентьева 3, saprykin@che.nsk.su*

В отечественной аналитической практике для анализа порошковых проб нашел применение двухструйный дуговой плазмотрон (ДДП) высокой мощности (10-15 kW) как источник возбуждения эмиссионных спектров. Разработанный в середине 70-х годов плазмотрон более двух десятилетий использовался преимущественно для прямого атомно-эмиссионного спектрального (АЭС) анализа геологических проб и минерального сырья. В ИНХ СО РАН одним из направлений, где успешно применяется ДДП, является анализ мелкодисперсных высококислых материалов, использующихся в качестве прекурсоров для получения оптических монокристаллов, полупроводниковых соединений и других функциональных материалов. Разработаны прямые и комбинированные методики анализа кремния, галлия, индия, теллура и их оксидов. Для обеспечения низких пределов обнаружения при анализе малых навесок проб, в частности, концентратов микропримесей, была использована аналитическая зона до слияния плазменных струй. Благодаря слабым матричным влияниям в ДДП, достаточно просто решается проблема образцов сравнения (ОС). В настоящей работе в качестве ОС использовались образцы на основе графитового порошка (ГП). Государственные стандартные образцы состава ГП с разным набором примесей выпускаются в России

Методики прямого анализа предусматривают простую пробоподготовку, заключающуюся в разбавлении порошковой пробы спектроскопическим буфером: (ГП + 5% NaCl) в 2-5 раз. Для получения порошковой пробы галлий, расплавленный под ИК-лампой, смешивался с ГП, а индий переводился в оксид после растворения в азотной кислоте и последующего прокаливания. Прямой анализ обеспечивает одновременное определение более 30 примесей в пробах с пределами обнаружения на уровне 10^{-6} – 10^{-4} мас.%. Комбинированные методики, основанные на неполном отделении основы, позволяют снизить пределы обнаружения примесей на порядок величины и более.

Проведенные исследования показали перспективность использования ДДП-АЭС метода для многоэлементного анализа микро- и нанодисперсных порошковых проб различного состава.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА КОНДЕНСИРОВАННЫХ ФАЗ МЕТОДОМ СТАТИЧЕСКОЙ ТЕНЗИМЕТРИИ

Чусова Т.П., Зеленина Л.Н., Васильева И.Г.

ИНХ СО РАН, просп. Акад. Лаврентьева, 3, Новосибирск, 630090
zelenina@che.nsk.su

Метод статической тензиметрии с использованием мембранных нуль-манометров применяется при изучении химических процессов, протекающих с участием газовой фазы. Его уникальность заключается в том, что он позволяет идентифицировать фазы по составу с высокой точностью (± 0.01 формульных единиц) без необходимости выделения их в чистом виде, и обеспечивает надежной количественной информацией (p - T - x) даже в случае медленно текущих процессов, поскольку не ограничен временем фиксации равновесия. Возможности и ограничения метода продемонстрированы при исследовании систем $LnSe_{2-x}$ – $LnSe_{1.5}$ ($Ln = La, Ce, Pr, Nd, Gd$) и $TiSe_2$ – $TiSe_{1.84}$.

Измерения проведены в широком интервале составов ($0.6 \leq m/V$, г/дм³ ≤ 248), температур ($713 \leq T$, К ≤ 1395) и давлений ($1 \leq p$, Торр ≤ 760).

Детальное тензиметрическое исследование показало, что в полиселенидных системах p зм фазовые области состоят из дискретных промежуточных фаз постоянного состава $GdSe_{1.85}$, $GdSe_{1.80}$, $GdSe_{1.71}$ [1] и $LnSe_{1.90}$, $LnSe_{1.85}$, $LnSe_{1.80}$ ($Ln = La, Ce, Pr, Nd$), большинство из которых обнаружено впервые, а диселенид титана, напротив, образует непрерывный твердый раствор в области составов $TiSe_2$ – $TiSe_{1.84}$. Наши исследования не подтвердили существование описанных в литературе областей гомогенности полиселенидов p зм и разрыва области гомогенности между составами $TiSe_{1.92}$ и $TiSe_{1.85}$. Для каждой системы по полученным p_{Se} - T - x зависимостям определены термодинамические характеристики ($\Delta_r H_T$, $\Delta_r S^\circ_T$) процессов ступенчатой диссоциации высших полиселенидов и рассчитаны стандартные энтальпии образования и абсолютные энтропии ($\Delta_f H_{298}$, S°_{298}) изученных соединений.

Итогом проведенного исследования стали термодинамические параметры p_{Se} и T , определяющие поля стабильности фаз и представляющие условия роста монокристаллических однородных фаз кристаллов полиселенидов заданного состава.

1. Chusova T.P., Zelenina L.N., Vasilyeva I.G., Graf C., Doert Th. *J. Alloys Comp.* **452** (2008) 94-98.

ОСОБЕННОСТИ СОСТАВА, СТРОЕНИЯ И КАТАЛИТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КАТАЛИЗАТОРОВ VMoNbO

Низовский А.И., Кардаш Т.Ю., Плясова Л.М., Довлитова Л.С., Калинин А.В.,
Бондарева В.М., Андрушкевич Т.В.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
г. Новосибирск 630090, пр. Академика Лаврентьева, 5; e-mail: alexniz@inbox.ru*

Использование метода РФЭС для исследования оксидных катализаторов, содержащих ванадий, имеет существенное ограничение, связанное с наложением спектральной линии V2p на район рентгеновского сателлита $\alpha_3\alpha_4$ линии O1s. Наличие монохроматического источника излучения AlK α позволило успешно исследовать изменение зарядового состояния и концентрации ванадия при термообработке VMoNbO катализаторов селективного окисления и окислительного аммонолиза пропана.

В рамках структурного типа Mo₅O₁₄ для смешанных V-Mo-Nb оксидов исследовано влияние соотношения V/Nb и температуры термообработки на фазовый состав, структурные характеристики и каталитические свойства образцов. Установлены пределы соотношений V/Nb для существования тройного оксида со структурой типа Mo₅O₁₄, показано, что V-Mo-Nb-O соединения являются твердыми растворами замещения ванадия на основе бинарного оксида (Mo_{0.6}Nb_{0.4})₅O₁₄. Охарактеризована и уточнена структура кристаллического V-Mo-Nb оксида типа Mo₅O₁₄, образующегося при температуре прокаливания ≥ 550 °C. При T < 550 °C V-Mo-Nb оксиды находятся в нанокристаллическом состоянии, характеризующемся слоистой разупорядоченной структурой с межслоевым расстоянием ~ 4 Å. Обсуждается структурная модель нанокристаллических оксидов. Выявлена роль Nb в формировании тройного соединения и проанализировано состояние поверхности катализаторов при различных температурах. Показано, что в реакции окислительного аммонолиза этана наиболее активными являются низкотемпературные V-Mo-Nb оксиды с соотношением V/Nb в структуре ≈ 1 , что соответствует 20 мол. % V и 20 мол. % Nb. Мягкие методы синтеза, использующиеся при приготовлении катализаторов, способствуют образованию полигонно-сетчатых структур с большим содержанием ванадия. Последнее представляется очень важным, поскольку именно катионы V⁵⁺ рассматриваются в качестве активных центров активации алканов.

ТЕХНИКА И МЕТОДИЧЕСКИЕ ПОДХОДЫ К ФАЗОВОМУ АНАЛИЗУ МНОГОЭЛЕМЕНТНЫХ ОБЪЕКТОВ БЕЗЭТАЛОННЫМ МЕТОДОМ ДИФФЕРЕНЦИРУЮЩЕГО РАСТВОРЕНИЯ

Болдырева Н.Н.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН
630090, Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 5*

Химический метод фазового анализа – метод дифференцирующего растворения (ДР) – отличается от структурных физических методов возможностью определения качественного и количественного фазового состава многофазных твердых веществ без использования эталонных образцов индивидуальных фаз [1].

В докладе обсуждаются принципы подбора параметров динамического режима растворения твердых многоэлементных многофазных веществ различной химической природы, высокоэффективный способ стехиографического титрования, заключающийся в согласовании скоростей изменения параметров динамического режима с наблюдаемыми скоростями растворения элементов из состава анализируемого вещества [2]. Этот способ позволяет в реальном масштабе времени согласовывать параметры динамического режима растворения с характеристиками общей структуры фаз.

Определены области предпочтительного использования стационарного и проточного режимов дифференцирующего растворения при фазовом анализе методом ДР веществ различной природы и элементного состава, разработаны методики и техника фазового анализа в этих режимах, а также их инструментальное оформление.

Обсуждаются вопросы пробоподготовки и определения элементного состава образующихся растворов, правила расчета результатов фазового анализа методом ДР и оценки правильности этих результатов, приводятся факторы, ограничивающие применение метода ДР для фазового анализа.

В настоящее время разработаны методики и выполнен фазовый анализ большого числа объектов различной природы и элементного состава, в том числе разнообразных функциональных материалов, время методики фазового анализа и препаративный способ разделения сложных твердых веществ повседневно используются на всех этапах исследования природы катализаторов, носителей и промежуточных продуктов в Институте катализа СО РАН.

1. В.В. Малахов, И.Г. Васильева // Успехи химии. 2008. Т. 77. № 4. С. 370.
2. Патент РФ № 2056635, БИ № 8, 1996 г.

**МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РАСТВОРОВ ПРИ КОНТРОЛЕ ПРОЦЕССОВ
ПРОИЗВОДСТВА МЕДИ, НИКЕЛЯ И КОБАЛЬТА
КОМПАНИИ «НОРИЛЬСКИЙ НИКЕЛЬ»**

Агабабова Т.В., Ковалева О.В., Остапчук И.С., Издебская Л.И.

*ЗФ ОАО «ГМК «Норильский никель», Контрольно-аналитический департамент
ул. Октябрьская, д. 2, а/я 2, г. Норильск, Россия, 663316,
тел. (3919) 35 42 32, факс (3919) 35 44 92, e-mail: kad@nk.nornik.ru*

Высокое качество продукции Компании «Норильский никель»: меди, никеля и кобальта обеспечивается контролем химического состава исходных и промежуточных продуктов технологического процесса при их производстве.

Качество получаемых металлов определяется составом технологических растворов, используемых в процессах электролитического рафинирования. Исследование химического состава электролитов в процессе производства необходимо для получения высокочистых металлов.

Определение селена, мышьяка, сурьмы, висмута, свинца, меди, железа и цинка при их содержании 0,10-1,5 мг/дм³ в производственных электролитах основными компонентами которых являются никель, медь, кобальт и железо в различных соотношениях, представляет сложную задачу. Существующие методы измерения не позволяют определять такие концентрации без предварительного отделения матрицы.

Концентрирование микропримесей и отделение их от матрицы перед определением позволяет снизить пределы обнаружения, повысить воспроизводимость и правильность определения.

Использование экстракционного метода концентрирования в условиях Заполярья представляет сложную экологическую проблему. В связи с этим, в лабораториях Норильского промышленного района разработаны и применяются методики выделения, коллектирования и измерения примесей, влияющих на качество готовой продукции Компании без применения органических реактивов.

Применение атомно-абсорбционного, атомно-эмиссионного с индуктивно связанной плазмой методов измерения элементов-примесей, после предварительного выделения их на неорганических коллекторах, позволяет эффективно контролировать технологические процессы производства металлов.

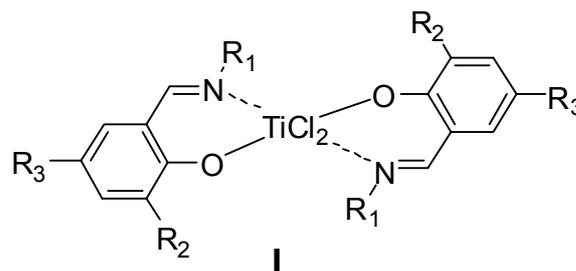
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ПОСТМЕТАЛЛОЦЕНОВЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ ОЛЕФИНОВ

Олейник И.И., Фадеева В.П., Тихова В.Д., Олейник И.В.

Новосибирский институт органической химии им. Н.Н.Ворожцова СО РАН,
Новосибирск, пр. Лаврентьева, 9, tikhova@nioch.nsc.ru

Каталитические системы на основе бис(феноксиминных) и бис(арилимино)-пиридиновых комплексов циркония, титана, железа открыты сравнительно недавно и привлекли к себе большое внимание многих исследователей в связи с простотой синтеза, структурным разнообразием, пониженной оксофильностью и возможностями получения полиолефинов различной молекулярной массы и структуры, возможностью реализации механизма «живой» полимеризации. За короткий период накоплен существенный экспериментальный материал по синтезу таких комплексов с разно-образным строением лигандов, и получены сведения об их каталитической активности при полимеризации этилена и некоторых α -олефинов.

В данной работе проведено исследование состава феноксиминных комплексов титана(IV) общей структуры I с различным сочетанием заместителей (R_1 =



циклогексил, фенил, 2-циклогексилфенил, 1-(1-адаматил)этил, 2-изоборнил, *n*-бутил, пентафторфенил, хлор, бром; R_2 = кумил, *трет*-бутил, 2-изоборнил; R_3 = метил, *трет*-бутил, кумил, хлор, бром, H). Анализ основного состава комплексов был проведен с использованием автоматического CHNS-анализатора EURO EA 3000, классических методов определения углерода, водорода, титана, хлора, брома и фтора.

Для одновременного определения хлора и брома в комплексах дихлорида титана(IV) I при их совместном присутствии использовали потенциметрическое титрование.

Структура комплексов дихлорида железа(II) с олигомерными бис(арилимино)-пиридиновыми лигандами определяется числом центров комплексообразования, зависящим от степени поликонденсации 2,6-диацетилпиридина и арилдиаминов. Для ее оценки был проведен анализ молекулярной массы различных олигомерных лигандов с использованием метода парофазной осмометрии.

УД-2-12

ХИМИКО-АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ОКСИДОВ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ ОТДЕЛЕНИЕМ ОСНОВЫ

Цыганкова А.Р., Чанышева Т.А., Шелпакова И.Р., Сапрыкин А.И.

*Учреждение Российской Академии Наук
Институт неорганической химии им. А.В.Николаева СО РАН
630090 Новосибирск, просп. акад. Лаврентьева 3, saprykin@che.nsk.su*

Высокочистые оксиды тугоплавких металлов, такие как оксид вольфрама (VI) и оксид молибдена (VI) используют в качестве прекурсоров для синтеза функциональных материалов с заданными свойствами. В ИНХ СО РАН ведутся работы по выращиванию монокристаллов различного состава, примесный состав которых существенным образом влияет на функциональные свойства этих материалов, поэтому особое внимание уделяют чистоте исходных веществ (прекурсоров). Для решения этих задач необходимы методики количественного химического анализа, позволяющие определять примеси на уровне 10^{-6} % мас и ниже.

Сложность анализа оксидов вольфрама и молибдена методом атомно-эмиссионной спектрометрии (АЭС) заключается в их химической инертности и богатом спектре эмиссии. Для разработки высокочувствительных методик целесообразно предварительное отделение основы. Вольфрам и молибден имеют большое количество легколетучих галогенидов и оксогалогенидов, поэтому мы выбрали хлорирование, как наиболее просто реализуемый способ концентрирования. В качестве хлорирующих агентов для WO_3 использовали четыреххлористый углерод, а для MoO_3 – элементарный хлор в присутствии восстановителя (графитового порошка). Процесс отгонки WO_3 и MoO_3 проводили в проточном реакторе при температуре 400 °С и 350 °С, соответственно. Затем концентрат примесей переносили на графитовый порошок и проводили АЭС анализ с возбуждением спектра в дуге постоянного тока. Регистрацию спектров проводили на спектрометре PGS-2 с детектором МАЭС. Образцы сравнения (ОС) готовили на основе графитового порошка, а также использовали ГСО 2820-83 (ОСО 48-4-39-94).

Разработанные методики позволяют определять 13 примесей: Ag, Al, Ba, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Mg, Mn, Ni, P и Pt в высокочистых оксидах вольфрама и молибдена с пределами обнаружения $n \cdot 10^{-6}$ – $n \cdot 10^{-8}$ % мас. Внутрिलाбораторная прецизионность анализа составляет 0,2 – 0,3.

СОСТАВ И СТРУКТУРА НИЗКОРАЗМЕРНЫХ КРИСТАЛЛОВ GeO₂ и MoO₃, ОСАЖДАЕМЫХ ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ

Троицкая И.Б., Атучин В.В., Громилов С.А.*, Васильева И.Г.*

*Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск, 630090,
пр. Лаврентьева, 13, E-mail: troitskaia@thermo.isp.nsc.ru*

**Институт неорганической химии СО РАН, Новосибирск, 630090,
пр. Лаврентьева, 3, E-mail: kamarz@che.nsk.su*

В основе процесса кристаллизации оксидов GeO₂ и MoO₃ лежит химическая реакция взаимодействия ионов разного состава в условиях изменения кислотности раствора. Следствием разнообразия форм ионов и скоростей их превращений является процесс сокристаллизации фаз, отличающихся друг от друга анионным составом, где наряду со стехиометрическим оксидом могут присутствовать дефицитные по кислороду оксиды, и оксиды, содержащие гидроксильные группы в кислородной подрешетке. Доклад представляет комбинацию методов, которые позволили определять состав и структуру оксидов и сокристаллизующихся фаз. Определение состава как мольных отношений Ge/O, Ge/OH' и Mo/O, Mo/OH' было выполнено методами EDXA, прямого химического анализа и постадийной термогравиметрии. Разная природа воды с разным распределением ее в структуре установлена по данным ИК-, КР-спектроскопии и ПЭМ, которые обнаружили тонкие изменения локальной структуры кристаллов. Совокупностью методов РФА, ПЭМ и РЭМ установлен фазовый состав оксидов, определен структурный тип фаз, а также морфология и размер кристаллов. Установлено, что кристаллы MoO₃ формируются как шестигранные стержни с выраженной огранкой, с поперечным сечением ~500 нм, габитусом 1:60 и соответствуют гексагональной модификации h-MoO₃ (PDF 21-569). Кристаллы GeO₂ с равновесной формой, размером ~500 нм и габитусом 1:1 имели структуру β-GeO₂ типа α-кварца (P3₂21, PDF 36-1463).

Совокупность полученных данных о реальном составе оксидов, их фазовой индивидуальности и структурных особенностях, использована для описания механизма формирования кристаллов из растворов, ответственного за особенности их состава, структуры и размеры. Обсуждается аспект управления процессом кристаллизации оксидов заданного состава и структуры за счет направленного изменения условий химической реакции в водных растворах.

COMPARISON OF THE ANALYTICAL CHARACTERIZATION OF BC_xN_y FILMS GROWN WITH TRIMETHYLAMINE BORANE, TRIETHYLAMINE BORANE OR TRIMETHYLBORAZINE PRECURSOR

Baake O.¹, Hoffmann P.S.¹, Klein A.¹, Pollakowski B.², Beckhoff B.², Ensinger W.¹, Kosinova M.L.³, Fainer N.I.³, Trunova V.A.³

¹Technische Universität Darmstadt, Petersenstr. 23, D-64287 Darmstadt, Germany

²Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Abbestr. 2-12, D-10587 Berlin, Germany

³Nikolaev Institute of Inorganic Chemistry SB RAS, Acad. Lavrentyev Pr. 3, Novosibirsk 630090, Russian Federation

New binary and ternary compounds of the light elements were predicted to have extra-ordinary properties. Films of BC_xN_y were produced in a CVD process using various carbon and nitrogen containing boranes as precursor and with auxiliary gases. The chemical bond character was determined by XPS (Fig. 1), and by synchrotron radiation-based (TXRF-NEXAFS) (Fig. 2).

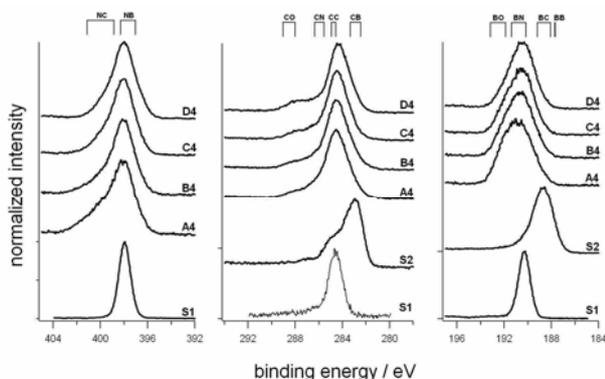


Fig. 1: The N1s-, C1s-, and B1s-XPS spectra of the samples, and of the reference materials, h-BN (S1) and B₄C (S2).

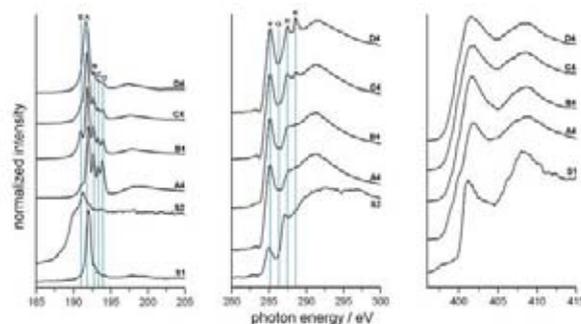


Fig. 2: The B-K-, C-K-, and N-K-TXRF-NEXAFS spectra of the samples and of the reference materials h-BN (S1) and B₄C (S2).

In all cases, B-N bonds, B-C bonds and N-C bonds were identified. The elements are positioned in a hexagonal structure. Carbon is built in this configuration.

The results of the XPS and of the TXRF-NEXAFS measurements are valid for a sample surface region, at a depth of about 5-10 nm. Preliminary measurements of the depth homogeneity of the materials employing GIXRF, i.e. allowing for an enhanced information depth of up to several hundred nanometers into the sample, confirm a high quality of the samples.

Physical properties are determined and discussed in relation to the presence of chemical characteristics (Fig. 3). As some physical properties are a function of the bonding of the film to the substrate, experiments for the characterization of the interface are proposed.

This work was supported by the Russian Foundation for Basic Research (grant N 07-03-91555) and by the German Science Foundation DFG (grants EN 207/22 and BE 1372/2).

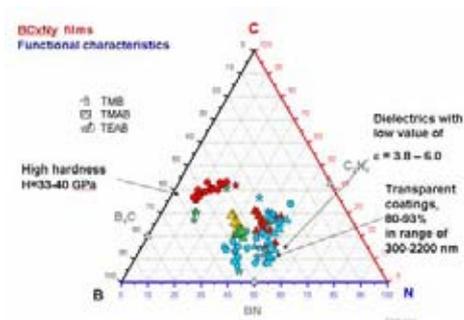


Fig. 3: Comparison of the elemental composition with physical properties.

ИНВЕРСИОННАЯ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЯ В ДИАГНОСТИКЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Захарчук Н.Ф.

*Институт неорганической химии им. А.Н. Николаева СО РАН,
630090, г. Новосибирск, пр. акад. Лаврентьева, 3*

Работы последних лет показывают, что инверсионные методы электроаналитической химии сопровождают многосторонние исследования функциональных материалов. Источником информации служат как процессы собственно электрохимических превращений исследуемых твердых веществ, так и хемосорбированных слоев, образующихся при контакте с газовой фазой или в результате электрохимических реакций. При этом возникает возможность идентификации отдельных фаз и их аллотропных модификаций, определения степени окисления элементов (в том числе необычных валентных состояний) в соединениях, отражающую химические свойства и электронную структуру соединений, исследования дефектной структуры несовершенных кристаллов. Особенно метод привлекателен для исследования взаимодействия между «гостем» и «хозяином» нового класса соединений – кластеров и супрамолекул, а также свойства границы раздела между коллоидными частицами металла в водных электролитах и его ионами.

В данной работе обсуждаются возможности инверсионной вольтамперометрии твердых фаз и растворов в исследовании:

- фазового и структурного анализа собственных диэлектрических слоев на полупроводниках $A^{III}B^V$ и границы раздела $A^{III}B^V$ /диэлектрик;
- механизма сверхпроводимости медь, висмут, свинец содержащих керамик;
- редокс состояния свободных комплексов $Co(III)$ и $Ni(II)$, содержащими 1,3-диаминопропилен и 1,3-диамино-2-пропанол, а также $Fe(III)$ с циклом – «гости» и инкапсулированных в макроциклическую молекулу «хозяина» кукурбит[8]урилы;
- редокс состояний ренийевых двенадцати- и шести- ядерных кластерных комплексов типа $K_6[Re_{12}CQ_{17}(CN)_6]$, $K_4[Re_6S_8(OH)_6] \cdot 8H_2O$, $K_4[Re_6S_8(CN)_6]$, кубановых оксалатных кластерных комплексов с остовом $Mo_3CuQ_4^{5+}$ ($Q = S, Se$) и фенантронилловых кластеров с остовом $M_3Se_7^{4+}$ ($M = Mo, W$);
- кинетики формирования границы раздела наноразмерные коллоидные частицы Ag^0 – ионы Ag^+ .

**МЕТОДЫ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ
СЕРЕБРА, ПОЛУЧЕННЫХ МИЦЕЛЛЯРНЫМ СИНТЕЗОМ**

**Демидова М.Г., Булавченко А.И., Подлипская Т.Ю.,
Боронин А.И.*, Кибис Л.С.*, Зайковский В.И.***

*Учреждение Российской академии наук
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
Новосибирск, пр. академика Лаврентьева, 3, demidova@che.nsk.su
*Учреждение Российской академии наук
Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск*

В основу получения порошков серебра положено восстановление AgNO_3 гидразином или борогидридом калия в обратномицеллярных растворах оксиэтилированного нонилфенола Triton N-42 в декане с последующей коагуляцией наночастиц различными способами. Предложена методология характеристики наноматериала, позволившая установить влияние способа его получения на химический состав и размер частиц.

Первоначально в порошках определены концентрации серебра (метод ААС) и Triton N-42 (ИК-Фурье и электронная спектроскопии), а также исследованы их морфология и дисперсность (ПЭМ). На основе этого выбраны условия получения порошков с содержанием $\text{Ag} \geq 98\%$, однофазных и изоструктурных Ag PDF \#04-0783 (РФА). Мелкодисперсные порошки получены в случае KBH_4 (10-50 нм по сравнению с 50-100 нм для N_2H_4). Содержание Triton N-42 в них составило 0.8-1.5 %, а методом ИК-Фурье спектроскопии установлено взаимодействие полярная части молекулы ПАВ с поверхностью порошка. Примесный состав в объёме образца определён методами микроанализа, дуговой и пламенной АЭС, а на поверхности – методом РФЭС. Показана преимущественно поверхностная локализация примесей. Наиболее распространёнными примесями являются С, О, Cl, что обусловлено взаимодействием ПАВ с поверхностью порошков и присутствием в N_2H_4 и Triton N-42 хлора (0.6-0.9 %). Концентрация гострируемых в серебре высокой чистоты Bi, Cu, Fe, Pb (10^{-4} - 10^{-3} %), лежит ниже регламентируемых значений. Методом РФЭС дополнительно идентифицировано зарядовое состояние примесей, также подтверждена информация других методов о степени дисперсности полученных образцов и о месте локализации молекул ПАВ. Показано многообразие химических форм С, О, N, В на поверхности наноматериала и взаимосвязь их со способом получения порошка.

Работа выполнена в рамках проектов РФФИ №№05-03-32308 и 09-03-00511.

ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДОВ SRXRF, TXRF, NEXAFS С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Трунова В.А., Зверева В.В.

*Учреждение Российской Академии Наук
Институт неорганической химии им. А.В.Николаева СО РАН
630090 Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 3, Trunova@inp.nsk.su*

Синхротронное излучение (СИ) широко используется практически всеми методами исследования объектов материаловедения, в том числе – для исследования функциональных материалов. На сегодняшний день наиболее интересными объектами являются: фуллерены и углеродные нанотрубы, пленочные структуры из этих материалов, наночастицы карбидов кремния и тугоплавких металлов, нанокомпозиты и др. Результаты исследования рентгеноструктурными и спектроскопическими методами анализа функциональных материалов дают представление об их составе, структуре и др. свойствах.

Использование СИ в качестве первичного источника излучения высокой яркости и поляризации позволяет достигать более низких пределов обнаружения в случае элементного анализа, а также осуществлять микроанализ. Метод рентгеновской флуоресценции с использованием синхротронного излучения (SRXFR) обеспечивает пределы обнаружения на уровне ppm, а для метода μ -SRXRF – на уровне ppb. Метод рентгеновской флуоресценции с полным внешним отражением (TXRF) характеризуется низкими пределами обнаружения – ppb и ниже. Он используется главным образом для исследования поверхности материалов, слоистых структур, тонких плёнок. Метод полного внешнего отражения рентгеновской флуоресценции в комбинации с методом около пороговой тонкой структурой рентгеновских спектров поглощения (TXRF–NEXAFS) даёт возможность получать информацию о составе, структуре из приповерхностного слоя образца (нм).

Благодаря своим свойствам – уникальной механической прочности, химической стойкости, оптической прозрачности и диэлектрическим характеристикам – обращают на себя внимание такие объекты, как, например, тройные соединения BC_xN_y и SiC_xN_y , изучение их структуры и строения, обуславливающие эти свойства, представляет особенный интерес. В докладе будут представлены результаты комплексного исследования этих материалов методами SRXRF, TXRF и NEXAFS.

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ДЛЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ПРИБОРОВ КОНТРОЛЯ ПАРАМЕТРОВ ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ

Конопелько Л.А., Кустиков Ю.А., Козлов Д.Н.

*Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии
им. Д.И. Менделеева, 198005, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19,
kozlov@b10.vniim.ru*

Все большую актуальность при решении широкого круга задач в современной науке и промышленности приобретает контроль целого комплекса параметров дисперсных систем в газовых и жидких средах, а именно:

- размер частиц;
- массовая и счетная концентрация частиц;
- функция распределения частиц по размерам.

Основным средством метрологического обеспечения приборов, находящихся в эксплуатации (поверка, калибровка) являются стандартные образцы. Исходя из номенклатуры измеряемых величин, стандартные образцы можно разделить на следующие группы:

- гранулометрического состава порошкообразных материалов;
- гранулометрического состава суспензий;
- счетной концентрации частиц в масле;
- счетной концентрации частиц в воде.

Исследования, проведенные ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, позволили разработать 20 типов новых стандартных образцов:

- гранулометрического состава порошкообразных материалов в диапазоне размеров от 1 мкм до 300 мкм на основе белого электрокорунда;
- гранулометрического состава порошкообразных материалов в диапазоне размеров от 50 мкм до 3000 мкм на основе стеклянных сфер;
- гранулометрического состава суспензий (монодисперсный полистирольный латекс) в диапазоне размеров от 0,3 до 1,1 мкм;
- счетной концентрации частиц в масле.

Аналоги указанных образцов в России до настоящего времени отсутствовали.

ХРОНОПОТЕНЦИОМЕТРИЯ – НОВЫЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ В ХИМИИ ТВЕРДОГО ТЕЛА

Косова Н.В.

*Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН,
630128 г. Новосибирск, ул. Кутателадзе, 18, kosova@solid.nsc.ru*

Циклическая хронопотенциометрия – современный метод исследования электрохимических характеристик литий-ионных аккумуляторов. При протекании постоянного тока измеряемое напряжение равняется сумме напряжения разомкнутой цепи (разница потенциалов катода и анода) и поляризации ячейки (поляризация катода и анода, а также омическое сопротивление, обусловленное вкладом электролита). Данный метод можно рассматривать и как новый метод исследования в химии твердого тела. Он позволяет получить информацию об особенностях кристаллической и электронной структуры исследуемых соединений, механизмах протекающих реакций внедрения/экстракции ионов (например, ионов лития). Так, изменения в кристаллической структуре кобальтата лития LiCoO_2 оказывают влияние на потенциал пары $\text{Co}^{3+}/\text{Co}^{4+}$: для высокотемпературной модификации (НТ), пр. гр. $R\bar{3}m$ он равен 3,8 В, а для низкотемпературной (ЛТ), пр. гр. $Fd\bar{3}m$ – 3,4 В. Наличие ступеньки при 3,4 В на зарядно-разрядных кривых указывает на присутствие примеси LT-LiCoO_2 в HT-LiCoO_2 , что часто не идентифицируется методом РФА. Наличие ступенек на кривых циклирования литий-марганцевых шпинелей $\text{LiMn}_{2-x}\text{Me}_x\text{O}_4$ позволяет количественно оценить содержание *redox*-ионов Mn и Me в разных степенях окисления.

Существенное влияние на потенциал окислительно-восстановительной пары оказывает также наличие полианионов $(\text{XO}_4)^{y-}$ ($X = \text{S}, \text{P}, \text{As}, \text{Mo}, \text{W}$; $y=2$ или 3): сильная ковалентность связи X-O стабилизирует структуру соединения и понижает ϕ пары $\text{Me}^{3+}/\text{Me}^{2+}$ посредством индуктивного эффекта Me-O-X. Так, в железофосфате лития LiFePO_4 $\phi_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}}$ относительно $\phi_{\text{Li}^+/\text{Li}}$ равен 3,4 В, что делает данное соединение перспективным в качестве катодного материала.

По форме зависимости изменения потенциала от времени протекания процесса можно судить о механизме реакций внедрения/экстракции ионов. При монотонном изменении потенциала происходит образование непрерывного ряда твердых растворов ($\text{LiNi}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_2$). Наблюдаемое плато соответствует образованию второй фазы (LiFePO_4). Сложное изменение потенциала с появлением областей с постоянным потенциалом, либо с небольшим его изменением свидетельствует об образовании нескольких различных по химическому и фазовому составу форм (LiCoO_2).

**СЕКЦИЯ 3. Методы определения параметров
кристаллической структуры**

КЛЮЧЕВЫЕ И УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

РЕНТГЕНОГРАФИЯ *IN SITU* В КАТАЛИЗЕ

Плясова Л.М.

Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090, Новосибирск, просп. ак. Лаврентьева, 5, e-mail: pls@catalysis.ru

Гетерогенные катализаторы являются типичными представителями функциональных наноматериалов. В последнее время широко проводятся физико-химические исследования катализаторов методами *in situ*, в том числе и рентгенографическими. Динамический подход, осуществляемый в методе высокотемпературной рентгенографии, позволяет представить весь ход процессов формирования фазового состава катализатора в целом, преодолеть специфические трудности в исследовании катализаторов, связанные с образованием промежуточных и обратимых состояний.

Метод высокотемпературной рентгенографии *in situ* позволяет контролировать процессы формирования катализаторов в условиях их активации и реакции.

Использование в условиях *in situ* различных методических возможностей современной порошковой рентгенографии (от рутинного фазового анализа до уточнения реальной и атомной структуры методами полнопрофильного анализа) позволяет детально характеризовать происходящие под воздействием среды и температуры структурные изменения на атомном уровне, что существенно расширяет возможности использования этого метода при изучении катализаторов.

Особенно это относится к сложным оксидным системам, содержащим переходные элементы и обратимо изменяющим свое валентное состояние под воздействием среды и температуры, а также к системам, проявляющим полиморфизм.

В работе рассмотрены дополнительные факторы, влияющие на дифракционную картину в условиях повышенной температуры и изменения газовой среды, и методы их учета. Показаны некоторые варианты аппаратного оформления метода.

Приведены примеры исследования ряда сложных оксидных катализаторов (Cu-Cr-O, Cu-Zn-O, Cu-Mg-O, Ni(Co)-Mo-O, Ni-Mg-O, Mo-V-Nb-Te-O и другие) в условиях их приготовления, активации и работы, демонстрирующие возможности метода.

Знание процессов, происходящих при формировании активных фаз катализаторов, области их термической и реакционной устойчивости необходимо для целенаправленного синтеза катализаторов и регулирования их каталитических свойств.

СТРУКТУРНАЯ ДИАГНОСТИКА НАНОМАТЕРИАЛОВ: ВОЗМОЖНОСТИ РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОГО МЕТОДА РАДИАЛЬНОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕКТРОННОЙ ПЛОТНОСТИ

Мороз Э.М.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090, Новосибирск, пр. Лаврентьева, 5, e-mail: emoroz@catalysis.ru*

Рентгенографическая структурная диагностика наноматериалов требует разработки специальных методик, учитывающих специфику рассеяния рентгеновских лучей на объектах малого размера. Известно, что дифракционная картина от поликристаллов с размерами области когерентного рассеяния менее 1-2 нм аналогична дифракционной картине от аморфного материала: она характеризуется широко размытыми диффузными гало. В связи с этим к изучению структуры нанообъектов целесообразно применять методы, которые используются для изучения рентгеноаморфных материалов-жидкостей, стекол, сплавов.

Мы используем рентгенографический метод радиального распределения электронной плотности (РРЭП) или метод парных функций распределения (PDF-analysis), основанный на интегральном анализе рассеяния рентгеновских лучей. Метод РРЭП, развиваемый в Институте катализа СО РАН с начала 70-х годов прошлого столетия, применяется для решения целого ряда структурных задач при исследовании наноматериалов – высокодисперсных носителей и катализаторов. Поскольку метод дает информацию о межатомных расстояниях и координационных числах, он прежде всего используется для обнаружения и оценки размеров нанообразований (фаз) менее 3 нм, которые не выявляются при обычном фазовом анализе по межплоскостным расстояниям. Являясь чувствительным к изменениям локальной структуры в области, протяженностью 1-3 элементарных ячеек, метод РРЭП успешно используется для установления дефектов в нанообъектах. В ходе таких исследований нами разработан сравнительный метод, включающий построение модельных кривых РРЭП, что позволяет определить изменения структуры изучаемой фазы или отдельных ее фрагментов по сравнению с её монокристалльным аналогом – выявить структурный размерный эффект. При изучении нанокompозитных материалов, в частности, нанесенных катализаторов из данных метода РРЭП возможно рассмотрение структурного аспекта формирования наночастиц на поверхности матриц.

В докладе предполагается сделать обзор данных по изучению фазового состава, реальной и локальной структуры наноматериалов (катализаторов) различного химического состава: это гидроксидные и оксидные системы, нанесенные на различные носители оксидные и металлические катализаторы. Рассматриваются преимущества и недостатки метода РРЭП по сравнению с другими структурными методами.

Работа поддержана грантом РФФИ № 09-03-90424-Укр_ф_а.

РЕНТГЕНДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ, ПРЕДСТАВЛЕННЫХ В МИКРОКОЛИЧЕСТВАХ

Алексеев А.В., Громилов С.А.

*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 3, alexeyev@che.nsk.su*

Появление и широкое распространение позиционно-чувствительных детекторов (одно- и двухкоординатных) привело к возрождению метода Дебая–Шеррера на более высоком техническом уровне: существенно увеличилась скорость съемки, точность и полнота сбора дифракционных данных. Это позволяет рассчитывать на получение качественных рентгенографических характеристик при исследовании микроколичеств. Ранее такие эксперименты были возможны только с использованием синхротронного излучения либо требовали больших временных затрат. В настоящей работе предложена общая стратегия экспрессной съемки поликристаллических образцов, представленных в количествах $< 0,1$ мг.

Методика реализована на рентгеновском дифрактометре, оснащенный четырехкружным гониометром и плоским двухкоординатным CCD-детектором. На примере эталонного поликристаллического образца $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (керамика *NIST SRM-1976*) рассмотрены наиболее значимые геометрические и физические факторы, влияющие на точность определения углов отражений (2θ). Показано, что при корректной обработке двумерных дебаеграмм и введении определенных геометрических поправок, углы 2θ могут быть измерены с точностью не хуже $0,02^\circ$.

Показано, что использование возможностей четырехкружного гониометра, даже в случае ярко выраженного габитуса частиц (пластинчатые кристаллы MoO_3), позволяет полностью устранить преимущественную ориентацию и измерить относительные интенсивности дифракционных отражений с точностью не хуже 5%.

Возможности методики иллюстрированы экспериментальным материалом, полученным при исследовании практически важных функциональных материалов: фторграфиты; наночастицы хромата серебра, полученные в обратномицеллярных системах; участки покрытий, полученные в кумулятивных процессах; продукты термобарической обработки сплавов благородных металлов и др.

РЕГУЛЯРИЗАЦИЯ МЕТОДОВ БЕССТАНДАРТНОГО РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА

Якимов И.С., Дубинин П.С., Залого А.Н., Пиксина О.Е., Якимов Я.И.

Сибирский федеральный университет

Красноярск, 660025, пр. Красноярский рабочий 95, E-mail: I-S-Yakimov@yandex.ru

Определение характеристик химического состава функциональных материалов необходимо при их разработке, производственном контроле и сертификации. Для определения состава поликристаллических многофазных материалов, наряду с методами элементного анализа, широко применяется рентгенофазовый анализ (РФА). При изучении количественного фазового состава таких материалов целесообразно использование бесстандартного РФА (КРФА), который, как показывает ряд международных Round Robin, пока не обеспечивает высокой точности анализа.

В докладе сообщается о разработке новых вариантов известных методов бесстандартного КРФА, обладающих повышенной точностью анализа за счет регуляризации «по Тихонову» и включения в функционал МНК Тихонова уравнений химического элементного и фазового баланса (для точно измеренных элементов).

Регуляризованный мультирефлексный вариант метода ссылочных интенсивностей (RIR). Основан на моделировании дифракционного спектра линейной комбинацией ссылочных эталонных спектров идентифицированных фаз и использовании для расчета фазовых концентраций масштабных коэффициентов модели. Включен в информационно-поисковую систему рентгенофазовой идентификации (ИПС ФИ) для комплексного качественного и количественного РФА. *Регуляризованный метод групповой обратной калибровки*. Основан на одновременном анализе группы порошковых проб идентичного качественного, но различного количественного фазового состава и итерационных способах уточнения. *Регуляризованный вариант многофазного метода Ритвельда*. КРФА «по Ритвельду» основан на совместном уточнении профильных параметров и модельных кристаллических структур идентифицированных фаз, взятых из структурной базы данных. Регуляризация обеспечивает улучшение сходимости и делает метод менее зависимым от выбора исходных модельных значений.

Результаты регуляризации обсуждаются на данных КРФА дифрактограмм высококачественных искусственных смесей Round Robin on QPA CPD IUCr.

МОДЕЛИРОВАНИЕ СЛОЖНЫХ XRD ПРОФИЛЕЙ ГЛИНИСТЫХ МИНЕРАЛОВ В МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ СИСТЕМАХ

Солотчина Э.П., Жданова А.Н., Солотчин П.А.

*Институт геологии и минералогии СО РАН, 630090, Новосибирск,
просп. Коптюга, 3. E-mail: solot@uiggm.nsc.ru*

Глинистые минералы, представленные высокодисперсными слоистыми силикатами, образующими не только однородные и периодические, но и смешанослойные структуры с заключенными в них фрагментами переменного состава, обладают разнообразными уникальными свойствами, в числе которых высокая ионообменная и адсорбционная способность. Корректная идентификация глинистых минералов, образующих, как правило, парагенетические ассоциации в многокомпонентных природных образцах осадочных отложений, исследование их состава и структуры требуют применения новых современных приемов математической обработки сложных рентгеновских дифракционных профилей. Авторский метод моделирования экспериментальных XRD профилей высокодисперсных слоистых силикатов основан на вычислении интерференционной функции от одномерно-неупорядоченных кристаллов конечной толщины. При построении модельных XRD профилей слоистых силикатов со слоями одного типа задаются две группы параметров. Первая определяет химический состав минерала, вторая – толщину дифрагирующих доменов и их распределение. Для описания смешанослойных минералов используется статистическая модель Маркова и к двум первым группам параметров добавляется третья – вероятностные параметры. Для выявления перспективных начальных приближений используются скользящие окна корреляции разного диаметра. Оценка степени близости экспериментального и теоретического профилей проводится по среднеквадратичным отклонениям профилей и их локальных кривизн.

Для оптимизации параметров применяются эффективные алгоритмы нелинейного программирования. При интегрировании рассчитанных профилей в многокомпонентную модель используется итерационная процедура суммирования вкладов отдельных компонент. Каждый шаг итерации предусматривает оптимизацию параметров каждой компоненты и выбор оптимального вклада в полный профиль.

Работа выполняется при поддержке РФФИ (грант № 08-05-64680-а).

МОДЕЛИРОВАНИЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ДИФРАКЦИОННЫХ КАРТИН ДЛЯ 1D РАЗУПОРЯДОЧЕННЫХ СТРУКТУР КАК МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОРАЗМЕРНЫХ И НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Черепанова С.В., Цыбуля С.В.*

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
Новосибирск, пр. Лаврентьева 5, svch@catalysis.ru*

**Новосибирский государственный университет, Новосибирск*

Наноструктурированные материалы представляют собой системы, в которых «строительными единицами» являются кристаллические блоки, размер которых хотя бы в одном направлении лежит в нанометровом диапазоне. Во многих случаях стыковка блоков осуществляется когерентным образом, что может приводить к появлению на рентгенограммах нехарактерных для трехмерно упорядоченных структур пиков, обусловленных диффузным рассеянием. В то же время, некоторые брэгговские пики могут быть смещены из своего положения, расщеплены на компоненты, уширены вплоть до полного исчезновения и слияния с фоном. Описанные выше дифракционные эффекты могут вызывать сложности в интерпретации данных, как на этапе фазового анализа, так и тем более на этапе структурного анализа. С другой стороны, учет диффузного рассеяния и изменений в брэгговских отражениях может дать информацию о наноструктуре исследуемых объектов. Для наноразмерных материалов сложность в интерпретации рентгеновских данных возникает вследствие сильного уширения и перекрывания пиков. Одним из подходов является расчет дифракционных картин для наноразмерных и наноструктурированных материалов [1] исходя из статистической модели 1D разупорядоченного кристалла конечных размеров [2] с последующим сравнением модельных кривых с экспериментальными. Это позволяет определять тип и концентрацию плоских дефектов (дефектов упаковки, антифазных границ), тип стыковки и толщину пластинчатых доменов, исследовать особенности дифракции для наноразмерных материалов.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №08-03-00964а и проекта №17 Программы фундаментальных исследований Президиума РАН №27.

1. S.V. Cherepanova, S.V. Tsybulya, Materials Science Forum 443(2004) 87.
2. V.A. Drits, C. Tchoubar, X-ray Diffraction by Disordered Lamellar Structures, Springer Verlag, 1990.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ КОМПЛЕКСОМ СТРУКТУРНЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ

Пахарукова В.П.*, Мороз Э.М.*, Зайковский В.И.*, Тузиков Ф.В.*, Космамбетова Г.Р.**

**Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090 Новосибирск, пр. Лаврентьева, 5,*

***Институт физической химии им. Л.В. Писаржевского НАН,
03039, Киев, пр. Науки, 31, e-mail: verapakh@catalysis.ru*

Изучению материалов на основе ZrO_2 уделяется большое внимание, благодаря многообразию его модификаций, химической и физической стабильности и ионной проводимости. Эти свойства обуславливают их широкое применение в качестве носителей в составе катализаторов для окислительно-восстановительных процессов.

В работе исследовано формирование структуры стабилизированного иттрием диоксида циркония (3,4 мол.% $Y_2O_3-ZrO_2$), полученного соосаждением гидроксидов с последующей сушкой в СВЧ-печи и прокаливанием в диапазоне температур 300-1000°C. Образцы охарактеризованы комплексом структурных методов исследования: методом радиального распределения электронной плотности, рентгенофазовым анализом, просвечивающей электронной микроскопией высокого разрешения, методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей. Широкий спектр методов позволил выявить особенности формирования структуры на всех уровнях: на атомном, когда выявляются особенности ближнего порядка атомов; на уровне кристаллитов и на уровне устройства вторичных частиц, когда могут проявляться межзеренные границы и наноструктурирование.

Показано, что при таком способе синтеза формируются стабильные до 300°C дефектные наноразмерные частицы с рентгеноаморфной структурой, ближний порядок которой аналогичен кубической фазе ZrO_2 . При повышении температуры прокаливания до 400°C формируется метастабильная дефектная кубическая фаза флюоритной структуры, имеющая тетрагональное искажение только кислородной подрешетки. При температуре выше 500°C происходит тетрагональное искажение катионной подрешетки. Показано, что спекание частиц дефектной структуры приводит к образованию агломерированных, блочных образований с большим количеством межзеренных границ. Наноструктурированное состояние материала обеспечивает его высокую каталитическую активность в модельной реакции окисления CO.

Термостабильность модифицированных оксидов выше, чем у образцов ZrO_2 без катионного модифицирования.

Работа поддержана грантом РФФИ № 09-03-90424-Укр_ф_а.

СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ ПСЕВДОБЕМИТОВ И ОКСИДОВ АЛЮМИНИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ НА ИХ ОСНОВЕ

Зюзин Д.А., Шефер К.И., Мороз Э.М.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, 630090 Новосибирск,
пр. Лаврентьева, 5, e-mail: zyuzin@catalysis.ru*

Гидроксиды и низкотемпературные оксиды алюминия являются важными технологическими материалами. Их широкое использование обусловлено структурными особенностями многочисленных метастабильных форм оксида алюминия, которые определяют свойства этих модификаций. Оксиды алюминия, среди которых наиболее применяемым является γ -Al₂O₃, получают термическим разложением гидроксидов. На процесс формирования структуры и свойств оксидов оказывает влияние большое число факторов, в частности, в значительной степени они зависят от структуры исходных гидроксидов.

Объектами исследования в работе являлись образцы гидроксидов (псевдобемитов), различающиеся способами получения и физико-химическими характеристиками, и образцы γ -Al₂O₃, полученные их прокалкой в одинаковых условиях. Локальная структура псевдобемитов и оксидов алюминия исследовалась рентгенографическим методом радиального распределения электронной плотности (РРЭП). Для уточнения локальной структуры использовался сравнительный метод с применением модельных кривых РРЭП.

Для образцов псевдобемитов AlOОН·nH₂O, имеющих слоистую структуру, показано, что в зависимости от способа приготовления они различаются средними размерами кристаллитов, площадью удельной поверхности и количеством молекул воды. Их локальная структура характеризуется различным количеством расстояний между атомами, находящимися в разных слоях. Моделирование показало, что для наиболее разупорядоченного псевдобемита его локальная структура хорошо совпадает со структурой отдельного слоя.

Показано, что для оксидов γ -Al₂O₃, полученных из псевдобемитов с размерами частиц менее 40 Å, характерно преобладание вакансий в октаэдрических позициях катионной подрешетки их шпинельной структуры; в образцах, полученных из гидроксидов с размерами частиц 50-100 Å, в большей степени вакантны тетраэдрические позиции. Во всех исследованных образцах γ -Al₂O₃, помимо основных позиций катионов, характерных для структуры шпинели, частично заняты нешпинельные октаэдрические и тетраэдрические позиции плотной упаковки ионов кислорода.

О ДИАГНОСТИКЕ ПОЛИМОРФНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТАХ МЕТОДОМ РФА НА ПРИМЕРЕ ХЛОРПРОПАМИДА

Дребущак Т.Н.***

**Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН,
Новосибирск, ул. Кутателадзе, 18, tanya@xray.nsu.ru*

***Новосибирский государственный университет, НОЦ МДЭБТ*

При поиске новых лекарственных форм с нужными свойствами, при разработке новых технологий изготовления лекарственных препаратов важная роль отводится структурным исследованиям. Явление полиморфизма достаточно широко распространено среди молекулярных кристаллов, к которым относятся многие лекарственные препараты. Интерес к исследованию полиморфизма лекарственных препаратов связан, в частности, с тем, что при изготовлении лекарственных форм, при длительном хранении в различных температурных режимах возможны полиморфные переходы, которые могут повлиять на качество продукта и на конечные свойства лекарственного препарата. К основным методам изучения полиморфизма относятся рентгеновские методы, как порошковые, так и монокристалльные.

Как правило, порошковые дифрактограммы разных полиморфных модификаций существенно различаются и для идентификации полиморфной модификации или для определения состава смеси полиморфных форм достаточно провести РФА по порошку. Но есть и некоторые исключения. Интересным примером с этой точки зрения являются полиморфные переходы в хлорпропамиде, антидиабетическом лекарственном препарате. Показано, что по порошковой дифрактограмме достаточно трудно диагностировать, в какую именно форму переходит высокотемпературная модификация хлорпропамида при охлаждении. Этот вопрос был решен однозначно только при использовании монокристалльного рентгеновского эксперимента, который показал, что ниже комнатной температуры переход идет в новую модификацию. Сопоставлены экспериментальные данные, полученные на разных порошковых и монокристалльных дифрактометрах с использованием охлаждающих приставок. Проанализированы структурные особенности полиморфных превращений высокотемпературной формы хлорпропамида.

Работа поддержана грантом CRDF по программе BRHE (RUX0-008NO-06), интеграционным проектом № 109 СО РАН.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРИСТАЛЛИЧНОСТИ ЦЕОЛИТОВ В ОКСИДНЫХ НАНОКОМПОЗИТАХ МЕТОДАМИ АДсорбЦИИ И РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

**Дроздов В.А., Леонтьева Н.Н., Гуляева Т.Т., Савельева Г.Г.,
Белая Л.А.*, Доронин В.П.***

*Омский научный центр СО РАН, ОмЦКП СО РАН,
Омск, 644040, Нефтезаводская, 54*

**Институт проблем переработки углеводородов СО РАН, Омск
drozdov@ihcp1.oscsbras.ru*

В работе представлен методический подход к определению относительной кристалличности цеолитов разного типа в наноконпозитах на основе оксидов алюминия, кремния, аморфных и слоистых алюмосиликатов, как эффективных катализаторов крекинга, методами адсорбции (МА) и рентгеноструктурного анализа (РСА). Метод РСА был выбран как базовый. Методика РСА включала следующие этапы: выбор условий предобработки цеолитов и цеолитсодержащих образцов, подбор условий съемки дифрактограмм, обработку полученных данных. Регистрация дифрактограмм проводилась в интервале углов 2θ $5\div 60^\circ$ с шагом $\sim 0,02^\circ$ и временем интегрирования сигнала 20 сек. Определение степени кристалличности цеолитов заключалось в расчете площадей дифракционных пиков в области углов 2θ : $22,5\div 25^\circ$.

По методу адсорбции основным критерием относительной кристалличности цеолита являлся рассчитанный из изотерм адсорбции стандартных газов (N_2 при 77 К и CO_2 при 273 К) удельный объем микропор, отражающий наличие только кристаллического цеолита в исследуемых системах. Поэтому был важен выбор методик его расчета (сравнительный метод, метод ТОЗМ и др.), учет возможного влияния пористости матрицы и эффекта блокировки внутрикристаллического пространства цеолита.

Совокупность результатов определения относительной кристалличности цеолитов различных типов (Y , β , L , ZSM-5) в исследуемых оксидных наноконпозитах показало удовлетворительное согласование между методами РСА и адсорбции. Применение адсорбционного метода является эффективным при изучении подобных систем, так как из анализа одной изотермы адсорбции можно получить полную информацию о величинах удельной поверхности и пористости композита, а также провести оценку структурного параметра цеолитсодержащей фазы – степени кристалличности. Важно подчеркнуть, что при этом необходимо использовать в качестве образцов сравнения хорошо охарактеризованные методом РСА образцы близкого химического и фазового состава или соответствующие стандарты.

АТОМНАЯ СТРУКТУРА ИНТЕРКАЛЯЦИОННЫХ СОЕДИНЕНИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ МОНОСЛОЕВОГО ДИСПЕРГИРОВАНИЯ MoS₂, ПО ДАННЫМ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Зайковский В.И.*, Голубь А.С.**, Лененко Н.Д.**, Новиков Ю.Н.**

**Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
г. Новосибирск, пр. Лаурентьева, 5, viz@catalysis.ru,*

***Институт элементоорганических соединений имени А.Н. Несмеянова,
г. Москва, ул. Вавилова, д. 28, golub@ineos.ac.ru*

Явление монослоевого диспергирования слоистых дихалькогенидов металлов было открыто в середине 80-х и в дальнейшем стало широко использоваться для получения новых интеркаляционных соединений методом их сборки в жидкофазной среде из монослоев дихалькогенида и растворимого реагента («гостя»). Таким методом были получены слоистые соединения, содержащие в качестве «гостя» органические соединения и комплексы металлов.

Монослоевая дисперсия образуется в результате внедрения Li в межслоевое пространство MoS₂ и гидратации образовавшегося (Li⁺)(MoS₂)⁻. Проведенные исследования показали, что перенос заряда на слои исходного 2H-MoS₂ приводит к изменению окружения молибдена серой от тригонально-призматического на октаэдрическое и к возникновению в слоях S-Mo-S сверхструктурных упорядочений атомов молибдена с образованием ромбовидно-цепных структур. Эти структурные отличия от дисульфида молибдена 2H-MoS₂ (d₀₀₂=0.615 нм) дают свои проявления на снимках электронной микроскопии и микродифракции.

Регулярная структура интеркаляционных соединений на основе MoS₂ зависит от размещения молекул «гостя» между монослоями S-Mo-S. При этом для некоторых соединений расстояния (d) между слоями достигают нескольких нанометров. Диффузное уширение рефлексов {hk0} связано с невысокой общей упорядоченностью этих материалов. С другой стороны, экстрарефлексы {½00} согласуются со сверхструктурными упорядочениями из-за возникновения ромбовидных цепей атомов Mo и понижения симметрии базового гексагонального слоя. Симметричность экстрарефлексов на картинах дифракции объясняется двойникованием однотипных структур.

Сопоставление изображений [110] проекций частиц полученных соединений и исходного 2H-MoS₂ с рассчитанными для оптимизированной модели искажений заряженного слоя S-Mo-S показало, что в интеркаляционных слоистых соединениях реализуется октаэдрический тип координации молибдена с серой.

Авторы благодарят за финансовую поддержку работы РФФИ (проект 08-03-00349).

УД-3-10

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА МАЛОУГЛОВОГО РЕНТГЕНОВСКОГО РАССЕЙВАНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ НИКЕЛЬСОДЕРЖАЩИХ НАНОКОМПОЗИТОВ

Тузиков Ф.В.¹, Исупов В.П.²

¹Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, 630090, Новосибирск, просп. Лаврентьева, 5. E-mail: tuzikov@catalysis.ru

²Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, 630128, Новосибирск, ул. Кутателадзе, 18. E-mail: isupov@solid.nsc.ru

Наноконпозиты, состоящие из высокодисперсных частиц оксидов металлов с распределенными в их объеме наночастицами переходных металлов с размерами от 2 до 50 нм, представляют интерес в качестве компонентов радиопоглощающих систем и магнитных носителей лекарственных препаратов. Свойства таких материалов существенным образом зависят от размеров и формы металлических наночастиц. Поэтому разработка методов, позволяющих получать такую информацию, представляет несомненный интерес. В работе рассмотрена возможность применения метода малоуглового рентгеновского рассеивания для изучения структуры и дисперсного состава наночастиц никеля, полученных при термическом разложении слоистого двойного гидроксида $[\text{LiAl}_2(\text{OH})_6]_2[\text{Niedta}] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Измерения рентгенограмм МУРР от анализируемых образцов проводились на малоугловом рентгеновском дифрактометре совместного производства фирм Siemens, Anton Paar и Hecus-Braun с малоугловой камерой Кратки с возможностью термостабилизации образцов от 0 до 70 °С с точностью до $\pm 0,1^\circ\text{C}$. Использовалась рентгеновская трубка с медным анодом ($\lambda_{\text{CuK}\alpha} = 1.54 \text{ \AA}$). Из полученных экспериментальных данных МУРР после процедур аппаратной коррекции были вычислены значения функций распределений наночастиц по размерам ($D_v(R)$ и $P(r)$) в образцах, а также усредненные значения некоторых интегральных структурных и дисперсных характеристик распределений наночастиц.

Проведено сравнение исследованных в работе характеристик никельсодержащих наноконпозитов с данными по о дисперсности наночастиц никеля, полученными при использовании высокоразрешающей электронной микроскопии.

Работа выполнена при финансовой поддержке Президиума СО РАН, Интеграционный проект СО РАН № 118.

ДИФРАКЦИОННЫЕ IN SITU ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ АКТИВАЦИИ ОКСИДНЫХ АЛЮМОКОБАЛЬТОВЫХ И АЛЮМОМАРГАНЦЕВЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ

Булавчено О.А.***, Черепанова С.В.***, Цыбуля С.В.***

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
Новосибирск, 630090, Лаврентьева 5, isizy@catalysis.ru
**Новосибирский государственный университет, Новосибирск

Рентгенографические исследования *in situ* позволяют проследить за процессами формирования фазового состава катализаторов (с учетом промежуточных и обратимых состояний) в условиях их приготовления, предварительной активации и в ходе каталитической реакции и детально характеризовать структурные изменения на атомной уровне. Данная работа посвящена исследованию процесса активации водородом (восстановление) нанесенных $\text{Co}_3\text{O}_4/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и модельных Co_3O_4 катализаторов синтеза Фишера-Тропша и «термоактивации» алюмомарганцевым катализаторов глубокого окисления.

Начальная стадия восстановления кобальтовых заключается в образовании кластеров CoO в структуре Co_3O_4 при температурах 190 °С. Далее для нанесенных образцов процесс восстановления происходит в два шага: кристаллическая фаза Co_3O_4 переходит в фазу CoO , а затем восстанавливается до металлического Co (г.ц.к.). Для модельных образцов Co_3O_4 происходит полное восстановление до металлического Co (г.ц.к.) в одну стадию.

Синтезирована активная фаза алюмомарганцевого катализатора – кубическая шпинель $\text{Mn}_{1.5}\text{Al}_{1.5}\text{O}_4$. Методом высокотемпературной рентгенографии исследовано поведение $\text{Mn}_{1.5}\text{Al}_{1.5}\text{O}_4$ при нагреве и охлаждении на воздухе. В области температур 600-700 °С исходная шпинель расслаивается с образованием кубической шпинели $\text{Mn}_{0.4}\text{Al}_{2.4}\text{O}_4$ и фазы на основе $\beta\text{-Mn}_3\text{O}_4$. Выше 900 °С образец вновь превращается в однофазную кубическую шпинель. Показана роль окислительных процессов при распаде $\text{Mn}_{1.5}\text{Al}_{1.5}\text{O}_4$, связанных с присоединением кислорода и частичным окислением Mn^{2+} до Mn^{3+} . Предложена схема структурных превращений алюмомарганцевой шпинели при нагреве от комнатной температуры и при охлаждении от 950 °С.

Работа выполнена при поддержке гранта № 2.1.1/729 программы «Развитие научного потенциала высшей школы» Министерства образования и науки РФ и Междисциплинарного проекта СО РАН и УрО РАН № 36.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ КИСЛОРОДПРОНИЦАЕМЫХ МЕМБРАН

Иванов М.Г.¹, Шмаков А.Н.^{1,2}, Подъячева О.Ю.¹

¹Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
Новосибирск 630090, пр. Ак. Лаврентьева, 5, mr.ivanov@ngs.ru

²Новосибирский государственный университет,
Новосибирск 630090, ул. Пирогова, 2

Благодаря широкому энергетическому спектру, узкой направленности и высокой степени поляризации, синхротронное излучение (СИ) прекрасно дополняет рентгенографию с использованием традиционных источников в структурных исследованиях. В данной работе исследовались вопросы фазовой стабильности оксидов со структурой перовскита (допированные Fe и Nb кобальтиты стронция), которые являются перспективными материалами для кислородпроницаемых мембран.

Рентгеновская дифракция на Bruker D8 Advance показала уширение дифракционных пиков в интервале температур прогрева 400-800°C в вакууме. Однако дифракция высокого разрешения с использованием СИ продемонстрировала, что в действительности присутствует расслоение образца на две фазы с различным содержанием кислорода, таким образом формируя подвижный кислород. Считается, что кислородный транспорт в оксидах со структурой перовскита осуществляется по прыжковому механизму между вакансиями. Но при температуре 400°C в рассматриваемых оксидах наблюдается выход кислорода из структуры, следовательно, эффект кислородной проводимости сопровождается наблюдаемым расслоением. Таким образом, изучение такого явления поможет лучшему пониманию природы ионной проводимости в подобных соединениях.

Увеличение кислородного потока через мембрану может быть достигнуто посредством нанесения слоя перовскита на пористый носитель. Благодаря узкой коллимации пучка СИ, была использована геометрия скользящего падения, помимо геометрии Брэгга-Брентано, для исследования нанесенных мембран на гексаалюминат лантана. Было показано, что в процессе синтеза нанесенного слоя на носитель на границе раздела произошло образование фаз взаимодействия. Таким образом, СИ может быть использовано для исследования распределения фаз по толщине мембраны.

Работа выполнена при финансовой поддержке Междисциплинарного Интеграционного проекта СО РАН № 82.

**СЕКЦИЯ 4. Методы определения электронных
характеристик вещества**

КЛЮЧЕВОЙ И УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

КОЛЕБАТЕЛЬНАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ В ИССЛЕДОВАНИИ СУПРАМОЛЕКУЛЯРНЫХ СИСТЕМ

Коваленко В.И.

*Институт органической и физической химии им. А.Е. Арбузова
Казанского научного центра РАН
ул. Академика Арбузова, 8, Казань 420088, koval@iopc.knc.ru*

В последние десятилетия в ИОФХ им. А.Е. Арбузова активно проводятся исследования молекулярных и супрамолекулярных систем, таких как фуллерены и их производные, каликсарены, дендримеры, а также наноструктурированных систем – лиотропные жидкие кристаллы, ионные жидкости.

Методы колебательной спектроскопии представлены современной аппаратурой – это ИК и КР фурье-спектрометрия, ИК фурье-микроскопия и пр. Исследования проводятся при поддержке других методов исследования, включая комплекс структурных методов – ЯМР, РСА, ТГА-ДСК, поляризационная микроскопия и др.

Исследования десяти поколений фосфорорганических и ряда поколений карбосилановых дендримеров показали особенности, определяющие форму этих наномолекул, их способность принимать и удерживать в себе агрегаты молекул полезных веществ. Показана характерная для дендримеров, имеющих анизометричную форму молекул, способность образования под давлением упорядочения, сходного с жидкокристаллическим порядком.

Изучение водородной связи в каликсаренах показало как формируется молекулярная полость или образуются димерные капсулы, при этом выявлено влияние изменений структуры молекул на возможность образования молекулярных полостей.

Динамика фазовых превращений новых веществ, способных к образованию мицеллярных форм и лиотропных жидкокристаллических фаз, исследована методом ИК фурье-микроскопии, при этом продемонстрирована возможность экспрессного анализа фазовых превращений лиотропных жидкокристаллических фаз.

Анализ колебательных спектров ионных жидкостей вместе с квантовохимическим моделированием строения и спектров ионных кластеров разного размера позволило установить структурную организацию противоионов, характер их взаимодействия, а также связать квазиупругие характеристики ионных жидкостей с их температурами плавления и теплоемкостями.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВОССТАНОВЛЕНИЯ $\text{H}_2\text{Pt}(\text{OH})_6$ И K_2PtCl_6 ПОД ДЕЙСТВИЕМ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ МЕТОДОМ РФЭС**Калинкин А.В.¹, Смирнов М.Ю.¹, Низовский А.И.¹, Бухтияров В.И.^{1,2}**¹*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск 630090, пр. Академика Лаврентьева, 5; e-mail: avkalinkin@mail.ru*²*Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск*

Соединения Pt(IV) часто используются в качестве предшественников при приготовлении нанесённых металлических катализаторов на основе платины. Для определения состояния платины в таких образцах обычно используют метод рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС). Однако, некоторые соединения благородных металлов обладают способностью восстанавливаться в вакууме под действием рентгеновского излучения, что может приводить к некорректным выводам. В данной работе проведено детальное исследование воздействия рентгеновского излучения Mg K_α на состояние платины в образцах порошков $\text{H}_2\text{Pt}(\text{OH})_6$ и K_2PtCl_6 в процессе записи фотоэлектронных спектров. Все эксперименты проводились с использованием рентгеновского фотоэлектронного спектрометра SPECS при давлении остаточных газов не выше 5×10^{-7} Па и мощности на Mg аноде 200 Вт. Как оказалось, платина в обоих соединениях эффективно восстанавливается под действием рентгеновского излучения, о чём свидетельствует появление дополнительных пиков в районе Pt 4f. Для K_2PtCl_6 на всех этапах восстановления наблюдалось образование единственного состояния Pt(II). В случае $\text{H}_2\text{Pt}(\text{OH})_6$ на начальной стадии образуется состояние Pt(II), при глубоких степенях восстановления в спектре доминирует Pt(III). В работе на основе полученных экспериментальных данных обсуждаются возможные механизмы восстановления исследованных соединений платины под действием рентгеновского излучения. Результаты работы будут использованы при интерпретации данных метода РФЭС при исследовании нанесённых металлических катализаторов, содержащих платину.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант № 07-03-00266.

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМОХРОМНЫХ КОМПЛЕКСОВ ЖЕЛЕЗА(II) С 1,2,4-ТРИАЗОЛАМИ И БИС(ПИРАЗОЛ-1-ИЛ)МЕТАНОМ, ОБЛАДАЮЩИХ СПИНОВЫМ ПЕРЕХОДОМ

Лавренова Л.Г.

*Учреждение Российской академии наук
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
Новосибирск, Россия. E-mail: ludm@che.nsk.su
Новосибирский государственный университет, Новосибирск*

В координационных соединениях металлов первого переходного ряда с электронной конфигурацией $3d^4-3d^7$ в октаэдрическом окружении азотсодержащих лигандов при определенных условиях может наблюдаться спиновый переход (спин-кроссовер) из низкоспинового состояния (НС) в высокоспиновое состояние (ВС). Изменение спиновой мультиплетности происходит под влиянием температуры, давления или света определенной длины волны. Среди соединений, обладающих свойством «бистабильности», весьма перспективны комплексы железа(II) с полиазотсодержащими гетероциклическими лигандами, в частности, с производными 1,2,4-триазола и пиразола. В данных соединениях спин-кроссовер сопровождается термохромизмом (изменение цвета розовый \leftrightarrow белый при нагревании и охлаждении), что имеет самостоятельный научный и практический интерес.

В ИНХ СО РАН синтезирована и исследована представительная серия комплексов железа(II) с 1,2,4-триазолом (Htrz), его 4-замещенными производными (Rtrz) и трис(пиразол-1-ил)метаном (tpzm), обладающих спиновым переходом $^1A_1 \leftrightarrow ^5T_2$. Комплексы с 1,2,4-триазолом имеют трех- или полиядерное строение, координационный полиэдр – слабо искаженный октаэдр, узел FeN_6 . Состав трехъядерных соединений с 1,2,4-триазиолами можно представить общей формулой $[Fe_3(Rtrz)_n(H_2O)_m]A_6$; где А-однозарядный анион; $n=6$ или 8 , $m=6$ или 4 соответственно, полиядерных – $Fe(Rtrz)_3A_n \cdot mH_2O$, где А – анион, $n=1, 2$; $m=0-2$. С tpzm синтезированы моноядерные комплексы состава $[Fe(tpzm)_2]A_n \cdot mH_2O$, где $A=Cl^-, Br^-, I^-, SO_4^{2-}, SiF_6^{2-}$; $n=1,2$; $m=0,2,7$. В большинстве соединений железа(II) с 1,2,4-триазиолами наблюдается резкий спиновый переход $^1A_1 \leftrightarrow ^5T_2$. В докладе будут рассмотрены подходы к исследованию соединений методами статической магнитной восприимчивости, РФА, РСА, электронной, ИК-, мессбауэровской и EXAFS-спектроскопии, способы оценки соотношения низкоспиновой и высокоспиновой форм комплексов.

ИЗУЧЕНИЕ ЭЛЕКТРОННОГО СТРОЕНИЯ НЕУПОРЯДОЧЕННЫХ МАГНИТНЫХ ПОЛУПРОВОДНИКОВ $\text{CuCr}_{1-x}\text{V}_x\text{S}_2$ ($x=0-0.4$) МЕТОДАМИ РФЭС, РЭС И XANES СПЕКТРОСКОПИИ

Мазалов Л.Н.¹, Крючкова Н.А.¹, Диков Ю.П.², Соколов В.В.¹, Филатова И.Ю.¹,
Коротаев Е.В.¹, Федоренко А.Д.¹

¹ИНХ СО РАН, пр. Акад. Лаврентьева, 3, Новосибирск, 630090, knatali@ngs.ru

²ИГЕМ РАН, Москва

Дихалькогениды хрома $\text{CuCr}_{1-x}\text{V}_x\text{S}_2$ ($x=0-0.4$) имеют слоистую структуру и являются смешанными ионно-электронными проводниками. При увеличении степени замещения в $\text{CuV}_x\text{Cr}_{1-x}\text{S}_2$ реализуются концентрационные электронные и магнитные переходы. При этом предполагается, что механизм электронного перехода связан с изменением валентности $3d$ -ионов меди и хрома с сосуществованием двух электронных фаз с разными магнитными моментами $\text{Cu}^{1+}\text{Cr}^{3+}\text{S}_2^{2-}$ ($S=3/2$) и $\text{Cu}^{2+}\text{Cr}^{2+}\text{S}_2^{2-}$ ($S=5/2$). В этой связи, в рентгеноэлектронных спектрах атомов Cu и Cr изучаемых соединений можно ожидать наличие компонент, обусловленных присутствием двух зарядовых состояний меди (Cu^{1+} , Cu^{2+}) и хрома (Cr^{3+} , Cr^{2+}). Измерения величин рентгеноэлектронных химических сдвигов в ряду катион-замещенных дисульфидов $\text{CuCr}_{1-x}\text{V}_x\text{S}_2$ ($x=0-0.4$) показывают, что в области $x=0.1$ атомы меди находятся в степени окисления, близком к Cu^{+1} (I). В этой же области ($x \sim 0.15$) наблюдается положительный химический сдвиг $2p_{3/2, 1/2}$ – уровня серы (~ 1.0 эВ), что свидетельствует об уменьшении электронной плотности на атомах серы. В области концентраций ванадия $x > 0.15$ интегральная электронная плотность на атомах Cu уменьшается по мере введения катионов ванадия (растет степень окисления меди), и атомы меди находятся в состоянии, близком к Cu^{+2} (II).

Наряду с изучением рентгеноэлектронных спектров было проведено комплексное рентгеноспектральное изучение дисульфидов $\text{CuCr}_{1-x}\text{V}_x\text{S}_2$ ($x=0-0.4$). Были получены рентгеновские эмиссионные $K\alpha$ -спектры серы, хрома, ванадия, позволяющие судить об изменении зарядового состояния атомов, входящих в состав изучаемых дисульфидов. Изучены рентгеновские $K\beta$ -, $K\beta_5$ - и $L\alpha$ -спектры, несущие информацию о занятых валентных электронных состояниях интеркалированных дисульфидов. Получены K -спектры поглощения атомов переходных металлов (Cu, Cr, V), показывающие характер распределения свободных электронных состояний в этих соединениях.

О ПРИРОДЕ ЭПР СПЕКТРА В УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ АЛМАЗАХ

**Надолинный В.А.¹, Голушко В.В.¹, Пальянов Ю.Н.², Шацкий В.С.²,
Кузнецов В.Л.³, Юрьева О.П.¹, Володин А.М.³**

¹*Институт неорганической химии СО РАН, Новосибирск*

²*Институт геологии, геофизики и минералогии СО РАН, Новосибирск*

³*Институт катализа СО РАН, Новосибирск*

spectr@che.nsk.su

Ультрадисперсный алмаз, получаемый импульсным созданием Р,Т- условий для перехода углерода в алмазную структуру, имеет размеры уровня нанометров из-за короткого времени алмазообразования. Поскольку источником углерода являлась взрывчатка, подрыв которой и создавал Р,Т – условия в замкнутом объеме, то кристаллизация алмаза происходила при понижении температуры от ~ 3000 °С. В таких условиях должны наблюдаться отличное от объемных кристаллов распределение примесей. Из литературных данных известно, что никому не удалось зафиксировать спектр ЭПР донорного азота в УДА несмотря на то, что среда, в которой проходила кристаллизация алмаза, содержала азот сравнимый по содержанию с углеродом. Проведенные нами ранее исследования по влиянию концентрации примесного азота в алмазе на спектры ЭПР показали, что уже при 1600 ppm разрешенная СТС от атома азота преобразуется в одиночную линию, которая сужается по мере увеличения концентрации примесного азота за счет обменного взаимодействия. Эти данные послужили отправной точкой для исследования спектра ЭПР в УДА. Разложение одиночной линии в спектре ЭПР УДА показало, что наблюдаемая линия является суперпозицией трех одиночных линий с шириной линий 8.5, 15.3 и 3.3 Гс с g-факторами 2.008, 2.0085 и 2.008 соответственно. При вычитании двух компонент спектра, наряду с узкой линией с шириной линии 3.3 Гс, наблюдается спектр ЭПР от разрешенной СТС донорного азота в алмазе. Оценки локальной концентрации донорного азота с разрешенной СТС дают величину 500 ppm. В результате поэтапного отжига УДА в вакууме показано неравномерное распределение парамагнитных центров, определяющих каждую из линий спектра ЭПР, по образцу. Отжиг УДА при высоком давлении в поле стабильности алмазной фазы, позволил без дополнительного разложения спектра визуализировать разрешенный спектр ЭПР донорного азота в алмазе. Предполагается, что остальные компоненты спектра обусловлены областями с более высокой концентрацией азота и других дефектов.

УД-4-5

СИНТЕЗ, СТРУКТУРА И СВОЙСТВА КРИСТАЛЛОВ $\text{Li}_2\text{Zn}_2(\text{MoO}_4)_2$

Надолинный В.А.¹, Павлюк А.А.¹, Солодовников С.Ф.¹, Солодовникова З.А.¹,
Золотова Е.С.¹, Небогатикова Н.А.¹, Плюснин В.Ф.²

¹ИНХ СО РАН, ²ИХКуГ СО РАН, Новосибирск
spectr@che.nsk.su

Методом Чохральского в условиях низких градиентов температуры выращены крупные (до 100 мм) оптически однородные кристаллы $\text{Li}_2\text{Zn}_2(\text{MoO}_4)_2$. На основании рентгеноструктурных исследований получены следующие данные. Состав: $\text{Li}_{2-2x}\text{Zn}_{2+x}(\text{MoO}_4)_3$ ($0 \leq x \leq 0.28$) при 600 °С. Точка плавления: 885 °С (инконгруэнтное). Сингония: ромбическая. Структурная формула – $\text{Li}_{2-x}\text{Zn}_{2+x}(\text{MoO}_4)_3$. Пространственная группа – *Pnma*, параметры решетки: $a = 5.1100(2)$, $b = 10.5070(6)$, $c = 17.6474(10)$ Å, $Z = 4$, $R = 0.0227$. Проведенные исследования спектров поглощения беспримесных кристаллов $\text{Li}_2\text{Zn}_2(\text{MoO}_4)_3$ показали, что кристаллы прозрачны в диапазоне до 300 нм. Проведенные исследования люминесценции показали, что при возбуждении зона-зона (300 нм) при комнатной температуре наблюдается люминесценция с $\lambda_{\text{мак}}=388$ нм. При температуре 77 К спектр люминесценции смещен в длинноволновую область с $\lambda_{\text{мак}}=540$ нм. При этом, спад люминесценции при комнатной температуре представляют собой двухэкспоненциальную зависимость с $\tau_1 = 2$ нсек и $\tau_2 = 6$ нсек. Наблюдаемая люминесценция при 77 К характеризуется временем жизни $\tau = 100$ нсек. Полученные данные по люминесценции кристаллов литий цинкового молибдата говорят о перспективности их использования в качестве сцинтилляторов высокоэнергетических частиц. Для определения электронного состояния и структурного положения ионов-активаторов хрома и меди проведены исследования методом ЭПР. Показано, что ионы меди замещают ионы цинка преимущественно в одном из трех возможных структурных положениях, имеют основное состояние $3d^9$ с электронным спином $S=1/2$ и спектры ЭПР описываются следующими параметрами спин-гамильтониана: $g_{\parallel} = 2.38$, $g_{\perp} = 2.06$, $A_{\parallel}=116$ Гс, $A_{\perp}=0$ Гс. При легировании кристаллов $\text{Li}_2\text{Zn}_2(\text{MoO}_4)_3$ ионами хрома в спектрах ЭПР наблюдается анизотропный спектр ЭПР с эффективными спином $S_{\text{эфф}}=1/2$ и g-факторами $g_{\parallel}=1.9646$ и $g_{\perp}=3.9394$. Наблюдаемые параметры соответствуют случаю сильного кристаллического поля для реального спинового состояния ионов хрома $S=3/2$ и $g_{\parallel}=1.9646$ и $g_{\perp}=1.9696$.

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ ЭПР НАНОСТРУКТУР Ge/Si С КВАНТОВЫМИ ТОЧКАМИ

Зиновьева А.Ф.¹, Двуреченский А.В.¹, Стёпина Н.П.¹, Дерябин А.С.¹,
Никифоров А.И.¹, Кулик Л.В.²

¹Институт физики полупроводников, Новосибирск, 630090, пр. Лаврентьева, 13

²Институт химической кинетики и горения

Новосибирск, 630090, ул. Институтская, 3, aigul@isp.nsc.ru

Исследование структур с квантовыми точками (КТ) является актуальной задачей как с точки зрения создания новых приборов, так и с фундаментальной точки зрения. В данной работе проведены ЭПР-измерения на двумерных (2D) массивах Ge/Si КТ, с плотностью $\sim 10^{11} \text{см}^{-2}$. Получен ЭПР-сигнал от электронов, локализованных на Ge/Si КТ. Были исследованы спиновые состояния электронов в структурах с КТ: 1) стек из 4-х слоёв Ge КТ в Si, 2) 2D структура $\text{Si}_{0.75}\text{Ge}_{0.25}/\text{Si}/\text{Si}_{0.75}\text{Ge}_{0.25}$ с КТ в Si проводящем канале. Данные структуры были созданы для усиления деформационных полей вблизи Ge КТ и увеличения глубины потенциальных ям для электронов. Исследования проводились на ЭПР-спектрометре в X-диапазоне ($\sim 9 \text{ГГц}$) при температурах 4.2–20 К. Сигнал от электронов, захваченных на КТ, был зафиксирован на обоих типах структур. На тестовых структурах с двумерными Ge/Si слоями без КТ подобный сигнал не обнаружен. Наблюдаемая ЭПР-линия неоднородно уширена, ширина линии $\Delta H = 0.8 \text{ Гс}$ для направления магнитного поля вдоль оси роста структуры $H \parallel Z$, что дает оценку снизу времени спин-спиновой релаксации $T_2 \sim 10^{-7} \text{с}$. g-тензор аксиально симметричен, с главными значениями $g_{zz} = 1.9995$, $g_{xx} = g_{yy} = 1.9984$. Значение g_{zz} в точности совпадает с g_{\parallel} для электронов проводимости в кремнии, а g_{xx} совпадает с g_{\perp} . Зафиксирована ярко выраженная анизотропия ширины ЭПР-линии для направления магнитного поля вдоль оси роста структуры $H \parallel Z$ и перпендикулярного ему $H \perp Z$, $\Delta H(H \perp Z) / \Delta H(H \parallel Z) \approx 4$. Данный эффект объясняется анизотропией процессов релаксации, связанной со спин-орбитальным взаимодействием, аналогичным взаимодействию Рашбы для асимметричных квантовых ям. Были также исследованы структуры с различной степенью локализации электронов на КТ. Установлена связь между ориентационной зависимостью ЭПР-линии и локализацией электрона. Данные исследования показали, что результаты ЭПР-измерений могут быть использованы для определения не только спиновых, но и транспортных характеристик электронов. Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект 08-02-00121-а).

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОННЫХ И СТРУКТУРНЫХ СВОЙСТВ НАНОРАЗМЕРНЫХ БИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ КАТАЛИЗАТОРОВ НА МЕЗОПОРИСТЫХ НОСИТЕЛЯХ МЕТОДАМИ РФЭС И ИКС

Исмагилов И.З.^{1,3}, Матус Е.В.¹, Якутова А.М.¹, Протасова Л.Н.^{1,2}, Rebrov E.V.²,
Керженцев М.А.¹, Исмагилов З.Р.¹, Schouten J.C.², Bernhardt P.³, Garin F.³

¹Институт катализа им Г.К. Борескова СО РАН,

пр. Лаврентьева, 5, Новосибирск, 630090, E-mail: zri@catalysis.ru

²Eindhoven University of Technology, Den Dolech 2, P.O. Box 513, 5600 MB,
Eindhoven, the Netherlands, E-mail: e.rebrov@tue.nl

³Université Louis Pasteur, 25 rue Becquerel, 67087 Strasbourg Cedex 2, France,
E-mail: garin@chimie.u-strasbg.fr

Биметаллические катализаторы, содержащие металлы платиновой группы, в настоящий момент широко применяются в процессах тонкого органического синтеза, например селективного гидрирования (СГ) α,β -ненасыщенных альдегидов в соответствующие спирты. Для оптимизации методов приготовления и более полного понимания механизмов действия этих катализаторов важна информация получаемая комплексом физико-химических методов. Данная работа является частью исследований наноразмерных Pt-Sn катализаторов нанесённых на мезопористый TiO_2 для реакций СГ проводимых в микроструктурированных реакторах [1]. Серия катализаторов Pt-Sn/ TiO_2 была синтезирована с использованием различных подходов и успешно охарактеризована рядом методов (ПЭМ с энерго-дисперсионным анализом, РФА, ААС, БЭТ), а их активность измеряли в реакции СГ цитраля (3,7-диметил-2,6-октадиеналь) [2]. Цель представленных здесь конкретных исследований методами РФЭС и ИКС с Фурье-преобразованием состоит в том, чтобы уточнить роль электронных и структурных свойств поверхности катализаторов в их активности и селективности. Данные РФЭС катализаторов количественно сравнивали с результатами ИКС, характеризующими ядерность Pt-Sn карбонильных комплексов в процессе формирования АК. Глубина анализа РФЭС составляла около 3 нм, что близко к средним размерам кластеров АК, и с использованием сигналов Pt4f, Sn3d, Ti2p, O1s, C1s, Cl2p мы отслеживали структуры этих кластеров в зависимости от условий их приготовления.

1. T.S. Glazneva, E.V. Rebrov, J.C. Schouten et al, Thin Solid Films 515 (2007) 6391-6394.
2. Z.R. Ismagilov, E.V. Matus, A.M. Yakutova et al, Catal. Today (2009) submitted.

ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ СТРУКТУРЫ МАТЕРИАЛОВ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ НА ОСНОВЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ И КЕРАМИК НИОБАТОВ-ТАНТАЛАТОВ ЩЕЛОЧНЫХ МЕТАЛЛОВ МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ КР

Сидоров Н.В., Чуфырев П.Г., Палатников М.Н., Калинин В.Т.

Учреждение Российской академии наук Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья (ИХТРЭМС) им. И. В. Тананаева Кольского научного центра РАН, Апатиты, Мурманской обл., Академгородок, д. 26а, 184209. E-mail: sidorov@chemy.kolasc.net.ru

По спектрам КР исследованы особенности строения, дефектности, дипольного упорядочения структурных единиц материалов квантовой, нелинейной и лазерной оптики на основе номинально чистых и легированных кристаллов ниобата лития (LiNbO_3) и керамических твердых растворов с общей формулой $\text{Li}_x\text{Na}_{1-x}\text{Ta}_y\text{Nb}_{1-y}\text{O}_3$. Исследовано упорядочение структурных единиц керамик при фазовых переходах и монокристаллов и ниобата лития разного состава (номинально чистых и легированных), выращенных разными способами. Проанализирован тензор КР в монокристаллах разного состава его взаимосвязь с фоторефрактивным эффектом. Показано, что методы выращивания монокристаллов ниобата лития заметно влияют на состояние его дефектности и фоторефрактивные свойства. Впервые обнаружено наличие аномальных процессов упорядочения структурных единиц катионной подрешетки, происходящих при ее разупорядочении в целом. Данные КР использованы для установления оптимальных технологических режимов выращивания монокристаллов высокого оптического качества с пониженным фоторефрактивным эффектом. Проанализированы основные параметры линий в спектрах КР номинально чистых и легированных монокристаллов ниобата лития и их связь с фоторефрактивной чувствительностью, с изменением показателя преломления, с изменением дипольного момента, со строением реального монокристалла. Показано, что по интенсивности линии, соответствующей валентным мостиковым колебаниям атомов кислорода в октаэдрах NbO_6 можно оценить спонтанную поляризацию и качество монокристаллов с кислородно-октаэдрической структурой как сегнетоэлектрических материалов.

Работа выполнена при поддержке «Фонда содействия отечественной науке» и грантами РФФИ 09-03-00141а, РФФИ 09-03-00189а, НШ 2762.2008.3.

АНАЛИЗ КООРДИНАЦИОННОГО СОСТОЯНИЯ АТОМОВ В ПОВЕРХНОСТНЫХ НАНОСТРУКТУРАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЭЛЕКТРОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ДИФFUЗНОГО ОТРАЖЕНИЯ

Соснов Е.А., Васильева К.Л., Малков А.А., Малыгин А.А.

Санкт-Петербургский государственный технологический институт (Технический университет), г. Санкт-Петербург, Московский пр., 26.

E-mail: sosnov@lti-gti.ru

Для понимания особенностей протекания адсорбционных и каталитических процессов необходима информация о строении и энергетическом состоянии атомов на поверхности адсорбентов и катализаторов. Одним из доступных методов, позволяющим определить энергетическую структуру верхних уровней и координацию атомов на поверхности твердого тела, является электронная спектроскопия диффузного отражения в ультрафиолетовой и видимой области (ЭСДО). Однако при наличии на поверхности нескольких одноптипных наноструктур с различным координационным полиэдром их достаточно сложно количественно охарактеризовать по стандартным методикам обработки спектров ЭСДО.

В данной работе представлен вариант математической обработки спектра ЭСДО, позволяющий выделить отдельные составляющие сложного спектра. Предложено край фундаментальной полосы поглощения рассматривать как вероятность нахождения электрона вблизи точки квантового перехода, описываемую распределением Ферми-Дирака.

На примере титаноксидных наноструктур, сформированных по методу молекулярного наслаивания на поверхности дисперсных носителей различного генезиса (аэросил, силикагели, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) и двухфазного пирогенного диоксида титана марки P25 (Degussa) продемонстрированы возможности метода по определению координационного состояния наноструктур с различным пространственным окружением атома титана на поверхности носителя. Результаты обработки экспериментальных спектров сопоставлены с другими методами представления спектров ЭСДО (определение положения края полосы поглощения по методу касательных, представление в координатах Гуревича-Кубелки-Мунка (F_R) , $(\alpha h\nu)^m \propto (h\nu - E_g)$, $(F_R h\nu)^m \propto (h\nu - E_g)$ и результатами аппаратного дифференцирования спектров. Показано, что предлагаемая методика обработки спектров ЭСДО позволяет осуществлять разделение сложных спектров, выделяя вклад поверхностных наноструктур с различным координационным окружением центрального атома.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке гранта РФФИ № 08-03-00803.

ИССЛЕДОВАНИЯ ЭЛЕКТРОННОГО СТРОЕНИЯ УГЛЕРОДНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОВСКОЙ И ФОТОЭЛЕКТРОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Окотруб А.В., Булушева Л.Г., Асанов И.П.

*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
Новосибирск, пр. Лаврентьева, 3, spectrum@che.nsk.su.*

На основе подхода, сочетающего методы рентгеновской спектроскопии и квантово-химического моделирования проведено исследование строения углеродных наноматериалов: фуллеренов, нанотрубок и наноалмазов. В работе представлены экспериментальные фотоэлектронные и рентгеновские спектры эмиссии и поглощения различных типов углеродных наноструктур, включая химически модифицированные и композитные материалы. Показаны особенности строения каркасного наноуглерода, обсуждаются проявления дефектов в рентгеновских эмиссии и поглощения спектрах. Проведено исследование электронного состояния атомов азота в углеродных нанотрубках. Рассмотрено влияние электронного состояния нанообъектов на их автоэмиссионные свойства.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МОДЕЛЬНЫХ СИСТЕМ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ НАНЕСЕННЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ КАТАЛИЗАТОРОВ МЕТОДОМ РФЭС

**Вовк Е.И., Смирнов М.Ю., Калинин А.В., Пашис А.В.,
Герасимов Е.Ю., Бухтияров В.И.**

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
Новосибирск, пр. академика Лаврентьева, 5, e-mail: ev@catalysis.nsk.su*

При исследовании реальных нанесенных металлических катализаторов физическими методами приходится сталкиваться со многими проблемами, такими как низкое содержание активного компонента, обеспечение равномерного нагрева образца и контроль температуры. Данные проблемы можно преодолеть, используя модельные системы, представляющие собой тонкую пленку носителя (Al_2O_3 , SiO_2 , Fe_2O_3 , CeO_2 , BaCO_3), выращенную на проводящей подложке, с нанесенными на пленку частицами металла (Au, Pt, Pd, Rh). Использование в качестве подложки тонкой углеродной пленки позволяет охарактеризовать модельные системы методом ПЭМ. В частности, было показано, что с помощью данной методики можно получать наночастицы металлов с узким распределением частиц по размеру, аналогичные частицам наблюдаемым в реальных катализаторах. Для систем, приготовленных на подложке из тантала, методом РФЭС было исследовано изменение химического состояния носителя и частиц нанесенного металла при взаимодействии с реакционной средой ($\text{CO}+\text{O}_2$, $\text{NO}_x = \text{NO}+\text{O}_2$, $\text{SO}_x = \text{SO}_2+\text{O}_2$) в широком интервале температур. Нами были также исследованы модельные системы со сложным фазовым составом, близким к составу реальных катализаторов. Дифференциальная зарядка в ходе записи РФЭ спектров компонентов, входящих в состав катализатора, позволяет надежно идентифицировать соединения, образующиеся на поверхности разных компонентов. Так, благодаря эффекту дифференциальной зарядки были обнаружены различия в поведении частиц платины, расположенных на разных компонентах носителя в модельных NSR (NO_x storage-reduction) катализаторах Pt/ $\text{BaCO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ и Pt/ $\text{BaCO}_3/\text{CeO}_2$, в результате их взаимодействия с NO_x . Полученные таким образом на модельных системах результаты могут быть использованы при исследованиях и разработке реальных катализаторов.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, гранты 07-03-00266 и 09-03-91225-СТ_a.

МАГНЕТОХИМИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТОЯНИЯ АТОМОВ ПЕРЕХОДНОГО ЭЛЕМЕНТА В МАГНИТОРЕЗИСТИВНЫХ МАНГАНИТАХ ЛАНТАНА

Федорова А.В., Чежина Н.В.

*Санкт-Петербургский государственный университет, химический факультет
Петродворец, Университетский пр, 26, prigaro@inbox.ru*

Эффект колоссального магнитосопротивления (КМС), наблюдаемый в допированных манганитах лантана $La_{1-z}A_zMnO_3$ (A- двух- и трехвалентные элементы), является кооперативным явлением и связан с обменными взаимодействиями между атомами марганца в различных валентных состояниях. Метод магнитного разбавления, основанный на анализе магнитных свойств твердых растворов изоморфного замещения, позволяет установить состояние атомов d-элемента и проследить влияние диамагнитных заместителей на магнитные свойства материала.

С помощью золь-гельного метода получены твердые растворы $x(La_{1-z}Y_z)_{0.67}Ca_{0.33}MnO_3-(1-x)La_{1-z}Y_zAlO_3$ с содержанием марганца $x=0-0,1$ и долей иттрия (z) 0,1 и 0,2. Проведен рентгенофазовый анализ и рассчитаны параметры элементарной ячейки. С помощью методов атомно-абсорбционной спектроскопии и рентгенофлуоресцентного анализа определено содержание атомов марганца, измерена магнитная восприимчивость в интервале температур 77-400 К.

Анализ концентрационных и температурных зависимостей магнитных характеристик и расчет состава парамагнитных кластеров в рамках модели ГДВФ показал, что введение иттрия в позиции лантана приводит к образованию магнитных кластеров из атомов марганца в различных валентных состояниях, устойчивых даже при бесконечном разбавлении твердого раствора. При этом максимальная кластеризация наблюдается в манганитах, содержащих 10 мол % иттрия, в то время как увеличение доли допирующего элемента приводит к разрушению парамагнитных тримеров (при $z=0,1$) до димеров (при $z=0,2$).

В спектрах ЭПР наблюдаются сигналы от атомов Mn(II) и Mn(IV), свидетельствующие о частичном диспропорционировании Mn(III). Обнаружено усиление агрегации атомов марганца по мере увеличения концентрации атомов парамагнетика и при 10%-ном допировании иттрием. Обсуждаются факторы, определяющие влияние диамагнитных добавок на КМС.

**СЕКЦИЯ 5. Методы определения дисперсности и
текстурных характеристик**

КЛЮЧЕВОЙ И УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

ПРОБЛЕМЫ ТЕОРИИ И ПРАКТИКИ ТЕСТИРОВАНИЯ НАНОПОРОШКОВ МЕТАЛЛОВ

Ильин А.П.¹, Шувалов Г.В.², Клековкин И.В.², Коршунов А.В.¹, Толбанова Л.О.¹

¹ГОУ ВПО Томский политехнический университет,

г. Томск, 634050, пр. Ленина, 30

²ФГУП Сибирский НИИ метрологии,

г. Новосибирск, 630004, пр. Димитрова, 4, tolbanova@mail.ru

В последние годы уделяется большое внимание развитию нанотехнологии и nanoиндустрии, увеличиваются объемы производства нанопорошков и наноматериалов. В то же время, возникает ряд проблем, связанных с необычными свойствами наноматериалов: они имеют низкую насыпную плотность, склонность адсорбировать различные газы (до 7% мас.), высокую реакционную способность. Поэтому разработка системы аттестации наносистем является актуальной.

Целью работы являлось анализ наиболее значимых параметров, описывающих состояние наносистем, и выбор необходимого количества методов для тестирования.

В работе использовали нанопорошки молибдена и вольфрама, полученные с помощью электрического взрыва проводников. Для оценки устойчивости нанопорошков и наноматериалов при нагревании разработаны параметры их химической активности, которые позволяют сравнивать не только одинаковые по природе, но и различные виды веществ в наносостоянии.

В работе также рассмотрены особенности проведения рентгенофазового анализа нанопорошков, приготовления образцов для электронной микроскопии, определения площади удельной поверхности по БЭТ и технологических характеристик нанопорошков: насыпной плотности, сыпучести, плотности утряски и т.д. Проведенные исследования являются основой для разработки методов аттестации как системы для нанопорошков и наноматериалов. Для диагностики металлов в наносостоянии предлагается выбрать следующие характеристики порошков: содержание примесей при помощи элементного анализа; наноструктурные (форма, размеры, состояние поверхности, площадь удельной поверхности) характеристики; распределение частиц по диаметру; параметры химической активности (инертности) [1].

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 08-08-12077-офи.

Литература:

1. А.П. Ильин, А.В. Коршунов, Д.О. Перевезенцева, Л.О. Толбанова, Диагностика нанопорошков и наноматериалов, Томск, Изд-во ТПУ, 2008, 249 с.

**МУРР В ПРИЛОЖЕНИИ К ГЕТЕРОГЕННЫМ КАТАЛИЗАТОРАМ:
НОВЫЙ МЕТОД ОЦЕНКИ ДИСПЕРСНОСТИ И ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ НАНОЧАСТИЦ С МАТРИЦАМИ-НОСИТЕЛЯМИ****Тузиков Ф.В.^{1,2}, Бекк И.Э.¹, Тузикова Н.А.¹, Бухтияров В.И.^{1,2}**¹*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, 630090 Новосибирск,
просп. акад. Лаврентьева, 5, E-mail: tuzikov@catalysis.ru*²*Новосибирский государственный университет, Новосибирск*

При разработке гетерогенных катализаторов с заданными свойствами особое значение имеет изучение структуры, дисперсного состава и характера взаимодействия металлических наночастиц с порошковыми матрицами-носителями. Целью данной работы являлась разработка нового методического подхода для получения подобной структурно-дисперсной информации о гетерогенных катализаторах с использованием метода малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР) в сочетании с изменением контраста плотности. Поскольку нейтральных веществ-контрастеров с типичной для матриц-носителей плотностью ($\rho = 2 \div 4 \text{ г/см}^3$) найти не удалось, то для подавления вклада структуры носителя мы использовали несколько отличающихся плотностью жидких веществ-контрастеров типа спирта, воды и глицерина ($\rho_0 = 0.8 \div 1.3 \text{ г/см}^3$) с последующей экстраполяцией данных МУРР ($\text{const}/\sqrt{I(h)}$ от ρ_0) до плотности носителя и математическим моделированием. Показано, что использование рентгенограмм МУРР от порошковых образцов матриц-носителей с нанесенными наночастицами металла (Pt, Pd и др.) в различных условиях контраста плотности дает ценную информацию о структуре и дисперсности активного компонента, а также о его взаимодействии с поверхностью носителей с возможностью интегральной оценки прочности химической связи нанесенного металла с носителем. Проведено сравнение значений определяемых структурных характеристик с данными других физико-химических методов.

Таким образом, предложен новый методический подход к изучению гетерогенных катализаторов с нанесенными наночастицами активного компонента. Новая методика применена к реальным гетерогенным каталитическим системам на примере (Pt, Pd)/Al₂O₃. Новый метод анализа данных МУРР позволяет диагностировать образование активных центров гетерогенных катализаторов и оптимизировать методики их приготовления.

Работа выполнена при финансовой поддержке Федерального агентства по науке и инновациям РФ, Государственный контракт № 02.513.11.3203.

АНАЛИЗ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ СУБМИКРОННЫХ И НАНОЧАСТИЦ МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА С ДЕТЕКЦИЕЙ СВЕТОРАССЕИВАНИЯ, ДЕПОЛЯРИЗАЦИИ И ФЛУОРЕСЦЕНЦИИ

Андреев Д.С.*, Arriaga E.A.**

*ЛИН СО РАН, г. Иркутск, ул. Улан-Баторская, 3, andreyev@lin.irk.ru

**University of Minnesota, Minneapolis, 207 Pleasant Street SE

Высокая чувствительность и селективность детекторов лазерно-индуцированной флуоресценции (ЛИФ) в инструментах капиллярного электрофореза (КЭФ) позволяет детектировать и разделять индивидуальные субмикронные и наноразмерные частицы. В то же время возможности ЛИФ по анализу размеров и внутренней структуры частиц весьма ограничены. В данной работе представлена модификация ЛИФ-КЭФ, дополненная детектором светорассеивания¹ и деполяризации, позволяющая получать дополнительные данные по структуре и размерам частиц одновременно с анализом флуоресценции.

Основной проблемой анализа светорассеивания от индивидуальных частиц является недостаточная селективность соответствующих детекторов. Большинство объектов анализа загрязнено значительным количеством частиц, маскирующих сигнал от субпопуляции частиц, представляющих интерес. Эта проблема была решена отсеканием сигналов светорассеивания от частиц загрязнений на основании информации, поступающей из флуоресцентного канала.

С помощью разработанного программного пакета был проведён графический анализ зависимостей между светорассеиванием, деполяризацией и флуоресцентным сигналом, выявлены характерные паттерны для различных субпопуляций частиц и конфигураций детекторов. На основании анализа упомянутых паттернов показана возможность детекции тонких структурных изменений в частицах, таких как криогенное повреждение мембран в митохондриях. Продемонстрирована возможность независимого анализа субпопуляций частиц, неразличимых в классическом ЛИФ-КЭФ.

Дальнейшее развитие комбинации ЛИФ-КЭФ и детекции светорассеивания планируется с использованием спектрометрии углового светорассеивания, позволяющей разобщить влияние размеров и внутренней структуры частиц на детектируемый сигнал.

1. Andreyev, D.S. and Arriaga, E.A., Analytical Chemistry 2007, 79(14), 5474-5478.

**МЕТОДЫ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА В ПРОИЗВОДСТВЕ
ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ****Анисимов А.В., Барахтин Б.К., Немец А.М., Федосеев М.Л.**

ФГУП ЦНИИ КМ «Прометей», г. Санкт-Петербург, ул. Шпалерная, 49.

E-mail: vvv@prometey2.spb.su

Благодаря высокой твердости и прочности, химической и окислительной стойкости, которые сохраняются в тяжелых температурно-силовых условиях эксплуатации, полифениленсульфид по праву рассматривается как перспективный функциональный материал. Будучи армированным волоконной углеродной тканью или нанодисперсными (0,1 – 1 мкм) порошками, полученная композиция находит применение в антифрикционных узлах в изделиях машиностроения и судостроения. Наилучшее сочетание физико-механических свойств этот материал приобретает после термической обработки. Температура (~80 °С) и продолжительность нагрева (до 15 минут) выбираются с таким расчетом, чтобы в полимерной матрице сформировалось примерно равное соотношение между кристаллической и аморфной составляющими. Таким образом, при производстве изделий на основе полифениленсульфида осуществляется входной контроль материалов, служащих порошковыми модификаторами – упрочнителями, и выходной контроль с определением доли аморфизованной или кристаллической составляющей. В решении задач контроля использованы методики рентгеноструктурного анализа, основанные на регистрации дифрагированного излучения в области малых углов (зона Гинье) и широких углового рассеяния (зона Брэгга).

В первой зоне, пока выполняется соотношение $th < \lambda / 2\pi R$, (λ – длина волны использованного излучения, R – размер частиц) сохраняется линейная зависимость между интенсивностью рассеянного излучения I и квадратом угла рассеяния: $\ln I = f(th^2)$. Используя различные модели в описании формы порошинок (сфера, цилиндр), через радиусы инерции R_0 областей неоднородности вычисляются размеры контролируемых проб. Зона широкоугольной дифракции является базой традиционного рентгеновского фазового анализа.

Регистрация рассеянного излучения реализована с помощью рентгеновского дифрактометра «Алтима 4», оснащенного малоугловой приставкой, монохроматором и системой волоконно-оптической коллимации.

УГЛЕРОДНЫЕ СОРБЕНТЫ: НАНО- И АДСОРБЦИОННЫЕ ТЕКСТУРЫ, ХИМИЧЕСКАЯ ПРИРОДА И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТИ

Жейвот В.И., Мороз Э.М., Зайковский В.И., Криворучко В.Н.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, 630090, Новосибирск,
пр. Академика Лаврентьева, 5; val@catalysis.ru*

В работе представлены результаты систематического изучения углеродных графитоподобных материалов методами рентгеновской дифракции и электронной микроскопии, адсорбции и газовой хроматографии. Изучены графитированные сажи, в том числе упроченные пироуглеродом, активные угли и углеродные молекулярные сита, углеродные волокна и нанотрубки, зауглероженные оксиды алюминия и кремния, цеолиты и фенолформальдегидные смолы (углеродные ксерогели). Кроме того исследованы филаментные углероды, полученные каталитическим разложением углеводородов на катализаторах, содержащих ферромагнитные металлы (Ni, Cu и Fe), а также композитный материал, на 90 мас.% состоящий из углеродного волокна (актилена) и 10 мас.% псевдобемита.

Выявленные нано- и адсорбционные текстуры, определяющие многообразие углеродных материалов, позволили провести систематизацию всех графитоподобных углеродов в соответствии с их структурными и адсорбционными свойствами.

Проведено сравнение адсорбционных свойств углеродных, алюмосиликатных и др. материалов. Показано, что адсорбционный потенциал неспецифического (дисперсионного) взаимодействия поверхности всех углеродных материалов значительно выше по сравнению с таковым для других адсорбентов. Внутри самого класса углеродных сорбентов он изменяется в соответствии с их нано- и адсорбционными характеристиками и варьируется в широком диапазоне. Среди углеродных сорбентов наименьшим адсорбционным потенциалом неспецифического взаимодействия и величинами удерживания сорбатов обладают углеродные материалы, поверхность которых составлена базисными гранями структуры кристалла графита. Наибольшим – микропористые углеродсодержащие адсорбенты и углероды, поверхность которых составлена торцевыми гранями графитовой структуры.

Химическая природа поверхности, объединяющая углеродные материалы как класс адсорбентов, определяет характерный для него порядок элюирования сорбатов.

Приведены примеры использования углеродных материалов в практической газовой хроматографии.

ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНОХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ

Чайкина М.В.*, Зайковский В.И.**, Рудина Н.А.**, Ищенко А.В.**

**Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН,
г. Новосибирск, ул. Кутателадзе, 18, chaikinam@solid.nsc.ru*

***Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
г. Новосибирск, пр. Лаврентьева, 5, viz@catalysis.ru*

В последние годы метод механической активации широко используется при синтезе различных соединений, в том числе и функциональных материалов. Для изучения и управления процессами механохимического синтеза необходимо проведение структурных исследований взаимодействия компонентов, в зависимости от времени и условий активации. Моделирование механохимических процессов путем нанесения царапин на монокристаллы позволяет выявить связь возникающих напряжений с процессами преобразования структуры. В этом случае электрон-микроскопические методы дают уникальную возможность изучения особенностей микроколичеств образца: сканирующая микроскопия (СЭМ) – структурные и текстурные нарушения непосредственно в области индентирования, а просвечивающая микроскопия высокого разрешения (ВРПЭМ) – структурные изменения вещества, извлеченного из царапин с получением изображений с пространственным разрешением атомного порядка. В докладе представлены данные систематических исследований зон индентирования монокристаллов кварца, апатита и фторида лития, отличающиеся структурой и типом химических связей. Для вещества, извлеченного из царапин методом ВРПЭМ выявлены разнообразные преобразования структуры, в зависимости от индентируемой грани и направления. Методами СЭМ и ВРПЭМ исследованы процессы механохимического синтеза изоморфных разновидностей апатита с различными замещениями, которые могут использоваться в качестве функциональных материалов, а также гидроксилapatита $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, с замещениями, где в качестве исходных были фосфаты кальция с различной степенью замещения ($\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$; CaHPO_4 ; $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$), оксид кальция и аморфный оксид кремния. Изучение процессов взаимодействия компонентов в зависимости от времени механической активации в реакционных смесях синтеза показало, что одно- и двухзамещенные фосфаты с низкой температурой плавления быстро взаимодействуют с компонентами смеси с образованием конечного продукта. Проанализированы фазовые изменения, происходящие «in situ» при локальном воздействии на образец луча просвечивающего электронного микроскопа.

РЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ УГЛОВОЙ ЗАВИСИМОСТИ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ПЛЕНОК ОРИЕНТИРОВАННЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБ

Каныгин М.А., Окотруб А.В., Булушева Л.Г., Куреня А.Г.

*Институт неорганической химии им. А.В.Николаева СО РАН,
Новосибирск, пр. Ак. Лаврентева 3, mkanygin@gmail.com*

Методом рентгеновской спектроскопии поглощения с угловым разрешением проведено исследование структуры ориентированных азотсодержащих пленок углеродных нанотруб (УНТ). Образцы УНТ с различной концентрацией азота были получены методом осаждения из газовой фазы с использованием в качестве источника углерода смеси толуола и ацетонитрила в различном соотношении.

Структура пленок ориентированных УНТ исследовалась методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) и методом просвечивающей микроскопией высокого разрешения (ПЭМ). Рентгеновские спектры поглощения с угловым разрешением массивов УНТ вблизи СК-края и НК-края были получены на Российско-Германском канале Берлинского центра синхротронного излучения (BESSY-II) методом полного квантового выхода электронов при фотоэффекте.

Анализ РЭМ микрофотографий показал высокую степень упорядоченности УНТ в пленках. Из анализа микрографии ПЭМ видна структура стенок УНТ. Количество стенок УНТ зависит от образца и может составлять от 10 до 130. Так же на ПЭМ микрографиях у всех образцов видны перегородки внутри УНТ с количеством слоев в перегородках от 3 до 10. В рентгеновских спектрах поглощения вблизи СК-края пленок УНТ наблюдаются три особенности при энергиях 285,5 эВ, 288,5 эВ и 292 эВ. Особенности с энергиями в 285,5 эВ и 292 эВ соответствуют переходам $1s$ -электронов в не занятые π^* и σ^* – состояния. В рентгеновских спектрах поглощения вблизи НК-края пленок УНТ наблюдаются четыре особенности. Низкоинтенсивные особенности с энергиями 398.5 эВ и 399.5 эВ соответствуют пиридиноподобному и графитоподобному азоту в решетке УНТ. Особенность с энергией 401 эВ относят к молекулярному азоту N_2 . В спектрах поглощения вблизи НК-края пленок УНТ обнаружено увеличение интенсивности максимума, соответствующего молекулярному азоту, по сравнению максимумом, соответствующим σ компоненте азота (~407 эВ) при увеличении угла падения возбуждающего излучения. Для анализа величины упорядоченности структуры пленки УНТ использовались теоретические модели. На основании сравнения теоретических моделей с экспериментальными данными была произведена характеристика образцов.

МЕТОДЫ ИЗУЧЕНИЯ ПАТОЛОГИЧЕСКИХ ИЗМЕНЕНИЙ КОСТНОЙ ТКАНИ ЧЕЛОВЕКА ПРИ КОКСАРТРОЗЕ

Голованова О.А.*, Лемешева С.А.*, Городилов Р.В.**

*Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского,
Омск, пр. Мира, 55А, golovanoa2000@mail.ru

**Омская государственная медицинская академия, Омск

Костная ткань – сложнейший эволюционно сформированный биоминералл, составляющий физиологическую основу высокоорганизованных живых организмов, необходимый для их существования и функционирования. Среди дегенеративно-дистрофических заболеваний суставов, приводящих к инвалидности коксартроз стоит на первом месте. Закономерности этиопатогенеза данной патологии до сих пор остаются спорными.

Объектами исследования служила коллекция из 65 суставных головок бедренных костей больных коксартрозом, удаленных при тотальном эндопротезировании на III стадии заболевания в СТОБ г. Омска.

Изучение химического состава головки костной ткани бедренной кости при коксартрозе осуществлялось с помощью: РФА – исследование фазового состава (ДРОН-3), ИК-спектроскопия – идентификация функциональных групп (Фурье-Perkin Elmer), атомно-адсорбционная спектроскопия (ААС) – определение общего кальция (ААФ-1), фотометрия – изучение общего фосфора и азота (Автоматизированная линия «Contiflo»). Элементный анализ проводился рентгено-флуоресцентным методом с применением энергодисперсионного спектрофотометра ED2000 «Oxford Instruments» (Великобритания). Пределы обнаружения элементов варьируются от $(0.1-2.0) \cdot 10^{-4}$ %, погрешность – 2-5 %. Кроме того, во всех образцах исследовалось содержание влаги (ГОСТ 17684-82). Обработка полученных данных осуществлялась с программного обеспечения Statistica 6.0, StatSoft.

Установлено, что основу кристаллической фазы костной ткани составляет карбонатгидроксилапатит низкой кристалличности. Комплексные исследования различными физико-химическими методами позволили установить, что патогенезе коксартроза увеличивается содержание Са/P, органических веществ, воды, что приводит к уменьшению кристалличности и стехиометрии костного апатита.

Таким образом, можно предположить, что дегенеративно-дистрофическим изменениям в процессе рассматриваемого заболевания подвергаются как минеральная, так и органическая составляющая кости. Структурные особенности костной ткани человека определяются генетически и зависят от его пола и возраста. Данные исследования актуальны при разработке биосовместимых материалов, необходимых при различных костно-суставных патологиях.

СЕКЦИЯ 6. Термоаналитические методы

УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

ТЕРМОКИНЕТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА РАЗЛОЖЕНИЯ ОКТОГЕНА НА ОСНОВЕ ДАННЫХ СОВМЕЩЕННОГО ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Орджоникидзе О.С., Пивкина А.Н., Фролов Ю.В.

Учреждение Российской академии наук
Институт химической физики им. Н.Н. Семенова (ИХФ РАН),
119991 Москва, ул. Косыгина, 4, a7777@center.chph.ras.ru

Несмотря на большое количество теоретических и экспериментальных работ, посвященных термическому разложению вторичных нитраминов, к которым относится октоген, одной из самых сложных проблем остается выяснение механизма его распада. Результаты термического анализа используются для разработки глобальных кинетических моделей разложения как октогена, так и энергетических конденсированных систем на его основе. Существующий в настоящее время в литературе разброс экспериментально полученных кинетических параметров разложения октогена достаточно велик и вызывает справедливый скепсис у исследователей: например, величина энергии активации варьируется от 54 до 1070 кДж/моль. В работах Уайта и Вязовкина (*Ann. Rev. Phys. Chem.* 48, 1997) показано, что для предотвращения неконтролируемых тепловых потерь в процессе эксперимента, необходимо использовать образцы минимальной массы, нагреваемые с низкой скоростью (около 1°/мин). Целью данной работы является определение условий эксперимента (совмещенного термического анализа) для получения достоверных величин кинетических параметров и построение термокинетической модели разложения октогена. Методом совмещенного термического анализа ДСК/ТГ (STA 409PC NETZSCH, Germany) исследовано разложение октогена при нагревании в потоке инертного газа. Установлено, что снижение скорости нагрева образцов приводит к резкому уменьшению величин энергии активации и предэкспоненциального множителя. Полученная зависимость совпадает с законом компенсации Бриля (*J. Phys. Chem.* 98, 1994). По результатам модель-независимого анализа экспериментов по нагреву образцов массой ~2 мг со скоростями 2, 1 и 0.5°/мин величина энергии активации близка к энергии разрыва связи N-NO₂, постулируемой в качестве первой стадии реакции. Термокинетическое моделирование показывает, что процесс термического разложения октогена достоверно описывается одностадийной реакцией первого порядка с автокатализом. Механизмом «физического» автокатализа служит процесс плавления октогена, непосредственно предшествующий его разложению.

АНАЛИТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ДИАГНОСТИКИ ПРОСТРАНСТВЕННО-ЗАТРУДНЕННЫХ ФЕНОЛОВ ДЛЯ ВЫЯВЛЕНИЯ МОДИФИКАТОРОВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Крысин А.П., Васильев В.Г., Никуличева О.Н., Фадеева В.П.

Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН

Выявление группы добавок к полимерным материалам специального назначения из обширного класса пространственно-затрудненных фенолов достигнуто путём его диагностики термоаналитическими методами с последующим применением современных средств ВЭЖХ-МС анализа.

Разработана техника получения экспериментальной кривой термического распада производных фенола с последующей математической обработкой результатов с помощью программы TERMOGRAF. Рассмотрение кинетических данных термолиза ряда антиоксидантов в системе координат: энергии активации E и логарифмы предэкспоненты Z выявили две группы соединений. Только для одной из них специфические свойства добавок проявлялись при достижении определённой температуры их нагрева, соответствующей началу их термолиза. При этом наблюдался распад молекул на крупные блоки, способные к взаимодействию с полимерами, модифицируя их свойства.

Из выявленных соединений наибольший практический интерес представляли продукты взаимодействия орто-*трет*-бутилфенола с однохлористой серой (ТАБ). Выбор наиболее активных соединений проводился с использованием новой системы ВЭЖХ-МС, содержащей жидкостной хроматограф Agilent 1200 (с диодно-матричным детектором) и гибридный квадруполь-времяпролетный масс-спектрометр micrOTOF-Q. Комплексная обработка полученной спектральной информации позволила вполне однозначно определить структуры компонентов смеси. В смеси идентифицировано 4 набора соединений. Два из них имеют общую брутто-формулу: $C_{20}H_{26}O_2S_n$. Это орто-пара- и пара-пара-сочлененные полисульфиды орто-трет-бутилфенола. Третьему набору пиков соответствует брутто-формула: $C_{30}H_{38}O_3S_n$. Эти соединения содержат три ароматических кольца и два полисульфидных мостика между ними. К четвертому типу относятся хлорсодержащие соединения. Установлено, что свойствами модификации полимеров обладают только ди- и полисульфиды фенолов. Промышленные испытания подтвердили эффективность ТАБ для модификации резин, полистирола, полиэпоксидов, полиамидов и сшитого полиэтилена.

ПРИМЕНЕНИЕ ДТА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТИ НАНОПОРОШКОВ МЕТАЛЛОВ

Толбанова Л.О.¹, Шувалов Г.В.², Клековкин И.В.², Ильин А.П.¹, Коршунов А.В.¹

¹ГОУ ВПО Томский политехнический университет,

г. Томск, 634050, пр. Ленина, 30,

²ФГУП Сибирский НИИ метрологии,

г. Новосибирск, 630004, пр. Димитрова, 4, tolbanova@mail.ru

Нанопорошки (НП) металлов, согласно общепринятой точке зрения, обладают высокой реакционной способностью. В то же время, при их хранении, транспортировании и при переработке необходимо снижать и контролировать способность НП металлов к спеканию, самоспеканию и к взаимодействию с различными компонентами и реагентами. Ранее на основании полученных экспериментальных результатов исследований НП металлов и термодинамических расчетов было предложено использовать параметры химической активности, которые позволяют сравнивать НП не только одного металла, но и различных по природе металлов.

Цель работы – изучение реакционной способности различных по свойствам нанопорошков металлов и сравнение параметров их химической активности.

В работе использовали термоанализатор SDT Q600 (режим линейного нагрева в интервале 20–1000 °С, в атмосфере воздуха, скорость нагрева – 10 град/мин). Для тестирования был выбран НП алюминия и его смеси с НП молибдена и вольфрама.

Параметры активности смесей НП Al и НП Mo изменялись немонотонно: максимальная скорость окисления (v_{max} , мас.%/с) уменьшалась с увеличением содержания НП Mo. При нагревании до 1000 °С степень окисленности (α , %) смесей НП ниже, чем НП Al без добавок. Удельный тепловой эффект (ΔH , Дж/г) для смесей меньше, чем для НП Al без добавок: с увеличением содержания добавки НП Mo он уменьшается. С увеличением содержания НП Mo в смеси температура начала окисления снижается от 450 °С (НП Al) до 370 °С (НП Mo).

Температура начала окисления ($T_{н.о.}$) НП Al составляла 400 °С, а НП W – 320 °С. С ростом содержания НП W в смесях $t_{н.о.}$ не изменялась. Для смеси НП W и Al, содержащей 16,7 мас. % НП W, три параметра активности из четырех в несколько раз выше, чем для других составов. При нагревании в воздухе вначале окисление НП протекает относительно медленно, а затем, с увеличением количества выделяющегося тепла, процесс окисления переходит в режим теплового взрыва.

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕРМОСТОЙКОСТИ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Селиванова Е.А., Чернов В.П., Лимарев П.С.

ГОУ ВПО «МГТУ», г. Магнитогорск, ул. Ленина, д. 38, selivanova_87@mail.ru

Анализ огнеупорных материалов, предназначенных для изготовления форм по выплавляемым моделям, таких как кварцевый песок, доменный шлак, зола ТЭЦ, термоаналитическими методами с целью определения химических реакций и фазовых превращений, происходящих под влиянием тепла в химических соединениях на дериватографе модели STA 449 F3 показал, что при температуре 575 °С в них происходят фазовые превращения. При начальном нагреве оболочек до 100 °С испаряется влага. Фазовые переходы с поглощением тепла при нагреве всех материалов происходят в интервале температур 540-580 °С.

Фазовые переходы с выделением тепла при охлаждении тех же образцов происходят в той же температурной области. Из чего можно сделать вывод, что фазовые переходы в оболочках связаны не только с материалом обсыпки, но и с составляющими самой суспензии. Эти переходы существенно влияют на режим прокаливания оболочковых форм. Кроме того, на режим прокаливания существенно влияет изменение размеров оболочки в процессе нагрева и охлаждения. Для этого проанализировали линейное расширение и коэффициент термического расширения (КТР) материалов на dilatометре модели DIL 402 C. Линейное расширение оболочек при нагреве на основе кварцевого песка составляет 1,33 %, на основе доменного шлака 1,10 %, золы ТЭЦ 1,05 %. КТР форм на основе кварцевого песка находится в пределах от 0 до $25 \cdot 10^6/\text{K}^{-1}$, на основе золы ТЭЦ от 0 до $19 \cdot 10^6/\text{K}^{-1}$, на основе доменного шлака от 0 до $20 \cdot 10^6/\text{K}^{-1}$.

Для оптимизации технологических процессов прокаливания скорость нагрева блоков должна обеспечивать плавный прогрев формы по всему сечению оболочки. Исходя из данных экспериментального анализа, необходимо уменьшение скорости нагревания оболочки при достижении 550 °С и постепенное ее выравнивание при превышении температуры оболочки 600 °С. Дальнейший нагрев ведется с постоянной скоростью до конечной температуры.

Таким образом, проведенные исследования показали, что наиболее высокой термостойкостью обладают оболочки на основе золы ТЭЦ, так как они имеют наименьшее линейное расширение и минимальный КТР. Следовательно, именно зола ТЭЦ является более предпочтительным материалом обсыпки.

СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ

**СЕКЦИЯ 1. Общие вопросы диагностики
состава и структуры**

ПРИМЕНЕНИЕ ИК-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИХ МЕТОДОВ В ИССЛЕДОВАНИИ ЕСТЕСТВЕННЫХ ОКСИДНЫХ СЛОЕВ НА ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО АЛЮМИНИЯ

Арбузов А.Б., Дроздов В.А.*, Тренихин М.В., Лихолобов В.А.*

*Институт проблем переработки углеводородов СО РАН,
Омск, 644040, ул. Нефтезаводская, 54, arbuzov1410@mail.ru*

**Омский научный центр СО РАН, Омск*

Высокая реакционная способность алюминия по отношению к протонодонорным и хлорорганическим соединениям определяет перспективность его применения в области катализа и водородной энергетики [1].

Однако во многих случаях его необходимо активировать, применяя специальные методы, для удаления «пассивирующих» оксидных слоев [2]. Для исследования их структуры и стадий разрушения эффективно использование ИК-спектроскопических методов, таких как ИК-спектроскопия нарушенного полного внутреннего отражения (ИКС-НПВО) и ИК-спектроскопии отражения–поглощения (ИКС-ОП), которые чувствительны к состоянию поверхности.

В работе с применением этих методов были изучены оксидные слои образцов массивного алюминия квалификации «чда» и сплава АД-1. В ИК-спектрах НПВО зарегистрированы полосы поглощения (п.п.), интерпретированные как колебания поверхностных связей Al–O и Al–OH и колебания структурных связей Al–O. Так, в области $600\text{--}750\text{ см}^{-1}$ проявляются колебания Al–O структурно-связанных AlO₆-групп, наблюдаемые преимущественно для $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и AlOOH, а в области $750\text{--}900\text{ см}^{-1}$ колебания Al–O структурно-связанных AlO₄-групп в оксидах типа $\gamma\text{-}$, $\delta\text{-}$ и $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$. В ИК-спектрах отражения–поглощения проявляются п.п. структурных OH-групп в области $1000\text{--}1200$ и $3000\text{--}3300\text{ см}^{-1}$, характерные для AlOOH. Дополнительно в ИК-спектрах отражения-поглощения также как и в спектрах ИК НПВО наблюдаются п.п., относящиеся к структуре $\alpha\text{-}$ и $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Таким образом, совокупность ИКС данных, полученных разными приемами, позволяет более однозначно судить о неоднородности структуры естественных оксидных слоев на поверхности металлического алюминия.

Литература:

1. Тренихин М.В. и др. Российский Химический Журнал. 2007. Т. LI. № 4. С.126 – 132.
2. Арбузов А.Б. и др. Неорганические материалы. 2009 (в печати).

ДИФФУЗИЯ МОЛЕКУЛ ВОДЫ В ПОРИСТО-ГРАНУЛИРОВАННЫХ СРЕДАХ

Артёмов В.Г., Капралов П.О., Тихонов В.И., Волков А.А.

Учреждение Российской академии наук
Институт общей физики им. А.М. Прохорова,
119991, Россия, Москва, ул. Вавилова, 38, vartemov@bk.ru

В настоящем сообщении мы обращаем внимание на тот факт, что молекула воды в силу распространенности в природе, малости размеров и большой величины дипольного момента (высокой адсорбционной способности) может служить удобным пробником физических свойств мелкопористых веществ. Мы докладываем о разработке аналитического метода, основанного на слежении за кинетикой сорбции водяного пара, приведенного в контакт с гранулированно-пористой средой. Изучаются диффузионные характеристики молекул воды в среде путем изменения их концентрации в газовой атмосфере образца. Диагностическая часть представляет собой инфракрасный спектрометр на перестраиваемом диодном лазере, позволяющий производить мониторинг парциального давления водяного пара в газовой смеси с разрешением 10 изм./сек. в диапазоне 10^{-3} -20 Торр в течение длительного времени [1]. Пар приводятся в контакт с предварительно вакуумированным образцом и измеряется временной спад давления. Методом декомпозиции поученной кривой определяется временной ход подвижности (коэффициента диффузии) молекул воды. Последняя характеристика для гранулированно-пористых сред оказывается ступенчатой и индивидуальной для разных образцов [2, 3].

Параметры описанного эксперимента допускают количественную оценку и удобны для моделирования диффузных процессов в рамках фрактального подхода. В дальнейшем метод молекулярного зондирования в комбинации с фрактальным моделированием видится перспективным для изучения строения мелкопористых сред и закономерностей протекающих в них процессов.

1. П.О. Капралов, В.Г. Артёмов, А.М. Макуренок, В.И. Тихонов, А.А. Волков // Диодно-лазерный спектрометр для диагностики водяного пара на орто-пара состав, *Приборы и техника эксперимента*, №6, 123 (2008).
2. П.О. Капралов, В.Г. Артёмов, Г.А. Гусев, В.И. Тихонов, А.А. Волков // Кинетика диффузии молекул воды в нанопористом адсорбенте, *Известия РАН* 72, №12 1791 (2008).
3. В.Г. Артемюв, П.О. Капралов, В.И. Тихонов, А.А. Волков // Каскадная диффузия молекул воды в пористо-гранулированном адсорбенте, *Краткие сообщения по физике*, 2009, в печати.

МИЦЕЛЛЯРНЫЙ СИНТЕЗ И ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ НИТРАТА АММОНИЯ

Булавченко А.И.*, Шкатулов А.И.**, Плясова Л.М.***, Подлипская Т.Ю.*

**Учреждение Российской академии наук, Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 3,
bulavch@che.nsk.su*

***ГОУ ВПО Новосибирский государственный университет, sh1254@yandex.ru*

****Учреждение Российской академии наук,
Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск, pls@catalysis.ru*

Мицеллярный синтез является простым и эффективным способом получения наночастиц и упоминается практически во всех обзорах, посвященных наночастицам и материалам на их основе. В качестве преимуществ мицеллярного синтеза отмечается высокое качество получаемых наночастиц (в основном имеется в виду узкая функция распределения по размерам) и легкость регулирования размера и формы. При этом следует отметить, что основное внимание исследователей направлено на синтез наночастиц нерастворимых простых веществ и соединений. Получению наночастиц водорастворимых соединений посвящены единичные работы, что совсем не соответствует практической важности последних. Цель данной работы заключалась в получении и характеристике наночастиц нитрата аммония как типичного представителя класса хорошо растворимых солей и продукта, имеющего перспективы практического использования (в том числе в качестве эффективного взрывчатого вещества промышленного назначения).

Проведен мицеллярный синтез и получены ультрадисперсные порошки нитрата аммония с выходом 75% и содержанием 79%. Их состав и морфология были исследованы методами колориметрии, ИК-фурье спектроскопии, сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и рентгенофазовым анализом (РФА). По данным РФА полученный образец является смесью двух кристаллических низкотемпературных форм нитрата аммония (α -ромбической и β -ромбической) и стабилен во времени. Образцы в качестве примесей содержат 6% карбоната аммония и 15% воды и представляют собой округлые агломераты неправильной формы размером 3-10 мкм. Они состоят из наночастиц с размерами 20-50 нанометров. Часть наночастиц образует нити длиной 0,5-1,5 мкм и толщиной 25-30 нм (по данным СЭМ).

Можно полагать, что наличие частиц различной морфологии связано с двумя кристаллическими формами нитрата аммония.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 09-03-00511-а).

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МАТРИЦ ПОРИСТОГО Al_2O_3 ДЛЯ СИНТЕЗА ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ НАНОСТРУКТУР Ge

Валеев Р.Г.^{1,2}, Сурнин Д.В.¹, Ветошкин В.М.², Кривенцов В.В.³,
Зубавичус Я.В.⁴, Мезенцев Н.А.⁵

¹Физико-технический институт УрО РАН, г. Ижевск

²ГОУ ВПО Удмуртский госуниверситет, г. Ижевск

³Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск,
e-mail: kriven@mail.ru

⁴КЦСИ РНЦ «Курчатовский институт», г. Москва

⁵Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, г. Новосибирск

Особое место в развитии нанoeлектроники отводится наноструктурам на основе массивов квантовых точек, изолированных друг от друга слоями диэлектрика или полупроводника с большой шириной запрещенной зоны. Коррелированные массивы квантовых точек сегодня являются наиболее перспективными кандидатами для создания устройств квантовой логики и квантовых компьютеров, а благодаря эффективной эмиссии и высокому квантовому выходу – высокоэффективных устройств отображения информации, источников излучения в видимой области, солнечных батарей или флуоресцентных меток [1].

В работе предлагается подход к созданию полупроводниковых наноструктур методом термического испарения материала на матрицы пористого оксида алюминия, получаемого методом двухстадийного анодного окисления в растворяющих электролитах [2]. Подбор условий окисления позволяет в широких пределах варьировать диаметр (от 5 до 200 нм) и длину пор (от 0,2 мкм до 200 мкм).

Были получены наноструктуры германия с различными диаметром и длиной нанонитей, в зависимости от диаметра пор и толщины матрицы пористого оксида алюминия. Проведены микроскопические и АСМ исследования полученных структур, получены EXAFS спектры, из которых были рассчитаны средние длины химических связей, координационные числа, среднеквадратичные отклонения атомов. Проведено сравнение с данными для сплошных пленок германия.

Работа проводилась в рамках Проектов Программ фундаментальных исследований Президиума РАН по направлению № 27.

1. http://www.nanotech-now.com/news.cgi?story_id=09621.
2. Yuan J.H., He F.Y., Sun D.C., Xia X.H. A simple method for preparation of through-hole porous anodic alumina membrane // Chem. Mater. 2004. 16, № 10, с. 1841–1844.

ИЗУЧЕНИЕ ЛОКАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ НАНЕСЕННЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПАЛЛАДИЕВЫХ И ПЛАТИНОВЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ

**Кривенцов В.В., Бекк И.Э., Иванов Д.П., Якимчук Е.П., Новгородов Б.Н.,
Зайковский В.И., Бухтияров В.И.**

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия,
e-mail: kriven@mail.ru*

Представленная работа посвящена изучению локальной структуры нанесенных наноструктурированных катализаторов $\sim 1\%Pd/\gamma-Al_2O_3$ и $\sim 1\%Pt/\gamma-Al_2O_3$ методом XAFS. Как правило, подобные катализаторы (полного окисления углеводородов и CO) содержат нанесенные на оксидный носитель наночастицы благородных металлов с узким распределением по размерам. Очевидно, что развитие методов регулирования размера и структуры активного компонента, понимание вклада этих факторов в активность и стабильность катализаторов позволит создать высокоэффективную каталитическую систему. Структурные исследования представляют ценную информацию, необходимую для достижения декларируемой цели. Нанесенные монодисперсные катализаторы были приготовлены методом пропитки носителя по влагоемкости. В качестве предшественников были использованы водные растворы олигомерных μ -гидроксо Pt(IV) комплексов либо растворы нитрата и ацетата Pd(II). Для обеспечения контроля и регулирования размеров частиц нанесенного металла варьировался состав растворов и проводилась предобработка носителя. Спектры XAFS (Pd-K, Pt-L₃ края) были записаны на EXAFS станции в СЦСИ (Новосибирск). Установлено, что в случае восстановленных $\sim 1\%Pd/\gamma-Al_2O_3$ и $\sim 1\%Pt/\gamma-Al_2O_3$ каталитических систем происходит формирование наноразмерных частиц различной морфологии и размера. При этом соотношение оксидной и металлической фаз зависит от способа приготовления и определяется размерами нанесенных частиц. Показано, что Pd катализаторы представляют собой высокодисперсные дефектные оксидные и сложные многофазные (металл-оксид) системы, а Pt катализаторы представляют собой высокодисперсные оксидные и металлические, а также сложные многофазные (металл-оксидные системы). Разработана методика достоверной оценки фазового состава данных катализаторов с учетом нано-размерных эффектов и изменения степени окисления Pt и Pd.

Данная работа выполнена при поддержке Федерального агентства по науке и инновациям (Госконтракт № 02.518.11.7128), РФФИ 08-03-01016а, РФФИ 08-03-01150а, РФФИ 09-03-01012а, РФФИ 08-03-92502-НЦНИЛа и интеграционных проектов Президиума РАН 27.12, 27.13.

КВАНТОВО-ХИМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВОДОРОДНЫХ СВЯЗЕЙ В КРИСТАЛЛАХ АЛАНИНА И β -АЛАНИНА

Дребушак И.В.¹, Колесов Б.А.¹, Козлова С.Г.^{1,2}, Болдырева Е.В.^{3,4}

¹Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, пр. ак. Лаврентьева 3, Новосибирск, 630090, dairdre@gmail.com

²Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск

³Новосибирский государственный университет, НОЦ «Молекулярный дизайн и экологически безопасные технологии», Новосибирск

⁴Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск

Кристаллы аминокислот состоят из цвиттер-ионов, связанных между собой системой водородных связей $N-H\cdots O$, которые определяют физические и химические свойства кристаллов.

В последнее время для описания межатомных взаимодействий широко используется квантовая теория атомов в молекулах (QTAIM), разработанная Р. Бэйдером и основанная на анализе распределения электронной плотности, которая может быть получена экспериментально или с помощью квантово-химических расчетов.

В данной работе электронная плотность для модельных систем была рассчитана с помощью программного комплекса ADF [1] в приближении теории функционала плотности. Базисные функции представляли собой трижды расщепленные поляризованные орбитали слэйтеровского типа без основного потенциала. Анализ электронной плотности выполнялся в программе Хaim [2].

Показано взаимное влияние водородных связей в кристаллах L-аланина и β -аланина. Проведено сравнение систем водородных связей L-аланина и β -аланина.

Работа выполнена при поддержке грантов CRDF (RUX0-008-NO-06/BP4M08) - Минобрнауки РФ (2.2.2.2/340), РФФИ 09-03-00451-а и РФФИ 08-03-00143-а.

Литература:

1. ADF2006.01. SCM. Theoretical Chemistry. Vrije Universiteit. Amsterdam. The Netherlands. <http://www.scm.com>.
2. Jose Carlos Ortiz and Carles Bo, Universitat Rovira i Virgili, Tarragona, Spain.

**РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ
ФОРМИРОВАНИЯ ФАЗОВОГО СОСТАВА ГИДРОКСИДОВ И
ОКСИДОВ АЛЮМИНИЯ, СИНТЕЗИРУЕМЫХ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОЙ
ТЕРМО- И ГИДРОТЕРМАЛЬНОЙ ОБРАБОТКОЙ ГРАНУЛ
ГИДРАРГИЛЛИТА**

**Егорова С.Р., Наумкина Н.И.*, Ильичёва О.М.*, Катаев А.Н.,
Лыгина Т.З.*, Ламберов А.А.****

*Казанский государственный технологический университет,
420015, г. Казань, ул. К. Маркса, 68,*

Segorova@rambler.ru

**Центральный научно-исследовательский институт геологии
нерудных полезных ископаемых, г.Казань, 420097, ул. Зинина, 4,*

atsic@geolnerud.net

***Казанский государственный университет,
420008, Казань, ул. Кремлевская, д. 18,*

Alexander.Lamberov@ksu.ru

Активный оксид алюминия широко применяется в качестве носителя для катализаторов многих процессов нефтехимии или нефтепереработки. Для процессов с кипящим или движущимся слоем катализатора часто используют микросферические алюмооксидные носители, структурно-механические свойства которых во многом определяются фазовым составом, а также и условиями переработки исходного технического гидрата глинозема (гидраргиллита). Разработанный нами способ последовательной перестройки кристаллической структуры гидраргиллита путем термической и гидротермальной обработок позволяет получать высокопрочный носитель в виде сглаженных агрегатов кристаллитов бемита. При этом в ходе переработки гидраргиллита в качестве промежуточных формируются соединения сложного состава, включающие высокодисперсные фазы гидраргиллита, кристаллического бемита и различных низкотемпературных форм оксидов алюминия (χ -Al₂O₃, γ -Al₂O₃). Количественное соотношение фаз обуславливает свойства получаемого носителя и катализатора на его основе.

Для фазовой идентификации получаемых соединений, определения их количественных соотношений и структурных характеристик использовалась порошковая рентгенография, реализованная на аппаратно-вычислительном комплексе D8 Advance – DIFRAC^{plus} (Bruker Axs, Германия).

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МОДИФИЦИРОВАННОГО ПОЛИЭТИЛЕНОВОГО ПОКРЫТИЯ

Жогова К.Б.¹, Лакеева О.А.¹, Трифонов С.А.², Соснов Е.А.²

¹*Российский Федеральный Ядерный Центр – ВНИИЭФ, 607188 г. Саров,
Нижегородская обл., ул. Мира, 37, zhogova@expd.vniief.ru*

²*Санкт-Петербургский государственный технологический институт
(технический университет), г. Санкт-Петербург*

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) широко применяется в последнее время для исследования поверхности различных материалов. Данная работа посвящена исследованию методом АСМ поверхности полиэтиленовой композиции (полиэтилен высокого давления с добавками светостабилизатора – технического углерода и антиоксиданта – фенозана), модифицированной методом молекулярного наслаивания. Суть метода заключается в реализации в условиях максимального удаления от равновесия химических реакций на поверхности твердого тела между подводимыми извне реагентами и функциональными группами подложки. Получены покрытия с фосфор-, титан-, кремний-, бор-, ванадий-содержащими наноструктурами.

Согласно результатам АСМ-исследований, поверхность исходной полиэтиленовой композиции неоднородна, на ней наблюдается присутствие двух фаз: наряду с полимерной составляющей в поверхностном слое проявляются неравномерно распределенные частицы углеродного наполнителя, адгезионные характеристики которых отличаются от свойств окружающего их полимера. При модификации морфология поверхности практически не меняется, но значительно изменяются адгезионные свойства. При синтезе на поверхности твердофазной матрицы титан- и кремний-содержащих группировок происходит формирование равномерного покрытия. Для фосфор-, бор-, ванадий-модифицированной композиции на поверхности выявлены модифицированных участки и области, не содержащие привитые элементсодержащие группы, что связано с различной активностью углеродного наполнителя и полимерной матрицы в реакциях химического взаимодействия с этими реагентами.

Структура поверхностного слоя в значительной мере определяет эксплуатационные характеристики полимера. Установлено, что введение в поверхностный слой полимерного композита титан- и кремнийсодержащих наноструктур приводит к снижению влагопроницаемости на 40% по сравнению с исходным покрытием.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК РАЗЛИЧНЫХ СОСТАВОВ ОРТОСИЛИКАТА-ОРТОФОСФАТА ЛИТИЯ

Жогова К.Б., Орликова Е.Г., Золотухина Н.Л., Усенко С.И., Садчикова Л.М., Гожева О.Н., Карельская Т.В., Чудинова Н.Н., Егорушина Н.И., Лисовенко Н.А.

*Российский Федеральный Ядерный Центр - ВНИИЭФ
607188 г. Саров, Нижегородская обл., ул. Мира, 37, zhogova@expd.vniief.ru*

Энергообеспечение военной и космической техники осуществляется резервными химическими источниками тока (ХИТ). В качестве электролитов в резервных ХИТ используют, в частности, твёрдые электролиты с литий-катионной проводимостью – материалы на основе функциональных неорганических соединений лития.

В данной работе представлены результаты применения методов химического и физико-химического анализа для исследования различных составов ортосиликата-ортофосфата лития.

Ортосиликат-ортофосфат лития состава $n\text{Li}_4\text{SiO}_4 \cdot m\text{Li}_3\text{PO}_4$, где $n:m$ – от 0,1:0,9 до 0,9:0,1, синтезирован методом твердофазного синтеза. Состав и структура синтезированных соединений исследованы методами количественного химического и атомно-абсорбционного элементного анализа, рентгеновского фазового анализа и методом ИК-спектроскопии.

Установлено, что элементный состав синтезированных соединений соответствует формульному составу, определенному по закладке исходных компонентов. Синтезированные соединения представляют собой твердые растворы с матрицей на основе Li_4SiO_4 или $\gamma\text{-Li}_3\text{PO}_4$: соединения составов от $0,9\text{Li}_4\text{SiO}_4 \cdot 0,1\text{Li}_3\text{PO}_4$ до $0,7\text{Li}_4\text{SiO}_4 \cdot 0,3\text{Li}_3\text{PO}_4$ являются твёрдыми растворами с матрицей Li_4SiO_4 ; составы, где $n:m$ – от 0,6:0,4 до 0,4:0,6 идентифицируются как смесь твёрдых растворов на основе Li_4SiO_4 и $\gamma\text{-Li}_3\text{PO}_4$; а составы от $0,3\text{Li}_4\text{SiO}_4 \cdot 0,7\text{Li}_3\text{PO}_4$ до $0,1\text{Li}_4\text{SiO}_4 \cdot 0,9\text{Li}_3\text{PO}_4$ являются твёрдыми растворами с γ -структурой Li_3PO_4 . В ИК-спектрах соединений с изменением состава от 0,1:0,9 до 0,9:0,1 наблюдается уменьшение относительной интенсивности полос поглощения ортофосфат-аниона со сдвигом в низкочастотную область и увеличение относительной интенсивности полос поглощения ортосиликат-аниона со сдвигом в высокочастотную область. В спектрах составов происходит расщепление полос поглощения связи Si–O и появление полосы поглощения связи Si–O–P.

ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА, МОРФОЛОГИЯ И ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕДИ, ПОЛУЧЕННЫХ В ВУФ-СТИМУЛИРОВАННОМ МОСVD ПРОЦЕССЕ

Игуменов И.К., Кучумов Б.М., Корецкая Т.П., Трубин С.В., Кручинин В.Н.*, Рыхлицкий С.В.*, Швец В.А.*, Калинин А.В.**

*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
Новосибирск, пр-т Лаврентьева, 3*

**Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН, Новосибирск*

***Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск*

Осаждение тонких металлических слоев на поверхности с нано- и микрорельефом при достаточно низких температурах (≤ 100 °С) представляет непростую задачу для современной электроники и технологии печатных плат. В настоящее время для их получения часто используется парофазное осаждение из летучих металлоорганических прекурсоров (МОСVD), как один из наиболее подходящих процессов. В данной работе для получения пленок металлической меди на поверхности Si(100) в качестве прекурсора использовалось соединение $\text{Cu}(\text{hfac})_2$, осаждение проводилось в потоке аргона и водорода при значениях температуры подложки 150-350 °С с применением ВУФ-стимуляции процесса синтеза эксимерной криптоновой лампой ($\lambda = 116$ нм).

Исследование, проведенное с помощью сканирующего электронного микроскопа, показало, что пленки меди имеют зернистую структуру с размерами зерен в зависимости от условий синтеза от 5-10 до 40-50 нм. Изучение химического состава пленок методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии показало, что на поверхности образца (после бомбардировки ионами аргона в течение 5 мин.) помимо металлической меди присутствуют оксиды меди Cu_2O и CuO . Это следует из положения и формы пиков линий $\text{Cu } 2p$ (932,5 эВ) и Оже $L_3M_{45}M_{45}$ (335 эВ) в спектре РФЭС. Анализ показал, что суммарное количество оксидов на поверхности медной пленки не превышает ~15 ат.%. Исследование оптических свойств пленок меди с помощью спектральной эллипсометрии и спектрофотометрии показало, что они сильно зависят от размера зерен. На образцах с малым размером зерен (~15 нм) в спектрах поглощения наблюдается появление резонансного плазмонного пика вблизи длины волны ~700 нм. Дисперсионная зависимость $N(\lambda) = n(\lambda) - ik(\lambda)$ для пленок в этом случае хорошо описывается с помощью осцилляторной дисперсионной модели Друде. Со значительным увеличением размера зерен до 100-200 нм зависимость $N(\lambda)$ становится близкой к таковой для массивной меди.

ИССЛЕДОВАНИЕ КРИСТАЛЛОХИМИЧЕСКИХ ОСОБЕННОСТЕЙ ТОНКОДИСПЕРСНОГО ПРИРОДНОГО ДИОКСИДА КРЕМНИЯ

Ильичёва О.М., Наумкина Н.И., Романова Т.А., Лыгина Т.З.

Центральный научно-исследовательский институт геологии нерудных полезных ископаемых, г. Казань, 420097, ул. Зинина, 4, atsic@geolnerud.net

Диоксид кремния (кремнезем) имеет широкое применение в производстве стекла, керамики, абразивов, резин, огнеупоров, бетонных изделий и др. Это обусловлено разнообразием его физических, химических и технологических свойств, связанных с кристаллохимическими особенностями. Существовая в разнообразных полиморфных модификациях – от кристаллических (кварц, тридимит) до квазикристаллических (α -кristобалит) или аморфных агрегатов (опал, обсидиан) (см. рис.1), свободный кремнезем является самым распространенным в земной коре. Примером могут служить осадочные кремнистые породы, сложенные преимущественно опал-кristобалит-тридимитовой фазой, своеобразие и специфика строения которой определяется общим количеством, соотношением и порядком чередования кристобалитовых и тридимитовых фрагментов структуры, степенью раскристаллизации.



Рис.1. Разнообразие минеральных форм кремнезема

Многоуровневые исследования природных образцов тонкодисперсного диоксида кремния показали, что устойчивость к воздействию агрессивных факторов или метастабильность, растворимость, удельная плотность и сорбционные свойства зависят от элементного состава, минеральной формы, степени структурного совершенства и наличия изоморфных примесей, что закономерно предопределяет области применения. Тонкодисперсное или скрытокристаллическое состояние таких объектов не позволяет использовать монокристалльные метод определения структурных характеристик, однако развитие математического аппарата рентгенографического анализа методом порошка дало возможность не только рассчитать структурные данные, но и определить количественные соотношения полиморфных модификаций.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЙЯНИЯ

Исмагилов З.Р.¹, Подъячева О.Ю.¹, Керженцев М.А.¹, Чесалов Ю.А.¹,
Володин В.А.^{2,3}, Барнаков Ч.Н.⁴

¹Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090, Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 5, zri@catalysis.ru

²Институт физики полупроводников СО РАН,
Новосибирск, 630090, пр. Ак. Лаврентьева, 13

³Новосибирский государственный университет,
Новосибирск, 630090, ул. Пирогова, 2

⁴Институт угля и углехимии СО РАН, 650610, Кемерово, ул. Рукавишниковая, 21

Допирование углеродных наноматериалов атомами азота открывает возможность целенаправленного регулирования их функциональных электрофизических и адсорбционных свойств. Одним из широко применяемых информативных методов исследования таких материалов является спектроскопия комбинационного рассеяния света (КР). Данная работа посвящена исследованию структуры двух типов материалов: углеродных нановолокон (УНВ) с различным содержанием N (0-8,2%) [1] и аморфных углеродных материалов (АУМ) [1, 2] с содержанием N: 0-21,4% методом КР.

В спектрах КР образцов наблюдаются две основные полосы: 1520–1600 см⁻¹ (G линия), соответствующая разрешенным колебаниям E_{2g} решетки графита и 1288–1370 см⁻¹ (D линия), отвечающая колебательной моде A_{1g}, запрещенной правилами отбора для идеального графита и проявляющаяся при наличии дефектов в структуре. Анализ положения линий, их интенсивностей и полуширин позволила определить изменение структурных характеристик углеродного материала в зависимости от содержания азота. С повышением содержания N наблюдается монотонное увеличение частоты колебания, соответствующего D линии, указывающее на увеличение дефектности. В образцах АУМ с высоким содержанием азота (16,7-21,4%) наблюдается также значительный сдвиг (на 75 см⁻¹) полосы G в длинноволновую область, что связано с высокой степенью замещения атомов углерода атомами азота в графитовых слоях, приводящей к изменению их структуры и физико-химических и функциональных свойств материалов.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта Президиума РАН 27.58 и Интеграционных проектов СО РАН № 73 и 88.

1. A.E. Shalagina, Z.R. Ismagilov, O.Yu. Podyacheva et al. Carbon 45 (2007) 1808.
2. З.Р. Исмагилов, А.Е. Шалагина, О.Ю. Подъячева и др. Кинетика и катализ 48, №4(2007) 1.

ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОСКОПИЯ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ДИНАМИКИ ОБРАЗОВАНИЯ ФТОРИРОВАННЫХ ПОЛИИМИДОВ

Карпова Е.В., Шундрин И.К., Ваганова Т.А.,
Кусов С.З., Родионов В.И., Малыхин Е.В.

*Новосибирский институт органической химии им. Н.Н.Ворожцова СО РАН,
Новосибирск, пр. акад. Лаврентьева, 9, karpovae@nioch.nsc.ru*

Методом ИК-Фурье спектроскопии изучена динамика поликонденсации 2,6- и 2,7-диаминогексафторнафталинов с 4,4'-(1,1,1,3,3,3-гексафторизопропилиден) дифталевым ангидридом. Преполимеры синтезировали в растворе при 80 °С, цепь полимера наращивали в твердой фазе при 120-300 °С. Для преполимеров и полиимидных пленок регистрировали спектры однократного НРВО (на кристалле ZnSe). В спектрах объектов в области 1900–1600 см⁻¹ присутствуют полосы поглощения 1857 и 1786 см⁻¹ (валентные симметричные и асимметричные колебания С=О-связей концевых ангидридных групп), 1794 и 1747 см⁻¹ (валентные симметричные и асимметричные колебания С=О-связей имидных циклов), 1725 см⁻¹ (валентные колебания С=О-связей концевых карбоксильных групп дикислоты), а также полосы орто-карбоксиамидных групп – 1685 см⁻¹ (валентные колебания С=О-связей карбоксильных групп), 1657 см⁻¹ (полоса амид I) и 1630 см⁻¹ (полоса амид II). Имидный цикл характеризуется также полосами 1415, 1347 и 943 см⁻¹ (колебания связей С–С и С–N).

Оценку относительного содержания имидных, ангидридных и аминных групп полиимидных пленок проводили по спектрам, нормализованным к поглощению CF₃-групп (1142 см⁻¹). Содержание имидных фрагментов определяли по полосам 1742, 1415 и 943 см⁻¹, ангидридных концевых групп – по полосе 1785 см⁻¹, убыль орто-карбоксиамидных групп – по полосам амид I и II и 1685 см⁻¹.

Сопоставлением данных ИК-спектров модельных N-пентафторфенил- и N-гептафтор-нафтилтетрафторфталимидов и расчетов, выполненных с использованием программа PRIRODA, отнесены полосы поглощения имидного цикла в перфторированных соединениях. Установлено, что совокупный эффект атомов фтора обоих ароматических фрагментов практически не изменяет положение полос поглощения колебаний С–С-связей имидных циклов ~1415 и 940 см⁻¹, но смещает частоту колебаний С–N-связи к 1348 см⁻¹ (полоса относительно 1370 см⁻¹ в N-фенилфталимиде).

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЫДЕЛЕНИЯ ЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ В ПРОЦЕССЕ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ ЭПОКСИДНЫХ СМОЛ

Колчина Е.В., Латкина Т.В.

ОАО «Уральский электрохимический комбинат» ЦЗЛ,
624130, Свердловская обл., г. Новоуральск, ул. Дзержинского, 2;
E-mail: czl@ueip.ru

Полимерные материалы на основе эпоксидных смол широко применяются в промышленности. При использовании для изготовления газовых центрифуг к эпоксидным компаундам предъявляют ряд требований, в том числе отсутствие выделения газообразных веществ в процессе эксплуатации.

Методами ИК-спектроскопии и хромато-масс-спектрометрии изучены продукты, выделяющиеся при отверждении эпоксидных диановых смол аминными отвердителями.

Этими методами был изучен состав образующихся летучих соединений при полимеризации эпоксидной смолы ЭД-16 триэтаноломином, а также состав выделяющихся летучих веществ из эпоксидной смолы и триэтаноломина.

В результате было установлено, что в процессе отверждения эпоксидных диановых смол триэтаноломином образуется этиленоксид. При этом выделения этиленоксида из отдельных компонентов (эпоксидной смолы и триэтаноломина) не обнаружено. Это говорит о том, что образование этиленоксида происходит в результате взаимодействия эпоксидной смолы и триэтаноломина.

Методом элементного анализа было определено содержание азота в эпоксидном компаунде до и после экстракции несвязанного азота ацетоном. Результаты анализа подтвердили, что часть триэтаноломина в процессе полимеризации химически связывается с эпоксидной смолой.

Методом ИК-спектроскопии было изучено влияние природы отвердителя и эпоксидной смолы на образование этиленоксида. Была установлена следующая закономерность: выделение этиленоксида происходит только при взаимодействии эпоксидной смолы с этаноломинами, образование этиленоксида не зависит от природы отверждающейся смолы.

На основании полученных экспериментальных данных и анализа литературы были предложены возможные механизмы протекания реакции взаимодействия эпоксидной смолы и триэтаноломина.

Методом ИК-спектроскопии изучена кинетика выделения этиленоксида в процессе отверждения эпоксидной смолы ЭД-16 триэтаноломином. В результате определено, что время установления равновесия в системе «этиленоксид-компаунд» при температуре 80°C составляет 4 – 5 часов.

МОДИФИКАЦИЯ ОРГАНИЧЕСКИМИ СОЕДИНЕНИЯМИ ПОВЕРХНОСТЕЙ ТОКОПРОВОДЯЩИХ МАТЕРИАЛОВ (ЭЛЕКТРОДОВ)

Лейтес Е.А., Афанасьева А.С.

*Алтайский государственный университет,
г. Барнаул, ул. Ленина 61, e-mail: leites-elena@yandex.ru*

Изменение свойств токопроводящих материалов посредством модификации поверхности органическими веществами изучалось методом катодной вольтамперометрии. Модификация поверхности электрода проводилась простейшим методом: в ячейку, содержащую наряду с вспомогательным электродом (хлоридсеребряным) индикаторный электрод (углеродистый, серебряный), вводили органические вещества (этилендиаминтетраацетат натрия (ЭДТА), антипирин, ацетон), адсорбирующиеся на поверхности индикаторного электрода. Происходящие при этом изменения позволяли зарегистрировать аналитические сигналы каких-либо определяемых веществ (ртути, серебра) в несколько раз выше, нежели без введения модифицирующей поверхность добавок. Все это, в итоге, при нахождении оптимальных условий определения, позволяло разработать методики катодного вольтамперометрического определения элементов с повышением чувствительности на один-два порядка. Например, одна из методик для определения ртути состояла в следующем. В раствор, содержащий ртуть (II), добавляли ацетон. Аналитический сигнал ацетона при условиях: фон – буфер с рН 1,81, $E_{нач.разв.} = 0.6V$, $V=100mB/c$ отсутствует. Замечено, что в присутствии ацетона аналитический сигнал ртути (II) значительно увеличивается. Аналогичные данные получены и при введении в раствор ртути(II) антипирина, ЭДТА. Максимум тока при оценке оптимальной добавки ацетона соответствовал концентрации 11,6 г/л и при дальнейшем ее увеличении практически не изменялся. Оптимальной добавкой для антипирина оказалась концентрация 1,5 мг/л, при которой минимально определяемая концентрация ртути (II) с 1,6 мг/л уменьшается до 0,08 мкг/л. В качестве вещества снижающего нижнюю границу определяемых содержаний ртути предпочтительнее оказался антипирин. Возможно, это связано с тем, что помимо «сродства» к электроду у антипирина оптимальное «сродство» еще и к определяемому элементу – ртути (образуется комплексное соединение). Таким образом, модифицируя поверхность токопроводящего материала, в данном случае электрода, можно значительно улучшить результаты его практического применения.

ОСОБЕННОСТИ ПАТЕНТОВАНИЯ СРЕДСТВ ДИАГНОСТИКИ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Линник Л.Н.

*Патентный поверенный, рег. №305 в Госреестре, Москва,
доктор гражданского права ЕАЕН, профессор, академик РАЕН и МААНОИ.
lev.linnik@mail.ru*

Получение патентов на изобретения является существенным доказательством оригинальности, значимости и потенциальной коммерческой эффективности созданных новых средств диагностики состава и структуры функциональных материалов. Патентование данных объектов часто затруднено рядом их специфических особенностей, обусловленных, в частности, как многоплановым разнообразием используемых средств диагностики, так и существенным несовпадением физических, химических и функциональных свойств одних и тех же материалов при их изготовлении и использовании в макро-, микро- или нано-виде. Кроме того нередко в разработку средств диагностики вносят свою специфику также особенности препарирования или подготовки необходимых для исследований образцов материалов. Практика патентования показывает целесообразность учета создателями новаций более чем полувекового опыта докладчика, инженера-физика, автора около ста изобретений, а также патентного эксперта и патентоведа с большим стажем в этой области.

Упомянутая практика эффективна не только для наиболее полноценного отражения в патенте созданного изобретения, но и для целей формирования над ним дополнительных объемов патентно-правовой охраны, охватывающей все возможные его варианты, модификации и перспективные усовершенствования, а также перекрытия обходных путей и «лазеек» для недобросовестных конкурентов. Совокупность наиболее креативных методов и приемов из этой практики ряд специалистов называет высокими патентными технологиями (далее ВПТ), которые позволяют по мнемонической аналогии: если изобретение считать «алмазом интеллекта», то использование ВПТ, путем полировки его граней в виде существенных признаков и создания дополнительной высококачественной «патентной огранки», позволяет в итоге получить «бриллиант патента». Заинтересованные специалисты могут получить полезную информацию как из полного текста доклада, так и ознакомившись с рубрикой «Рекомендуемые статьи» сайта www.linnik-patent.com.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ВЕЩЕСТВА

Пальчик Н.А., Мороз Т.Н., Григорьева Т.Н.

*Институт геологии и минералогии СО РАН, Новосибирск, пр-т Коптюга, 3,
nadezhda@uiggm.nsc.ru*

Изучение реального кристалла (состава, структуры, свойств и т.д.) проводится набором инструментальных средств – дифракционных, спектроскопических, химических методов анализа и теоретических – моделирование кристаллических структур с использованием различных методологических подходов. Более полную информацию о распределении катионов по объему на атомно-молекулярном уровне позволяют получить спектроскопические методы, в том числе инфракрасной, оптической, люминесцентной, гамма-резонансной спектроскопии (ЯГР), ядерно-магнитного и электронно-парамагнитного резонанса (ЯМР и ЭПР) и др.

Методы сканирующей электронной микроскопии и микрозондового анализа позволяют выявить текстурно-структурные особенности кристаллических веществ, которые являются одним из важнейших показателей, способствующих пониманию механизма, условий, а также скорости, непрерывности и асимметрии роста кристаллитов. С помощью этих методов в донных осадках Охотского моря удалось обнаружить рентгеноаморфное вещество бактериальной природы по составу идентичное нотрониту. Эта сформированная Fe-Si ассоциация является естественным предшественником кристаллизации нотронита – минерала группы смектита.

Глинистая компонента слагает от 35% до 50% валового состава проб различных по геологическому строению донных отложений Охотского моря и представлена смешанослойными иллит-смектитами, слюдами, хлоритами и каолинитом. Кристаллохимические характеристики и количественные соотношения глинистых минералов выявлены путем компьютерного моделирования рентгеновских дифракционных профилей.

Исследование Fe-Mn образцов из осадков Охотского моря показало, что анализируемые корки характеризуются различными морфологическими формами, свидетельствующими о сложности и разнообразии процессов при их образовании. Из бернессита и бузерита в разных соотношениях состоят в основном и исследуемые марганцевые минералы Охотского моря.

Работа выполняется при поддержке РФФИ, проект № 09-05-00648а.

ЯМР-ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОДУКТОВ РЕАКЦИИ АДАМАНТИЛИРОВАНИЯ 1,7-ДИГИДРОКСИНАФТАЛИНА

Петерсон И.В.¹, Соколенко В.А.¹, Свирская Н.М.¹, Рубайло А.И.¹⁻²

¹Институт химии и химической технологии СО РАН,

660049, Красноярск, ул. Карла Маркса, 42, defender200385@mail.ru

²Сибирский Федеральный Университет, 660041, Красноярск, пр. Свободный, 79

Адамантан и его производные обладают широким спектром фармакологической активности, и используется в производстве медицинских препаратов. Кроме того он применяется для получения полимерных материалов, синтетических смазочных масел [1]. 1,7-дигидроксинафталин используется как краскообразующий компонент, а также компонент цветных фотоматериалов [2-3].

Нами впервые изучено алкилирование адамантанолом-1 1,7-дигидроксинафталина с целью получения адамантилзамещенных производных, которые могут обладать фармакологической активностью [4].

В результате нами получены новые соединения 3-(1-адамантил)-1,7-дигидроксинафталин (I) и 3,6-ди(1-адамантил)-1,7-дигидроксинафталин (II). Продукты реакции исследовались методом ¹H ЯМР спектроскопии.

В ПМР спектрах соединений I и II имеются сигналы протонов адамантильных заместителей (15H для I и 30H для II) в области 1,78-2,50 м.д. и сигналы ароматических протонов 6,78-7,32 м.д.

Таблица 1. ¹H ЯМР данные соединений I и II

	Адамантан (δ, м.д.)			Ароматические протоны (δ, м.д.)						ОН (δ, м.д.)		КССВ, Гц.		
	3H H _γ	6H H _δ	6H H _β	H ₂	H ₃	H ₄	H ₅	H ₆	H ₈	1	7	³ J H ₂ -H ₄	³ J H ₅ -H ₆	³ J H ₆ -H ₈
I	1,74	1,89	2,08	6,89	-	7,12	6,33	7,02	7,32	9,59	9,45	1,6	8,8	2,4
II	1,75	1,88	2,15	6,78	-	7,07	7,43	-	7,26	9,57	9,43	1,8	-	-

Список литературы:

1. Морозов И.С., Петров В.И. Фармакология адамантанов. Волгоград, **2001**.
2. Пат. РФ № 2172161, **2001**.
3. Доналдсон Н. Химия и технология соединений нафталинового ряда. М.: Химия, **1963**.
4. Степаков А.В., Молчанов А.П., Костиков Р.Р. ЖОрХ. **2007**, 43 (4), с. 540-544.

**ТОПОЛОГО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СЕРУ-
И СЕЛЕНСОДЕРЖАЩИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЛЮМИНОФОРОВ****Сайфутдинов Б.Р., Курбатова С.В., Юдашкин А.В.****Самарский государственный университет, Самара, 443011 ул. Акад. Павлова, 1,
E-mail: curbatsv@ssu.samara.ru***Самарский государственный технический университет, Самара*

Проблема поиска универсальных параметров, позволяющих проводить оценку величин удерживания новых органических соединений, остается одной из актуальных задач хроматографической идентификации. Одним из перспективных подходов к решению данной проблемы является применение топологических индексов в качестве дескрипторов молекулярной структуры. В литературе имеются данные об использовании топологических индексов для расчета газохроматографических индексов удерживания [1,2], однако в высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) ситуация осложняется по сравнению с газохроматографической идентификацией дополнительным влиянием на сорбционные процессы в хроматографической системе межмолекулярных взаимодействий в объемном растворе элюента.

В докладе обсуждаются перспективы применения различных топологических индексов (Винера, Хосойя, центрального индекса Балабана, индекса молекулярной связности Рандича) [3] для оценки хроматографических параметров и термодинамических характеристик сорбции (констант Генри адсорбции, стандартных молярных энтальпий и энтропий сорбции и др.) нового класса органических люминофоров на основе тиенил-, селенофенил-, ди(2,2'-тиенил)- и ди(2,2'-селенофенил)-замещенных 1,3,4-оксадиазолов и 1,2,4,5-тетразинов. Рассмотрены критерии выбора оптимальных топологических индексов для математического кодирования типа гетероатома в изученных гетероциклах и получения линейных корреляционных уравнений «структура – хроматографическое удерживание».

Литература:

1. Курбатова С.В., Яшкин С.Н. // Журн. структур. химии. – 2000. – **41**, № 4. – С. 805.
2. Зенкевич И.Г., Мариничев А.Н. // Журн. структур. химии. – 2001. – **42**, № 5. – С. 893.
3. Станкевич М.И., Станкевич И.В., Зефирова Н.С. // Успехи химии. – 1988. – **57**, № 3. – С. 337.

АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ УСТРОЙСТВ НА ОСНОВЕ ОКСИДОВ

Стрекаловский В.Н., Курумчин Э.Х., Опарина Н.Л.

*Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН,
г. Екатеринбург, 620219, ул. С. Ковалевской, 22, V.strekalovsky@ihte.uran.ru*

В качестве основы высокотемпературных электрохимических устройств, используемых для создания сенсоров, топливных элементов, электролизеров, конвертеров, мембран и т.д., широкое распространение получили твердые растворы на основе оксидов. В связи с этим требуется повседневный контроль, как исходных веществ, так и материалов устройств на различных этапах их использования. Приходится решать комплекс задач, включающих определение элементного и фазового состава, изучение реальной структуры. Создаваемые устройства функционируют в разных газовых средах при температурах до 1000 °С, что требует проведения *in situ* исследований (в том числе с учетом формы и размеров частиц твердых фаз). В ЦКП «Состав вещества» ИВТЭ УрО РАН (Аттестат аккредитации №РОСС RU 0001.515512) для решения указанных задач используются следующие методы и оборудование:

- плазменно-эмиссионная спектроскопия (OPTIMA 4300 DV) для анализа как растворов, так и непосредственно твердых веществ с лазерным испарителем Solis 500;
- рентгенодифракционный метод (D/MAX-2000U/PC) – для исследования дальнего порядка, фазового анализа до 1500С в различных газовых средах;
- спектроскопия комбинационного рассеяния света (RENISHAW U1000) – для исследования ближнего порядка, фазового и молекулярного анализа, микроанализа при температурах до 1000 °С;
- сканирующая электронная микроскопия (JEOL 5900LV) с энергодисперсионным и волновым спектрометрами (INCA, Oxford) для изучения морфологии частиц, пор и микроанализа;
- масс-спектрометрия газовых составляющих (AGILENT 5973 N);
- определение удельной поверхности методом БЭТ (SORBI N4).

Исследуются не только исходные вещества, но и конкретные материалы анодов, катодов, электролитов высокотемпературных устройств, в том числе, непосредственно потенциометрических датчиков.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ЛАЗЕРНОЙ ДИФРАКЦИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМЕРОВ ЧАСТИЦ В ПОРОШКАХ

Стрекаловский В.Н.¹, Поротникова Н.М.¹,
Таусенев Д.С.², Лёммле В.², Хюбнер Т.²

¹*Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН,
г. Екатеринбург, 620219, ул. С. Ковалевской 22, Vstrek@ihte.uran.ru*

²*SYMPATEC GmbH, Germany, D-38678, Clausthal-Zellerfeld, Am Pulverhaus1,
DTausenev@mail.ru*

Существует множество методов определения размеров частиц – прямые микроскопические, рентгенографические, через определение удельной поверхности, лазерной дифракции и др. Каждый из них обладает определенной направленностью, имеет свои достоинства и недостатки. Для разработки новых технологий интересно и сопоставление получаемых результатов. Одна из таких работ выполнена недавно [1].

В нашем сообщении приведены результаты измерения размера частиц и их распределения порошков оксида никеля, цирконий – скандиевого и цирконий – скандий – иттриевого электролитов, лантан-стронциевого манганита, обожженных смесей оксидов иттрия и неодима, YSZ с добавкой оксида неодима, титаната гадолиния и водного оксида церия.

Измерения проведены на лазерном дифракционном анализаторе размеров частиц HBF-MAGIC с модулем диспергирования порошков RODOS/M фирмы SYMPATEK GmbH с программным обеспечением WINDOX 5. В ряде случаев данные сопоставлены с результатами, полученными методами сканирующей электронной микроскопии (JEOL 5900 LV), рентгеновской дифракции (D/MAX 2200 PC) и определения удельной поверхности (SORBI N4.1).

Для того чтобы получить истинное распределение по размерам частиц в использованном методе необходимо обеспечить правильное диспергирование образца. Очень важно разделение до анализа возможных конгломератов. Для дозирования сухого вещества важным параметром является его масса, которая должна быть неизменной во время всего анализа. Для анализа достаточно нескольких граммов вещества. При пробоподготовке важно, чтобы объем выборки исследуемого вещества был представительным.

1. Столина А.Е., Пименова И.В. Гранулометрический анализ порошка кремния // Зав. лаб. Диагностика материалов. 2009, т.75, №2, с. 31-34.

НОВЫЙ СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНОЙ АКТИВНОСТИ

Титов А.О., Титов О.П., Титов М.О.

*Восточно – Сибирский Государственный технологический университет
670013, Улан – Удэ, ул. Ключевская, 42, fibrilla45@mail.ru*

Поверхностно – активные вещества способны перемещать жидкость, освобождая при этом поверхность, на которой жидкость находилась, действуя как мощный нано двигатель. Техническое использование этого эффекта позволило разработать новый метод оценки свойств поверхностно – активных веществ и свойств различных поверхностей [1].

Способ заключается в фиксировании видеокамерами изменений, происходящих при взаимодействии капли раствора ПАВ с поверхностью жидкости и размера капли, с последующей покадровой обработкой (измерений и расчётов) полученного видеофильма с помощью компьютерных технологий.

В опытах в качестве изучаемой поверхности использовалась бумага на поверхность, которой наносили ограничительную фигуру – кольцо или квадрат с известными внутренними размерами, в центральную часть ограничительной фигуры наливали жидкость (вода) в количестве необходимом для создания слоя заданной толщины. В центр кольца помещали каплю раствора ПАВ и одновременно фиксировали с помощью видеокамер диаметр капли и изменения, которые происходили на поверхности. Затем на покадровых развёртках выбирали кадры, отображающие протекание процесса перемещения жидкости и проводили необходимые измерения с учётом масштаба.

Проведенные исследования способа показали, что количество перемещенной жидкости может составить сотни тысяч кг жидкости на один кг ПАВ, а взаимодействием ПАВ с поверхностью можно оценить её свойства.

Использованный в работе способ определения перемещающей способности ПАВ может быть использован для оценки мощности нанодвигателей, работа которых основана на изменении гидрофильности или гидрофобности их поверхности и для характеристики свойств поверхностно – активных веществ и поверхностей различной химической природы.

Литература:

1. Заявка на получение патента № 2007111434/28(012425) Способ определения количества жидкости, перемещаемой поверхностно активным веществом. Получено положительное решение.

ОЖЕ-СПЕКТРОМЕТРИЯ СУБМИКРОННЫХ ПОРОШКОВ ДИБОРИДА ЦИРКОНИЯ

Хасанов О.Л., Шулепов И.А.*, Полисадова В.В., Качаев А.А., Бикбаева З.Г.

Томский политехнический университет,

г. Томск, пр. Ленина, 30, kachaev@tpu.ru

**Научно-исследовательский институт ядерной физики*

Томского политехнического университета, г. Томск

Изготовление плотных объёмных изделий из порошков диборида циркония ZrB_2 керамическими способами представляет серьёзную задачу и требует знания химического состава и определённой дисперсности исходных порошков. Например, известно, что примесь углерода отрицательно влияет на процессы спекания.

Целью работы было исследование содержания лёгких элементов (углерода, азота, кислорода) в порошках ZrB_2 различной дисперсности, синтезированных на Сибирском химическом комбинате (г. Северск).

Исследования проводились методом электронной Оже-спектроскопии, позволяющем определять содержание лёгких элементов. Качественный и количественный анализ концентрации элементов был проведён на Оже-спектрометре «Шхуна-2». Определены профили концентраций углерода, кислорода, азота, а также циркония, бора, железа по глубине до 200–400 нм образцов исходных и диспергированных в планетарных мельницах-активаторах типа АГО. Концентрации элементов определены после распыления приповерхностного слоя на глубину 300-400 нм ионами Ar^+ . Поскольку концентрация железа в диспергированных образцах была на пределе чувствительности метода Оже-спектроскопии, для уточнения изменения концентрации железа в диспергированных образцах исследованы оптические спектры, полученные на спектроаналитическом комплексе ДФС-458.

Атомно-эмиссионный анализ показал в диспергированных образцах незначительное увеличение (0,2% атомных) содержания примеси железа по сравнению с исходными образцами. По данным Оже-спектроскопии в диспергированных образцах концентрация углерода незначительно повышается, а содержание его находится на уровне 5% атомных. Концентрации других исследованных элементов остаются постоянными.

НОВАЯ МЕТОДИКА ОБРАБОТКИ СПЕКТРОВ EXAFS**Шарков М.Д., Погребицкий К.Ю., Бойко М.Е., Конников С.Г.***Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе, Санкт-Петербург*

Ключевыми моментами при анализе спектра EXAFS являются определение осциллирующей составляющей спектра, энергии порога фотоионизации и диапазона Фурье-преобразования EXAFS. Эти параметры существенно влияют на вид Фурье-образа осцилляций EXAFS, который является одним из источников сведений об атомной структуре образца. Как правило, определяемые положения пиков соответствуют межатомным расстояниям в веществе в пределах интервала погрешности порядка десяти процентов. Предложен следующий подход к обработке спектров EXAFS. Способ выделения осциллирующего компонента EXAFS основан на вариационном принципе, т.е. предполагает, что искомая осциллирующая функция минимизирует функционал, определяемый из физических соображений. Проведен анализ зависимости Фурье-образа осцилляций EXAFS от границ Фурье-окна. Этот анализ показывает, что к наиболее корректным результатам приводит использование диапазонов Фурье-обработки EXAFS протяженности 400 – 600 эВ, которые значительно короче, чем обычно рекомендуемый диапазон до 1000 эВ. Предлагаемая система методик анализа EXAFS физически и математически обоснована и приводит к улучшению результатов для спектров EXAFS ряда металлов (Cr, Cu, Ag).

**НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ МОДУЛЬ
НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО КОМПЛЕКСА ФГУП ЦНИИ
КМ «ПРОМЕТЕЙ» ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОПОРОШКОВ И
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ И
ОПЕРАТИВНОГО КОНТРОЛЯ ИХ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ**

Шолкин С.Е., Юрков М.А.

ФГУП ЦНИИ КМ «Прометей», sholkin@mail.ru

В ФГУП ЦНИИ КМ «Прометей» – головной организации отрасли по конструкционным наноматериалам – создан комплекс получения наноматериалов и оперативного контроля в составе современного оборудования. Общим подходом является создание научно-исследовательских комплексов, состоящих из отдельных лабораторий и проводящих исследования и разработки по модульному принципу. Исследовательский модуль включает в себя триаду, состоящую из:

- Специального технологического оборудования;
- Диагностического оборудования для оперативного контроля наноструктуры полученных исходных наноматериалов и наносистем;
- Метрологического (измерительного) оборудования, позволяющего оперативно измерять критериальные характеристики полученных исходных материалов.

Разработаны следующие основные методики:

- контроля морфологии и состава наноструктурированных порошков и покрытий, позволяющих получать зависимости состав-структура-свойства;
- контроля магнитных и прочностных характеристик аморфных магнитных экранов в климатической камере;
- контроля эксплуатационных характеристик износостойких, вибродемпфирующих и каталитических наноструктурированных покрытий, их структуры, состава и свойств;
- размерных параметров порошковых нано- и микроматериалов;
- термогравиметрического анализа.

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕТОДОМ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ

Шугуров А.Р., Панин А.В.

*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Томск, 634021, пр. Академический, 2/4, shugurov@ispms.tsc.ru*

В последние годы метод наноиндентирования широко используется для исследования тонких пленок и покрытий. С помощью наноиндентора сегодня возможно изучение различных механических свойств твердых тел, степени адгезии, особенностей развития упругой и пластической деформации и т.д. Однако различие свойств пленки и подложки, шероховатость поверхности и микроструктура пленки, ее деформационное упрочнение в процессе наноиндентирования и др. оказывают существенное влияние на измеряемые механические характеристики. Поэтому у исследователей зачастую возникают трудности корректного анализа получаемых данных и интерпретации результатов.

В работе проведено исследование механических свойств тонких пленок на различных подложках методом наноиндентирования. Твердость пленок определяли с использованием методов Оливера-Фарра, работы индентирования, а также путем непосредственного измерения площади отпечатка индентора по изображениям, полученным с помощью сканирующей зондовой микроскопии. Показано, что применение метода Оливера-Фарра в сочетании с методикой определения истинной твердости позволяет исключить вклад подложки и однозначно определить твердость тонких пленок, как в случае «мягкой» пленки на «твердой» подложке, так и в случае «твердой» пленки на «мягкой» подложке. При этом максимальная погрешность в определении значения твердости тонких пленок, возникающая из-за влияния выдавливания («pile-up») и вдавливания («sink-in») материала пленки вокруг отпечатка индентора, не превышает 10%.

Установлено, что для корректного измерения модуля упругости тонких пленок методом Оливера-Фарра необходимо подбирать систему пленка-подложка так, чтобы они обладали одинаковыми упругими свойствами. В случае, когда пленка и подложка имеют близкие значения, как твердости, так и модуля упругости, определять модуль упругости пленок можно с использованием отношения приложенной нагрузки P к квадрату контактной жесткости S^2 . Анализ зависимостей P/S^2 от глубины проникновения индентора позволяет проследить характер развития упругой и пластической деформации в системе пленка – подложка.

ПРОБЛЕМЫ АНАЛИЗА МИКРОСТРУКТУРЫ НАНОКОМПОЗИТОВ СТРОИТЕЛЬНОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Яковлев Г.И., Фишер Х.-В.*, Керене Я.**

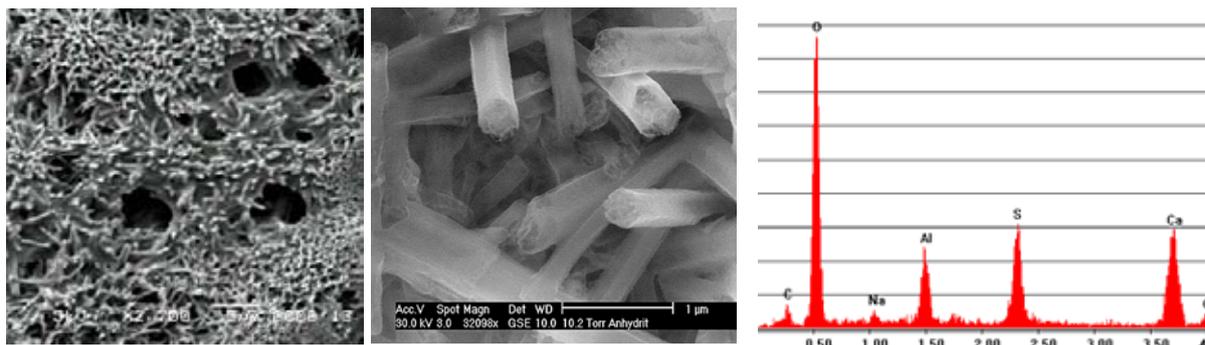
*Ижевский государственный технический университет,
Ижевск, ул. Студенческая, 7. E-mail: jakowlew@udm.net*

**Баухауз-Университет Веймар, Веймар, ФРГ*

***Вильнюсский технический университет им. Гедиминаса, Вильнюс, Литва*

Отсутствие комплекса оборудования для проведения всестороннего анализа материалов, разрабатываемых с использованием высоких технологий, требует объединения возможностей исследовательских групп в разных странах. Особенно это становится актуальным при разработке и исследованиях нанокomпозитов строительного назначения, имеющих, как правило, кристаллогидратную матрицу, требующую специальной подготовки перед анализом поверхности.

Разработка современных композиционных строительных материалов предполагает использование нанодисперсного армирования вяжущей минеральной матрицы. В качестве нанодисперсной арматуры применяются углеродные нанотрубки, имеющие размеры в диаметре в пределах 6 нм. Исследование структур с такими линейными размерами требует применения приборов высокого разрешения с использованием ESEM-технологий, так как структура таких композитов при использовании традиционных методов исследования микроструктуры с использованием микроскопов с глубоким вакуумом в камере исследований приводит к нежелательной модификации исследуемой структуры за счет термического и радиационного повреждения. В совместных исследованиях анализируются образцы композитов: с напылением золотом исследованный на растровом электронном микроскопе JSM 5600 фирмы JEOL (рис. 1а) и без покрытия (рис. 1б), для исследования которого использован растровый электронный микроскоп с автоэмиссионной электродной пушкой (прибор XL 30 ESEM-FEG фирмы Philips). Интегрированная система ESEM-FEG позволяет получать изображения с хорошим разрешением при низких энергиях электронного пучка, даже при низком вакууме, с проведением одновременно рентгеновского микроанализа (рис. 1в), что позволяет существенно повысить информативность полученных результатов и упростить их интерпретацию.



ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАДИУСОВ НАНООБЪЕКТОВ В ПОРИСТЫХ СИСТЕМАХ МЕТОДОМ УРАФ

Графутин В.И.¹, Прокопьев Е.П.^{1,2}, Тимошенко С.П.², Фунтиков Ю.В.¹

¹ФГУП ГНЦ РФ Институт теоретической и экспериментальной физики им. А.И. Алиханова (ИТЭФ), ул. Б. Черемушкинская 25, Москва, Россия

²Московский институт Государственный Институт Электронной техники (Технический университет) (МИЭТ), Зеленоград, проезд 4806, д.5, Москва, Россия, e-mail: epprokopiev@mail.ru

Нами получены на основе модели движения частицы в плоскости, ограниченной круглой цилиндрической абсолютно непроницаемой стенкой, более правильные формулы [1,2] для определения радиусов R_c цилиндрических (символ с) нанопор по ширинам компонент углового распределения аннигиляционных фотонов (УРАФ) $\theta_{1/2}$ и энергиям E_c основного состояния парапозитрония и позитрона, аннигилирующих в порах в пористом кремнии и диоксиде алюминия

$$R_c[A] = \frac{21,1}{\theta_{1/2}[mrad]}, R_c[A] = \left(\frac{61,1}{E_c(eV)} \right)^{1/2}, \quad (1)$$

где R_c и $\theta_{1/2}$ выражаются в Å и $mrad$ соответственно. Используя формулы (1), (2), можем определять радиусы свободных объемов в пористых системах и наноматериалах по измерению величин $\theta_{1/2}$ узкой компоненты методом УРАФ.

Для экспериментального значения в пористом кремнии $\theta_{1/2} = 0,8$ мрад, получили среднее значение радиуса цилиндрических пор $R_c \approx 26,4 \text{ Å} \approx 3$ нм. Их концентрация в пористом слое оказалась равной $N_c \sim 5,6 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-3}$. Приближение сферических пор [1] дает величины $R_{sp} \approx 20,75 \text{ Å} \approx 2$ нм и $N_{sp} \sim 1,3 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$.

Таким образом, по энергии в месте аннигиляции на внешних валентных электронах E_c можно также найти радиусы пор, используя только данные УРАФ. Для этого приведем выражение, связывающее энергию аннигилирующей электронно-позитронной пары с полной шириной на полувысоте [1,2]

$$R_c = (61,1/[E - E(Si)])^{1/2}, \quad (2)$$

Полученные результаты позволяют надеяться, что дальнейшие исследования дадут возможность связать параметры аннигиляционных спектров с размерами пор и их топологией.

1. Е.П. Прокопьев и др., Дефектоскопия, №10. 55 (2008).
2. З. Флюгге, Задачи по квантовой механике. Т. 1. М.: ЛКИ, 2008. 344 с.

**СТРОЕНИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА БИЯДЕРНЫХ
КОМПЛЕКСОВ Ni И Cu С ДИАЗАДИФОСФАЦИКЛООКТАНАМИ ПО
ДАНЫМ КОЛЕБАТЕЛЬНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ, КВАНТОВОЙ
ХИМИИ И ИЗМЕРЕНИЙ МАГНИТНОЙ ВОСПРИИМЧИВОСТИ**

**Зверева Е.Е., Грязнова Т.П., Филатов М.Ю.*, Кацюба С.А., Карасик А.А.,
Спиридонова Ю.С., Сияшин О.Г.**

*Институт органической и физической химии им. А.Е. Арбузова КазНЦ РАН,
420088, Казань, ул. Арбузова, 8, e-mail: katsyuba@iopc.knc.ru*

**Zernike Institute for Advanced Materials, University of Groningen, Groningen,
The Netherlands*

ИК и КР спектры комплексов переходных металлов традиционно используются для анализа их состава, а также для подтверждения комплексообразования. Роль колебательной спектроскопии значительно возрастает при исследовании комплексов Ni и Cu, присутствие в которых парамагнитных ионов металлов затрудняет применение спектроскопии ЯМР. Не имея возможности исследовать порошкообразные образцы методом монокристалльного РСА, мы применили для установления строения синтезированных соединений следующий комплексный подход:

- 1) путем измерения температурных зависимостей магнитных восприимчивостей определили спиновое состояние металлов в комплексах;
- 2) основываясь на этих данных, а также на результатах квантово-химических расчетов, построили возможные модели координации металлов в этих комплексах и предсказали колебательные частоты для каждой из них;
- 3) на основании сравнения экспериментальных и расчетных ИК и КР спектров, предложили наиболее вероятные геометрии комплексов.

Помимо установления строения и интерпретации экспериментальных ИК- и КР-спектрограмм, нами выявлены спектральные изменения, происходящие при вариации геометрии лигандного окружения, зарядового и спинового состояния металла. Это позволяет применять колебательную спектроскопию для диагностики спинового состояния переходных металлов в комплексах.

СВЯЗЬ МЕЖДУ КОЛЕБАТЕЛЬНЫМИ ХАРАКТЕРИСТИКАМИ, ТЕМПЕРАТУРАМИ ПЛАВЛЕНИЯ И ТЕПЛОЕМКОСТЯМИ ИОННЫХ ЖИДКОСТЕЙ

Зверева Е.Е., Кацюба С.А., Дайсон П.Дж.*

*Институт органической и физической химии им. А.Е. Арбузова КазНЦ РАН,
420088, Казань, ул. Арбузова, 8, e-mail: katsyuba@iopc.knc.ru*

**Swiss Federal Institute of Technology, Lausanne, Switzerland*

Сопоставляя колебательные спектры, рассчитанные в рамках DFT для возможных вариантов структуры ряда ионных жидкостей (ИЖ), с экспериментальными спектрограммами, мы обнаружили, что (i) используемая теоретическая модель корректно описывает поверхность потенциальной энергии (ППЭ) изучаемых систем; (ii) противоионы в этих ИЖ ассоциированы преимущественно попарно; (iii) их колебания практически не смешиваются. Это позволяет рассматривать данные ИЖ как ансамбли двухатомных ангармонических осцилляторов, состоящих из пар «катион-анион». Если $\alpha = (\partial^2 V / \partial x^2)_0$ – коэффициент упругости, а $\beta = (\partial^3 V / \partial x^3)_0$ – коэффициент ангармонизма такого осциллятора, то температура ($T_{пл}$), при которой рассматриваемая система теряет устойчивость, т.е. «плавится», должна быть пропорциональна величине α^3 / β^2 [см. А.А. Аскадский, Ю.И. Матвеев, Г.Л. Слонимский, В.В. Коршак. ДАН, 1978, т.238, 592]. Чтобы оценить α^3 / β^2 , мы аппроксимировали ППЭ ионной пары вблизи минимума полиномом третьей степени $E = A + BR + CR^2 + DR^3$, в котором C соответствует $\alpha/2$, а D – $\beta/3$. Вычисленные в рамках такой упрощенной модели квазиупругие характеристики отдельных ионных пар α^3 / β^2 качественно соответствуют экспериментально наблюдаемой тенденции для $T_{пл}$ соответствующих ИЖ.

Рассмотрение ИЖ в виде совокупности ангармонических осцилляторов позволяет теоретически оценить также и их теплоемкости. При этом можно опираться на формулу теплоемкости ангармонического осциллятора:

$$C = \frac{k}{2} \left(1 + \frac{3 \cdot 5}{4} \cdot \frac{\beta^2}{\alpha^3} kT \right) \text{ или } C \approx \frac{\beta^2}{\alpha^3}.$$

Такие теоретические оценки неплохо следуют экспериментально наблюдаемой тенденции: более высокому значению теплоемкостей соответствует большее значение отношения β^2 / α^3 . Т.о., в рамках одной модели удается прогнозировать одновременно две важные характеристики ИЖ.

Работа поддержана грантом РФФИ 07-03-00892.

ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ, ТЕРМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И КРИСТАЛЛИЗАЦИИ СТЕКОЛ В СИСТЕМЕ $MnNbOF_5-BaF_2-BiF_3$

Игнатъева Л.Н.*, Савченко Н.Н.*, Суровцев Н.В.***, Антохина Т.Ф.*,
Полищук С.А.*, Марченко Ю.В.*, Бузник В.М.***

**Институт химии ДВО РАН, 690022, Владивосток,*

Просп. 100-летия Владивостока, 159, e-mail: gor_dvo@mail.ru

***Институт автоматизации и электрометрии СО РАН, 630090 Новосибирск,
просп. Академика Коптюга, 1, e-mail: lab04@iae.nsk.su*

****Институт металлургии и материаловедения РАН, Москва
e-mail: bouznik@ngs.ru*

В настоящем сообщении представлены результаты исследования термических свойств, особенностей строения и кристаллизации стекол в системе $MnNbOF_5-BiF_3-BaF_2$. Исследования выполнены методами ДСК, ИК- и КР спектроскопии, РФА и микроскопии. Выявлено влияние трифторида висмута на термические характеристики стекол и наличие многоступенчатой кристаллизации у большинства стекол. Показано, что в области ближнего порядка стекольные сетки формируются по типу оксидных стекол: $Nb(OH)_6$ полиэдры, объединяются в стекольной сетки посредством кислородных мостиков. Катионы марганца и висмута формируют собственные полиэдры, встраивающиеся в стекольные сетки. Размер области среднего порядка в стеклах данного типа, согласно данным НКРС, не зависит от количества BiF_3 , введенного в состав стекла. Предположено, что в данных стеклах полиэдры, образуемые трифторидом висмута, формируют собственные слои или области, напрямую не связанные с цепями или кольцами, образуемыми фторниобатными анионами. Сделан прогноз, что кристаллические фазы, образующиеся в стекольной матрице при температурах соответствующих первому пику кристаллизации, будут содержать в своем составе фторид висмута. Предположения подтверждены методом РФА. При температуре $T=320$ °С (первый пик кристаллизации) в стекле $20MnNbOF_5-40BaF_2-40BiF_3$ появляется кристаллическая фаза состава $Ba_{0.55}Bi_{0.45}F_{2.45}$. Стекольная матрица сохраняется.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, Грант № 08-03-00422 а.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ПОЛУПРОНИЦАЕМЫХ ПОЛИМЕРНЫХ ПЛЕНОК, ПОЛУЧАЕМЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОПОЛИМЕРИЗАЦИИ

Колзунова Л.Г., Карпенко М.А.

*Институт химии ДВО РАН, 690022, Владивосток,
просп. 100-летия Владивостока, 159. kolzunova@ich.dvo.ru*

Электрополимеризация (ЭП) акриламида и его производных - перспективный метод получения функциональных материалов. Нами показано, что среди таких материалов особое место занимают мембраны для баромембранного разделения и первапорации. Исследование структуры получаемых мембран методически очень сложно, поскольку, во-первых, полимерные пленки на основе производных акриламида бесцветные и прозрачные, во-вторых, их рабочее состояние – набухшее в воде. Это затрудняет изучение структуры ЭСМ и АСМ методами, поскольку они не позволяют выявить реальную структуру мембран. Так, ЭСМ требует обезвоживания или замораживания образцов с последующим напылением металла в вакууме. При таких манипуляциях велика вероятность деформации структуры полимерного материала. При АСМ исследовании набухших пленок происходит повреждение их поверхности. С целью устранения вышеуказанных трудностей нами была разработана установка и методика для изучения структуры мембран в реальных условиях их синтеза и практического использования с помощью оптической микроскопии с дифференциально-интерференционным контрастом (ОМ ДИК). При таком подходе исследуемый объект подвергается минимальному воздействию извне. Методом ОМ ДИК изучено строение поперечных срезов пленок. Установлено, что они состоят из плотного прикатодного и рыхлого матричного слоев. Экспериментально показано, что при использовании таких пленок в качестве ультрафильтрационных мембран именно прикатодный слой является селективным. Матричный слой – более крупнопористый и играет роль подложки для селективного слоя. Исследование мембран в их естественном состоянии позволило оценить реальные размеры селективного слоя и всей пленки в целом и показать, что толщина слоев зависит от условий ЭП, природы мономеров, их концентрации. Сравнительное определение толщины пленок методом сканирующей электронной микроскопии и с помощью микрометра показало заниженные результаты, обусловленные механическим воздействием на полимерный слой. Установлена глобулярная структура полимера. Предложена модель формирования пор мембраны.

**ИЗУЧЕНИЕ ВЗАИМОСВЯЗИ МЕЖДУ СТРУКТУРОЙ И
ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ ПОВЕДЕНИЕМ
АДАМАНТИЛАМИДРАЗОНОВ В УСЛОВИЯХ
ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ**

Курбатова С.В., Прокопов С.В.

*Самарский государственный университет,
кафедра общей химии и хроматографии, г. Самара, 443011
ул. Акад. Павлова, 1, Факс 846-3345417, e-mail: curbatsv@ssu.samara.ru*

Спустя 30 с лишним лет со дня открытия адамантана это уникальное соединение продолжает вызывать неизменный интерес исследователей, работающих в различных областях науки. Перспективность применения адамантана и его производных обусловлена разнообразием структур этих соединений, а также проявляемыми физико-химическими свойствами и их биологической активностью.

Не менее интересно использование этих соединений при решении широко обсуждаемой на протяжении последних десятилетий проблемы «Количественные соотношения структура – свойство» (QSPR – Quantitative Structure-Properties Relationships). Структура и физико-химические свойства различных производных адамантана исследованы разнообразными методами, среди которых существенную роль играет хроматография.

Целью настоящей работы явилось изучение взаимосвязи между термодинамическими характеристиками сорбции амидразонов адамантанового ряда и строением их молекул, а также составом подвижной фазы в условиях обращенно-фазового (ОФ) варианта высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

Для сравнительной оценки влияния природы заместителей на хроматографическое удерживание был использован метод структурной аналогии. Посредством последовательной замены заместителей в адамантановом каркасе была проведена сравнительная оценка хроматографического поведения функциональных производных в условиях ВЭЖХ. Было показано, что основной вклад в удерживание вносит объемный адамантановый каркас. Однако наличие амидразонной группы и заместителей существенным образом влияет на хроматографическое поведение молекул сорбатов.

Количественно оценить влияние природы заместителей на удерживание сорбатов позволили рассчитанные значения инкрементов дифференциальных молярных энергий сорбции соответствующих структурных фрагментов.

ТЕМПЛАТНЫЙ СИНТЕЗ НАНОКРИСТАЛЛОВ ГИДРОКСОФОСФАТА КАЛЬЦИЯ НА БИМАТРИЦАХ: КОМПОЗИТ «ЛитАр» И ПЕРСПЕКТИВЫ ЕГО ПРИМЕНЕНИЯ КАК БИОИМПЛАНТАНТА

Литвинов С.Д., Габуда С.П.*, Петров А.К.**

*Самарский государственный аэрокосмический университет
им. академика С.П. Королёва, Самара, Московское шоссе, 34, lsd888@rambler.ru*

**Институт неорганической химии СО РАН, Новосибирск, gabuda@che.nsk.su*

***Институт химической кинетики и горения СО РАН, Новосибирск,
petrov@ns.kinetics.nsc.ru*

Разработана методика получения нанокристаллов гидрофосфата кальция методом встречной диффузии и кристаллизации на двух типах биоматриц – на волокнах коллагена и альгината. Показано, что материал содержит наноразмерные частицы (рис. 1) солевого компонента (гидроксо – или гидроксофторфосфата кальция), свойства которого соответствуют требованиям, предъявляемым к универсальному имплантату. Структура коллагена характеризуется упорядоченным чередованием плотных и рыхлых участков размером ~30 и ~35 нм, причем рыхлые участки содержат полости (цистерны) сечением ~4 нм и длиной ~35 нм. В костной ткани пространство цистерн заполнено наночастицами гидроксилapatита. В используемых в работе условиях синтеза, частицы солевого компонента аналогичным образом заполняют данные структурные полости, что приводит к образованию калиброванных наночастиц.

В рамках лабораторных и клинических испытаний показано, что полученный полимерно-солевой материал (регистрационное наименование «ЛитАр») обладает способностью к биотрансформации в костную (включая плоские кости черепа), хрящевую (перегородку носа) и ткани паренхиматозных органов. Механизм подобных процессов может быть связан с индуцированием нанокристаллами «ЛитАр» ангиогенеза, что проявляется в формировании первичного микрососудистого русла, появлением в зоне дефекта стволовых клеток пациента, которые обеспечивают регенерацию на генетическом уровне.

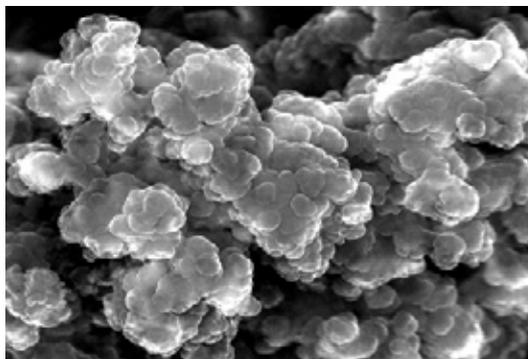


Рис. 1. «Друзы» нанокристаллов в композите «ЛитАр». Ув. 2500х.

СРАВНИТЕЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ПРОНИКНОВЕНИЯ РАСТВОРИТЕЛЯ В БУРЫЙ УГОЛЬ МЕТОДАМИ НАБУХАНИЯ И ЯМР-МИКРОТОМОГРАФИИ

Морозов Е.В.¹, Каменский Е.С.², Кузнецов П.Н.², Фалалеев О.В.^{1,3}

¹СФУ, Красноярск, 660041, пр. Свободный, 79, morozov_sfu@mail.ru

²Институт химии и химической технологии СО РАН, Красноярск, kpn@icct.ru

³Институт физики СО РАН, Красноярск

По многим свойствам ископаемые угли можно отнести к классу природных полимеров неоднородного состава и нерегулярного пространственного строения. Его органическая масса содержит аморфные (неупорядоченные) и кристаллические (сравнительно упорядоченные) участки, различающиеся плотностью упаковки, подвижностью фрагментов и их размером. Пространственная структура характеризуется наличием некоторого количества открытых и замкнутых пор различного размера. Актуальным является вопрос установления структуры порового пространства органической массы угля, ее влияния на процессы транспорта растворителя и химические и термохимические реакции.

В системах полимер-растворитель могут проявляться разнообразные типы транспорта вещества. Чаще всего для исследования этих процессов используют методы набухания в органических растворителях. Способность к набуханию – фундаментальное свойство полимеров, отражающее особенности сшивания структуры. В последние годы для этих целей значительный интерес представляют возможности метода ЯМР-микротомографии [1].

В работе по данным набухания в тетрагидрофуране и этиловом спирте и ЯМР-микротомографии по протонам (ПМР-микротомографии) изучены особенности транспорта молекул в структуре органической массы и ее взаимодействия с растворителями в зависимости от состава угля. Показано, что бурые угли имеют плотную надмолекулярную структуру, обусловленную наличием ионных сшивок посредством карбоксилатных групп с участием поливалентных катионов кальция. Проникновение молекул тетрагидрофурана в их органическую массу происходит с малой скоростью. По данным ПМР-микротомографии, после проникновения в объем ОМУ молекулы теряют свою подвижность.

По мере извлечения из угля катионов металлов (среди которых преобладают катионы кальция) в результате частичной деполимеризации органическая масса в определенной степени приобретает эластичные свойства. При этом резко увеличивается скорость процессов переноса, который осуществляется в результате релаксационных колебаний углеводородных фрагментов. По данным ПМР-микротомографии, молекулы тетрагидрофурана находящиеся в структуре органической массы декатионированного угля сохраняют определенную подвижность.

1. Коптюг И.В., Сагдеев Р.З. Успехи химии. 71 (10) 2002. С.901.

**ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУР СОПОЛИМЕРОВ П-ДИОКСАНОНА
МЕТОДОМ ЯМР-СПЕКТРОСКОПИИ****Овчинникова Т.Н.*, Кисин А.В.**, Ахметьева Е.И.*****ФГУП НИФХИ им. Л.Я. Карпова, 105064, Москва, Воронцово поле, 10,
ovchin@cc.nifhi.ac.ru****ГНИИХТЭОС, Москва, Шоссе Энтузиастов, 38, kiskiskiskis@yandex.ru*

Биорассасываемые полимеры находят широкое применение в медицине, а также используются для создания биорассасываемой упаковки. На их основе изготавливают шовные, пленочные материалы, штифты для остеосинтеза, различные крепёжные изделия и т.д. Одним из интереснейших биорассасываемых материалов является поли-п-диоксанон и его сополимеры. Особенность такого материала состоит в том, что введение даже небольшого количества п-диоксанона в сополимер резко увеличивает его эластичность, что особенно важно для нитей, пленочных материалов, а также упаковок. В работе рассмотрены кинетические особенности сополимеризации п-диоксанона с лактидами, а также особенности синтеза и структур тройных сополимеров гликолида, лактида, п-диоксанона. С помощью ПМР спектроскопии выявлены наиболее характерные сигналы каждого лактона в полимере и мономере, что позволило следить за кинетикой вхождения лактона в сополимер и наблюдать величины звеньев каждого лактона в сополимере в зависимости от состава исходной смеси. Анализу были подвергнуты системы с широко варьируемым соотношением лактид/п-диоксанон и лактид/гликолид/п-диоксанон.

Сополимеризацию проводили на 2-х катализаторах $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ и $\text{Sn}(\text{oct})_2$ в широком диапазоне температур от 110 до 170 °С. Образцы сополимеров растворяли в DMCO-d_6 или CDCl_3 . Выяснено, что одни сигналы лучше подвергаются анализу в DMCO-d_6 (СН-группы лактида), другие в CDCl_3 (СН₃-группы лактида). За кинетикой вхождения п-диоксанона в сополимер наблюдали по изменению интенсивности группы СН₂ в мономере (при $\delta = 3,87$) и в сополимере (при $\delta = 3,77$), а структуру (величину звена) оценивали по СН₂ (при $\delta = 4,19-4,15$) в сополимере. Были определены некоторые вязкостные характеристики сополимеров.

ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРНЫХ ПАРАМЕТРОВ МЕТОДОМ ЯМР ^1H ДИЗЕЛЬНЫХ ФРАКЦИЙ ПРОЦЕССА ГИДРОКРЕКИНГА СМЕСИ МАЗУТА С ПОЛИМЕРНЫМИ ОТХОДАМИ

Рустамов М.И., Абад-заде Х.И., Алиев Б.М., Мухтарова Г.С., Гадиров Х.Г.

Институт нефтехимических процессов НАНА, Баку, пр. Ходжалы, 30.

E-mail: gulermuxtarova@yahoo.com

Одной из актуальных проблем, стоящих перед современной цивилизацией, является утилизация полимерных отходов.

Нами разработана технология утилизации отходов разных видов пластмасс полиэтилен (ПЭ) и полиэтилентерефталат (ПЭТФ) путем совместного гидрокрекинга с мазутом с целью получения моторных топлив. Эксперименты по гидрокрекингу проводили во вращающемся автоклаве емкостью 1 л без и с суспендированным катализатором.

Состав дизельных фракций, полученных при гидрокрекинге мазута с ПЭ и ПЭТФ исследован методом ЯМР ^1H на спектрометре «Bruker». По величинам интегральных интенсивностей полос поглощения рассчитано распределение протонов в углеводородах дизельных фракций: содержание атомов H в ароматических ($\text{H}_{\text{ар}}$) и насыщенных ($\text{H}_{\text{нас}}$) фрагментах молекул, в группах CH_3 , CH_2 и CH , связанных с ароматическими ядрами (H_{α}), в группах CH , CH_2 (H_{β}) и CH_3 (H_{γ}) насыщенных структур (табл.).

Данные таблицы показывают, что более 90 % от общего числа водородных атомов сосредоточено в насыщенных фрагментах ($\text{H}_{\text{нас}}$) молекул и образцы, содержащие полимерные добавки различной природы существенно отличаются друг от друга по содержанию протонов в терминальных метильных (H_{γ}) и метилен-метиновых группах (H_{β}).

Образцы	Распределение водорода по структурным группам, %					Степень ароматичности, %	Цетановое число
	$\text{H}_{\text{ар}}$	$\text{H}_{\text{нас}}$	H_{α}	H_{β}	H_{γ}	f_a	ц.ч.
1	5,8	94,2	10,5	54,7	29,0	24,0	45,8
2	5,4	94,6	6,7	54,9	33,0	22,5	46,2
3	3,8	96,4	7,2	60,0	29,0	16,5	53,6
4	3,6	96,2	7,5	61,0	27,9	16,0	54,6

1 – мазут + 2,5 % ПЭТФ; 2 – мазут + 2,5 % ПЭТФ + катализатор; 3 – мазут + 2,5 % ПЭ; 4 – мазут + 2,5 % ПЭ + катализатор

В составе дизельных фракций, полученных при гидрокрекинге мазута с ПЭТФ, наблюдается более высокое содержание аренов за счет продуктов гидрокрекинга ПЭТФ. А при проведении процесса в присутствии суспендированного катализатора содержание аренов немного снижается в случае добавки как ПЭ, так и ПЭТФ.

ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ НОВЫХ ВЫСОКОСЕЛЕКТИВНЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ ОКИСЛИТЕЛЬНОЙ КОНДЕНСАЦИИ МЕТАНА

Дедов А.Г.*, Локтев А.С.*, Нипан Г.Д.**, Кецко В.А.**, Кольцова Т.Н.**,
Тюняев А.А.*, Моисеев И.И.*

*Российский государственный университет нефти и газа им. И.М. Губкина,
Москва, 119991, Ленинский пр-т, 65, genchem@gubkin.ru

**Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Москва,
119991, Ленинский пр-т, 31, com@ionh.ras.ru

Композитные материалы на основе SiO_2 , содержащие оксиды марганца, вольфрама и щелочного металла (натрия или калия) – эффективные катализаторы реакции окислительной конденсации метана (ОКМ), позволяющей в одну стадию превращать метан – кислородную смесь в продукты C_{2+} (этилен, этан, пропилен, пропан). Нами разработан метод твердофазного синтеза композитов $\text{Mn-W-Li(Na,K,Rb,Cs)/SiO}_2$ из порошкообразных смесей аморфного кремнезема, оксидов и солей соответствующих металлов. Материалы, содержащие Rb и Cs, получены методом твердофазного синтеза впервые. Согласно данным рентгенофазового анализа, в синтезированных композитах обнаружены оксид вольфрама WO_3 , нестехиометрические манганаты и вольфраматы щелочных металлов, а также смеси полиморфных модификаций SiO_2 : метастабильный кристобалит + кварц для Li – содержащего образца или метастабильный кристобалит + тридимит – в образцах, содержащих Na, K, Rb, Cs. Новые катализаторы характеризуются высокими показателями в ОКМ (конверсия метана до 49%, выход C_{2+} продуктов до 29%). Показано, что полиморфизм диоксида кремния влияет на каталитическую активность композитов указанного состава.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант 07-03-00533-а), Программы Президиума РАН № 7 «Фундаментальные проблемы энергетики» (подпрограмма «Теоретические основы технологии моторных топлив и базовых нефтепродуктов из ненефтяного сырья»), Гранта Президента Российской Федерации для поддержки ведущих научных школ Российской Федерации НШ-4959.2006.3 и программы «Развитие научного потенциала высшей школы (2000-2010 годы)» Федерального агентства по образованию РФ, проект 1708.

ПОСЛОЙНЫЙ АНАЛИЗ ТОНКИХ ПОКРЫТИЙ СТАЛИ МЕТОДОМ ДВУХИМПУЛЬСНОЙ ЛАЗЕРНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Ермалицкая К.Ф.

Белорусский государственный университет,
Минск, Беларусь, 220030, пр. Независимости, 4, ermalitskaya@biz.by

На поверхность стальных изделий и конструкций для улучшения технических и механических характеристик (адгезия, коррозионная стойкость и др.) наносятся защитные покрытия из различных металлов и сплавов. Обычно толщина таких покрытий составляет несколько микрометров, поэтому спектральный анализ таких образцов включает в себя длительный процесс подготовки калибровочных растворов, занимающий около 90 % времени анализа.

Использование двоянных лазерных импульсов с микросекундным межимпульсным интервалом дает возможность проводить послойный анализ микронных покрытий сталей без предварительной химической и механической обработки поверхности образца. Для примера, на рисунке приведена динамика интенсивности спектральных линий Ti, Zr и Fe по глубине термодиффузионного покрытия стали (толщина слоя при анализе постоянна и составляет 0,1 мкм). Параметры лазерного излучения при проведении анализа – энергия импульса 100 мДж, частота – 10 Гц, межимпульсный интервал – 10 мкс, расстояние от поверхности образца до точки фокусировки лазерного луча – 10 мм. Для получения данного покрытия на отполированные и обезжиренные образцы стали напылялся слой титана и циркония толщиной 2 мкм, после чего проводился обжиг; в результате термодиффузии атомы Ti и Zr проникали вглубь образца. Из-за различных коэффициентов диффузии вышеупомянутых элементов в процессе обжига изменяется состав и структура покрытия.

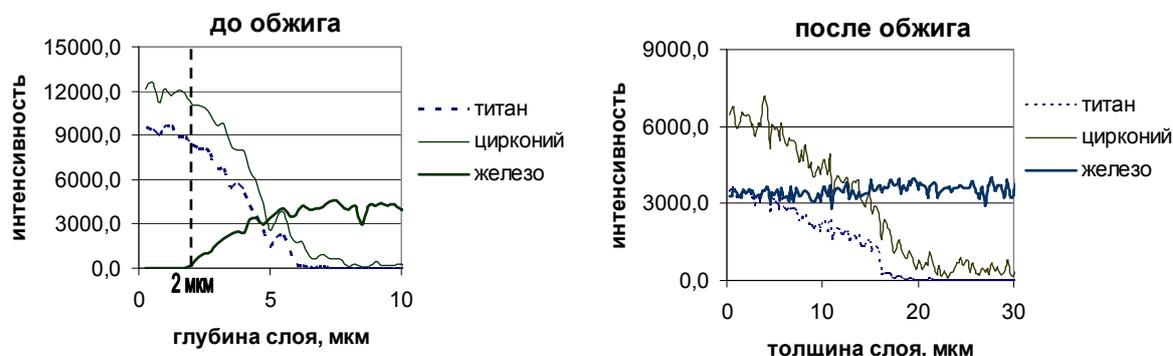


Рисунок. Динамика интенсивности спектральных линий (концентрации) Ti, Zr и Fe по глубине термодиффузионного покрытия стали.

**ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОК ПОЛИВИНИЛОВОГО СПИРТА,
СОДЕРЖАЩИХ ОРГАНИЧЕСКИЕ КРАСИТЕЛИ
КСАНТЕНОВОГО РЯДА**

Король Н.А., Полетаева Е.В.

*Дальневосточный государственный университет путей сообщения,
г. Хабаровск, ул. Серышева, 47, natasha-korol@yandex.ru*

Исследованы спектры электронного поглощения органических красителей ксантенового ряда (родамин 6Ж, эозин К) в пленках поливинилового спирта (ПВС) в области от 160 до 600 нм и влияние на них облучения ультрафиолетовым (УФ) светом и термообработки.

В спектрах поглощения названных красителей наблюдаются полосы с максимумами в области 180 нм, 185 нм, 195 нм, 203 нм и ряд полос в интервале 215-600 нм. УФ облучение приводит к частичному разрушению всех перечисленных полос кроме полос с максимумами в области 195 нм и 405-415 нм. Все изменения в спектрах связаны с центрами поглощения, содержащими краситель. Об этом говорит концентрационная зависимость спектров поглощения, а также то, что спектры поглощения облученных пленок измерялись относительно пленок ПВС, подвергавшихся такому же воздействию. Из литературы известно, что при облучении поливинилового спирта УФ излучением происходит сшивание и окисление полимера, приводящее к образованию С=О групп, двойных С=С связей и разрыву цепей. Аналогичные процессы могут происходить и в сложной молекуле красителя. В результате этого интенсивность поглощения в областях спектра, соответствующих полосам поглощения красителя, уменьшается.

После облучения УФ излучением образцы нагревались в течение 5 минут при температуре 373 К. Это приводило к увеличению поглощения во всех полосах. Известно, что термообработка ПВС вызывает дегидратацию полимера и приводит к дополнительному образованию сопряжения полиеновых участков с карбонильными группами и увеличению их длины. Однако в условиях нашего эксперимента влияние нагревания на спектр поглощения чистого ПВС практически отсутствует. Нагрев необлученных пленок ПВС без красителя приводит к изменению оптической плотности равномерно по всему спектру, и, следовательно, не влияет на положение максимумов и соотношение интенсивностей полос поглощения.

НЕРАЗРУШАЮЩИЙ МЕТОД КОНТРОЛЯ СОСТАВА ЭКОЛОГИЧЕСКИ БЕЗОПАСНЫХ ТЕРМОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ (ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ) МОДУЛЕЙ

Леонтьева А.А., Машин Н.И.

*Научно-исследовательский институт химии ННГУ им. Н.И. Лобачевского
603950, Нижний Новгород, пр. Гагарина, д. 23; корп. 5, mashin@chem.ru*

Термоэлектрические элементы р- и n-типов проводимости из сплавов на основе теллурида висмута используются как в системах охлаждения и кондиционирования, так и генерирования электроэнергии. Термоэлектрический охлаждающий модуль представляет собой череду последовательно соединенных между собой металлическими проводниками определенным образом подготовленных кристаллов теллурида висмута «ветви» n- и р-типов проводимости. Этот «пакет» помещен между двумя теплопроводящими керамическими пластинами. При пропускании постоянного электрического тока через термоэлектрический модуль верхние спаи «ветвей» будут охлаждаться, а нижние – нагреваться. В результате одна керамическая пластина охлаждает окружающую среду, а противоположная пластина является источником тепла. В качестве металлизированного покрытия на противоположных сторонах термоэлектрических элементов обычно используется никелевая пленка толщиной 3 – 5 мкм.

При производстве термоэлектрических охлаждающих и генерирующих модулей встает задача надежного, экспрессного и неразрушающего аналитического контроля состава полупроводниковых пластин теллурида висмута и толщины металлизированного никелевого покрытия. Всем вышеперечисленным требованиям отвечает рентгенофлуоресцентный метод анализа. Состав пластин теллурида висмута и толщину никелевого покрытия мы определяли по методике, разработанной на энергодисперсионном рентгенофлуоресцентном спектрометре EDX-720 (Shimadzu). Оценку толщины покрытия из никеля проводили путем измерения поглощения никелевым покрытием флуоресцентного излучения теллура, основного компонента пластин теллурида висмута ($c_{\text{Te}}^{\text{p-тип}} = 43.8\%$ и $c_{\text{Te}}^{\text{n-тип}} = 57.3\%$). Компонентный состав пластин теллурида висмута определялся методом фундаментальных параметров с использованием одного образца сравнения с n- и р-типом проводимости. Прибор оснащен рентгеновской трубкой с Rh-анодом. В качестве аналитических линий были выбраны K_{α} -линии селена, теллура и сурьмы и L_{α} -линия висмута. При определении толщины пленок из никеля толщиной (3-5 мкм) использовали линейный градуировочный график, построенный в координатах $\ln(1 - I_{\text{отн}}^{\text{Te}K_{\alpha}}) - d_{\text{Ni}}$.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МАТЕРИАЛА ПОДЛОЖКИ НА ФОРМИРОВАНИЕ И СВОЙСТВА ИНДИКАТОРНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ В ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ (ИВ)

Немов В.А.

ВЦ ДВО РАН, 680063, г. Хабаровск, ул. Ким Ю Чена 65, E-mail: nemo45@mail.ru

При поиске «идеальной» подложки, сохраняющей стабильность по отношению к ртути и раствору, в практическом использовании ИВ для контроля морской среды обитания методом потенциодинамической ИВ изучены зависимости параметров анодных пиков (I_p , D_p , E_p , $b_{1/2}$) кадмия на фоне 0,5 М NaCl от потенциала ($E_{эл}$) и времени ($\tau_{эл}$) электролиза, скорости изменения потенциала (w), концентрации ртути в исследуемом растворе (C_{Hg}) для электродных подложек из металлического серебра (Ag), стеклоуглеродов: СУ-2000 (Россия) и GC-20 (Япония), спектрального графита, импрегнированного смесью парафина с полиэтиленом ($Гр_{имп}$) и спектрального графита, модифицированного серебром ($Гр_{мод}$).

С увеличением $E_{эл}$ величина E_p кадмия практически не изменяется для всех подложек и колеблется около – 0,74 В для углеродных электродов и – 0,66 В для Ag. Величина $b_{1/2}$ на Ag, СУ-2000 и GC-20 возрастает на 10 мВ, а на $Гр_{имп}$ и $Гр_{мод}$, соответственно на 3 и 5 мВ. Наиболее близки к теоретическому значению $75/z$ мВ (в области потенциалов предельного тока) анодные пики Cd на электродах с подложками: СУ-2000, $Гр_{имп}$ и $Гр_{мод}$, причем при уменьшении разности ($E_{эл} - E_{1/2}$) отчетливо стремление $b_{1/2}$ к величине $20/z$ мВ. Значения среднего относительного I_p кадмия в ряду Ag : $Гр_{имп}$: GC-20 : СУ-2000 : $Гр_{мод}$, соответственно, равны 1 : 1,44 : 1,94 : 2,21 : 4,03.

С увеличением $\tau_{эл}$ параметры E_p и $b_{1/2}$ практически не изменяются. I_p изменяется пропорционально $\tau_{эл}$, однако темпы роста I_p на $Гр_{мод}$ в среднем в 4 раза, а на СУ-2000 в 2 раза выше, чем на Ag подложке. D_p также пропорциональна $\tau_{эл}$ для всех подложек, однако для углеродсодержащих подложек она в 4 раза выше, чем для Ag.

С увеличением w от 1 до 30 мВ/с E_p смещается в область более положительных потенциалов для Ag на 40 мВ, для СУ-2000 на 60 мВ и остальных – на 30 мВ. При этом $b_{1/2}$ возрастает для Ag от 40 до 53 мВ, для СУ-2000 – от 32 до 37 мВ, для GC-20 – от 31 до 36 мВ, для $Гр_{имп}$ – от 35 до 42 мВ, для $Гр_{мод}$ – от 34 до 40 мВ.

В ряду Ag: СУ-2000: GC-20: $Гр_{имп}$: $Гр_{мод}$ ток пика изменяется, соответственно, как 1 : 2,2 : 1,3 : 0,6 : 6, а плотность тока (D_p) – 1 : 3 : 2,5 : 3,5 : 5,5.

Зависимость I_p Hg от C (Hg) для углеродсодержащих подложек имеет два участка.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №08-07-99042 и РГНФ №08-06-00557а.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ И МОДЕЛИРОВАНИЕ ГОЛОГРАФИЧЕСКИХ ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛОВ С ДЕФЕКТАМИ ПРОСТРАНСТВЕННОЙ И ЗОННОЙ СТРУКТУРЫ

Пен Е.Ф.*, Шаталов И.Г.*, Шелковников В.В.**

*Институт автоматики и электрометрии СО РАН,

г. Новосибирск, 630090, пр. ак. Колтуга, 1, e-mail: pen@iae.nsk.su

**Новосибирский институт органической химии СО РАН им. Н.Н. Ворожцова,

г. Новосибирск, 630090, пр. ак. Лаврентьева, 9, e-mail: vsh@nioch.nsc.ru

Среди известных технологий получения фотонных кристаллов (ФК) в последнее время активно развивается многопучковая голографическая литография, позволяющая сравнительно легко изготавливать бездефектные шаблоны ФК больших размеров [1]. Вместе с тем, для различных практических применений необходимы ФК с определенными дефектами пространственной и зонной структуры. В связи с этим актуальны исследования методов формирования таких дефектов как путем прямого лазерного «повреждения» ФК, так и делокализованным способом. При отработке исследуемых методов значительную помощь оказывает компьютерное моделирование.

В данной работе представлены результаты экспериментальных исследований и моделирования 1D – 3D голографических фотонных кристаллов с различными типами дефектов пространственной и зонной структуры. На рис. 1а изображена модель голографического ФК с «линейным» дефектом, а на рис. 1б экспериментальная характеристика спектрального отклика 1D кристалла с «расщепленной» стоп-зоной, полученного путем записи объемных наложенных отражательных голографических решеток в толстослойном фотополимерном материале.

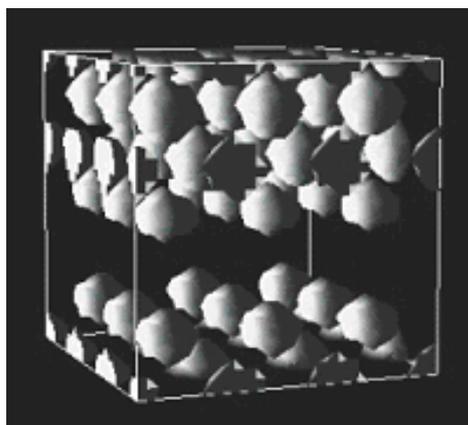


Рис. 1а

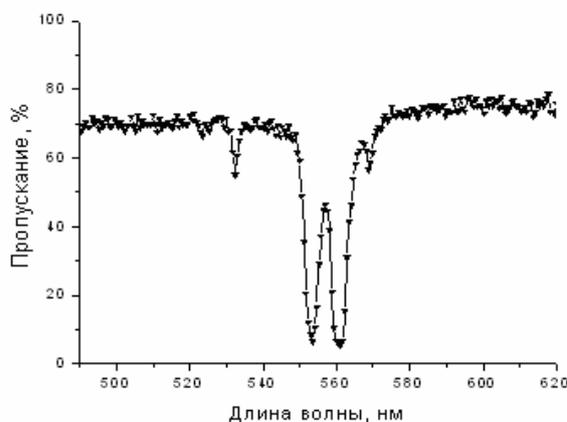


Рис. 1б

1. M. Campbell, D.N. Sharp, M.T. Harrison, R.G. Denning, and A.J. Turberfield. Fabrication of photonic crystals for the visible spectrum by holographic lithography //Nature.- 2000.- **404**. PP. 53-56.

**ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ И ОПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ
АВТОЛЕГИРОВАННЫХ МОСVD ГЕТЕРОСТРУКТУР
 $Al_xGa_{1-x}As/GaAs(100)$**

**Середин П.В.¹, Глотов А.В.¹, Домашевская Э.П.¹,
Арсентьев И.Н.², Винокуров Д.А.², Тарасов И.С.²**

¹*Воронежский государственный университет,
Университетская пл. 1, Воронеж, Россия*

²*ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, Политехническая, 26, Санкт-Петербург, Россия*

Тестируемые образцы, полученные в ФТИ им. А.Ф. Иоффе, представляли собой гетероструктуры $Al_xGa_{1-x}As/GaAs(100)$, выращенные с целью исследования процессов автолегирования для достижения максимальной концентрации углеродного акцептора. Для этого проводились эксперименты при пониженной температуре и минимальном соотношении 5 и 3 групп элементов в зависимости от состава твердого раствора.

Структурное качество образцов и определение параметров решеток твердых растворов проводили с использованием рентгеновской дифракции на дифрактометре ARL X'TRA Thermo Techno. ИК-спектры отражения от гетероструктур были получены с использованием ИК-фурье спектрометра Vertex-70 Bruker. Изучение морфологии поверхности было проведено на растровом электронном микроскопе JOEL.

Анализируя данные, полученные методами рентгеновской дифракции, растровой электронной микроскопии и ИК-спектроскопии, можно сделать заключение о том, что термодинамические условия нового типа роста, приводят к тому, что в автолегированных твердых растворах $Al_xGa_{1-x}As$ при $0 < x < 1$ атомы Al и Ga в металлической подрешетке занимают свои места не статистическим образом, а строго упорядочено. Т.е. октаэдрические пустоты в решетке сфалерита заполнены атомами металлов послойно, что приводит к появлению тетраэдрического сжатия вдоль оси роста и к уменьшению параметра решетки образующегося твердого раствора. Возникновение перестройки структуры с проявлением фундаментальных свойств большого коллектива частиц в процессе роста с автолегированием вызвано термодинамическом типом неустойчивости относительно спонтанного разделения на фазы, а упругая энергия, приводящая этот механизм в действие, возникает вследствие требования когерентного (бездислокационного) сопряжения разделяющихся фаз.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ 09-02-97505-р_центр_а.

СЕКЦИЯ 2. Методы определения химического состава функциональных материалов

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСНОВНЫХ КОМПОНЕНТОВ ТРОЙНЫХ МОЛИБДАТОВ МЕТОДАМИ АТОМНОГО СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Бейзель Н.Ф.

*Учреждение Российской академии наук
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
г. Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 3, beisel@che.nsk.su.
Новосибирский государственный университет*

В ИНХ СО РАН ведутся исследования по синтезу новых соединений на основе молибдатов и вольфраматов, в частности, тройных молибдатов «одно-одно-двухвалентных металлов». Синтез и изучение молибдатов с различными сочетаниями катионов представляет интерес для материаловедения и обусловлен необходимостью получения материалов с новыми физико-химическими характеристиками.

Целью работы является определение основных компонентов тройных молибдатов $\text{LiK}_3\text{Mn}_4(\text{MoO}_4)_6$, $\text{LiK}_3\text{Mg}_4(\text{MoO}_4)_6$, $\text{LiRb}_3\text{Zn}_2(\text{MoO}_4)_4$, $\text{LiCs}_3\text{Zn}_2(\text{MoO}_4)_4$ - перспективных с точки зрения использования их в качестве лазерных, люминесцентных, сцинтилляционных материалов. Из возможных аналитических методов для решения данной задачи наиболее подходящими, на наш взгляд, являются методы пламенной фотометрии (Li, K, Rb, Cs) и атомно-абсорбционной спектрометрии (Mg, Mn, Zn). В работе использовали атомно-абсорбционный спектрофотометр Z-8000 (Хитачи, Япония) с зеемановской коррекцией фона, пламя – воздух-ацетилен. Источники резонансного излучения – лампы с полым катодом.

Точные навески проб растворяли в разбавленной HCl, для каждого образца брали не менее 5 параллельных навесок. Требуемые метрологические характеристики обеспечивали выбором оптимальных рабочих диапазонов градуировочных зависимостей для получения минимальных случайных погрешностей; буферированием растворов 1%-ным лантаном для устранения матричных влияний; применением в качестве образцов сравнения растворов молибдатов определяемых элементов, предварительно проанализированных с использованием ГСО на содержание соответствующих металлов. Отсутствие значимых систематических погрешностей показано на результатах анализа модельных растворов, а также двойных молибдатов и шихты. Относительные стандартные отклонения результатов определения Li, K, Rb, Cs, Mg, Mn, Zn в шихте и кристаллах не превышают 0,01-0,02.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА «СТАРЕНИЯ» ПОЛИ(1-ТРИМЕТИЛСИЛИЛ-1-ПРОПИНА) МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Белоцерковская В.Ю., Яковлева Е.Ю.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090, г. Новосибирск, пр. Лаврентьева, 5, vera@catalysis.ru*

Поли(1-триметилсилил-1-пропин) (ПТМСП) является новым перспективным хроматографическим материалом, используемым в газовой хроматографии. Сравнение коэффициентов полярности Роршнайдера и МакРейнольдса позволяют поместить ПТМСП в один ряд с пористыми полимерными сорбентами, такими как Хромосорб 106 и Парopak Q. Сходство хроматографических свойств ПТМСП с данными полимерами заключается в нетипичном порядке выхода для полимерных сорбентов легких углеводородов, а именно, ацетилен элюируется до этилена и этана.

ПТМСП достаточно быстро «стареет» на воздухе и в вакууме, при этом его газопроницаемость снижается на несколько порядков в течение 2-3 месяцев. Считают, что причиной скорого старения является релаксация лишнего свободного объема и сдвиг распределения пор по размерам в область более низких значений. Трудно предположить, насколько такое поведение могло бы сказаться на хроматографических свойствах.

Исследуя процессы старения ПТМСП на хроматографической колонке при нанесении 10 мас.% полимера на Хромосорб Р NAW, после полутора лет эксплуатации наблюдали существенные изменения хроматографических свойств. По сравнению с начальными данными обнаружено резкое возрастание симметрии пиков, изменение времен и констант удерживания компонентов (см. табл.). Наблюдалось увеличение селективности разделения углеводородов, однако ацетилен и этилен стали элюироваться вместе. При анализе ароматических соединений так же увеличилась селективность разделения и обозначилась тенденция к разделению *m*- и *p*-ксилолов, чего не наблюдалось ранее на данной колонке. Такое необычное поведение ПТМСП по прошествии времени, видимо, можно объяснить образованием более однородных по размеру пор.

Компонент	F _{ас}		t _R , с		K _{уд}		α (тол/бенз)	
	Нач.	Конеч.	Нач.	Конеч.	Нач.	Конеч.	Нач.	Конеч.
Бензол	0,33	0,75	87	125	1,83	2,29		
Толуол	0,26	0,73	136	224	3,83	4,87	1,92	2,05

ВОДОРОДНЫЕ СВЯЗИ И КОНФОРМАЦИОННОЕ СОСТОЯНИЕ МОЛЕКУЛ АДАМАНТИЛКАЛИКСАРЕНОВ ПО ДАННЫМ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ И КВАНТОВО-ХИМИЧЕСКИХ РАСЧЕТОВ

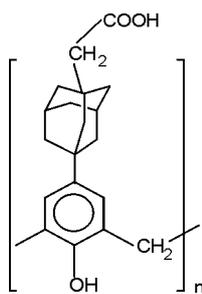
Борисоглебская Е.И.* , Потапова Л.И.** , Маклаков Л.И.** , Чачков Д.В.*** ,
Шокова Э.А.**** , Вацуро И.М.**** , Ковалев В.В.**** , Коваленко В.И.* ****

*Институт органической и физической химии им. А.Е. Арбузова, Каз.НЦ РАН,

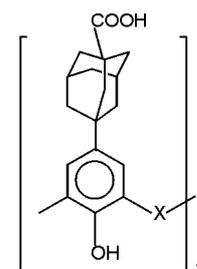
**Казанский государственный архитектурно-строительный университет

***Казанский государственный технологический университет

****Московский государственный университет



Исследованы адамантилкаликсарены **I** ($n = 6$),
II ($n = 4$), **III** ($X = \text{CH}_2$), **IV** ($X = \text{S}$) с гидроксильными
группами на нижнем ободе и карбоксильными
группами на верхнем ободе макроциклов. Обычно
молекулы каликс[4]аренов, не имеющие на верхнем



ободе групп, способных к образованию Н-связей, существуют в конформации «конус», благодаря сильной циклической кооперативной внутримолекулярной (ЦКВ) Н-связи гидроксильных групп нижнего обода. Появление альтернативной, не менее прочной, системы Н-связывания на верхнем ободе молекулы предполагает различные варианты их взаимного влияния вплоть до конформационной перестройки молекулы. Нами показано, что молекулы **I-IV** и в кристаллическом состоянии, и в разбавленных растворах (CCl_4) находятся в конформации «конус», при этом в ИК спектрах отсутствуют полосы ν_{OH} свободных гидроксильных групп. Показано, что в молекулах **I-II** образование внутримолекулярных Н-связей по верхнему ободу мало влияет на ЦКВ Н-связь нижнего обода. В молекулах каликс[4]арена **III** имеет место ослабление ЦКВ водородной связи нижнего обода, которое становится существенным для молекул триакаликс[4]арена **IV**. Очевидно, что водородная связь верхнего обода оказывается более прочной, а обнаруженные различия в водородном связывании молекул каликс[4]аренов **II-III-IV** обусловлены присутствием в каликсаренах **I-II** метиленового мостика между адамантильным фрагментом и карбоксильной группой, что увеличивает конформационную подвижность и компенсирует напряжения в молекуле, возникающие в случае его отсутствия, в каликсаренах **III** и **IV**.

**ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ПОВЕРХНОСТИ InAs (111)А
ПАССИВИРОВАННОЙ АНОДНЫМ ОКИСЛОМ****Валишева Н.А.¹, Терещенко О.Е.¹, Просвирин И.П.², Левцова Т.А.¹,
Бухтияров В.И.²**¹*Институт физики полупроводников СО РАН, г. Новосибирск 630090,
пр. акад. Лаврентьева, 13, e-mail: valisheva@thermo.isp.nsc.ru*²*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск 630090,
пр. акад. Лаврентьева, 7.*

Нерешенная до настоящего времени проблема формирования границы раздела между бинарными соединениями A_3B_5 и диэлектриком при создании приборов на основе структур металл-диэлектрик-полупроводник (МДП) связана со сложным химическим составом переходного слоя, который задается условиями его формирования и определяет электрофизические параметры границы раздела. В данной работе методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) исследован состав анодных окисных слоев, сформированных в щелочном водном ($pH=11,5$) и кислотном безводном ($pH=1,5$) электролитах с различным содержанием NH_4F , т.к. модификация поверхности InAs(111)А таким способом обеспечивает значительное снижение плотности поверхностных состояний (до $5 \cdot 10^{10} \text{см}^{-2} \text{эВ}^{-1}$). Спектры РФЭС регистрировались на фотоэлектронном спектрометре фирмы SPECS (Германия) с использованием монохроматического рентгеновского излучения AlK_{α} ($h\nu=1486.74$ эВ, 200 Вт). Для более точной интерпретации полученных результатов было проведено исследование реперных образцов индивидуальных соединений для системы In-As-O-F.

Окисные слои преимущественно состоят из In_2O_3 и As_2O_3 . На поверхности слоев, полученных в электролитах с NH_4F , фтор находится в одинаковом состоянии. При последующем травлении окисных слоев ионами аргона наблюдается сдвиг линии F1s в сторону больших значений энергии связи для кислотного электролита ($F1s=684.6$ эВ) и в сторону меньших значений для щелочного ($F1s=683.6$ эВ), что свидетельствует о разном химическом состоянии фтора в окислах, полученных в различных электролитах. Наибольшая концентрация фтора наблюдается вблизи границы раздела окисел-InAs. Для выяснения различий в химическом состоянии атомов индия и мышьяка в соединениях с кислородом и фтором проведены эксперименты по адсорбции фтора и кислорода на атомарно-чистую поверхность InAs (111)А.

Работа выполнена при поддержке интеграционного проекта СО РАН №99.

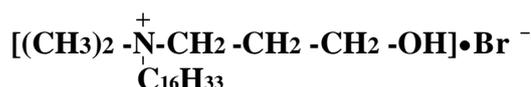
ДИНАМИКА ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДОВ В ЛИОТРОПНЫХ ЖИДКИХ КРИСТАЛЛАХ ПО ДАННЫМ ИК ФУРЬЕ-СПЕКТРОМИКРОСКОПИИ

Вандюков А.Е., Лукашенко С.С., Кудрявцева Л.А.†, Коваленко В.И.

*Институт органической и физической химии им. А.Е. Арбузова КазНЦ РАН,
420088 Казань, ул. Акад. Арбузова, 8, koval@iopc.knc.ru*

Ранее было показано, что небольшие добавки полиэтилениминов заметно влияют на некоторые свойства катионных ПАВ в мицеллярном концентрационном диапазоне, а также меняют параметры каталитической активности этих систем [1]. Методами оптической поляризационной микроскопии и ИК-фурье спектроскопии в рамках развиваемого нами подхода изучения фазовых превращений лиотропных жидких кристаллов (ЛЖК) при спонтанном испарении воды в капле была исследована динамика фазовых переходов водных растворов катионного ПАВ с полимерными добавками ПЭИ.

Объекты исследования:



N-цетил-N,N-диметил-(2-гидроксипропил)аммоний бромид (СЗ-16), добавки к нему: разветвленный полиэтиленимин, ММ ~ 30000 (ПЭИ₃₀) или модифицированный ПЭИ₃₀ с привитыми алкильными радикалами С₁₄Н₂₉ (ПЭИ-14). Для СЗ-16 – лиотропного ЖК – с ростом концентрации его в воде характерны следующие фазовые переходы: гексагональная => ламеллярная => кристалл.

Композиции с добавками ПЭИ₃₀ или ПЭИ-14 проявляют тот же порядок фазовых переходов, однако скорость возникновения той или иной ЛЖК фазы и время ее существования зависят от присутствия добавки. Интересно, что наблюдается также заметная зависимость фазовых превращений от исходной концентрации ПАВ и его композиций в воде.

Работа выполнена на оборудовании ЦКП ИОФХ КазНЦ РАН.

Литература:

1. Лукашенко С.С., Юрина А.В., Паширова Т.Н., Кудрявцев Д.Б., Косачева Э.М., Кудрявцева Л.А., Коновалов А.И. // Коллоид. журн. 2008, т.70, с. 351.

СТЕХИОГРАФ – УНИКАЛЬНЫЙ ПРИБОР ДЛЯ БЕЗЭТАЛОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФАЗОВОГО СОСТАВА МНОГОЭЛЕМЕНТНЫХ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Власов А.А., Болдырева Н.Н., Довлитова Л.С., Малахов В.В.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН
630090, Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 5*

Прибор для проточного фазового анализа методом дифференцирующего растворения – стехиограф – был создан в Институте катализа им. Г.К. Борескова СО РАН [1].

Блок-схема стехиографа включает емкости для компонентов растворителя, перистальтические насосы с электронной системой программирования состава и температуры растворителя, смеситель компонентов растворителя, термостатированный проточный реактор, блок отбора проб и детектор-анализатор элементного состава потока раствора, блок накопления и обработки информации. Отдельные блоки комплекса соединены между собой системой капилляров.

В качестве детектора-анализатора используется спектрометр АЭС ИСП, позволяющий определять в потоке образующегося раствора одновременно и с периодичностью от 1 сек (обычно – 11 сек) 38 элементов Периодической системы (плюс еще один из остальных по выбору) с чувствительностью $\approx n \cdot 10^{-3}$ мкг/мл, погрешностью 1-5% отн. По ходу процесса растворения можно зафиксировать несколько сотен и тысяч точек, что делает фактически непрерывной запись кинетики этого процесса.

Работе стехиографа в проточном режиме дифференцирующего растворения характерен ряд достоинств и новых возможностей:

- автоматизация процесса программирования состава растворителя;
- понижение пределов определения элементов, что особенно важно на начальных стадиях процессов растворения;
- возможность получать информацию о ходе процесса растворения в реальном времени;
- эффективное управление процессом стехиографического титрования;
- исключение стадии пробоподготовки растворов;
- возможность анализа малых количеств вещества (до нескольких мкг);
- фиксирование тонких эффектов в процессах растворения.

ФОРМЫ НАХОЖДЕНИЯ ЗОЛОТА В СУЛЬФИДНЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ ФАЗАХ

Герасимов И.Н.*, Акимов В.В.*, Михлин Ю.Л.**,
Белозерова О.Ю.*, Артименко М.В.*

**Институт геохимии СО РАН, Иркутск, 664033, ул. Фаворского 1а,
vladlen_akimov@mail.ru*

***Институт химии и химической технологии, Красноярск, 660036
Академгородок, 50, строение 24*

Проблема вхождения золота в сульфидные минералы до сих пор остается дискуссионной. С одной стороны, считается, что «невидимое» золото в сульфидных фазах находится в элементарном состоянии, с другой стороны, есть данные об окисленной форме нахождения Au^+ и даже Au^{3+} . В связи с этим нами были синтезированы золотосодержащие поверхностные фазы на монокристаллах арсенопирита – FeAsS и халькопирита – CuFeS_2 , которые образовались после отжига трехслойных ($\text{Au} + \text{Fe} + \text{Cu}$) тонких пленок наноразмерной толщины (~100-120 нм) при температуре 550 °С в кварцевых ампулах при заданной активности серы в газовой фазе. Формы нахождения золота исследовались методами рентгеновской фотоэлектронной (РФЭС), туннельной и Оже-спектроскопии, рентгеноспектрального микроанализа (РСМА); морфология фаз – методами СЗМ и электронной микроскопии.

Методом РСМА было установлено, что на поверхности образцов образуются в небольшом количестве сферические частицы золота (диаметром 1-5 мкм). Иногда в состав частиц входит медь (до 7 ат%). Если учесть, что при магнетронном напылении тонкие пленки золота и меди состоят из наночастиц (для золота методом сканирующей туннельной микроскопии установлен размер частиц – 5-7 нм), то можно утверждать, что температура плавления для наночастиц золота понижается до 550 °С.

По данным РФЭС и Оже-спектроскопии золото входит в состав ультрадисперсных сульфидов железа и меди в основном в элементарном состоянии. Появление в небольшом количестве окисленной формы Au^+ ($\text{Au}^+/\text{Au}^0 \sim 0.05$), по-видимому, связано с образованием поверхностных комплексов золота с серой с энергией связи ~85 эВ. После ионного травления поверхности образцов появляется другая форма золота, обусловленная присутствием наночастиц золота с энергией связи ~84.5 эВ.

Работа выполняется в рамках гранта РФФИ №08-05-00636.

СД-2-8

**РАЗРАБОТКА И АТТЕСТАЦИЯ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ
ПРИМЕСЕЙ В МЕДИ МАРКИ М1 АТОМНО-ЭМИССИОННЫМ
МЕТОДОМ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ**

Глазкина О.В., Черепанова И.В., Коломина Т.Н.

*ОАО Западно-Сибирский металлургический комбинат,
654043, Новокузнецк, шоссе Космическое, 16, e-mail: [kolomina tn@zsmk.ru](mailto:kolomina_tn@zsmk.ru)*

При изготовлении фурм для доменных печей используется медь марки М1, поступающая на комбинат в виде медного листа и проволоки. Для осуществления входного контроля меди по ГОСТ 859-2001 на соответствие марке М1 необходимо контролировать содержание примесей в диапазоне 0,0001-0,005 %.

Существующие стандартизованные методики (ГОСТ) трудоемки и длительны, требуют применения редких дорогостоящих реактивов и предусматривают отдельное определение элементов.

Для оперативного входного контроля медного листа и проволоки была разработана методика определения массовых долей Bi, Fe, Ni, Zn, Sn, Sb, As, Pb в меди атомно-эмиссионным методом с индуктивно связанной плазмой на спектрометре IRIS Advantage Duo HR (ThermoElemental, США). Данная методика позволяет вести совместное определение элементов из одной навески, экономить химические реактивы, сокращает время анализа.

Методика оформлена согласно требованиям ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений». По результатам метрологической экспертизы, проведенной в Институте стандартных образцов г. Екатеринбурга, методика аттестована на входной контроль и внесена в отраслевой реестр методик количественного химического анализа.

ИЗУЧЕНИЕ ФАЗОВОЙ СТРУКТУРЫ И ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОГО ОСАДКА ЗОЛОТО-ВИСМУТ

Глызина Т.С., Колпакова Н.А.

Томский политехнический университет,
634050, Томск, пр. Ленина, 30, inosine@yandex.ru

В настоящее время для определения элементов методом инверсионной вольтамперометрии (ИВ) часто используются модифицированные электроды, где модификатор не является индифферентным веществом. При электроосаждении определяемой примеси на модифицированном электроде образуются сложные фазовые структуры. Для исследования этих структур сложно использовать обычные методы изучения фазовой структуры осадка, т.к. масса осадка на электроде очень мала. Нами разработан способ изучения фазовой структуры и элементного состава электролитического осадка методом ИВ.

Методом инверсионной вольтамперометрии были изучены электролитические осадки золото-висмут, образующиеся при электролизе на поверхности модифицированного золотом графитового электрода. Согласно литературным данным золото и висмут образует одно интерметаллическое соединение состава Au_2Bi . При окислении осадка происходит селективное электроокисление висмута из этого интерметаллического соединения. Электроокисление электроотрицательного компонента, входящего в сплав осадка интерметаллического соединения Au_2Bi регистрируется в области потенциалов $0,11 \div 0,17$ В, тогда как электроокисление ионов Bi (III) на графитовой подложке электрода в кислых растворах определяется в области отрицательных значений. То, что потенциал анодного пика не изменяется при изменении соотношений компонентов в осадке, указывает на то, что при электроосаждении висмута на золото-графитовом электроде образуется именно интерметаллическое соединение, что согласуется с литературными данными. Получено теоретическое уравнение, связывающее потенциал анодного пика с составом интерметаллического соединения. Также, разработанный метод использован для оценки фазовой структуры и элементного состава электролитических осадков золото-сурьма, золото-медь.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ № 06-05-64091.

СОСТАВ КИСЛОРОДСОДЕРЖАЩИХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ГРУПП НА УГЛЕРОДНОЙ ПОВЕРХНОСТИ

Головизина Т.С., Левченко Л.М., Митькин В.Н., Шелудякова Л.А.

*Учреждение Российской академии наук
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
просп. Акад. Лаврентьева, 3, Новосибирск 630090, e-mail: inx tanya@che.nsk.su*

Сорбционные свойства окисленных нанопористых углеродных материалов (НУМС-О) зависят от состава поверхностных кислородсодержащих функциональных групп (ПФГ). Определение состава ПФГ основывается на методах химического анализа, титриметрии, ИК-спектроскопии.

Целью настоящей работы было изучение состава углеродной поверхности НУМС-О, полученных в процессе жидкофазного окисления и идентификация ПФГ методами титриметрии и ИК-спектроскопии.

Процесс окисления углеродного материала марки «Техносорб» проводили растворами H_2O_2 (концентрации 2-30%) при температуре 23-70 °С. Состав полученных НУМС-О определяли методом химического анализа на С,Н,Н-анализаторе, количество ПФГ определяли титриметрически по методике Бозма.

Показано, что общее количество карбоксильных и гидроксильных групп в процессе окисления меняется незначительно и составляет 4.5%, что хорошо согласуется с данными химического анализа.

ИК спектры НУМС-О записывали на Фурье ИК-спектрометре SCIMITAR FTS 2000 в диапазоне 4000-400 cm^{-1} . Для окисленных образцов НУМС-О в ИК-спектрах в области 3800-3400 cm^{-1} наблюдаются валентные колебания OH^- групп. Кроме того в спектрах присутствуют полосы валентных колебаний димеризованных OH^- групп, а также колебаний алканов CH_2 , CH_3 (3000-2800 cm^{-1}). Слабые полосы при 1752 cm^{-1} и 1650 cm^{-1} связаны с колебаниями $COOH$, COO^- и $C=O$ групп.

Были отмечены интенсивные полосы, характерные для валентных асимметричных и симметричных колебаний COO^- при 1558 cm^{-1} и 1460 cm^{-1} . Сложная полоса при 1280-1250 cm^{-1} обусловлена колебаниями OH^- , $C-O-C$ групп.

Обсуждены изменения в ИК-спектрах исследуемых образцов НУМС, полученных при различных условиях окисления.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ «МАЛЫХ» ФАЗ МЕТОДОМ ДИФФЕРЕНЦИРУЮЩЕГО РАСТВОРЕНИЯ

Довлитова Л.С., Болдырева Н.Н., Власов А.А., Малахов В.В.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090, Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 5*

Определение следов элементов – одна из наиболее развитых областей современной аналитической химии. Совершенно иная ситуация имеет место при обнаружении, идентификации и количественном определении твердых фаз, образованных элементами, присутствующими в анализируемых веществах в малых количествах. В фазовом анализе область определения низких концентраций фаз возникает много раньше, чем в элементном анализе область следовых. Например, наиболее распространенным методом рентгенофазового анализа (РФА) часто уже не удастся определять фазы, при их содержании около 5-10-ти % масс. Такие количества трудно назвать следовыми, чем и обусловлено введение термина «малые фазы» [1]. Этот термин целесообразно использовать для концентрационной области, в которой чувствительность структурных физических методов определения фазового состава (РФА, ИК, ЯГР) уже исчерпана, а химических остается еще высокой. По разным причинам границы этой области достаточно размыты. Нижняя граница $\sim n \cdot 10^{-2} - n \cdot 10^{-3}$ % масс. соответствует химическому методу дифференцирующего растворения (ДР), а верхняя – от десятых долей до нескольких процентов – часто отвечает предельной чувствительности структурных физических методов [1].

Классифицированы типы пространственного распределения малых фаз в объеме и на поверхности матриц. Проведено математическое моделирование процессов ДР для систем со сложными матрицами и найдены зависимости селективности и эффективности разделения малых и матричных фаз от различных факторов. Приведены примеры определения малых фаз в различных многоэлементных функциональных материалах.

1. Малахов В.В., Довлитова Л.С. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2008. Т. 74. № 7. С. 3-11.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФАЗ ПЕРЕМЕННОГО СОСТАВА В ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛАХ МЕТОДОМ ДИФФЕРЕНЦИРУЮЩЕГО РАСТВОРЕНИЯ

Довлитова Л.С., Власов А.А., Малахов В.В.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090, Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 5*

Определение в твердых многоэлементных многофазовых веществах фаз постоянного и переменного состава остается одной из наиболее трудно решаемых и, к сожалению, мало разработанных проблем аналитической химии. Метод дифференцирующего растворения гарантирует надежную интерпретацию результатов анализа сложных веществ, состоящих из фаз постоянного состава и фаз переменного состава, включая твердые растворы, но только при условии постоянной пространственной концентрации их компонентов.

Стехиометрия пространственно неоднородных фаз переменного состава характеризуется градиентом концентрации их компонентов и корректно может быть описана концентрационными профилями распределения компонентов в объеме фаз, а не традиционными стехиометрическими формулами. Решение задачи определения таких фаз может быть найдено при аффинном преобразовании кинетических кривых растворения элементов и соответствующих стехиограмм [1]. Изменение условий растворения приводит к изменению скорости послойного растворения частиц фаз. Однако при изменении этих условий слои пространственно неоднородной фазы переменного состава переходят в раствор хотя и с различными скоростями, но в одной и той же последовательности, что и обуславливает неизменность профиля стехиограмм относительно степени растворения такой фазы. Принцип аффинности был подтвержден при математическом моделировании процессов дифференцирующего растворения и экспериментально.

В докладе приведены многочисленные примеры определения фаз переменного состава, в том числе пространственно неоднородных, в различных функциональных материалах.

1. Малахов В.В., Власов А.А., Довлитова Л.С. Журн. аналит. химии. 2004. Т. 59. № 11. С. 1126.

МЕТОД ДИФФЕРЕНЦИРУЮЩЕГО РАСТВОРЕНИЯ В ИССЛЕДОВАНИИ СОСТАВА, СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ НАНЕСЕННЫХ ОКСИДНЫХ ВАНАДИЕВЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ

Довлитова Л.С., Почтарь А.А., Болдырева Н.Н., Малахов В.В.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН
630090, Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 5*

Нанесенные оксидные ванадийсодержащие катализаторы представляют важный класс гетерогенных катализаторов многих реакций селективного окисления углеводородов и других органических соединений. Постоянно продолжаются исследования, направленные на получение сведений о химическом составе ванадийсодержащих катализаторов – их элементном, фазовом, поверхностном составе.

Применение метода ДР было обусловлено его безэталонной природой, возможностью проведения количественного фазового анализа с высокой чувствительностью как кристаллических, так и аморфных образцов [1].

Методом ДР были исследованы ряды катализаторов с различным содержанием ванадия, нанесенным на разные носители. Катализаторы были приготовлены двумя методами: пропитки и распылительной сушки [2]. В докладе приведены сведения об условиях динамического режима ДР при фазовом анализе катализаторов, а также сведения о полученных результатах и их интерпретации. Эти результаты позволили более точно и полно охарактеризовать качественный и количественный фазовый состав исследуемых образцов, а также состав их поверхностных слоев.

Метод ДР был использован для прецизионной коррекции фазового состава образцов катализаторов V_2O_5/TiO_2 . Необходимость такой коррекции возникла при определении природы активного компонента этих катализаторов.

Для идентификации соединения V_1Ti_1 использовали и метод ЯМР, однако, присутствие в катализаторах фазы V_2O_5 приводило к искажению получаемых спектров. Исследование очищенных от V_2O_5 образцов позволило получить корректную спектральную информацию [3].

1. В.В. Малахов, И.Г. Васильева. Успехи химии. 2008. Т. 77. № 4. С. 370.
2. Г.А. Зенковец и соавт. Кинетика и катализ. 2000. Т. 41. N: 4. С. 628.
3. В.М. Бондарева и соавт. Кинетика и катализ. 2000. Т.41. N: 5. С. 736.

АНАЛИЗ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ, ФАЗОВОГО И ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА СМЕШАННЫХ ФОСФАТОВ ЦИРКОНИЯ И СЕРЕБРА

Дорофеева Н.В.^{1,2}, Водянкина О.В.¹, Павлова О.С.¹, Мамонтов Г.В.¹

¹Томский государственный университет, 634050, Томск, пр. Ленина 36

²Томский политехнический университет, 634050, Томск, пр. Ленина 30

e-mail: natalia10@mail.ru

Смешанные фосфаты циркония с различными металлами благодаря своим свойствам: термической и химической стойкости, низкому коэффициенту термического расширения и др., являются объектами изучения в различных областях наук, в том числе, в каталитических процессах изомеризации углеводородов, восстановлении NO_x , дегидратации и дегидрирования одноатомных спиртов. Для процесса окисления этиленгликоля в глиоксаль использование смешанных фосфатов в качестве катализаторов впервые предложено в настоящей работе.

В работе исследована каталитическая активность, структура, физико-химические свойства смешанных фосфатов состава $\text{AgZr}_2(\text{PO}_4)_3$, полученных золь-гель методом, соосаждением и ионным обменом. Полученные системы охарактеризованы рядом физических и химических методов, в том числе, ПЭМ, РФА, РФСА, ЭСДО и др. Установлено, что смешанные фосфаты металлов, предварительно обработанные в восстановительной среде, проявляют каталитическую активность в процессе парциального окисления этиленгликоля. Метод синтеза фосфатов определяет конечный состав, структуру и каталитические свойства. Под воздействием реакционной среды и температуры $\text{AgZr}_2(\text{PO}_4)_3$ разлагается с образованием серебра и фосфатов циркония различной структуры. Методом ПЭМ установлено, что внутренняя структура фосфатов зависит от метода их получения, и золь-гель метод позволяет получить фосфат с микрокристаллической структурой. Размеры наночастиц Ag, формирующихся на поверхности цирконий-фосфатной матрицы после обработки H_2 , составляют 10-50 нм. Под воздействием реакционной среды в процессе окисления этиленгликоля происходит укрупнение частиц активного компонента, и для осажденных фосфатов оно наиболее значительно. Серией ТПО/ТПВ экспериментов показано, что на поверхности катализатора формируется несколько форм серебра, способных обратимо окисляться / восстанавливаться при разных температурах, что позволяет сделать вывод о реакционной способности каталитических систем, полученных различными способами.

АНАЛИЗ ИЗОПРОПИЛАТА АЛЮМИНИЯ, НАНОПОРОШКОВ ОКСИДОВ ИТТРИЯ И НЕОДИМА МЕТОДОМ ИСП-АЭС

Евдокимов И.И., Пименов В.Г.

*Институт химии высокочистых веществ РАН
603950, ГСП-75, Н. Новгород, ул. Тропинина, 49, ilya.hif@rambler.ru*

В последние годы интенсивно ведутся работы по получению оптических керамических материалов на основе нанопорошков оксидов алюминия, иттрия и редкоземельных элементов. Суммарное содержание примесей переходных элементов в таких материалах не должно превышать 10^{-4} % масс.

Целью настоящей работы является разработка методики определения примесей в перспективных прекурсорах керамики – изопропилате алюминия, оксиде иттрия, а также смеси оксидов иттрия и неодима (массовая доля неодима <5 %), с пределами обнаружения 10^{-4} - 10^{-6} % масс. Этим целям удовлетворяет атомно-эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой (АЭС с ИСП) – экспрессный многоэлементный метод анализа с низкими пределами обнаружения.

Подготовка проб к анализу заключалась в растворении в азотной кислоте и не представляла трудностей. Для снижения поправки контрольного опыта воду и азотную кислоту доочищали непосредственно перед анализом дистилляцией без кипения. Содержание отдельных примесей в реактивах удалось снизить до 10^{-8} - 10^{-9} % масс.

Изучили влияние матрицы на результаты анализа. Установили, что растворы с массовой долей иттрия 0.2 % масс. (для алюминия – 0.5 % масс.) являются наиболее подходящими для анализа, т.к. при этом достигаются требуемые пределы обнаружения примесей, а влияние матрицы не очень сильное. Правильность получаемых результатов проверяли варьированием массой аналитической навески, методом «введено-найдено», а также сопоставлением с данными дугового атомно-эмиссионного анализа. В присутствии матрицы наблюдалось занижение результатов анализа на 10-15 %. В случае анализа изопропилата алюминия влияние матрицы удалось минимизировать введением внутреннего стандарта – висмута.

Пределы обнаружения примесей (3s-критерий) в пробах изопропилата алюминия находились в интервале 10^{-5} - 10^{-7} % масс., а в пробах оксидов иттрия и неодима – 10^{-4} - 10^{-7} %. Относительное стандартное отклонение результатов анализа составило 0.03-0.05.

АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ АНАЛИЗ ВЫСОКОЧИСТЫХ ОКСИДОВ С КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ ПРИМЕСЕЙ ОТГОНКОЙ ПРИ ФТОРИРОВАНИИ ПРОБЫ В АВТОКЛАВЕ

Евдокимов И.И., Липатова М.М., Пименов В.Г.

*Институт химии высокочистых веществ РАН,
г. Нижний Новгород, ул. Тропинина, 49, pim@ihps.nnov.ru*

Оксиды германия (IV), молибдена (VI), теллура (IV) и вольфрама (VI) являются прекурсорами функциональных материалов (активные и пассивные элементы волоконно-оптических линий связи, сцинтилляторы и др.), на свойства которых существенное влияние оказывают примеси даже в незначительных количествах. Состав и содержание примесей в конечном продукте в значительной степени зависит от содержания примесей в исходных компонентах. Этим определяется необходимость контроля содержания примесей в рассматриваемых оксидах.

Для определения широкого круга примесей предложена унифицированная методика атомно-эмиссионного анализа с предварительным концентрированием примесей отгонкой после химического превращения матриц в летучие фториды. Концентрирование примесей проводили в парах дифторида ксенона при повышенных давлении и температуре в автоклаве, концентрат примесей анализировали дуговым атомно-эмиссионным методом и атомно-эмиссионным методом с индуктивно связанной плазмой. Пробоподготовка характеризуется низкими значениями поправки контрольного опыта, остаточные количества матриц не влияют на результаты анализа.

Правильность результатов анализа подтверждена способом «введено-найденно», варьированием аналитической навески, сопоставлением с результатами прямого атомно-эмиссионного анализа, с данными, полученными в других лабораториях различными методами. Установлены частичные или полные потери примесей As, Mo, W, Te, Ge, Si, Cr, V, Sb, образующих в условиях концентрирования летучие соединения.

Предел обнаружения примесей (3 σ -критерий) Al, Fe, Mg, Mn, Pb, Bi, Ni, Co, Ag, Cu, Ca, Cd, Ti, Pt, Au и др. из 1 г аналитической навески составил 10^{-6} – 10^{-8} % масс. Относительное стандартное отклонение $\leq 0,4$.

ВОЗМОЖНОСТИ СОВРЕМЕННОЙ ИНФРАКРАСНОЙ ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРИИ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ МИКРООБЪЕКТОВ И НАНОМАТЕРИАЛОВ

Ежевская Т.Б., Бубликов А.В.

*Институт физики полупроводников СО РАН,
г. Новосибирск, ул. Институтская, 2, tania@isp.nsc.ru*

Инфракрасная (ИК) фурье-спектрометрия является современным инструментом исследования химического состава функциональных материалов, который имеет ряд выигрышей по сравнению с дифракционной и диспергирующей спектрометрией: более высокую чувствительность, быстрое действие и спектральную точность в определении длины волны. Современное программное обеспечение фурье-спектрометров предоставляет максимально широкие возможности для обработки и интерпретации спектров, сохранения их в желаемом формате, проведения автоматизированного поиска по спектральным базам данных, а также для качественного и количественного анализа, в том числе смесей, содержащих несколько компонентов.

Описаны возможности фурье-спектрометрии при исследовании однородных микрообъектов с линейными размерами от 200 мкм методами зеркального и диффузного отражения, однократного (НПВО) и многократного нарушенного полного внутреннего отражения (МНПВО), а также при исследовании неоднородных микрообъектов размером от 20 мкм с использованием широкодиапазонной ИК микроскопии с охлаждаемым детектором методами пропускания, двойного прохождения, а также с использованием объективов диффузного отражения и НПВО.

ИК фурье-спектрометр «ФТ-801» (ИФП СО РАН), не вносящий собственной поляризации, с ИК микроскопом «МИКРАН» (НПФ «СИМЕКС», г. Новосибирск) и поляризационной приставкой может быть использован для экспресс-диагностики спектральных характеристик образцов новых искусственных материалов на основе нанопленочных оболочек – ИК метаматериалов, обладающих оптической активностью, круговым дихроизмом и отрицательным показателем преломления.

ИК фурье-спектрометры могут работать с оптоволоконными зондами, устройствами термостабилизации и вакуумирования образцов, а также с другим аналитическим оборудованием, например, с устройствами для Раман-спектроскопии и термогравиметрического анализа, с газовыми хроматографами и эллипсометрами.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОПРИМЕСЕЙ В АЛЮМОИТТРИЕВОЙ НАНОКЕРАМИКЕ МЕТОДАМИ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

Ковалев И.Д., Потапов А.М., Иванова Е.В.

*Институт химии высокочистых веществ РАН,
ул. Тропинина, 49, 603950, Нижний Новгород, Россия, ikovalev@ihps.nnov.ru*

Алюмоиттриевый гранат является перспективным материалом для создания твердотельных мощных и сверхмощных лазеров ближнего ИК-диапазона. Известные технологии получения алюмоиттريفой керамики связаны с получением нанодисперсной высокочистой шихты. Целью настоящей работы было исследование возможности анализа нанопорошков оксидов алюминия и иттрия методами лазерной масс-спектрометрии и масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Методом лазерной масс-спектрометрии (ЛМС) анализировались прессованные порошки оксидов. Коэффициенты относительной чувствительности (КОЧ) элементов в данной матрице определяли построением градуировочных кривых по синтетическим образцам сравнения в интервале концентраций 10^{-1} – 10^{-3} % мас. Для анализа методом ИСП МС (ELEMENT 2 (Bremen, Germany).пробы оксидов алюминия и иттрия растворяли в азотной кислоте, затем разбавляли бидистиллированной водой до концентрации 10^{-2} % по оксиду металлов. Получено хорошее согласие результатов обоих методов по малораспространенным и редкоземельным элементам. Установлено, что пределы обнаружения в ИСП МС по указанным примесям находятся на уровне 10^{-6} – 10^{-8} %. Это на два и более порядка лучше, чем в ЛМС. По распространенным примесям пределы обнаружения ИСП МС суммарным уровнем холостого опыта и уступают достигаемым в ЛМС, особенно для легких элементов. Исследованы источники холостого опыта, ограничивающие пределы обнаружения. Наилучший результат получен при использовании азотной кислоты марки ОСЧ и бидистиллированной воды, дополнительно очищенных методом дистилляции без кипения в тефлоновом аппарате специальной конструкции, и посуды из ПФА на всех этапах пробоподготовки. Сочетание ИСП МС и ЛМС, обеспечивающей обзорный анализ, дает максимум полезной и правильной аналитической информации. Общее число определяемых примесей обоими методами достигает 70-и с пределами обнаружения в интервале $n \cdot 10^{-8}$ – 10^{-5} мас. %.

Работа выполнена при финансовой поддержке Программы Президиума РАН № 20.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТИ НОВЫХ КОМПЛЕКСОВ МЕДИ(II) С БИС(3,5-ДИМЕТИЛ-4- БРОМО(ИОДО)ПИРАЗОЛ-1-ИЛ)МЕТАНАМИ

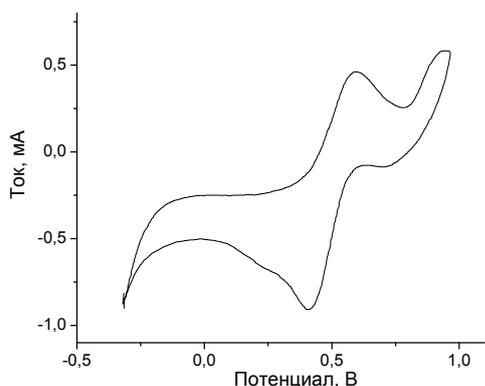
Коковкин В.В.^{1,2}, Кальный Д.Б.², Лидер Е.В.¹, Галкин П.С.^{1,2}, Лавренова Л.Г.^{1,2}

¹Учреждение Российской академии наук Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН, г. Новосибирск, 630090 просп. Акад. Лаврентьева, 3
E-mail: basil@che.nsk.su

²Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск

Координационные соединения (КС) меди(II) с производными бис(пиразол-1-ил)метана могут обладать антиоксидантной активностью, в частности, подобно медьсодержащей супероксиддисмутазе, они катализируют процесс разложения токсического радикала ($O_2^{\bullet-}$) до O_2 и H_2O_2 . Антиоксидантная активность проявляется при условии, что потенциалы окисления располагаются в диапазоне $-0.16 \text{ В} < E_p < 0.89 \text{ В}$.

Синтезированы комплексы меди(II) с бис(3,5-диметил-4-бромопиразол-1-ил)метаном (L^1) и бис(3,5-диметил-4-иодопиразол-1-ил)метаном (L^2) состава: $Cu_2(L^1)_2Cl_4$, $[Cu(L^1)_2(H_2O)](ClO_4)_2 \cdot (CH_3)_2CO$, $[Cu(L^2)_2(H_2O)](ClO_4)_2 \cdot (CH_3)_2CO$ и $Cu(L^2)Cl_2$. Методом циклической вольтамперометрии изучена электрохимическая активность КС в смешанных растворителях вода-ацетон и вода-ацетонитрил при



использовании в качестве фоновых электролитов $NaClO_4$ и $NaCl$. Исследование проводилось в трехэлектродной ячейке с хлорсеребряным электродом сравнения. Потенциал на рабочем плоском платиновом электроде варьировали в интервале $-0.5 < E < -1.5 \text{ В}$ при скоростях развертки 10–100 мВ/с. Показано, что, в отличие от лигандов, комплексы обладают выраженной

электрохимической активностью. Для исследуемых КС в интервале потенциалов $-0.15 \text{ В} < E_p < 0.60 \text{ В}$ обнаружены пики, которые отвечают нескольким окислительно-восстановительным процессам, отличающимся от таковых для растворов солей меди. Это свидетельствует о влиянии лиганда на электрохимическую активность металла в комплексе. На рис. приводятся данные для КС I в $5 \cdot 10^{-4} \text{ М}$ водно-ацетоновом растворе. Таким образом, исследуемые соединения могут обладать антиоксидантной активностью.

МЕТОД ОЦЕНКИ СОДЕРЖАНИЯ ХИНОННЫХ ГРУПП НА ПОВЕРХНОСТИ ДИСПЕРСНОГО УГЛЕРОДА

Кохановская О.А.

*Институт проблем переработки углеводородов СО РАН,
644040 Омск, Нефтезаводская, 54, E-mail: Lacsum@ihcp2.oscsbras.ru*

Знание характеристик функционального состава дисперсного углерода необходимо при его использовании в качестве сорбента различных полимеров. Известно, что в поверхностном слое дисперсного углерода могут содержаться различные кислородсодержащие группы, в том числе хинонная. Количественное определение содержания хинонов на поверхности дисперсного углерода обычно осуществляется пиролизом, однако, этот метод аппаратурно сложен и длителен.

Нами опробована титриметрическая методика определения хинонных групп по реакции с избытком раствора хлорида олова по реакции:



Анализ проводили следующим образом. К навеске дисперсного углерода (2 г) предварительно высушенной до постоянной массы, добавляли 50 см³ 0,1н раствора хлорида олова. Параллельно проводят холостой опыт в тех же условиях, но без дисперсного углерода. В обе колбы добавляют бикарбонат натрия и закрывают клапаном Бунзена. Кипятят 30 минут, затем охлаждают, отфильтровывают технический углерод через мембранный фильтр и 1 см³ фильтрата с 20 см³ разбавленной соляной кислоты (1:8) и раствором крахмала в качестве индикатора титруют раствором йода 0,01н. Содержание хинонных групп А (мг-экв/г) определяют по формуле:

$$A = \frac{(V_1 - V_2) \cdot N \cdot V_{\text{SnCl}_2}}{g \cdot a},$$

где V_{SnCl_2} – объем раствора SnCl_2 , взятого для реакции; V и V_2 – количество раствора I_2 , пошедшего на титрование в холостом и рабочем опытах; N – концентрация раствора йода; g – масса дисперсного углерода; a – аликвотная часть фильтрата для титрования. Обнаружена достойная корреляция между данными анализа хинонных групп на поверхности дисперсного углерода титриметрическим методом и методом пиролиза с коэффициентом аппроксимации 0,892.

СНН-АНАЛИЗ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ИХ ПРЕКУРСОРОВ

Кощева О.С., Сапрыкин А.И.

*Учреждение Российской Академии Наук
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
630090 Новосибирск, просп. акад. Лаврентьева, 3, saprykin@che.nsk.su*

СНН-анализ – один из важных методов изучения функциональных материалов. Знание процентного содержания азота, углерода и водорода позволяет подтвердить предположительную формулу соединения или определить степень модифицирования носителя или сорбции вещества на сорбенте. В Аналитической лаборатории ИНХ СО РАН СНН-анализ проводится на приборе фирмы EuroVector (Италия), EA 3000. Для повышения полноты сгорания проб, уменьшения погрешности и снижения времени анализа прибор и методика были модернизированы следующим образом: 1) осуществлен переход к однореакторному режиму, в котором катализатор окисления и восстановления загружаются в один кварцевый реактор; 2) вместо дорогостоящих фирменных катализаторов окисления, использовали оксид вольфрама собственного изготовления; 3) двухметровая хроматографическая колонка заменена на однометровую; 4) отработаны методики изготовления гранулированной меди и гранулированного оксида вольфрама; 5) подобраны оптимальные универсальные условия для полного сгорания проб различных классов, такие как температуры печей, давление кислорода и газа-носителя (гелия). В универсальных условиях были проанализированы следующие материалы: углеродные нанотрубы; металл-органические каркасы (пористые координационные полимеры для стереоселективной сорбции и катализа); модифицированный аэросил; химические сенсоры; катализаторы; комплексы, обладающие магнитными и противотуберкулезными свойствами; люминесцентные материалы; прекурсоры смешанных металлоксидных керамик и наноразмерных твердых растворов металлов. Полученные результаты по содержанию углерода, азота и водорода согласовались с расчетными или предполагаемыми значениями.

Авторы выражают благодарность Тиховой В.Д. и Фадеевой В.П. за помощь в работе.

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ В МЕДНО-НИКЕЛЕВОМ ФАЙНШТЕЙНЕ

Макаров Д.Ф., Витус Е.Н.

ЗФ ОАО «ГМК «Норильский никель», Контрольно-аналитический департамент
ул. Октябрьская, д. 2, а/я 2, г. Норильск, Россия, 663316,
тел. (3919) 35 42 32, факс (3919) 35 44 92, e-mail: kad@nk.nornik.ru

Медно-никелевый файнштейн является промпродуктом Надеждинского металлургического и Никелевого заводов Заполярного филиала компании «Норильский никель». Файнштейн коллектирует из исходных материалов процесса конвертирования практически 100 % платиновых металлов, золота и серебра. При дальнейшей переработке файнштейна из него получают не только катодный никель и катодную медь, но и платиновые концентраты, направляемые в аффинажное производство.

Достоверное определение содержания драгметаллов в файнштейне является необходимым требованием для его дальнейшей переработки. Основной сложностью при выполнении анализа является отделение сульфидной медно-никелевой матрицы, без сброса которой анализ файнштейна практически невозможен.

В Контрольно-аналитическом департаменте ЗФ компании разработаны методики определения в файнштейне массовых долей платины, палладия, родия, рутения, иридия, золота, осмия масс-спектрометрическим и платины, палладия, родия, золота атомно-эмиссионными методами с индуктивно-связанной плазмой, массовой доли серебра атомно-абсорбционным методом. Методики аттестованы.

Методика определения платиновых металлов и золота предусматривает отделение медно-никелевой матрицы растворением навески пробы или пробирного коллектора драгметаллов в соляной кислоте. Так как полностью отделить матрицу не удаётся, при атомно-эмиссионном анализе вводятся коэффициенты коррекции на медь, никель и железо.

Масс-спектрометрический метод анализа более свободен от матричных влияний и является основным при выдаче результатов анализа.

При определении серебра из навески файнштейна матрицу пробы не отделяют, но в градуировочные растворы вводят соответствующее количество никеля и меди в соотношении, как в пробах файнштейна, которое контролируют по анализу его декадных проб.

ПОДГОТОВКА ПРОБ МЕДНО-НИКЕЛЕВОГО ФАЙНШТЕЙНА К АНАЛИЗУ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ

Макаров Д.Ф., Муллагулов И.А., Ющук Н.Н., Базаркина Н.А., Ильин А.В.

ЗФ ОАО «ГМК «Норильский никель», Контрольно-аналитический департамент
ул. Октябрьская, д. 2, а/я 2, г. Норильск, Россия, 663316,
тел.: (3919) 35 42 32, факс: (3919) 35 44 92, e-mail: kad@nk.nornik.ru

Медно-никелевый файнштейн Заполярного филиала компании «Норильский никель» производится на Надеждинском металлургическом и Никелевом заводах. Файнштейн коллектирует из исходных материалов процесса конвертирования практически 100% платиновых металлов, золота и серебра. При дальнейшей переработке файнштейна из него получают не только катодный никель и катодную медь, но и платиновые концентраты, направляемые в аффинажное производство.

Составы файнштейнов отличаются по отношению никеля и меди, которое выше в файнштейне НМЗ (1,6), в то время как в файнштейне НЗ оно равно 1,0.

Основной сложностью при выполнении анализа файнштейна на содержание драгоценных металлов является их отделение от сульфидов никеля и меди, без сброса которых анализ файнштейна практически невозможен. Скорость и полнота растворения сульфидов, и особенно сульфида меди, в концентрированной соляной кислоте, как показали опыты, в большой степени зависит от отношения никеля к меди. При величине этого отношения более 5-ти нерастворимый остаток составлял менее 0,1% от навески в 10 г. искусственного файнштейна, которая растворялась в течение 40 мин.

Проведённые опыты позволили разработать методику предварительной пробирной переплавки проб файнштейнов НМЗ и НЗ с сульфидом карбонильного никеля с целью изменения и стабилизации в них соотношения никеля и меди, что существенным образом ускоряет процесс растворения пробы и упрощает проведение последующего определения платиновых металлов золота.

Кроме того, была разработана методика растворения остатка, содержащего все платиновые металлы, в «царской водке» при температуре не выше 70 °С, позволившая избегать в процессе растворения потери осмия в виде его тетраоксида и определять все платиновые металлы из одной навески.

АНАЛИЗ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ТОНКИХ ПЛЕНОК КАРБОНИТРИДА КРЕМНИЯ МЕТОДОМ ЭДС

Максимовский Е.А., Файнер Н.И., Румянцев Ю.М., Косинова М.Л., Аюпов Б.М.

*Учреждение Российской академии наук
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
Россия, 630090, Новосибирск, пр. Акад. Лаврентьева, 3, eugene@che.nsk.su*

Проблема экспрессного, локального, неразрушающего метода анализа элементного состава твердых веществ всегда стояла перед исследователями, работавшими в области металлургии, геологии и микроэлектроники. Большие возможности в этом направлении появились в связи с созданием техники энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии, которой оборудуются ныне электронные микроскопы высокого разрешения. Однако до сих пор в большинстве случаев этот метод дает лишь качественные результаты, что связано со сложностью происходящих в веществе процессов возбуждения и поглощения рентгеновского излучения и невозможностью их точного моделирования. Выход может быть найден на пути использования эталонов или тщательной отработки методики анализа конкретных образцов с учетом причин возможных ошибок.

В настоящей работе особенности энергодисперсионного анализа рассматриваются применительно к измерению элементного состава тонких пленок карбонитрида кремния, весьма перспективных для использования в оптике и микроэлектронике. Основные трудности при анализе этих объектов состоят в том, что они содержат легкие элементы (C, N, Si, O) и чаще всего нанесены на кремниевую подложку, которая может вносить вклад в результат измерения. Экспериментально изучалось влияние энергии электронного пучка, материала подложки и толщины пленки карбонитрида кремния на измеренный элементный состав. Кроме того, обработка полученных спектров осуществлялась с использованием двух разных программ. Оптимальные результаты получены при энергии электронного пучка 5-8 кэВ, при которой полностью возбуждаются анализируемые легкие элементы и в тоже время глубина зоны возбуждения не столь велика, чтобы их характеристическое излучение сильно поглощалось в пленке. В этих условиях глубина проникновения пучка в карбонитридах кремния составляла около 500 нм, а кремниевая подложка не вносила вклада в результат анализа пленок толщиной больше этой величины. При использовании энергии пучка более 10 кэВ и пленок меньшей толщины содержание кремния получалось завышенным. Применение подложек из других материалов (GaAs, Ge) позволяет устранить это завышение, но и в этом случае ограничение на энергию электронного пучка сохраняется.

КОНТРОЛЬ ПРОЦЕССОВ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОФТОРИРОВАННЫХ АРОМАТИЧЕСКИХ ПОЛИИМИДОВ МЕТОДАМИ MALDI-TOF MS И ЯМР ¹⁹F

Малыхин Е.В.*, Шундрин И.К.*, Ваганова Т.А.*, Кусов С.З.*, Родионов В.И.*,
Герасимова Ю.В.**, Коваль В.В.**

**Новосибирский институт органической химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН,
пр. Лаврентьева, 9, Новосибирск, 630090, Россия. malykhin@nioch.nsc.ru*

***Новосибирский институт химической биологии и фундаментальной
медицины СО РАН*

Контроль роста полимерных цепей заданной архитектуры, а также процессов допирования высокофторированных ароматических полиимидов (функциональных материалов для оптоэлектроники) требует использования информативных аналитических методов. Для решения этих задач в синтезе полиимидов из новых перфторированных мономеров – диаминов гексафторнафталина, гексафтортолуола, трифторпиридина, а также 4-аминотрифторфталевого ангидрида (мономер АБ-типа) – использованы методы MALDI-TOF MS и ЯМР ¹⁹F.

Методом ЯМР ¹⁹F: (i) оценена относительная реакционная способность аминогрупп в несимметричных мономерах-диаминах и моноацильных производных, которая контролирует степень полимеризации; (ii) отслежена динамика роста полимерной цепи (среднечисленной молекулярной массы) по соотношению внутренних (диимидных) и концевых (имидоаминных) фрагментов; (iii) определена оптимальная продолжительность конденсации в жидкофазной фазе по степени конверсии диамина и соотношению амидокислотных и имидных фрагментов в преполимере (степени циклодегидратации).

Идентификация сигналов различных структурных фрагментов растущей полимерной цепи в спектрах ЯМР ¹⁹F выполнена на основе характеристик спектров модельных перфторированных моно- и диимидов.

Методом MALDI-TOF MS: (i) идентифицированы макромолекулы с различными комбинациями концевых групп; (ii) в широком диапазоне масс (2500–12000 Da) выполнен анализ полиимидов, имеющих ограниченную растворимость; (iii) по изменению максимальной, среднечисленной и средневесовой молекулярной массы выявлены зависимости роста полимерной цепи от температуры и продолжительности твердофазной стадии; (iiii) удастся фиксировать признаки фрагментации и частичной деструкции полимера.

Отработанные аналитические методики могут быть использованы для контроля синтеза полифторированных полиимидов и методов их химического допирования.

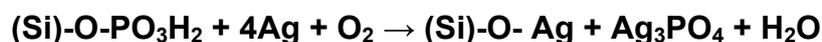
МЕХАНИЗМ ФОРМИРОВАНИЯ АКТИВНОЙ ПОВЕРХНОСТИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ АГ КАТАЛИЗАТОРОВ

Мамонтов Г.В., **Леонова Е.В.,** **Изаак Т.И.,** **Князев А.С.,** **Водянкина О.В.**

Томский государственный университет, Томск, 634050, пр. Ленина, 36
e-mail: grinmamontov@sibmail.com

В работе изучен процесс организации активной поверхности для каталитических систем парциального окисления этиленгликоля в глиоксаль, представляющих собой наночастицы серебра, иммобилизованные в фосфатно-силикатную матрицу. Для выяснения роли всех составляющих системы были рассмотрены модельные системы с варьированием состава и способа организации. Особенностью данных систем является то, что наличие фосфатного модификатора приводит к способности серебра обратимо окисляться – восстанавливаться под действием реакционной среды, поэтому основным отслеживаемым параметром было количество подвижного серебра, определяемого из данных ТПО/ТПВ. По данным ИК-спектроскопии установлен химический состав поверхности, по данным ЭСДО – определено состояние активного компонента.

Для системы, не содержащей фосфатного модификатора, почти всё серебро находится в восстановленном виде, доля подвижного серебра $\approx 3,5$ %. По данным ИКС видно наличие Si-O-Ag связей. Для систем, представляющих собой ортофосфат серебра, нанесённый на мезопористый аэрогель SiO₂, характерна высокая доля подвижного серебра (≈ 50 %), что обуславливается присутствием фосфатного модификатора. При этом наличие свободной поверхности SiO₂ приводит к локализации части серебра. Из данных ИКС видно образование ортофосфата серебра, при этом количество колебаний групп Si-O-P и Si-O-Si различно для окисленного и восстановленного образцов, что хорошо согласуется с предложенным механизмом процесса перераспределения серебра:



Реальный катализатор содержит большое количество фосфатного модификатора (> 20 масс % P₂O₅), что приводит к отсутствию на поверхности свободного SiO₂, способного необратимо стабилизировать серебро. По данным ЭСДО видно, что часть серебра не поддаётся окислению в режиме ТПО и остаётся в восстановленном виде на поверхности, при этом размер наночастицы серебра уменьшается.

Таким образом, использование сочетания методов ТПВ, ИКС и ЭСДО позволяет детализировать процессы организации активной поверхности катализатора.

ААС-МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОСТАВА НЕКОТОРЫХ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ

Очертянова Л.И., Кискин М.А., Большакова Л.Д., Жижин К.Ю., Кузнецов Н.Т.

*Учреждение Российской Академии Наук
Институт общей и неорганической химии им.Н.С.Курнакова,
Москва 119991, Ленинский пр-т., 31, E-mail: ochert@igic.ras.ru*

Атомно-абсорбционный анализ один из наиболее часто используемых методов определения состава сложных неорганических веществ и материалов. Этим методом анализируются, получаемые в ИОНХ РАН новые неорганические и бионеорганические вещества и материалы. В работе приведены несколько направлений по синтезу и анализу некоторых из них. Для целенаправленного синтеза гетерометаллических оксидов молекулярные комплексы являются одними из перспективных прекурсоров, т.к. стехиометрическое соотношение металлов задано изначально и наличие растворимости позволяет предварительное нанесение металлсодержащего соединения на поверхность в виде тонких пленок. Недавно были разработаны методики синтеза гетерометаллических комплексов переходных металлов $Fe_2M(\mu_3-O)(Piv)_6(HPiv)_3$ ($M = Co, Ni$) и $Fe_3Mn_3(\mu_4-O)_2(Piv)_{10}(MeCN)_4$, а так же их производные. В результате синтеза получены соединения, состав которых соответствовал предполагаемому соотношению металлов: Fe: Ni (2:1); Fe : Co (2:1); Fe: Mn (1:1).

Путем синтеза гетероядерных комплексов состава: $[Co(NH_3)_5Cl][MCl_4]$, где ($M = Pt, Pd$) и $[Ni(NH_3)_6][PtCl_6]$ на поверхности $\gamma-Al_2O_3$ с последующим термическим разложением последних в инертной атмосфере до металлов, получены модельные каталитические объекты, пригодные для одновременного протекания нескольких реакций и стимулирующие кислородную депассивацию активных центров платиновых металлов. Анализ на содержание металлов Pt, Pd, Ni, Co, Mn, Fe проводили на ААС-303, фирмы Перкин-Элмер, в пламени ацетилен-воздух.

Разработанная ранее методика определения бора АА-методом легла в основу анализа сложных соединений бора, в том числе клозо-боратных анионов с функциональными транспортными группами. АА-анализ на содержание бора в исходных образцах и в биологических объектах (после предварительной пробоподготовки) проводили на ААС-2100 с HGA-700, фирмы Перкин-Элмер. Удалось показать, что в зависимости от степени пространственного удаления зарядов в соединении возможно регулирование свойств молекулы в целом, что оказывается существенным при синтезе биологически активных соединений для ^{10}B -нейтронозахватной терапии (^{10}B -НЗТ).

ИССЛЕДОВАНИЕ ХИРАЛЬНЫХ СВОЙСТВ ПЛЕНОК АЛКИЛИРОВАННОГО ЦИКЛОДЕКСТРИНА, РАСТВОРЕННОГО В ПОЛИМЕРАХ

Патрушев Ю.В., Бавыкина А.В., Сидельников В.Н.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090, Новосибирск, пр. Акад. Лаврентьева, 5, patrush@catalysis.ru*

Одним из наиболее распространенных способов создания хиральных пленок для газожидкостной капиллярной хроматографии является нанесение смеси алкилированных циклодекстринов (АЦ) с полисилоксанами на внутреннюю поверхность капилляра. Поскольку АЦ являются кристаллическими веществами, то для создания пленки их растворяют в полимерах, после чего проводят нанесение пленки из раствора. Так как АЦ для сохранения хиральности в колонке требуют к себе бережного отношения, то обычно нанесение проводят статическим методом низкого давления. Этот метод позволяет формировать пленки в капилляре при низкой температуре за времена более 24 часов.

В данной работе впервые опробован статический метод высокого давления для создания пленки на внутренней поверхности капиллярной колонки, в процессе которого хиральный компонент подвергается кратковременному нагреву до 280 °С. Метод позволяет формировать пленки внутри колонки примерно в течение получаса. Поскольку такая жесткая процедура создания пленки может повлиять на свойства колонки, то нами были исследованы разделительные характеристики колонок по отношению к смесям энантиомеров как искусственного, так и природного происхождения. Были приготовлены капиллярные хроматографические колонки в которых *гептакис(2,3,6-три-О-метил)-β-циклодекстрин* был растворен в полисилоксанах и полиэфирах. Было найдено, что пленка АЦ, растворенного в полимере обладает хорошей адгезией к поверхности плавленого кварца, что дает возможность готовить высокоэффективные капиллярные колонки для газожидкостной хроматографии. Поскольку все колонки содержали АЦ, то их селективность несколько отличалась от полимерной матрицы. Нами была произведена оценка селективности пленок неподвижных жидких фаз по отношению к некоторым энантиомерам и веществам, не имеющим хиральных центров.

ИЗУЧЕНИЕ СОРБЦИОННОЙ СЕЛЕКТИВНОСТИ ГИБРИДНЫХ ОРГАНО-НЕОРГАНИЧЕСКИХ ПЛЕНОК НА ОСНОВЕ СТРУКТУРИРОВАННОГО SiO₂

Патрушев Ю.В., Бекетова Д.И., Ковалев М.К., Сидельников В.Н.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090, Новосибирск, пр. Акад. Лаврентьева, 5, patrush@catalysis.ru*

Традиционные сорбенты, применяемые в газоадсорбционной хроматографии (ГАХ), представляют собой неструктурированные материалы с системой неупорядоченных пор. Нерегулярная пористость является причиной снижения эффективности хроматографического разделения.

Использование материалов с упорядоченной структурой мезопор в качестве неподвижной фазы для газовой хроматографии позволяет существенно улучшить диффузионные характеристики разделительной системы благодаря наличию регулярно расположенных калиброванных пор нанометрового размера.

В основе синтеза данных материалов лежат золь-гель реакции с участием предшественника твердой фазы (ПТФ), в качестве которого обычно выступает тетраэтоксисилан (ТЭОС). Селективность разделения на колонке с такого рода сорбентами аналогична селективности разделения на коммерческих колонках с традиционным силикагелем в качестве неподвижной фазы. Известно, что селективность разделения определяется химической структурой сорбента, т.е. в данном случае оксида кремния. В то же время существуют методы, позволяющие задавать необходимые химические свойства будущего сорбента на стадии приготовления золя. Один из методов состоит в использовании в качестве ПТФ алкоксисиланов, в которых одна алкоксильная группа замещена на функциональную группу, не участвующую в золь-гель реакциях, например, винилтриэтоксисилан (ВТЭОС). Тогда в процессе поликонденсации ВТЭОС будет образовываться силикатная матрица, в которой присутствуют винильные группы. Очевидно, что такой гибридный органо-неорганический сорбент будет проявлять селективность, отличную от чисто неорганического сорбента, в котором в качестве ПТФ используется ТЭОС.

В работе описан золь-гель синтез сорбентов со структурированными мезопорами на основе ПТФ с различными функциональными группами. Проведено исследование сорбционной селективности полученных сорбентов методом капиллярной газоадсорбционной хроматографии. Исследованы текстурные характеристики гибридных органо-неорганических материалов: удельная площадь поверхности, распределение пор по радиусам.

УЧЕТ ВЛИЯНИЯ УГЛЕРОДА ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА В ФЕРРОМАРГАНЦЕ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫМ МЕТОДОМ

Самопляс В.Н., Гаврилюков Н.Н.

ОАО «Западно-Сибирский металлургический комбинат»,
г. Новокузнецк, 6554043, Космическое шоссе, 16, rsiczl@zsmk.ru

Ферросплавы являются важным компонентом технологии металлургического производства. Основу сплавов составляет железо, один-два легирующих элемента. Кроме них присутствуют примесные элементы, которые могут быть «вредными» при производстве чугуна и стали. Точное знание состава используемых ферросплавов обеспечивает достижение требуемых характеристик продукции при оптимальных затратах сырья. Наиболее широкое применение в черной металлургии имеют марганцевые сплавы: ферромарганец, ферросиликомарганец.

Рентгенофлуоресцентный спектральный анализ является наиболее удобным и широко применяемым методом для определения химического состава ферросплавов. При относительной простоте пробоподготовки (прессование излучателей) он обеспечивает достаточную точность определения содержания основных и примесных компонентов. Однако имеются различные проблемы, возникающие при анализе каждого конкретного ферросплава. В случае анализа ферромарганца они связаны с наличием влияния содержания углерода на интенсивность линии MnK_{α} . Промышленностью выпускается три типа ферромарганца: низкоуглеродистый ($C < 0,5\%$), среднеуглеродистый ($C \approx 2\%$), высокоуглеродистый ($C > 5\%$). Без учета и коррекции влияния углерода получается три параллельно смещенных градуировочных графика. Это создает определенные трудности при анализе, связанные с необходимостью предварительного определения содержания углерода. Это увеличивает время и затраты выполнение анализа.

Оценка влияния углерода на интенсивность линии MnK_{α} проводилась на образцах с одинаковым содержанием марганца и различным содержанием углерода. Используя модель корректировки межэлементных влияний по концентрации был рассчитан корректирующий коэффициент. Применение полученного коэффициента позволяет анализировать три типа ферромарганца по единому градуировочному графику.

Более удобной является коррекция влияния по интенсивности влияющего элемента. Однако отсутствие канала углерода на имеющемся оборудовании не позволяет его применить.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В ВЫСОКОЧИСТОМ КВАРЦЕ И КРЕМНИИ МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Сокольникова Ю.В., Непомнящих А.И.

*Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН,
Иркутск, Фаворского, 1А, jsokol@igc.irk.ru*

Для исследования состава различных образцов активно привлекается метод масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС), что связано с возможностью определения большого числа элементов, низкими пределами обнаружения элементов и широкими диапазонами определяемых содержаний. Качество результатов определения зависит от учета спектральных помех, вызываемых наложениями мешающих компонентов, и условий пробоподготовки.

Задача данной работы состояла в выборе оптимальных условий анализа высокочистого кварца и кремния с содержанием примесей на уровне 10^{-8} - 10^{-3} масс. %. Для этого были исследованы различные способы пробоподготовки растворов (автоклавное разложение с термическим нагревом, автоклавное разложение под воздействием микроволнового поля и разложение в открытых сосудах), а также различные параметры измерения (режимы разрешения, параметры плазмы, изотопы определяемых элементов).

Определения проводили на масс-спектрометре высокого разрешения с двойной фокусировкой Element 2 (Finnigan MAT, Германия). Для разложения образцов использовали автоклавный комплекс МКП-03 (АНКОН-АТ-2, Россия) и микроволновую систему (MULTIWAVE, Anton Paar, Австрия). С целью снижения уровня контрольного опыта применяли сверхчистые кислоты и деионизованную воду.

Для большинства определяемых элементов наилучшим выбран способ разложения в однокамерных автоклавах с резистивным нагревом, для которого были определены температурно-временной режим, навеска вещества, объем регента и степень разбавления раствора. Для минимизации спектральных помех при определении элементов выбраны режимы среднего и высокого разрешений.

Правильность результатов определения оценивали с помощью стандартных образцов, сопоставлением с контрольной методикой и методом добавок. Погрешность результатов, полученных по данной методике, составляет для различных элементов от 3 до 40 %.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ Ni И V В МЕТАЛЛОУСТОЙЧИВЫХ КАТАЛИЗАТОРАХ КРЕКИНГА

Стасюк А.Я., Ананьева Я.О.*, Тренихин М.В., Дроздов В.А.**, Доронин В.П.

*Институт проблем переработки углеводородов СО РАН,
Омск, Нефтезаводская, 54;*

**Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского,
Омск, Пр. Мира, 55а;*

***Омский научный центр СО РАН, ОмЦКП СО РАН, Омск, 644040.
tremv@ihcp1.oscsbras.ru*

В последнее время явно наметилась тенденция к углублению степени переработки нефти. Важное значение в этих процессах играет каталитический крекинг тяжелого углеводородного сырья. Усовершенствуются и разрабатываются новые металлоустойчивые катализаторы, которые способны сохранять свою каталитическую активность при высоких содержаниях в них тяжелых металлов Ni и V, накапливающихся из нефтяного сырья.

Разработка методического подхода к анализу содержания Ni и V в таких каталитических системах методом рентгеноспектрального флуоресцентного анализа (РСФА), как экспрессного и неразрушающего метода, представляется актуальной задачей.

В данной работе представлены результаты разработки методики для совместного определения в металлоустойчивых катализаторах крекинга примесей Ni и V в диапазоне от 100 до 2500 ppm со стандартным отклонением 4 – 6 ppm.

Изучены особенности РСФА данных систем, связанные с учетом проявления эффектов неаддитивного влияния определяемых компонентов (Ni, V) на интенсивность рентгеновского фона, матричные эффекты, связанные с изменением соотношения основных компонентов (оксиды Al, Si, глина) влияние микрогетерогенности, связанное с дисперсным составом матрицы исследуемого объекта.

Для определения предельной сорбционной емкости отравляющих элементов (Ni, V) необходимо контролировать их локализацию в пористой матрице катализатора, что требует постановки исследований методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии с рентгеновским микроанализом. Переход на наноразмерный масштаб позволит лучше понять природу металлоустойчивости таких катализаторов, что открывает большие перспективы для их дальнейшего усовершенствования.

ИССЛЕДОВАНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ В МУЛЬТИКРЕМНИИ ДЛЯ СОЛНЕЧНОЙ ЭНЕРГЕТИКИ МЕТОДОМ РСМА

Тарасова С.М., Павлова Л.А., Непомнящих А.И.

*Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН,
г. Иркутск, ул. Фаворского 1-а, starasova@igc.irk.ru*

Структура, как и химический состав, определяет разнообразные свойства материала. Электрофизические свойства мультикремния для солнечной энергетики в равной степени обуславливаются типом и концентрацией примесей и нарушениями кристаллической структуры материала такими как, строение кристаллитов, их расположения, размеров, а также наличия межзеренных границ (МЗГ) [1,2].

Поэтому кроме очистки кремния от примесей необходимо особое внимание уделять структуре выращиваемого мультикремния, формируя ее при направленной кристаллизации с образованием столбчатого крупноблочного слитка с минимальным количеством МЗГ и наиболее однородным распределением электрофизических характеристик, удовлетворяющих требованиям потребителя.

Исследования структуры и химического состава поверхности мультикремния проводились с помощью металлографических методов травления поверхности, оптической микроскопии в отраженном свете и на электронно-зондовом рентгеноспектральном микроанализаторе фирмы JEOL (Токио, Япония). Для качественного анализа (т.е. идентификации элементов, входящих в состав образца) регистрировались линии анализируемых элементов. Для количественного анализа измерялись и сопоставлялись интенсивности рентгеновских линий, испускаемых образцом и эталоном известного состава.

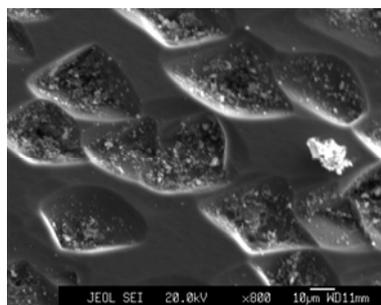


Рис. 1. Изображение дислокационных ямок травления в рентгеновских лучах.

В процессе исследований было выявлено, что сегрегация примесей в мультикремнии в основном происходит в областях с высокой плотностью дислокаций (внутри самих дислокаций или непосредственно рядом с ямками травления, рис. 1). В дислокациях, расположенных на малоугловых МЗГ также обнаружены химические соединения.

1. А.И. Непомнящих, В.П. Еремин, Б.А. Красин и др. Материалы электронной техники, 4, 02, 2002, с. 16-24.
2. Рейви К. Дефекты и примеси в полупроводниковом кремнии: Пер. с англ. // М.: Мир. 1984. 475 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ АЛЮМИНИЯ, АКТИВИРОВАННОГО СПЛАВОМ Ga-In**Тренихин М.В., Арбузов А.Б., Дроздов В.А.***

*Институт проблем переработки углеводородов СО РАН,
644040, Омск, Нефтезаводская, 54. E-mail: tremv@ihcp1.oscsbras.ru*

**Омский научный центр СО РАН, ОмЦКП СО РАН,
Омск, 644040, Нефтезаводская, 54*

Алюминий является перспективным материалом в области катализа и альтернативной энергетики [1]. В настоящее время практически отсутствуют систематические исследования процесса разрушения поверхностной оксидной плёнки при активировании алюминия жидкометаллическими эвтектиками на основе галлия.

Целью данной работы является исследование химического состава и морфологии поверхности активированного алюминия, а также процесса разрушения его поверхностной оксидной плёнки, образованной различными способами, при контакте с жидкой эвтектикой Ga-In с применением методов Оже-электронной спектроскопии (ОЭС), рентгено-спектральных и электронно-микроскопических методов.

Локальный химический анализ поверхности методом ОЭС показал, что наблюдаются сигналы от элементов С, О и Al, находящегося в металлическом и окисленном состояниях. После травления поверхности образца ионами Ag⁺ с энергией 3 Кэв интенсивность сигналов от С, О, и Al³⁺ уменьшается, а интенсивность сигнала от состояния металлического Al⁰ увеличивается. Анализируя данные ОЭС, можно отметить, что для исходного алюминия до слоев глубиной ~ 20нм наблюдается только его оксидное состояние. В ходе дальнейшего ионного травления поверхности образца сигнал от металлической компоненты алюминия резко возрастает вплоть до глубины травления ~ 80 нм.

После контакта алюминиевой пластинки с жидкой Ga-In эвтектикой в течение 20 часов при T ~ 20 °С сигналы от компонентов эвтектики начинают регистрироваться с глубины ~ 2-3 нм вплоть до предельной глубины травления для данного эксперимента ~ 170 нм. Наблюдается антибатная зависимость: с увеличением содержания компонентов эвтектики по глубине снижается содержание оксидного слоя. Это подтверждает данные РСМА о разрушении оксидного слоя [2] Ga-In эвтектикой.

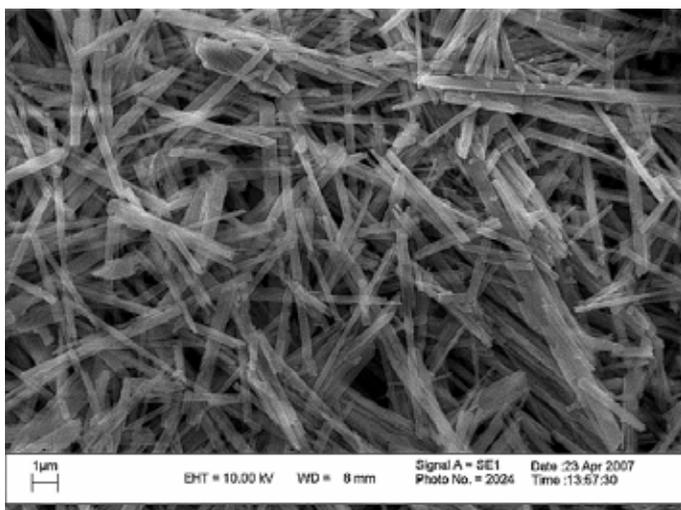
1. Тренихин М.В. и др. Российский Химический Журнал. 2007. Т. LI. № 4. С.126 – 132.
2. Арбузов А. Б. и др. Неорганические материалы. 2009 (в печати).

МЕХАНИЗМ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОЛЕНТ α - MoO_3 ПРИ ПРОКАЛКЕ ФОРМИАТА МОЛИБДЕНА

Троицкая И.Б., Гаврилова Т.А., Покровский Л.Д., Атучин В.В., Васильева И.Г.*

*Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск, 630090,
пр. Лаврентьева, 13, E-mail: troitskaia@thermo.isp.nsc.ru*

**Институт неорганической химии СО РАН, Новосибирск, 630090,
пр. Лаврентьева, 3, E-mail: kamarz@che.nsk.su*



В настоящей работе установлен механизм формирования нанолент α - MoO_3 длиной до 10 мкм, шириной ~200 нм и толщиной менее 10 нм прокалкой предварительно полученных кристаллов прекурсора – формиата молибдена при температуре $T = 450^\circ\text{C}$. Совокупностью методов растровой электронной микроскопии (РЭМ),

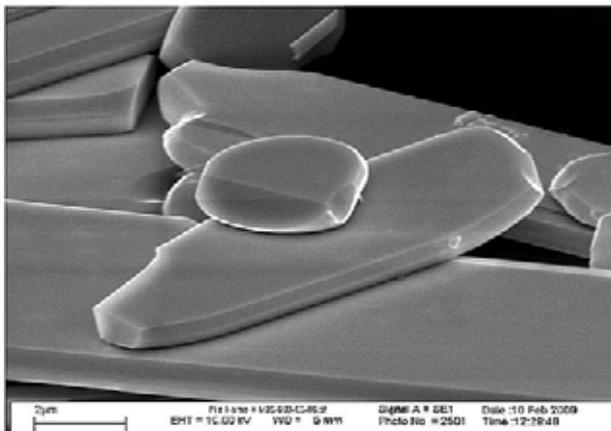
рентгенофазового анализа (РФА) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) установлено, что фазовый состав полученных нанолент соответствует фазе α - MoO_3 (JCPDS 5-0508, пр. гр. P6mm), выявлены структурные и морфологические характеристики кристаллов α - MoO_3 и прекурсора, изучено влияние времени кристаллизации на морфологию и размеры частиц формиата молибдена. На основе данных дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) был произведен расчет химической формулы осажденного формиата молибдена: $\text{HCOOMo}_4\text{O}_{12}\text{OH}$. На основании анализа ИК- и КР-спектров установлено, что кристаллы формиата молибдена состоят из октаэдров $[\text{MoO}_6]$, соединенных в цепочки и слои. Рост этих кристаллов происходит таким образом, что в межслоевое пространство цепочек октаэдров $[\text{MoO}_6]$ встраиваются кислотные остатки муравьиной кислоты $[\text{HCOO}]^-$ и гидроксильные группы. При прокалке происходит удаление кислотного остатка и гидроксильных групп из межслоевого пространства и расслаивание кристаллов формиата молибдена. В результате такого превращения происходит формирование плоских нанолент α - MoO_3 .

МОРФОЛОГИЧЕСКИЕ И СТРУКТУРНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МИКРОПЛАСТИН α -MoO₃ (010)

Троицкая И.Б., Троицкий Д.Ю.*, Гаврилова Т.А., Покровский Л.Д.,
Громилов С.А.*, Атучин В.В.

Институт физики полупроводников СО РАН, Новосибирск, 630090,
пр. Лаврентьева, 13, E-mail: troitskaia@thermo.isp.nsc.ru

*Институт неорганической химии СО РАН, Новосибирск, 630090,
пр. Лаврентьева, 3, E-mail: grom@che.nsk.su



Определены кристаллическая структура и морфология пластинчатых кристаллов оксида молибдена α -MoO₃ и процесса их получения путем перекристаллизации продукта терморазложения формиата молибдена при $T = 650$ °С. Морфология кристаллов формиата молибдена, продукта его терморазложения (при $T = 450$ °С и недостатке кислорода) и полученных микропластин была исследована методом растровой электронной микроскопии на установке LEO 1430. Из рисунка видно, что в результате сформированы тонкие микропластины с длиной ~ 50 и шириной ~ 10 мкм и совершенной поверхностью. Фазовый анализ методом ПЭМ подтвердил получение монокристаллов α -MoO₃ (JCPDS No 5-508, пр. гр. P6mm). Рентгенографическое исследование проведено на дифрактометре ДРОН-УМ1 (CuK α -излучение, Ni-фильтр) при комнатной температуре. Для определения индексов наиболее развитых граней монокристаллов образец готовили путем высушивания суспензии (для приготовления использован гептан) на полированной стороне стандартной кварцевой кюветы. Сравнение интенсивностей рефлексов на экспериментальной и рассчитанной дифрактограммах показало, что большие плоскости пластин ориентированы по направлению [010]. Значительная площадь плоскостей (010) полученных микрокристаллов и высокое качество поверхности открывает возможность их использования в качестве подложек для нанолитографии.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Междисциплинарного интеграционного проекта СО РАН № 34.

АНАЛИЗ ПРИМЕСНОГО СОСТАВА МОНОКРИСТАЛЛОВ LiB_2O_5 и $\text{CeLiB}_6\text{O}_{10}$ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ МАСС-СПЕКТРОСКОПИИ**Троицкий Д.Ю., Сапрыкин А.И.**

*Институт неорганической химии СО РАН, Новосибирск, 630090,
пр. Лаврентьева, 3, E-mail: troitsk@ngs.ru*

Анализ и контроль примесного состава монокристаллов LiB_2O_5 (LBO) и $\text{CeLiB}_6\text{O}_{10}$ (CLBO) имеют важное значение, так как известно, что стабильность, оптические и сцинтилляционные свойства этих кристаллов строго зависят от содержания в них таких примесей как Al, Co, Cr, Fe, Ni и Pb на низком уровне концентраций. В работе показаны возможности метода лазерной масс-спектропии (ЛМС) для обзорного анализа кристаллов на уровне следов. Анализ проводится на лазерном масс-спектрометре «ЭМАЛ-2» (ПО «Электрон»), для ионизации образца служит одномодовый лазер «ИЛТИ-203» с длиной волны 1.06 мкм и энергией в импульсе 20 мДж. Нужно отметить, что одним из основных этапов метода ЛМС является испарение и ионизация исследуемого образца при воздействии лазерного луча, что является существенным затруднением при анализе материалов, прозрачных в области излучения используемого лазера. В прозрачных для лазерного излучения кристаллах луч либо проходит сквозь кристалл, либо рассеивается, не испаряя материал. Для преодоления этой проблемы была разработана методика, обеспечивающая испарение и ионизацию прозрачных материалов. Исследуемое вещество раскалывали на мелкие (~2 мм) осколки и прессовали в таблетки с использованием пресс-формы при давлении 1800 кг/см². При этом происходило дополнительное дробление кристалла, обеспечивая высокую концентрацию дефектов и поглощение лазерного излучения. При необходимости (при анализе кристаллов CLBO), исследуемое вещество в виде мелких кристаллитов (менее 0.5 мм.) предварительно перетирали совместно с графитовым порошком высокой чистоты (ОСЧ-8-4), который обеспечивал поглощение поверхностью пробы лазерного излучения, что также приводило к поглощению лазерного излучения, испарению и ионизации пробы. Спектры регистрировали на фотопленке марки УФ-4. Количественную обработку спектров выполняли по интегральным характеристикам массовых линий на микрофотометре MD-100, сопряженным с персональным компьютером. Данная методика позволяет определять в монокристаллах LBO и CLBO до 65 примесей с пределом обнаружения от $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-5}$ %масс.

СД-2-38

**РАЗРАБОТКА И АТТЕСТАЦИЯ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА
В ЖЕЛЕЗОРУДНОМ СЫРЬЕ АТОМНО-ЭМИССИОННЫМ МЕТОДОМ
С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ**

Черепанова И.В., Глазкина О.В., Коломина Т.Н.

*ОАО «Западно-Сибирский Металлургический комбинат»,
654043, Новокузнецк, шоссе Космическое, 16, e-mail: [kolomina tn@zsmk.ru](mailto:kolomina_tn@zsmk.ru)*

Для увеличения срока службы кладок доменных печей необходимо контролировать уровень оксидов цинка и свинца в поступающем железорудном сырье. Высокое содержание оксида цинка в рудах, концентратах отрицательно сказывается на работе доменной печи: в процессе плавки цинк возгоняется, накапливается и разрушает кирпичную кладку печи. Технологиами комбината перед химической лабораторией была поставлена задача количественного определения оксида цинка в поступающем на комбинат железорудном сырье, в частности, осуществление входного контроля Мундыбашского концентрата, характеризующегося повышенным содержанием оксида цинка.

Аналитиками химической лаборатории была разработана методика определения массовой доли цинка в железорудном сырье атомно-эмиссионным методом с индуктивно связанной плазмой на спектрометре IRIS Advantage Duo HR (TermoElemental, США). В процессе работы был проведен сравнительный анализ содержания цинка в железорудном сырье, выполненных разными методами и в разных лабораториях.

Данной методики также позволяет проводить совместное определение из одной навески SiO_2 , CaO , MgO , Al_2O_3 , MnO .

Методика оформлена согласно требованиям ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений». По результатам метрологической экспертизы, проведенной в Институте стандартных образцов г. Екатеринбурга, методика аттестована на входной контроль и внесена в отраслевой реестр методик количественного химического анализа.

ИССЛЕДОВАНИЕ СПИНОВОГО ПЕРЕХОДА В ТЕРМОХРОМНЫХ РАЗНОЛИГАНДНЫХ КОМПЛЕКСАХ ГЕКСАФТОРСИЛИКАТА ЖЕЛЕЗА(II) С 1,2,4-ТРИАЗОЛАМИ

Шакирова О.Г.¹, Грюнерт М.², Наумов Д.Ю.¹, Гютлих Ф.², Лавренова Л.Г.^{1,3}

¹*Учреждение Российской академии наук, Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия*

²*Institut für Anorganische Chemie und Analytische Chemie, Johannes Gutenberg Universität, Mainz, Germany*

³*Новосибирский государственный университет
E-mail: ludm@che.nsk.su*

Среди различных классов лигандов, с которыми получены комплексы железа(II), обладающие спиновым переходом (СП), особое место занимают соединения с 1,2,4-триазолом (Htrz) и его 4-замещенными производными (4-Rtrz) состава $Fe(4-Rtrz)_3A_2 \cdot mH_2O$ ($R = H, NH_2$; A – однозарядный анион; $m = 0, 1$). Этот уникальный класс лигандов вследствие своего строения образует с металлами полиядерные комплексы, имеющие цепочечное строение за счет бидентатно-мостиковой N(1), N(2) координации к соседним ионам металла. Спиновый переход в данных соединениях сопровождается термохромизмом, изменение цвета розовый \leftrightarrow белый. Температуры прямого ($T_{c\uparrow}$) и обратного ($T_{c\downarrow}$) переходов зависят от состава соединений. Одним из способов влияния на температуру и характер спинового перехода является введение второго лиганда в состав соединения.

Синтезированы и исследованы разнолигандные комплексы состава $Fe(Htrz)_{3(1-x)}(NH_2trz)_{3x}SiF_6 \cdot mH_2O$, $0 \leq x \leq 1$, $m = 1, 2$. Использование гексафторсиликат-иона для синтеза разнолигандных комплексов Fe(II) с Htrz и NH_2trz целесообразно вследствие того, что температуры прямого перехода исходных соединений $Fe(Htrz)_3SiF_6$ и $Fe(NH_2trz)_3SiF_6$ отличаются весьма значительно, разность $T_{c\uparrow}$ для них составляет ~ 150 К. Твердые фазы выделены из водно-этанольных растворов и исследованы методами РФА, статической магнитной восприимчивости (диапазон температур 100-400 К), ИК- и мессбауэровской спектроскопии (при 200 К и 298 К).

Исследование полученных соединений методами магнетохимии и мессбауэровской спектроскопии показали, что введение второго лиганда позволяет плавно изменять температуру спинового перехода в широких пределах (от 380 К до 271 К), не изменяя существенно характер зависимости $\mu_{эфф}$ от температуры.

ОСОБЕННОСТИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА В НАНОИЗМЕЛЬЧЁННОМ ОКСИДЕ АЛЮМИНИЯ

Шацкая С.С., Глазырина Н.Ф., Деревягина И.А., Карагедов Г.Р., Ляхов Н.З.

*Институт химии твёрдого тела и механохимии СО РАН,
Новосибирск, 630128, ул. Кутателадзе, д.18, shatskaya@solid.nsc.ru*

Аналитический контроль элементного состава порошковых наноматериалов, полученных механохимическим способом, нередко представляет сложную аналитическую задачу. Из большого спектра определяемых нами элементов выбрали железо, т.к. эта примесь наиболее часто является препятствием на пути синтеза новых материалов с заданными физико-химическими свойствами. В настоящее время научились получать порошки с содержанием железа порядка сотых долей процента.

Нами показано, что в процессе измельчения в мельницах со стальными шарами получают порошки оксида алюминия с включениями железа, которые полностью не извлекаются обычными методами кислотного вскрытия. Кроме железа образцы загрязняются всеми легирующими элементами, которые входят в состав материалов шаров и мельниц. Недеструктивные методы анализа для определения железа $< 10^{-3}$ % в оксиде алюминия не пригодны из-за высоких пределов обнаружения или мешающего влияния основы пробы.

Проведено сопоставление результатов анализа оксида алюминия на содержание железа после полного переведения пробы в раствор щелочным сплавлением и анализа после обработки царской водкой с плавиковой кислотой, при котором остаётся нерастворимый осадок. Из чего можно предположить, что железо в процессе мехактивации может либо входить в решётку в форме изоморфной примеси оксида железа, либо сорбироваться на нерастворимом остатке оксида алюминия.

Основной вывод работы: предел обнаружения железа и его точное определение методом атомной абсорбции зависит главным образом от стадии пробоподготовки. В дальнейшем планируется искать способ кислотного разложения с использованием микроволновой системы кислотного вскрытия с автоклавами.

АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ПРИ ПРОМЫШЛЕННОМ ПОЛУЧЕНИИ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ

Огибалова Т.А.

ООО «Усолье-Сибирский Силикон», РФ, Иркутская обл., г.Усолье – Сибирское,
п/о 8, а/я 100, e-mail: nachlab@silcon.nitol.ru

Основными областями применения поликристаллического кремния (ПКК) являются микроэлектроника, силовая электротехника, солнечная энергетика, микромеханика. Требования к качеству ПКК чрезвычайно высоки.

В основу технологии получения ПКК на предприятии положен метод осаждения кремния из трихлорсилана (ТХС) при температуре более 1050 °С. К реагентам предъявляются жесткие требования по содержанию примесей, влияющих на электрофизические свойства конечного материала. Контролируемыми примесями в ТХС являются летучие хлорсиланы, углеводороды и содержание микропримесей элементов (В, Al, Fe, Ca, F, Cu, Ti, Cr, Mg, As, Pb, Sn, Zn), в водороде – CO, CO₂, углеводороды C₁ – C₅, в том числе метан, вода. Аналитический контроль технологического процесса требует применения различных современных методов анализа, гарантирующих низкие пределы обнаружения. Так, при проведении анализа трихлорсилана используются методы газожидкостной хроматографии, методы спектрального анализа: массовую долю ди-, три- и тетрахлорсилана, полисиланхлоридов определяют газожидкостной хроматографией (ГЖХ) с детектором по теплопроводности (ДТП); летучие соединения фосфора – ГЖХ с пламенно-фотометрическим детектором (ДПФ); концентрацию углеводородов C₁–C₆, хлорорганических веществ (хлорметил, хлорэтил, ди- и трихлорметан и др.) определяют ГЖХ с пламенно-ионизационным детектором (ДПИ) с использованием вакуумной системы подачи пробы в хроматограф; концентрацию метилсиланов (метилдихлорсилана) – методом хромато-масс-спектрометрии с использованием SIM (single ion methods); микропримеси металлов и бора определяют методом атомно-эмиссионной спектроскопии с предварительным разложением Si-основы фтористоводородной кислотой и концентрированием полученного раствора на графитовом порошке; СН - группы определяются ИК-спектрометрией с Фурье преобразованием. Для анализа водорода используется метод газожидкостной хроматографии с ДПИ и системой вакуумной подачи проб газа в хроматограф. Контроль чистоты ПКК проводится с использованием комплекса современных аналитических методов: атомно-абсорбционного анализа с электротермической атомизацией (ЭТА–ААА), нейтронно-активационного анализа (НАА), масс-спектрометрия: МСВИ, ИСП-МС и других современных физических и физико-химических методов, что гарантирует его необходимое качество.

MATERIAL PROPERTIES AND EARTH EVOLUTION**Armin Siegfried Franck**

*Potsdam Institute for Climate Impact Research & Potsdam University
Telegrafenberg, P.O.Box 601203, D-14412 Potsdam, Germany
E-mail: franck@pik-potsdam.de*

From the chemical point of view, Earth as a terrestrial planet consists mainly of rocky material (silicates, carbonates, iron compounds etc.) and only at a small fraction of volatiles like water and carbon dioxide. Nevertheless, both the rocky materials and the very small amounts of volatiles may influence the physical and chemical properties of the Earth's interior and surface in a very strong way.

We present a minimal model for the global carbon cycle of the Earth containing the reservoirs mantle, ocean floor, continental crust, continental biosphere, the kerogen, as well as the aggregated reservoir ocean and atmosphere. This model is coupled to a parameterized mantle convection model for describing the thermal and degassing history of the Earth. In this study the evolution of the mean global surface temperature, the biomass, and reservoir sizes over the whole history and future of the Earth under a maturing Sun is investigated. We obtain reasonable values for the present distribution of carbon in the surface reservoirs of the Earth and find that the parameterization of the hydrothermal flux and the evolution of the ocean pH in the past has a strong influence on the atmospheric carbon reservoir and surface temperature. The different parameterizations give a rather hot as well as a freezing climate on the early Earth (Hadean and early Archaean). Nevertheless, we find a pronounced global minimum of mean surface temperature at the present state at 4.6 Gyr. In the long-term future the external forcing by increasing insolation dominates and the biosphere extincts in about 1.2 Ga. Our study has the implication that the Earth system is just before the point of evolution where this external forcing takes over the main influence from geodynamic effects acting in the past.

ПРИМЕНЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКОЙ ФЛУОРЕСЦЕНЦИИ ДЛЯ ЭЛЕМЕНТНОГО АНАЛИЗА БИОГЕННЫХ АПАТИТОВ

Бельская Л.В., Голованова О.А.

*Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского,
Омск, 644077, Проспект Мира, 55а, LudaB2005@mail.ru*

Изучение процесса патогенного минералообразования в организме человека является одной из актуальных научных проблем. Среди минералообразований патогенного характера в ротовой полости встречаются зубные и слюнные камни. Элементный состав зубных (115) и слюнных (13 образцов) камней был определен методом рентгеновской флуоресценции с использованием синхротронного излучения (накопитель ВЭПП-3, аналитик Н.В. Максимова). Эмиссионные спектры исследуемых проб возбуждались пучком поляризованного монохроматизированного излучения энергией 25 кэВ. Образцы готовились прессованием порошка в таблетки весом 30 мг и диаметром 5 мм с поверхностной плотностью 0.15 г/см². Использовались два уровня энергии возбуждения: 22 кэВ для количественного определения Ti, V, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Ga, As, Se, Br, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Mo, Pb, Th, U; 42 кэВ для определения Ag, Cd, In, Sn, Sb, Te, I, Cs, Ba, La и Ce.

Расчет содержания элементов проводился методом внешнего стандарта. Образцами сравнения служили стандарты горных пород: СТ-1а (трапп), СА-1 (алевролит), СГ-2 (гранит), СИ-1 (известняк), ВСР-32 (фосфорит). Нормировочные коэффициенты для расчета содержаний элементов, не аттестованных в указанных стандартах, были получены интерполяцией соответствующих величин для соседних групп элементов. Пределы обнаружения элементов при загрузке спектрометрического тракта с частотой 10 кГц и временем измерения 1000 секунд составляют $(0,1-2,0) \times 10^{-4}$, %. Обработка эмиссионных спектров производилась с помощью специализированной программы. При количественном расчете использовался метод "внешнего стандарта". Погрешность определений элементов находилась в пределах 2-5 отн. %.

Во всех пробах камней установлено наличие 14 микроэлементов: Ti, V, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Br, Rb, Zr, Ag, Sn, I, Ba, содержание которых варьирует от 10^{-4} до 10^{-2} масс. %. Вероятно, при неблагоприятной экологической ситуации элементы в избытке поступают в организм человека. Имея при этом высокое химическое сродство к элементам второй группы (Ca, Mg), тяжелые элементы занимают их позиции в неорганических структурах, образуя нерастворимые соединения, которые могут служить зародышами патогенных минеральных образований.

ИК-СПЕКТРОСКОПИЯ КАК МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОСТАВА И КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СВОЙСТВ БИОГЕННЫХ АПАТИТОВ

Солоненко А.П., Бельская Л.В., Голованова О.А., Лемешева С.А.

*Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского,
Омск, Проспект Мира, 55-а, anna.petrovna@bk.ru*

ИК-спектроскопия является одним из основных методов изучения состава минеральной составляющей биогенных органоминеральных агрегатов (ОМА), как то: костная ткань, зубная эмаль, дентин, а также камни различной локализации (слюнные, зубные, почечные и др.). Инфракрасные спектры содержат информацию, как о структуре, так и о связях в веществе. Эти данные особенно ценны для характеристики биогенных апатитов, поскольку позволяют диагностировать минеральную фазу и органические примеси, отличать аморфное вещество от кристаллического, определять формы и типы воды в минерале (кристаллизационную, структурно-свободную, межслоевую, в каналах и др.), выявлять характер примесей (структурное вхождение или механическая примесь) и т. д.

Исследование коллекции зубных, слюнных камней, а также срезов костной ткани с помощью метода ИК-спектроскопии позволило установить, что основной кристаллической фазой данных ОМА является карбонатсодержащий гидроксилapatит В-типа $\text{Ca}_5(\text{PO}_4, \text{CO}_3)_6(\text{OH})_2$, в котором фосфатные группы частично замещены группами CO_3^{2-} (на это указывает дублет 1460, 1420 cm^{-1}). Малая диффузность пиков на исследуемых спектрах указывает на низкую кристалличность, степень упорядоченности, стехиометричность кристаллов биогенного апатита.

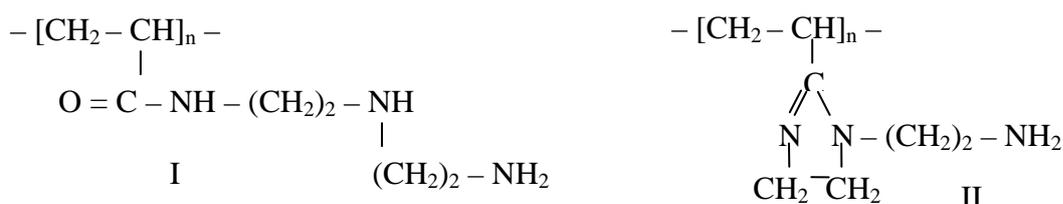
Для детального изучения особенностей структуры ОМА проведен полуколичественный анализ ИК-спектров с помощью программного пакета *PeakFit_v 4.11*. Степень кристалличности исследуемого образца оценивалась по величине параметра инфракрасного расщепления антисимметричного деформационного колебания ν_4 связи Р-О-Р (спектральная область 500–650 cm^{-1}), определяемого как отношение интенсивностей двух пиков к интенсивности «впадины» между ними: $K = [I(564\text{cm}^{-1}) + I(604\text{cm}^{-1})] / I(584\text{cm}^{-1})$. Также проведена количественная оценка степени замещения $\text{CO}_3^{2-} \rightarrow \text{PO}_4^{3-}$. Проведенные расчеты позволили установить, что биогенный апатит в составе ОМА характеризуется низкой кристалличностью (по сравнению с синтетическими аналогами) и сравнительно высоким содержанием групп CO_3^{2-} , которые замещают главным образом фосфатные тетраэдры по В-типу.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ СТРУКТУРЫ ХЕЛАТНЫХ ИОНИТОВ ФИБАН НА СОРБЦИОННУЮ АКТИВНОСТЬ ПО МАРГАНЦУ

Грачек В.И., Марцынкевич Р.В., Исакович О.И., Шункевич А.А.

ИФОХ НАН Беларуси, Минск, Сурганова, 13; e-mail: grachek@ifoch.bus-net.by

Хелатные волокнистые сорбенты отличаются от других типов сорбентов наличием функциональных групп, способных взаимодействовать с находящимися в воде ионами металлов с образованием комплексов. Такие группы вводятся в полимерную матрицу, в качестве которой использовали волокно «нитрон» Новополоцкого ПО «Полимир», в результате двухстадийного синтеза. Первая стадия процесса – аминирование ПАН – волокна полиэтиленполиаминами: этилендиамином (ФИБАН X-1) и диэтилентриамином (ФИБАН X-2). Аминирование волокна можно проводить как в водном растворе (водная фаза), так и в парах амина (паровая фаза). Вторая стадия процесса – алкилирование аминированного волокна (АВ) монохлоруксусной кислотой или ее натриевой солью. Методом ИК Фурье спектроскопии найдено, что условия синтеза АВ неодинаково влияют на структуру ионитов. Показано, что для ионита ФИБАН X-1 фаза, в которой происходит получение АВ, не имеет значения и сорбент ФИБАН X-1 имеет амидоаминную структуру. Структура хелатного ионита ФИБАН X-2 зависит от условий синтеза АВ. При проведении процесса в водной среде ФИБАН X-2в имеет амидоаминную структуру (I). Аминирование в паровой фазе приводит к получению основного количества ионита ФИБАН X-2п, содержащего в своей структуре имидазолиновое кольцо (II).



Сорбцию ионов Mn^{2+} проводили на хелатных материалах в динамических условиях, модельный раствор при $\text{pH}=6$ пропускали со скоростью 4,0 и 9,0 см/мин при концентрации MnCl_2 в растворе 0,02 ммоль/л на фоне 2 ммоль/л CaCl_2 . Исследования показали, что ФИБАН X-2п, содержащий в своей структуре имидазолиновое кольцо сорбирует ионы Mn^{2+} в 3-4 раза лучше ФИБАН X-2в, имеющего структуру (I). Структура (II) значительно лучше подходит для образования с ионом марганца комплексных соединений и, тем самым, лучшей сорбции ионов марганца. Таким образом, ионит ФИБАН X-2п может быть использован в фильтрах очистки воды от катионов марганца.

**ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДАМИ ЭПР И РФЭС СОСТОЯНИЯ
АКТИВНОЙ ПОВЕРХНОСТИ В КАТАЛИЗАТОРЕ
CeO₂-ZrO₂-La₂O₃/Pt**

Ивановская М.И., Котиков Д.А., Фролова Е.В., Садыков В.А.*

*НИИ физико-химических проблем Белгосуниверситета
Ленинградская 14, 220030 Минск, Беларусь, ivanovskaya@bsu.by*

**Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск*

Применение методов ЭПР и РФЭС позволило выявить различия в состоянии поверхности оксидной системы CeO₂-ZrO₂-La₂O₃ и нанесенного металла (Pt) в образцах с разным содержанием La (10 и 30 ат. %), различающихся каталитической активностью и селективностью в реакциях превращения CH₄ в CO+H₂ [1].

В каталитически активной системе Ce_{0,45}Zr_{0,45}La_{0,1}O_{2-δ} выявлено наличие гетерофазности на наноуровне, которая придает структурно-фазовую стабильность катализатору и способствует формированию на границе раздела нанофаз Ce_{0,4}Zr_{0,6}O₂ / La₂Zr₂O₇ кластеров [Pt⁰Ptⁿ⁺O_x] с разной степенью окисления платины.

Данные РФЭС и ЭПР указывают на сложное взаимодействие компонентов в системе Ce_{0,4}Zr_{0,6}O₂ / La₂Zr₂O₇ / Pt с частичным переносом электронной плотности между катионами и образованием активных в катализе состояний. Показано образование наряду с Pt⁰ центров [Pt^{δ+}-Zr^{(4-δ)+}], [Pt^{(2+δ)+}-Ce^{(4-δ)+}], [Pt^{(2+δ)+}-O-Ce^{(4-δ)+}]. Методом ЭПР в активном образце Ce_{0,45}Zr_{0,45}La_{0,1}O_{2-δ}/Pt обнаружена высокая концентрация поверхностных координационно-ненасыщенных центров Ce³⁺ (g_⊥ = 1,966; g_∥ = 1,940). В неактивном образце Ce_{0,35}Zr_{0,35}La_{0,3}O_{2-δ}/Pt присутствуют только объемные центры Ce³⁺ (g_⊥ = 1,966; g_∥ = 1,947), причем их концентрация мала. Наличие LaO_x на поверхности такого образца препятствует формированию поверхностных центров Ce³⁺. Данные РФЭС о начальном состоянии элементов на поверхности катализатора и после травления ионами Ag⁺ позволили представить модель активного состояния платины в Ce_{0,45}Zr_{0,45}La_{0,1}O_{2-δ}/Pt.

1. E. Frolova, M. Ivanovskaya, V. Sadykov et al., Progress in Solid State Chemistry, 2006. Vol. 33, № 2-4. P. 254-262.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ МАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ФЕРРИТОВ

Ивановская М.И., Котиков Д.А., Паньков В.В.

*НИИ физико-химических проблем Белгосуниверситета
Ленинградская 14, 220030 Минск, Беларусь, ivanovskaya@bsu.by*

Магнитные свойства материалов на основе кубических и гексагональных ферритов ($M^{II}Fe_2O_4$, $M^{II}Fe_{12}O_{19}$) зависят от степени их концентрационной и структурной однородности. Поскольку ферриты представляют собой твердые растворы, а характер распределения компонентов зависит от многих факторов синтеза, то для достижения высоких магнитных характеристик необходимо контролировать не только фазовый состав, но и структурную и концентрационную неоднородность материалов. Как известно, наличие включений, обогащенных одним из компонентов, а также остаточных оксидных фаз в количествах, не регистрируемых рентгенографически, оказывает отрицательное влияние на магнитные свойства ферритов. Прямым методом, который позволяет установить природу и характер распределения катионов по узлам кристаллической решетки, является дифракция нейтронов. Однако этот метод является малодоступным. Поэтому разработка разных подходов к исследованию тонкой структуры ферритов с применением доступных методик является актуальной с целью контроля качества магнитных материалов. В данной работе показана применимость ИК-спектроскопии для изучения структурных особенностей шпинельной структуры Zn–Mn-ферритов.

Сравнивали величины характеристических частот колебаний связей Fe–O, Zn–O, Mn–O, Fe–O–H, Zn–O–H, Mn–O–H в ИК-спектрах индивидуальных оксидов (ZnO, MnO₂, α -Fe₂O₃, γ -Fe₂O₃) и Zn–Mn-ферритов, синтезированных пиролизом аэрозолей растворов нитратов. Установлено, что наиболее чувствительными к структурным особенностям ферритов являются линии, обусловленные деформационными колебаниями O–H-групп, координированных катионами металлов (область спектра 800–1200 см⁻¹). Наряду с высокой чувствительностью к координационному окружению частоты колебаний δ_{O-H} , в этой области спектра отсутствует перекрывание линий, характерных для колебаний связей в индивидуальных оксидах.

**АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ
СВИНЦА И СУРЬМЫ В МЕДНЫХ КАТОДАХ**

**Морозова М.В.*, Буянова Е.С.*, Емельянова Ю.В.*, Неудачина Л.К.*,
Мазгалин С.В.**, Тришкина М.В.****

**Уральский государственный университет им. А.М. Горького, Екатеринбург*

***ОАО «Уралэлектромедь», Верхняя Пышма, Свердловская область*

morphey_usu@mail.ru

Морозова М.В., Буянова Е.С.*, Емельянова Ю.В.*, Неудачина Л.К., Мазгарин С.В.*, Тришкина М.В.*

Определение свинца, сурьмы на фоне высокого солевого состава пробы в производственных электролитах и твердых продуктах, основным компонентом которых является медь, прямым атомно-абсорбционным или атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой методами считается практически невозможным. Для проведения анализа следует удалить основную часть матрицы, либо обеспечить концентрирование микропримесей в 2-5 раз. Например, по ГОСТ 27981.4-88 предполагается отделение и одновременное концентрирование определяемых элементов перед атомно-абсорбционным определением путем соосаждения на гидроксиде железа или лантана. Пределы обнаружения свинца и сурьмы составляют $2 \cdot 10^{-4}\%$ и $3 \cdot 10^{-4}\%$ соответственно.

Данная работа посвящена разработке прямого атомно-абсорбционного метода определения примесей свинца и сурьмы в медных катодах с использованием электротермической атомизации на спектрометре Solaar M6 (Thermo Scientific). Выбраны аналитические линии 283,3 нм для свинца и 217,6 нм для сурьмы. Использование коррекции фона Зеемана позволило получить лучшее соотношение «сигнал/шум». Температурная программа включала стадии высушивания пробы, пиролиза и атомизации. Для определения концентрации аналитов в пробе наиболее приемлемым оказался метод добавок. В качестве добавки использовали водные растворы определяемых элементов. Использование для фона градуировки ГСО ионов меди не представляется возможным, так как нами установлено, что ГСО ионов меди содержит в 50-100 раз больше свинца, чем предполагалось в исследуемых объектах. Оценка предела обнаружения методики проведена с использованием образцов с минимальными значениями содержания примесей и составляет для свинца $3,1 \cdot 10^{-5}\%$, для сурьмы $3,2 \cdot 10^{-5}\%$. Эти величины на порядок ниже пределов обнаружения по ГОСТ 27981.4-88.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА BIMEVOX МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Морозова М.В., Емельянова Ю.В., Буянова Е.С.

*Уральский государственный университет им. А.М. Горького,
г. Екатеринбург, пр. Ленина, 51, morphey_usu@mail.ru*

Ванадат висмута $\text{Bi}_4\text{V}_2\text{O}_{11}$ и твердые растворы на его основе состава $\text{Bi}_4\text{V}_{2-x}\text{Me}_x\text{O}_{11-\delta}$, получившие общее название BIMEVOX, обладают высокими значениями электропроводности при сравнительно невысоких температурах (порядка 500 °С) и являются перспективным материалом для датчиков кислорода, электролитов топливных элементов, превосходя по некоторым параметрам современные материалы, используемые в данной области. Допирование ванадата висмута $\text{Bi}_4\text{V}_2\text{O}_{11}$ позволяет стабилизировать при комнатной температуре высокопроводящую γ -модификацию, что улучшает характеристики целевой керамики. При гетеровалентном замещении образуются дополнительные вакансии в кислородной подрешетке. Однако известно, что при температурной обработке сложнооксидных материалов может нарушаться также стехиометрия катионного состава из-за сублимации компонентов.

Фактический состав сложных оксидов BIMEVOX (ME-FE,CR) определяли атомно-эмиссионным методом с индуктивно связанной плазмой с помощью спектрометра iCAP 6500 (Thermo Scientific). Измерения осуществляли методом градуировочного графика с помощью мультиэлементных стандартных растворов, приготовленных из ГСО ионов металлов. Для количественного определения использовали следующие аналитические линии:

Элемент	Bi	V	Fe	Cr
Аналитические линии, нм	223.0	268.7	239.5	267.7
		292.4	240.4	283.5
		309.3	259.8	284.3
		310.2	259.9	360.5
				425.4

Показано, что СКО параллельных измерений по различным линиям и элементам не превышает 1%. Результаты определения содержания элементов методом АЭС-ИСП подтверждены независимым определением с помощью энергодисперсионного микроанализа.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 07-03-00446.

**ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ РЕНТГЕНОВСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ
BIMEVOX (Me=Cr, Fe)**

**Морозова М.В., Михайловская З.А., Величко Е.В., Емельянова Ю.В.,
Буянова Е.С., Петрова С.А.**

*Уральский государственный университет им. А.М. Горького,
г. Екатеринбург, пр. Ленина, 51, morphey_usu@mail.ru*

Твердые растворы на основе ванадата висмута $\text{Bi}_4\text{V}_2\text{O}_{11}$, где ванадий замещен различными металлами (семейство BIMEVOX) являются перспективными материалами для различных электрохимических устройств. Определение и уточнение их кристаллической структуры является важной и необходимой задачей при разработке керамического материала с заданными свойствами.

В работе исследованы твердые растворы BIFEVOX, $x=0.6$; BICRVOX, $x=0.3$; $\text{Bi}(\text{CR,FE})\text{VOX}$, $x=0.3$; 0.6 . Синтез образцов выполнен по стандартной керамической технологии и методом пиролиза ПСК. Первичная аттестация проведена на дифрактометре ДРОН-3 (Cu-K_α -излучение, монохроматор из пиролитического графита на отраженном пучке). Высокотемпературный рентгенофазовый анализ выполнен на дифрактометре D8 ADVANCE (Bruker) с использованием позиционно-чувствительного детектора VANTEC и высокотемпературной камеры Anton Paar НТК1200. Исследования проводили в температурном интервале 300-1023 К при циклическом нагревании-охлаждении.

Показано, что для всех образцов характерен фазовый переход из орторомбической в тетрагональную модификацию при нагревании, при этом линейно увеличивается объем элементарной ячейки. Для BIFEVOX при этом наблюдается почти линейное сближение параметров a и b элементарной ячейки и немонотонное изменение параметра c . Температурный гистерезис при этом практически отсутствует. Параметры решетки BICRVOX нелинейно возрастают при нагреве и так же нелинейно уменьшаются при охлаждении, испытывая гистерезис. При этом объем элементарной ячейки меняется по линейному закону и при нагреве, и при охлаждении. Зависимости параметров ячейки образца $\text{Bi}(\text{FE,CR})\text{VOX}$ от температуры в интервале 423-923 К описываются нелинейной зависимостью с точкой перегиба около 693 К при линейном увеличении объема элементарной ячейки. Причиной необычного поведения структуры BICRVOX, $\text{Bi}(\text{FE,CR})\text{VOX}$ может быть вариация степеней окисления хрома

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 07-03-00446.

ИЗУЧЕНИЕ СВОЙСТВ Pd И Pt НАНОЧАСТИЦ, НАНЕСЕННЫХ ИЗ ОБРАТНО МИЦЕЛЛЯРНЫХ РАСТВОРОВ, С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РЕАКЦИЙ ИЗОТОПНОГО ОБМЕНА ВОДОРОДА И ОРТО-ПАРА КОНВЕРСИИ ПРОТИЯ

Антонов А.Ю.*, Боева О.А.**, Ревина А.А.*

*РХТУ им. Д.И. Менделеева, Москва, Миусская пл. 9, zest-alant@mail.ru

**ОАО «Техснабэкспорт», Москва, Озерковская наб., 28, стр. 3,
olga_boeva@mail.ru

Одним из методов, позволяющим получать высоко устойчивые наночастицы металлов, является **метод радиационно-химического синтеза в обратных мицеллах**. Суть метода заключается в радиационно-химическом восстановлении ионов металла соли в водном растворе, солюбилизированном в неполярном растворителе, до атомов с последующим их агрегированием. Оболочка мицеллы создает определенные ограничения для роста этих агрегатов, позволяя получать устойчивые частицы малых размеров. Задавая размер водного ядра, можно целенаправленно влиять на размер наночастиц.

В работе исследовались наночастицы палладия и платины, полученные облучением γ -⁶⁰Со-источником обратных мицеллярных систем с $\omega_1 = 1,5$, $\omega_2 = 3$ и $\omega_3 = 5$ – Pd(NH₃)₄Cl₂/H₂O[(CH₃)₂СНОН]/бис(2-этилгексил)сульфосукцинат натрия (АОТ)/изооктан Pt(NH₃)₄Cl₂/H₂O/бис(2-этилгексил)сульфосукцинат натрия (АОТ)/изооктан.

Контроль за качеством и количеством высаженных наночастиц металлов осуществлялся не только с помощью физических методов (спектрофотометрия, микроскопия), а, главное, с помощью проведения физико-химических процессов: адсорбции водорода и изучения протекания реакций изотопного обмена водорода.

Полученные в работе результаты свидетельствуют о перспективности созданных каталитических систем с наноразмерными частицами платины и палладия.

**ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ
СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ В НОВЫХ СПЛАВАХ
НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ**

**Волченкова В.А., Казенас Е.К., Кряжков И.И., Андреева Н.А.,
Дегтярева А.П., Дергунова Н.Н., Овчинникова О.А., Пенкина Т.Н.,
Паунов А.К., Родионова С.К., Смирнова В.Б., Яшукова В.Н.**

*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Россия,
Москва, Ленинский пр., 49, kazenas@ultra.imet.ac.ru*

Для исследования новых систем легких сплавов на основе алюминия, характеризующихся лучшими свойствами, разработана методика прямого определения примесей (Ce, Dy, Gd, Hf, Li, Sc, Sm, Zr) в широком диапазоне концентраций ($n \cdot 10^{-3}$ – $n\%$) с использованием метода атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно-связанной плазмой. В литературе встречаются работы по определению примесей в алюминиевых сплавах, но данные об анализируемых нами элементах отсутствуют.

Исследования проводились на последовательном спектрометре фирмы «JOBIN YVON HORIBA» (Франция), модель «ULTIMA 2».

Была проведена оценка спектральных помех и выбраны аналитические длины волн для каждого определяемого элемента. При изучении взаимных влияний определяемых элементов установлено, что при содержании элементов на уровне 0,1 -10 мкг/мл взаимные влияния не проявляются. Картина влияния матричного элемента алюминия не одинакова для разных элементов и более сложная, чем влияние кислот. Для учёта влияния алюминия использовали метод аппроксимации многомерными сплайнами для построения калибровочных функций с различными множествами матричных эффектов.

Применение новой программы позволило экспрессно проводить определение низких концентраций (от $n \cdot 10^{-3}\%$) Ce, Dy, Gd, Hf, Li, Sc, Sm, Zr с хорошими метрологическими характеристиками ($Sr \leq 0,05$) без предварительного отделения матрицы.

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ВАНАДИЙ-МОЛИБДЕНОВЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ СЕЛЕКТИВНОГО ОКИСЛЕНИЯ АРЕНОВ

Досумов К., Умбеткалиев А.К., Бродский А.Р., Ергазиева Г.Е., Асилова Г.М.

*Институт органического катализа и электрохимии им. Д.В. Сокольского
г. Алматы, ул. Д. Кунаева, 050010, E-mail: orgcat@nursat.kz*

Комплексом физико-химических методов: рентгенофазовый анализ, электронная микроскопия, инфракрасная микроскопия и электронно-парамагнитный резонанс, исследован ванадий-молибденовый катализатор модифицированный оксидами сурьмы и фосфора для селективного окисления аренов (толуола и бензола) в соответствующие продукты.

Оксидные V-Mo/TiO₂ катализаторы готовились путем смешивания растворов метаванадата и парамолибдата аммония и солей модифицирующих добавок с порошкообразным оксидом титана в кислой среде с последующей сушкой при 383К и прокаливанием при 673К в течении 6 часов.

Методами ЭМ и РФА установлено, что введение сурьмы и фосфора влияет на активность и фазовое состояние ванадий-молибденового катализатора, обнаружены следующие фазы: Sb₂VO₅, MoV₂O₈, (VO)₂P₂O₇ и т.д.

По данным ЭПР – узкий симметричный сигнал g-фактора равной 1,95 и ΔH ~130 гаусс ванадий-молибденового катализатора имеет интенсивность зависящую от типа легирующего элемента. Согласно литературным данным, сигнал с g-фактором равной 1.95 относится к иону V⁴⁺. С введением добавок сурьмы и фосфора в ванадий-молибденовый катализатор относительная интенсивность g-фактора 1,95 увеличивается. Сопоставление полученных интенсивностей ЭПР сигналов иона V⁴⁺ с активностью катализаторов показало, что между этими величинами наблюдается симбатная зависимость.

Исследования катализаторов методом ИКС показало, что на поверхности ванадий молибденовых обнаружены как льюисовские, так и бренстедовские кислотные центры, отвечающие за селективное окисление аренов.

Таким образом, введение сурьмы и фосфора в ванадий-молибденовый катализатор приводит к увеличению содержания ионов V⁴⁺ и одновременному повышению выхода малеинового ангидрида и бензойной кислоты в реакции парциального окисления бензола и толуола, соответственно.

1. В.Ф. Ануфриенко, С.Т. Чистанова, Л.Н. Курина. Исследование окиснованадиевых катализаторов методом ЭПР, Кинетика и катализ, том 11, вып. 5, стр.1303-1309, 1970 г.
2. Beatriz T. Pierini, Eduardo A. Lombardo. Cr, Mo and W used as VPO promoters in the partial oxidation of n-butane to maleic anhydride. Catalysis Today, vol. 107-108, 30 October 2005, p. 323-329.
3. Louisa Griesel, Jonathan K. Bartley, Richard P.K. Wells, Graham J. Hutchings. Preparation of vanadium phosphate catalyst precursors using a high pressure method. Catalysis Today, vol. 99, I. 1-2, 15 January 2005, p. 131-136.

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ВКВС, МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Дякин П.В.

Санкт-Петербургский государственный технологический институт (ТУ)
Санкт-Петербург, 198013 Московский пр.26 E-mail: ceramika-1@mail.ru

Минеральные вяжущие – высококонцентрированные керамические вяжущие суспензии (ВКВС) в виду своих «уникальных» свойств могут найти широкое применение в производстве носителей катализаторов, звукопоглощающих мастик, керамики, огнеупоров и др. Целью настоящей работы являлось изучение вещественного состава и структуры наночастиц минеральных вяжущих и материалов (носителей катализаторов), полученных на основе ВКВС боксита – гранул, содержащих Pd. Характеристики гранул ($d = 4,5-8$ мм, прочность на истирание – не менее – 95%, механическая прочность при раздавливании – 5,0 – 10,0 кг/гранула). На рисунке представлены электронные снимки гранулы после раскола на две части.

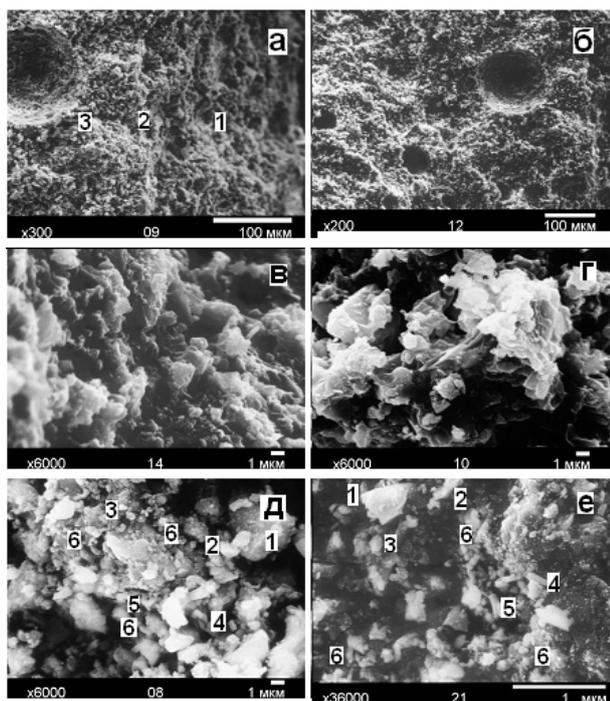


Рис: **а** – вид гранулы при расколе (1 – поверхность, 2 – граница раскола, 3 – край, центр и внутренняя часть гранулы, **б** – структура центральной (внутренней) части, **в** – структура поверхности $\times 6000$, **г** – структура внутренней части, $\times 6000$, **д, е** – снимки частиц, полученных измельчением гранул, увеличение 6000 и 36000 раз, соответственно (1 – Al_2O_3 , 2 – $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$, 3 – SiO_2 , 4 – CaO , 5 – TiO_2 , 6 – участки с повышенной концентрацией частиц Pd, их размер не превышает 50 нм).

На снимках (**а-г**) наблюдается морфологически развитая поверхность со множеством пор. По мере приближения от центра к краю скола гранулы (снимок **Г**) характер морфологии скола несколько меняется: уменьшается размер кристаллов, их грани становятся менее выраженными, а форма более округленной (снимок **В**).

Методами рентгенофазового анализа и ИК спектроскопии изучен их вещественный состав, в который входят: корунд, муллит, кварц, рутил, тиалит и др.

Выводы: методами АСМ и растровой электронной микроскопией (РЭМ) изучена структура наночастиц ВКВС и образцов изделий, отработана технология получения носителей катализаторов и вибропоглощающих материалов на основе ВКВС боксита.

КОМПЛЕКСНОЕ ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ТВЕРДОФАЗНОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ И КР-СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ КОНТРОЛЯ СОСТАВА ПОВЕРХНОСТИ GaAs

Зарубина О.Н., Мокроусов Г.М.

Томский государственный университет, Томск, пр. Ленина, 36, zon@xf.tsu.ru

Высокая чувствительность, экспрессность и доступность методов контактной вольтамперометрии и спектроскопии комбинационного рассеяния (КР) позволяют с успехом использовать их для неразрушающей идентификации состава поверхности полупроводников.

В данной работе вольтамперные зависимости n -GaAs ($1 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$), легированного оловом, снимали на полярографе ПУ-1 с прижимной ячейкой с хлоридсеребряным и платиновым электродами в 0,005 М растворе HCl. Спектры КР получали на спектрометре Nicolet NXR 9650 с лазером Nd YAG ($\lambda=1064 \text{ нм}$) при мощности 0,1 Вт.

Ориентацию GaAs и степень выхода грани (100) на поверхность контролировали по соотношению интенсивностей LO/TO мод в спектрах КР. После механической полировки оно составляет 0,95, а после химико-механической полировки с раствором NaClO повышается до 1,36. В результате обработки в полирующем травителе состава $\text{H}_2\text{SO}_4 : \text{H}_2\text{O}_2 : \text{H}_2\text{O} = 3:1:1$ в течение 3 минут при 50-60 °С соотношение LO/TO достигает 6,02; повышение интенсивности LO моды указывает на преимущественный выход (100) грани. После травления образцов в вышеуказанном составе при соотношении компонентов 3:1:1 и 20:1:1 в спектрах КР происходит возрастание пиков аморфного мышьяка ($240\text{-}210 \text{ см}^{-1}$) соответственно в два и три раза (рисунок) по сравнению со спектрами механически шлифованной поверхности. Накопление $\text{As}_{\text{ам}}$ на поверхности после

обработки в сернокислотном травителе подтверждается значениями стационарного электродного потенциала в фоновом электролите, лежащими в пределах -0,29 – -0,22 В [1], а также методом вольтамперометрии (пики при -0,0-0,4 В на вольтамперных зависимостях).

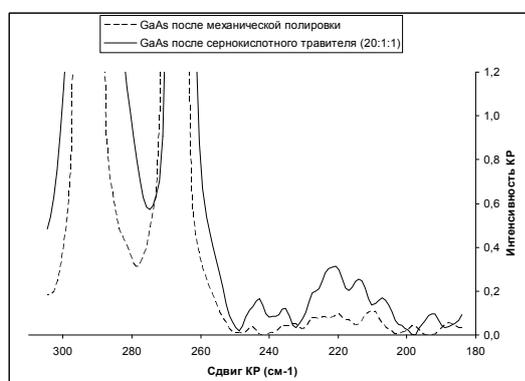


Рис. Спектры КР поверхности GaAs после механической шлифовки и обработки в травителе состава $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}=20:1:1$

1. Бекезина Т.П., Мокроусов Г.М. Формирование поверхности заданного состава у арсенида галлия // Неорганические материалы, 2000. – Т. 36. – № 9. – С. 1029–1036.

РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОСОСТАВА СТЕКОЛ СИСТЕМЫ As-Se

Курганова А.Е.

*Институт химии высокочистых веществ Российской академии наук,
Нижний Новгород, ГСП-75, ул. Тропинина, 49, e-mail: kursa85@mail.ru*

Целью данной работы являлась разработка методики рентгенофлуоресцентного (РФ) определения макросостава стекол системы As-Se. Исследования по оптимизации условий и разработка на их основе методики выполняли на рентгенофлуоресцентном спектрометре ARL OPTIM'X фирмы Thermoelectron, оснащенный рентгеновской трубкой мощностью 50 Вт с родиевым анодом.

Для обеспечения правильности анализа был приготовлен ряд образцов сравнения (ОС) в виде дисков диаметром 16 мм и толщиной 3 мм (от $As_{9.89}Se_{90.11}$ до $As_{50}Se_{50}$). ОС получали прямым синтезом из простых веществ – мышьяка и селена, подвергнутых дополнительной очистке. Правильность приготовления полученных ОС контролировали по одному из компонентов полученного стекла, а именно по содержанию селена, для чего использовали гравиметрический метод анализа. Метод основан на реакции восстановления селена (IV) после перевода пробы в раствор до элементного состояния сернокислым гидразином из солянокислых растворов с последующим взвешиванием полученного осадка после высушивания при 105 °С.

Таблица 1. Гравиметрическое определение содержания селена в ОС стекол системы As-Se (n=3, P=0,95)

ОС	$m_{(навески)}, г$	C(Se), мол.%	$S_r, \%$
$As_{9.89}Se_{90.11}$	0,3	(90,1±0,1)	0,04
	0,5	(90,04±0,1)	0,05

В качестве аналитических линий были выбраны K_{α} -линии мышьяка и селена.

Для построения ГХ ОС стекол системы As-Se использовали следующий подход: в качестве абсциссы были выбраны непосредственно содержание мышьяка или селена в мол.%, а ординаты – соответственно интенсивность характеристического излучения мышьяка или селена в имп/с, исправленная на величину фона. Для снижения вклада неоднородности материала проводили измерения по двум сторонам каждого образца. Расчет содержаний мышьяка и селена вели согласно обратному регрессионному уравнению, в котором предиктором и откликом служили, соответственно, интенсивность излучения и содержание соответствующих элементов. Величина относительного стандартного отклонения (S_r) при определении макросостава не превышает: 0,0014 для мышьяка и 0,0005 – для селена.

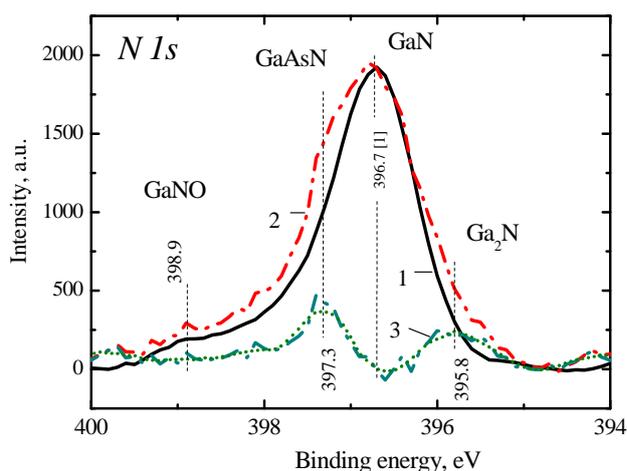
ХИМИЧЕСКИЕ СДВИГИ $N1s$ УРОВНЯ В ДИАГНОСТИКЕ НИТРИДОВ GaAs

Микушкин В.М.¹, Брызгалов В.В.¹, Гордеев Ю.С.¹, Никонов С.Ю.¹,
Солоницына А.П.¹, Бржезинская М.М.²

¹ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, 194021 Санкт-Петербург, Политехническая, 26,
V.Mikoushkin@mail.ioffe.ru

²BESSY, German-Russian laboratory, 12489 Berlin, Germany. mmb74@mail.ru

Твердые растворы $GaAs_{1-x}N_x$ широко используются в создании приборов ИК-диапазона. Однако из-за нестабильности воспроизводимое получение растворов с $x > 0.03$ остается нерешенной технологической проблемой, усложненной отсутствием диагностики химического состава методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС). Препятствием является малый химический сдвиг $N1s$ основного уровня азота в конкурирующих нитридных фазах GaAsN и GaN, который оказался меньшим разброса данных, полученных в разных экспериментах на эталонных образцах. В настоящей работе энергии связи основного $N1s$ электрона в этих фазах и их разница определены в одном эксперименте по нитридизации поверхности GaAs пучком ионов азота: $E_b = 397.3$, 396.7 eV и $\Delta E_b = 0.6$ eV, соответственно. На рисунке приведен $N1s$ фотоэлектронный спектр полученной нитридной пленки (1), который, как полагалось ранее, определяется одной фазой GaN. Благодаря использованию синхротронного излучения, в спектре наблюдается вклад дополнительной линии, приводящей к его асимметрии. Этот вклад увеличивается при облучении пленки ионами Ar^+ (2), которое, как показано в [1], увеличивает содержание твердого раствора. Поэтому выделенная в разностном спектре (3) особенность была отнесена к фазе GaAsN. Полученная информация позволяет диагностировать химический состав нанопленок нитридов GaAs *in situ* и корректировать технологические параметры. Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект № 08-08-12230-офи) и Российско-Германской лаборатории синхротрона BESSY.



1. V.M. Mikoushkin *et al.* Bull. Russian Acad. Sci.: Physics **72** (5), 609 (2008).

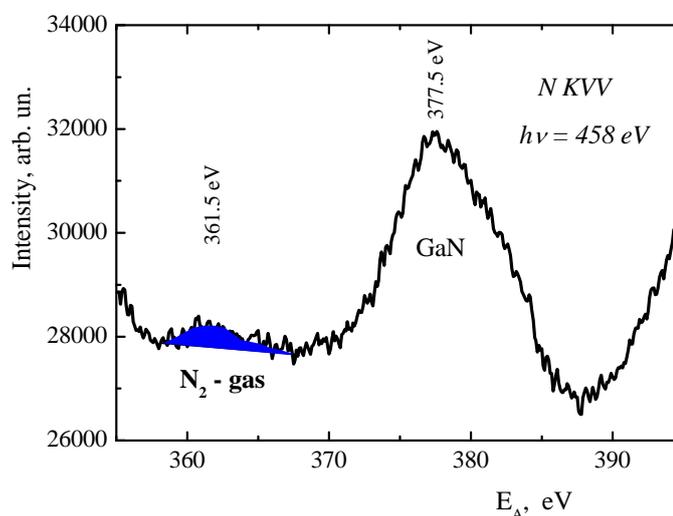
ОБНАРУЖЕНИЕ ГАЗООБРАЗНОГО АЗОТА В GaAs, ИМПЛАНТИРОВАННОМ ИОНАМИ АЗОТА

Микушкин В.М.¹, Брызгалов В.В.¹, Гордеев Ю.С.¹, Никонов С.Ю.¹,
Солоницына А.П.¹, Бржезинская М.М.²

¹ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, 194021 Санкт-Петербург, Политехническая, 26,
V.Mikoushkin@mail.ioffe.ru

²BESSY, German-Russian laboratory, 12489 Berlin, Germany. mmb74@mail.ru

Исследование химического состава нитридного нанослоя, формирующегося при бомбардировке поверхности GaAs низкоэнергетическими ионами азота N_2^+ необходимы для разработки простого способа пассивации поверхности этого полупроводника и создания на ней изолирующего нанослоя. В работе [1] методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии было установлено, что около 5% имплантированного азота не участвует в формировании фазы GaN, а находится в междоузлиях. В настоящей работе исследована имплантация ионов N_2^+ с той же энергией $E_i = 500$ eV и обнаружено, что 3-5 % имплантированного азота образует фазу газообразного азота. Определено положение *NKVV* оже-пика $E_A = 361.5$ eV газообразного азота в фотоэлектронном спектре. На рисунке обнаруженный пик расположен слева от линии доминирующей фазы GaN ($E_A = 377.5$ eV). Его положение совпадает с положением основной линии оже-спектра молекулярного азота в макроскопической газовой ячейке [2]. Интенсивность обнаруженного пика заметно уменьшается в течение 20-30 мин. после имплантации, указывая на выход газа из наблюдаемого приповерхностного слоя толщиной около 2 нм. Предложена модель химического формирования нанопузырьков азота. Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект № 08-08-12230-офи) и Российско-Германской лаборатории синхротрона BESSY.



1. J.-D. Hecht, F. Frost, D. Hirsch, H. Neumann, et al., *J. Appl. Phys.*, **90.**, 6066 (2001).
2. W.E. Moddeman, T.A. Thomas, A. Carlson, et al., *J. Chem. Phys.*, **55** (5), 2317 (1971).

КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ И ИССЛЕДОВАНИЯ СОСТАВА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ СУЛЬФИДНЫХ И ОКСИДНЫХ ФАЗ

Михайличенко Т.В., Калинина Л.А., Фоминых Е.Г., Ушакова Ю.Н.,
Шиншин А.С.

ГОУ ВПО «Вятский государственный университет»
610000, Московская, 36, Киров, Россия, kla500@yandex.ru

Обсуждаются результаты и перспективы использования кулонометрии как прецизионного метода коррекции состава нестехиометрических сульфидных и оксидных фаз с целью получения соединений или пленок с прогнозируемыми составом и свойствами. Предлагаемый подход заключается в двухэтапном методе управления нестехиометрией дефектных фаз: 1) электрохимическое тестирование прекурсоров с целью получения информации о величине нестехиометрии, типе дефектов и протяженности области устойчивости фазы, а также о характере изменения физико-химических свойств материала как функции нестехиометрии; 2) прецизионное доведение величины нестехиометрии прекурсора и его свойств до требуемых величин.

Для получения фаз заданного состава применяли кулонометрический метод в сочетании с методом ЭДС в твердотельных электрохимических системах. В качестве сульфидпроводящей мембраны использованы твердые электролиты на основе MLn_2S_4 ($M - Ca, Ba$; $Ln - Pr, Sm, Yb, Y$). Протестированы модельные сульфидные фазы PbS и CdS . На примере высокопроводящих оксидов $Bi_3BaO_{5,5}$, $LnBaMe'Me''O_{5+\delta}$ ($Ln=Pr, Yb$; $Me', Me''=Fe, Co, Cu$) и полупроводниковых купратов $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ рассматривается возможность электрохимического легирования гетеропримесью (серой) несulfидных материалов с целью придания им новых нетрадиционных свойств.

Получены воспроизводимые зависимости состав-свойство, которые служат источником информации о фазовом состоянии системы. Определенная методом кулонометрического титрования ширина области гомогенности PbS , в целом хорошо согласуется с данными, полученными методами гетерогенных равновесий. Процесс растворения до $9,2 \cdot 10^{-8}$ г-ат серы на моль $PrBaCuFeO_{5+x}$ приводит к образованию нанослоя серосодержащего оксида на поверхности кислороддефицитного перовскита.

ДИАГНОСТИКА СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТИ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ВЕЩЕСТВ НА ОСНОВЕ МЕТОДОЛОГИИ ЕЕ ФОРМИРОВАНИЯ И ИЗМЕРЯЕМОЙ ВЕЛИЧИНЫ ЭЛЕКТРОДНОГО ПОТЕНЦИАЛА

Мокроусов Г.М., Зарубина О.Н.

Томский государственный университет, Томск, пр. Ленина, 36, zon@xf.tsu.ru

В связи с поиском подходов к прогнозированию и целенаправленному формированию состава и строения поверхности твердых тел в жидких средах, в том числе для создания наноразмерных поверхностных структур, важны теоретические представления о процессах, протекающих на межфазных границах.

Для описания процесса растворения твердых тел обычно используются электрохимические представления. Алгоритм этой операции заключается в следующем. Сначала рассматриваются все возможные потенциалопределяющие реакции компонентов соединения, совершающиеся в системе, в зависимости от pH раствора, исходя из возможных механизмов разрушения соединения (селективное, псевдоселективное, равномерное). Затем рассчитываются энергии Гиббса реакций и соответствующие им значения кажущихся равновесных электродных потенциалов (E_p^k); по ним строятся диаграммы $E_p^k - pH$ для систем соединения (например, $A^{III}B^V$, $A^{II}B^{VI}$) – H_2O (pH). Фазовый состав поверхностного слоя можно предсказать, подбирая реакции с величиной E_p^k , близкого к экспериментально измеряемой величине стационарного электродного потенциала и находя нужную область на диаграмме.

В случае неравномерного разрушения соединений образуется приповерхностный кристаллический слой, лежащий между поверхностным фазовым слоем (или раствором при его отсутствии) и объемом вещества, обогащенный электроположительным компонентом (В) и вакансиями по электроотрицательному компоненту (А). С позиции твердофазной диффузии при граничных условиях, задаваемых величиной области гомогенности соединений типа $A^{III}B^V$ [1], оценен размер этого слоя. Его толщина при селективном и псевдоселективном разрушении веществ в кислых и щелочных средах может изменяться в пределах от 5 до 500 нм. При равномерном растворении (окислении) соединений также можно ожидать образования приповерхностного слоя с толщиной не превышающей нескольких монослоев.

1. Мокроусов Г.М., Зарубина О.Н. Формирование поверхностного и приповерхностного слоев на полупроводниках типа $A^{III}B^V$ // Известия Томского политехнического университета – 2008. – Т. 313. – №3. – С.25-30.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕКСТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОРОШКООБРАЗНЫХ ПОЛИМЕР-ТЕМПЛАТИРОВАННЫХ $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$

Рузимурадов О.Н.

ГУП «Наука и прогресс» при ТашГТУ, Узбекистан, г. Ташкент, ул. М. Галиба, 7а,
e-mail: ruzimuradov@rambler.ru

В данной работе обсужден синтез порошкообразного смежного оксидов кремния и титана ($\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$) в присутствии полиэтиленгликоля (PEG) с низкой молекулярной массой в качестве темплата или структурообразующего компонента. Удаление темплатов с помощью экстракции растворителем или температурной обработки (кальцинировании) приведет к образованию нанопористых силикагель-титановых материалов. Текстуры характеристики, а также изотермы адсорбции-десорбции порошкообразных материалов до и после удаления темплата были определены на Micromeritics ASAP 2010 (Micromeritics, Inc) при температуре – 196 °С (жидкий азот). Образцы были дегазированы при температуре 120 °С в течение 5 часов перед адсорбционно-десорбционным измерением азота.

Текстуры характеристики силикагель-титановых материалов до и после удаления темплата PEG показывает, что образцы без удаления темплата имеют низкие БЭТ площади поверхности и объемы пор. После термической обработки радикально увеличиваются поверхностные площади и объемы пор. Образцы показывают диапазон поверхностной площади 490 (для SiO_2), 254 (для TiO_2) и 387 $\text{м}^2 \text{г}^{-1}$ для $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$, объем пор 0.42, 0.31 и 0.18 $\text{см}^3 \text{г}^{-1}$ соответственно. Полученные данные по сорбции азота показывают, что участие микропор к измеренным БЭТ площади поверхности и объемам пор незначительно во всех силикагель-титановых пористых образцах, приготовленных с темплатами PEG.

Изотермы адсорбции-десорбции для нанопористых силикагель-титановых материалов до и после удаления темплата показывают IV тип изотермы с H_2 гистерезисом, который указывает пористость, приписываемую капиллярной конденсации в узких трубчатых мезопорах с эффективным диаметром 2-4 нм. При этом все размеры H_2 петли гистерезиса – сходного размера, несмотря на концентрации темплата. Все петли гистерезиса обладают определенным шагом в $P/P_0 \sim 0.8\text{-}1.0$. Существует хорошо определенное плато после петли в $P/P_0 > 1.0$, предполагая появление заполнения пор капиллярной конденсацией азота в структурных мезопорах вместо адсорбции в межчастичных структурных порах.

ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СИСТЕМЫ CaF_2 – DySF **Солодовников А.О., Бойко А.Н., Андреев П.О.***Тюменский государственный университет,
г. Тюмень, ул. Перекопская, 15А, reanimatorz@mail.ru*

Создание новых материалов является одним из приоритетных направлений в развитии науки и техники. Фториды щелочноземельных и фторсульфиды редкоземельных металлов являются перспективными материалами для твердотельных лазеров и сцинтилляторов.

Для изучения фазовых равновесий в системе CaF_2 – DySF использованы следующие методы физико-химического анализа: микроструктурный, дюрOMETрический, рентгенофазовый, дифференциально-термический и дифференциально-сканирующая калориметрия.

В соответствии с классификацией принятой в физико-химическом анализе, фазовая диаграмма системы CaF_2 – DySF относится к системам с конгруэнтно плавящимся соединением $\text{CaDy}_2\text{S}_2\text{F}_4$.

Образец, содержащий 66.6 мол. % DySF охлажденный из расплава и отожженный при температуре 1070 К по данным микроструктурного анализа однофазен. Данный образец состоит из пластинчатых кристаллов светло-желтого цвета. Усреднённое значение микротвёрдости составляет 4887 МПа. Дифрактограммы отожженных проб образцов соединения полностью идентифицированы по данным картотеки PDF-2. Соединение $\text{CaDy}_2\text{S}_2\text{F}_4$ имеет тетрагональную структуру типа PbFCl с параметрами элементарной ячейки: $a = 0,3865$, $c = 1,9050$ нм; пространственная группа $I4/mmm$.

Соединение $\text{CaDy}_2\text{S}_2\text{F}_4$ в системе CaF_2 – DySF не образует заметных областей гомогенности. Образцы, содержащие 65 мол. % DySF , 68 мол. % DySF , отожженные и закалённые от 1070 К двухфазны. Кристаллы фаз CaF_2 или DySF присутствуют в образцах в виде овальных кристаллов, распределённых между зёрнами фазы $\text{CaDy}_2\text{S}_2\text{F}_4$.

Данное соединение устойчиво во всем изученном интервале температур. Методом дифференциально-термического анализа определили температуру конгруэнтного плавления данной фазы, которая составляет 1400 К.

МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ИЗМЕНЕНИЯ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ СОРБЕНТА, НА ОСНОВЕ КРЕМНИЙСОДЕРЖАЩЕГО АЛЮМОСИЛИКАТА ГЛАУКОНИТ, В ПРОЦЕССЕ СОРБЦИИ МЕТАЛЛОВ МЕДИ И ЦИНКА ИЗ ВОДНОЙ СРЕДЫ

Ульрих Д.В., Денисов С.Е.

Южно-Уральский государственный университет, г. Челябинск, пр. Ленина 85,
ulrich.dm.25@mail.ru; denisov52@mail.ru

Метод инверсионной вольтамперометрии позволяет провести анализ изменения состава сорбента и сорбата, так как состав и формула сорбента дают основание полагать, что вторичными загрязнителями сорбата при возникновении хемосорбции могут стать ионы, содержащиеся в структуре глауконита. Их переход в раствор сорбата еще более ухудшит состав воды. Результаты исследований можно изобразить графически:

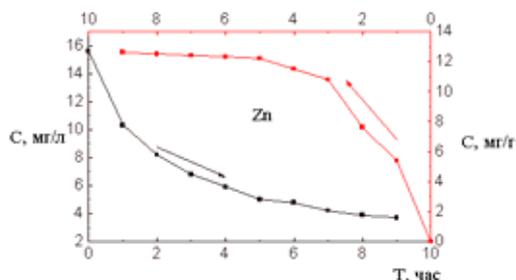


Рис. 1. Кривые поглощения цинка глауконитом из водного раствора

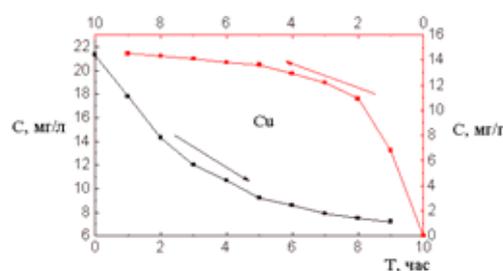


Рис. 2. Кривые поглощения меди глауконитом из водного раствора

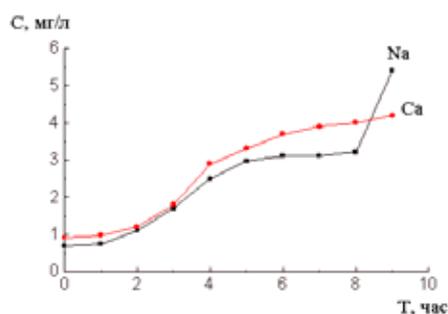


Рис. 3. Кривые трансформации натрия и кальция из глауконита в водный раствор

Переход цинка из водного раствора по кривой проходит практически без выполаживания, снижая концентрацию с 15,6 до 3,7 мг/л. Такой же характер кривой наблюдается и у трансформации ионов цинка в сорбенте. Подобный характер кривых наблюдается и у ионов меди. Далее прослеживается обмен $\text{Cu}^{2+} \rightarrow \text{Na}^+$, а $\text{Zn}^{2+} \rightarrow \text{Ca}^{2+}$.

ЭНЕРГИЯ АКТИВАЦИИ В ПРОЦЕССЕ СОРБЦИИ МЕТАЛЛОВ МЕДИ И ЦИНКА ГЛАУКОНИТОМ ГРАНУЛИРОВАННЫМ И MANGANESE GREENDSAND ИЗ ВОДНОЙ СРЕДЫ

Ульрих Д.В., Денисов С.Е., Николаенко Е.В., Харченко Т.М.

*Южно – Уральский государственный университет, г. Челябинск,
пр. Ленина, 85, ulrich.dm.25@mail.ru; denisov52@mail.ru*

С помощью метода инверсионной вольтамперометрии определяли степень сорбции меди и цинка сорбентами и находили константу скорости процесса сорбции металлов сорбентами глауконит гранулированный и manganese greensand (MG) при температурах: 10, 18 и 23°C (таб. 1). Термостатирование осуществляли с помощью термостата ТС 1/80 СПУ. Для интерпретации экспериментальных данных применяли графический метод (метод Аррениуса):

$$\ln k = \ln k_0 - E_{\text{акт}}/RT \quad (1)$$

где k – константа скорости процесса, с^{-1} ; k_0 – величина, называемая предэкспоненциальным множителем; $E_{\text{акт}}$ – энергия активации взаимодействия (Дж/моль); R – универсальная газовая постоянная (8,341 Дж/(моль·К)); T – температура (К).

Определение энергии активации является составной частью исследования кинетики процесса.

Таблица 1

Константы скорости k для сорбентов при различных температурах

Сорбент	Металл	Константа скорости $k \cdot 10^{-4}, \text{с}^{-1}$		
		10 °C	18 °C	23 °C
Глауконит гранулиро- ванный	Cu	1,5	1,9	2,1
	Zn	1,6	1,7	1,8
Manganese Greendsand	Cu	1,3	1,4	1,6
	Zn	1,5	1,6	1,7

Анализ таблицы позволяет сделать вывод о том, что скорость сорбции глауконита гранулированного по отношению к катионам меди и цинка выше чем у manganese greensand на 0,2%. Причем если глауконит гранулированный быстрее сорбирует ион меди (за исключением температуры 10 °C), то MG – ион цинка.

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ДИФФЕРЕНЦИРОВАННОГО ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ ИОНОВ Cu (II) и Zn(II) ПРИ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ

Шумар С.В., Гришаева А.А.

Томский государственный университет, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 36

В настоящее время медьсодержащие сплавы широко применяются во всех отраслях науки и техники. Они обладают высокой электро- и теплопроводностью, их используют как конструкционные и коррозиестойкие материалы. Латунь с высоким содержанием меди – томпак – благодаря своему внешнему сходству с золотом используется для ювелирных и декоративных изделий. Введение добавки цинка увеличивает механическую прочность сплава. Поэтому задача разработки достаточно простых, экспрессных методов анализа меди и цинка весьма актуальна.

Одним из реагентов наиболее широко применяемых для потенциометрических определений является этилендиаминтетраацетат (ЭДТА). Однако применение данного реагента для селективного определения нескольких элементов требует дополнительного изучения. Описанные в литературе методы теоретического прогнозирования возможности титрования катионов при совместном присутствии часто противоречивы. Согласно литературным данным константы устойчивости ЭДТА меди и цинка близки, что не позволяет провести их отдельное определение. Повышение кислотности среды влияет на изменение константы устойчивости и создаёт условия возможности для селективного определения.

В данной работе изучены возможности отдельного потенциометрического определения Cu (II) и Zn(II) из одного раствора. Потенциометрическое титрование модельных смесей Cu (II) и Zn(II) различного состава и концентрации проводилось с варьированием различного уровня кислотности. В результате работы были подобраны оптимальные условия для отдельного титрования включаемых катионов.

Метод использован для определения содержания Cu(II) и Zn (II) в производственном образце сплава меди Лс59-1 на содержание основных компонентов. Пробоподготовку и контрольное определение металлов проводили по стандартным методикам [1]. По результатам титрования параллельных проб сплава латуни содержание Cu(II) и Zn (II) найдено ($59,8 \pm 2,0$ и $40,1 \pm 4,0$) соответственно, с надёжностью статистического вывода $P = 0,95$. Правильность полученных результатов подтверждена анализом по рекомендованной ГОСТ методике.

1. ГОСТ 1652-77. Сплавы медно-цинковые. Методы анализа.

СЕКЦИЯ 3. Методы определения параметров кристаллической структуры

ВЛИЯНИЕ СКАНДИЯ НА СТРУКТУРУ И ДИСПЕРСНОСТЬ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ $\text{CaZr}_{1-x}\text{Sc}_x\text{O}_{3-\delta}$

Ананьев М.В., Поротникова Н.М., Плаксин С.В., Курумчин Э.Х.

*Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН,
Екатеринбург, 620219, ул. С.Ковалевской/Академическая 22/20,
wedney@yandex.ru*

Твердые растворы $\text{CaZr}_{1-x}\text{Sc}_x\text{O}_{3-\delta}$ представляют интерес как протонные проводники. Введение акцепторной примеси скандия в подрешетку циркония CaZrO_3 со структурой перовскита увеличивает дефицит по кислороду, что может привести к росту кислород-ионной проводимости и повышению концентрации протонов во влажной атмосфере.

Оксиды $\text{CaZr}_{1-x}\text{Sc}_x\text{O}_{3-\delta}$ (для $x = 0.00, 0.01, 0.05, 0.10, 0.15, 0.20$) синтезировали по керамической технологии. Навески исходных веществ (CaCO_3 ос.ч., ZrO_2 лао-д и Sc_2O_3 ос.ч.) с учетом потерь при прокаливании смешивали и перетирали в ступке из диоксида циркония, затем трижды отжигали в течение 8 часов на воздухе при температуре 1100°C с промежуточными перетираниями. Окончательный отжиг спрессованных образцов проводили при температуре 1600°C в вакууме в течение 3 часов.

Структуру полученных оксидов изучали методом дифракции рентгеновских лучей на дифрактометре Rigaku D-MAX-2200V в $\text{Cu}_{K\alpha}$ -излучении. Полнопрофильный анализ дифрактограмм проводили методом Ритвелда в программе Fullprof 2006. Удельную поверхность исследуемых оксидов измеряли методом БЭТ на приборе СОРБИ N.4.1.

Структура недопированного цирконата кальция индицируется в орторомбической элементарной ячейке, $a = 5.5912$, $b = 8.0171$, $c = 5.7616$, пр. гр. R_{cm} [1]. По мере увеличения содержания скандия в подрешетке циркония происходит искажение октаэдров ZrO_6 , и на дифрактограмме появляются дополнительные пики. Показано, что подобное сверхструктурное разупорядочение в кислородной подрешетке можно описать в ячейке $2 \cdot b \times c \times a$, где a , b и c – параметры исходного CaZrO_3 . Для оксида $\text{CaZr}_{0.90}\text{Sc}_{0.10}\text{O}_{3-\delta}$ параметры триклинной элементарной ячейки $a = 16.0089$, $b = 5.7406$, $c = 5.5855$, $\alpha = 90.0938$, $\beta = 90.0902$, $\gamma = 89.9866$ (пр. гр. P_{-1}), $R_{\text{Br}} = 7.47$. Рассчитаны координаты атомов, заполнения, карты распределения электронной плотности.

Рентгеновская плотность монотонно уменьшается при увеличении содержания скандия. Плотность, рассчитанная по массе и геометрическому объему спеченных таблеток, растет за счет уменьшения пористости полученных материалов, так что с повышением концентрации скандия увеличивается спекаемость порошков.

1. Koopmans H.J.A. etc. // Acta Cryst. (1983). C39, 1323-1325.

СТРУКТУРНЫЕ И ТЕКСТУРНЫЕ ДИФРАКЦИОННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ФЕРРОЭЛАСТИЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ С ВЫСОКОЙ КИСЛОРОДНОЙ ПРОВОДИМОСТЬЮ

Анчарова У.В.^{1,2}, Ляхов Н.З.¹, Немудрый А.П.¹

¹Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН,
Кутателадзе 18, 630128 Новосибирск, Россия, ancharova@gmail.com

²Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН,
Лаврентьева 11, 630090 Новосибирск, Россия

Структурные исследования нестехиометрических оксидов ABO_{3-z} со смешанной кислород-электронной проводимостью интересны тем, что в этих соединениях встречаются различные способы упорядочения кислородных вакансий, в том числе путем образования нанодоменной текстуры.

В работе с помощью комбинированного использования экспериментальных методов 2-D и 1-D дифракции синхротронного излучения (СИ), малоуглового рассеяния, электронных микроскопии и дифракции, мёссбауэровской спектроскопии и методов компьютерного моделирования, рассмотрены различные модели упорядочения дефектов в нестехиометрических перовскитах со смешанной кислород-электронной проводимостью. Это проиллюстрировано на примере составов: $SrCo_{0.8}Fe_{0.2}O_{2.5+x}$ (допированных катионами La, Ca в А-позиции и катионами Al, Nb в В-позиции) и $SrFeO_{2.5+x}$ (допированных катионами W, Mo в В-позиции) с различной степенью кислородной дефицитности $0 \leq x \leq 0.5$.

Эксперименты на пучке синхротронного излучения проводились в Сибирском Центре Синхротронного Излучения и в Курчатовском Центре Синхротронного Излучения. Работа поддержана грантами РФФИ 08-03-00738, Интеграционным проектом №82 СО РАН, и программой фундаментальных исследований Президиума РАН(проект № 27.54).

ИЗУЧЕНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ В КОМПОЗИТЕ МЕЖДУ УГЛЕРОДНЫМИ НАНОТРУБКАМИ И ПОЛИАНИЛИНОМ

Асанов И.П.*, Окотруб А.В.***, Булушева Л.Г.*, Галкин П.С.*, Чехова Г.Н.*,
Куреня А.Г.*,**, Шубин Ю.В.*

**Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
630090 Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 3. E-mail: asan@che.nsk.su*

***Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск*

Композиты на основе ориентированных углеродных нанотрубок (УНТ), заключенных в оболочку из полианилина (ПАН) и других полимеров, являются перспективным материалом для микроэлектроники. В работе проведено исследование структуры композита УНТ/ПАН, полученного электрохимическим путем, и характер взаимодействия ПАН с поверхностью УНТ методами РЭМ, ПЭМ рентгеновской дифракции, ИК, рамановской спектроскопии, РФЭС и XANES.

Образцы исходных ориентированных УНТ получены методом газофазного осаждения на кремниевой подложке размером $10 \times 10 \text{ мм}^2$ при температуре $850 \text{ }^\circ\text{C}$, где в качестве источника углерода и катализатора использовали раствор ферроцена в циклогексане. Толщина слоя УНТ на подложке составила 0.3 мкм, масса нанотрубок – 3 мг. Композиты УНТ/ПАН получены в результате электрохимической поликонденсации анилина в сернокислой среде. Толщина нанесённого слоя достигает 5-8 нм. Наличие ПАН на поверхности нанотрубок увеличивает средний ток на циклических вольтамперограммах композитного материала, приводит к существенному росту рассчитанной удельной емкости электродов 550 Ф/г по сравнению с 66 Ф/г для исходного образца.

Методами ИК и рамановской спектроскопии показано, что в полученном композите происходит допирование носителями заряда плёнки ПАН от УНТ, при этом концентрация проводящей фазы увеличивается по сравнению с полимером, синтезированным в тех же условиях. РФЭС свидетельствует о том, что степень допирования максимальна в композите по сравнению с ПАН, полученным химическим или электрохимическим путем. Данные N K XANES указывают на химическое взаимодействие между атомами азота иминной группы ПАН и УНТ.

ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОКОМПОЗИТОВ БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ НА ОСНОВЕ ПРИРОДНЫХ И СИНТЕТИЧЕСКИХ НОСИТЕЛЕЙ МЕТОДАМИ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ И РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА

Ворсина И.А., Григорьева Т.Ф., Баринова А.П., Ляхов Н.З.

Институт химии твёрдого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск

Развиваемый нам подход к синтезу биологически активных композитов базируется на использовании механохимических превращений неорганических и органических веществ в условиях механической активации (МА). Метод позволяет соединять вещества, принадлежащие к различным химическим классам, что трудно, а иногда невозможно осуществить традиционными методами.

Так, методом ИК-спектроскопии показано, что механохимическое взаимодействие кислот со слоистыми силикатами происходит путём нейтрализации основных активных центров силиката, которые образуются в процессе МА, протонами кислот с образованием дисперсного слоистого композита. Ионы металла силиката химически связаны с анионами кислот. На дифрактограммах основные рефлексы силиката сохраняются после МА, т.е. продукт МА «наследует» тип кристаллической структуры исходного силиката. По данным электронной микроскопии композит представляет собой агломераты из наноразмерных пластинчатых частиц.

В процессе МА смеси синтетический полимер поли-N-винилпирролидон – органическая кислота происходит разрыв водородных связей в ассоциатах кислот, а на поверхности полимера появляются активные атомы кислорода пятичленных гетероциклов. Согласно данным ИК-спектроскопии, в образующемся композите носитель и мономеры кислоты связываются водородными связями за счёт неподелённой пары электронов кислорода гетероцикла. Из анализа дифрактограмм следует, что в таких композитах сохраняется кристаллическая структура кислот.

Подобным образом происходит взаимодействие многоосновных и гидроксикислот с арабиногалактаном, природным полимером с широким спектром иммунобиологической активности, что следует из данных ИК-спектроскопии и рентенофазового анализа.

Проведённые исследования показали, что метод ИК-спектроскопии является наиболее информативным при исследовании поверхностных реакций.

Работа выполняется в рамках интеграционного проекта СО РАН № 138.

СТРУКТУРА МОСVD Re-ПОКРЫТИЙ

**Гельфонд Н.В., Морозова Н.Б., Данилович В.С., Филатов Е.С.,
Шушарина Е.А.*, Игуменов И.К.**

*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
г. Новосибирск, 630090, проспект акад. Лаврентьева, 3, filatov@che.nsk.su
Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск

Методом МОСVD (Metal Organic Chemical Vapour Deposition) из $\text{Re}_2(\text{CO})_{10}$ и $\text{C}_5\text{H}_5\text{Re}(\text{CO})_3$ в разных условиях (температура, давление, атмосфера, время) на различных подложках (стальные диски, керамические пластины C/SiC) получены покрытия Re, их толщина 3–13 мкм. Процесс получения покрытий подробно описан в [1].

Структуру покрытий исследовали методами рентгенодифрактометрического анализа (ДРОН-RM4 (CuK α -излучение)) и сканирующей электронной микроскопии (электронный микроскоп (JSM T200)). Рентгенофазовый анализ был проведен с использованием Powder Diffraction File (PDF) [2]. На всех дифрактограммах, полученных Re-покрытий, независимо от используемого прекурсора и материала подложки присутствуют дифракционные пики, относящиеся к металлическому Re.

Поверхность покрытий, полученных из $\text{Re}_2(\text{CO})_{10}$ на стальных подложках, состоит из крупноразмерных сфероидов. Доминирующим является рост перпендикулярно поверхности подложки. Увеличение температуры обработки приводит к уменьшению размеров микрокристаллитов Re-покрытий независимо от типа используемой подложки. В случае $\text{C}_5\text{H}_5\text{Re}(\text{CO})_3$ – незначительное изменение температуры испарителя приводит к значительному изменению структуры осажденных Re-покрытий, как на стальных, так и на керамических подложках. В случае с керамическими подложками – понижение температуры испарителя (при использовании $\text{C}_5\text{H}_5\text{Re}(\text{CO})_3$) приводит к образованию компактного мелкозернистого покрытия. Изучено поведение полученных Re-покрытий на воздухе.

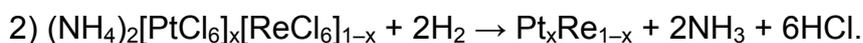
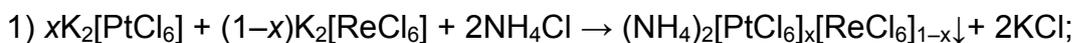
1. Gelfond N.V., Morozova N.B., Igumenov I.K., Semyannikov P.P., Trubin S.V., Benien H., Nizard H., Gimeno-Fabra L., Vlcek J. Structural features of Re МОСVD coatings // Proceedings of the XVth International European Conference on CVD (EUROСVD-15). Bochum, Germany, 2005. The Electrochemical Society, Inc., Pennington, NJ, USA, Proceedings Volume 2005-09 / Editors: A. Devi, R. Fischer, H. Parala, M.D. Allendorf, M.L. Hitchman. P. 1029–1036.
2. Powder Diffraction File. Alphabetical Index. Inorganic Phases. Sets 1-46. / ICDD. USA. – 1996. – P. 927

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ Pt_xRe_{1-x} ПО ДАННЫМ РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ

Громилов С.А., Задесенец А.В., Шушарина Е.А.*

*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 3, grom@che.nsk.su
Новосибирский государственный университет, г. Новосибирск

Платино-рениевые катализаторы используются в каталитическом риформинге бензиновых фракций. Синтез подобных катализаторов может быть проведен путем термолитической смеси соединений-предшественников (например, $[Pt(NH_3)_4]Cl_2$ и $Cs_2[ReCl_6]$ [1]) на носителе. В качестве предшественников могут быть использованы комплексные и двойные комплексные соли, содержащие атомы Pt и Re в строго определенных соотношениях: $[Pt(NH_3)_5Cl](ReO_4)_3 \cdot 2H_2O$ (1:3), $[Pt(NH_3)_4](ReO_4)_2$ (1:2), $[Pt(NH_3)_4][ReCl_6]$ (1:1) и др. Возможность получения твердых растворов Pt_xRe_{1-x} с любым значением x предоставляют фазы типа $(NH_4)_2[PtCl_6]_x[ReCl_6]_{1-x}$. Согласно фазовой диаграмме Pt–Re [2] при 800 °С максимальная растворимость Pt в Re составляет 40, Re в Pt 36 % (ат.). В настоящей работе нанокристаллические фазы Pt_xRe_{1-x} с $x = 0,40, 0,50, 0,60$ были получены по следующей схеме:



Вторая реакция проведена при 400–600 °С. Полученные продукты охарактеризованы методами ЭДС, РФА и весовым анализом на сумму металлов. По данным рентгенографического исследования определены размеры ОКР (10–30 нм) и параметры элементарных ячеек. Рассмотрена процедура оценки составов твердых растворов Pt_xRe_{1-x} в случае двухфазных образцов, ее основу составляет построение зависимости атомного объема (объема, приходящегося на один атом) от x .

Изучено поведение полученных нанокристаллических фаз Pt_xRe_{1-x} на воздухе.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 03-08-00603 и Междисциплинарного проекта Президиума СО РАН №112.

1. Пат. 2294240 РФ (2007). Способ приготовления нанесенных полиметаллических катализаторов / Собянин В.А., Снытников П.В., Козлов Д.В. и др.; 2005105230/04; бюл. № 6.
2. Савицкий Е.М., Тылкина М.А., Поварова К.Б. Сплавы рения. М.: Наука, 1965. 335 с.

**СОСТАВ, СТРУКТУРА И СВОЙСТВА КАТАЛИЗАТОРОВ
ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОКИСЛЕНИЯ АММИАКА СИСТЕМ
 $\text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{MeO}$, ГДЕ $\text{Me} - \text{Zn, Cd, Co, Ni, Mn}$**

Захарченко Н.И., Середенко В.В.

*Национальный аэрокосмический университет им. Н.Е. Жуковского, «ХАИ»,
Украина. E-mail: zakharni@mail.ru*

Исследованы оксидные катализаторы систем $\text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{MeO}$, где $\text{Me} - \text{Zn, Cd, Co, Ni, Mn}$ в процессе высокотемпературного окисления аммиака. Рентгенофазовым и РФЭС анализами установлено, что при стехиометрическом соотношении $\text{Fe}_2\text{O}_3 : \text{MeO} = 1:1$ катализаторы имеют шпинельную структуру с различным распределением катионов в решетках соединений. При всех других соотношениях оксидных компонентов системы представляют собой смеси ферритов MeFe_2O_4 с $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, или же с MeO .

Показано, что селективность катализаторов по NO зависит от количественного состава систем и коррелирует с энергией связи адсорбированного кислорода с поверхностью контактов. Рассмотрено влияние катионного распределения ферритов, стехиометрической силы связи «катион – кислород» в решетках соединений на энергию связи адсорбированного кислорода катализаторов и селективность по оксиду азота (II).

Методами РФЭС и электронной микроскопии установлено, что поверхностные слои катализаторов испытывают структурно-фазовые превращения с образованием кластеров с уменьшенным содержанием кислорода и с локальными фазовыми изменениями. Наблюдаются процессы рекристаллизации и снижение удельной поверхности катализаторов. Рассмотрена динамика структурно-фазовых превращений поверхности и объема катализаторов со временем работы. Синбатно с изменением фазового состава катализаторов, их структурных характеристик наблюдается дезактивация контактов.

Для получения катализаторов с заданной пористой и тонкой кристаллической структурой, дефектностью решеток предложены оптимальные параметры и условия получения контактов. Рассмотрены рекомендации по стабилизации химического и фазового состава катализаторов, их структурных и каталитических свойств.

Полученные данные могут быть использованы для разработки теоретических и практических основ создания эффективных неплатиновых катализаторов окисления аммиака.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРОЕНИЯ НИТРАТОАММИНОКОМПЛЕКСОВ НИТРОЗОРУТЕНИЯ МЕТОДАМИ PCA И EXAFS

Кабин Е.В., Емельянов В.А., Байдина И.А., Недосейкина Т.И., Воробьев В.А.*

*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
г. Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 3, E-mail: john_kabin@ngs.ru
Новосибирский государственный университет, Новосибирск

Возрождение интереса к нитрозокомплексам рутения связано с открывшимися в последние годы широкими перспективами получения и применения медицинских препаратов на их основе, а также с использованием этих комплексов в качестве прекурсоров полифункциональных фотоманитных материалов и нанопорошков металлических сплавов. Для успешного развития всех этих направлений необходимо, прежде всего, иметь фундаментальную информацию о строении, свойствах и реакционной способности комплексов–предшественников.

Целью настоящей работы являлось исследование строения нескольких представителей нового класса нитрозосоединений рутения – нитратоамминокомплексов: **I** – *транс*-[RuNO(NH₃)₂(H₂O)(NO₃)₂]·H₂O, **II** – *транс*-[RuNO(NH₃)₄NO₃](NO₃)₂, **III** – *гран*-[RuNO(NH₃)₂(NO₃)₃], **IV** – *ос*-[RuNO(NH₃)₂(NO₃)₃]. Соединения **I**, **IV** получены взаимодействием *транс*-[RuNO(NH₃)₂(NO₂)₂(OH)] с 3M HNO₃, комплексы **II**, **III** – взаимодействием *транс*-[RuNO(NH₃)₄(OH)]Cl₂ с концентрированной HNO₃. Результаты исследований представлены в таблице.

Комплекс	I		II		III	IV
Параметры ячейки	P2 ₁ , a=6.629, b=13.439, c=7.018 Å, β=114.28°		Cm, a=11.562, b=7.993, c=7.786 Å, β=127.12°			
ν _{NO} (ИК), см ⁻¹	1923		1928		1937	1926
Метод	PCA	EXAFS	PCA	EXAFS	EXAFS	EXAFS
R(Ru-N), Å	1.727(2)	1.745(5)	1.728(3)	1.735(6)	1.754(5)	1.745(6)
R(Ru-O1), Å	2.032(2)	2.054(5)			2.065(5)	2.054(6)
R(Ru-O2*), Å	2.037(2)	2.059(5)	2.044(3)	2.052(6)	2.070(5)	2.058(6)
R(Ru-O3), Å	2.038(1)	2.060(5)			2.071(5)	2.059(6)
R(Ru-N1), Å	2.087(2)	2.109(5)	2.099(3)	2.107(6)	2.120(5)	2.108(6)
R(Ru-N2), Å	2.098(2)	2.121(5)	2.109(3)	2.117(6)	2.132(5)	2.120(6)
F, %	1.7	1.5	1.4	1.9	1.4	1.6

* – в трансположении к NO

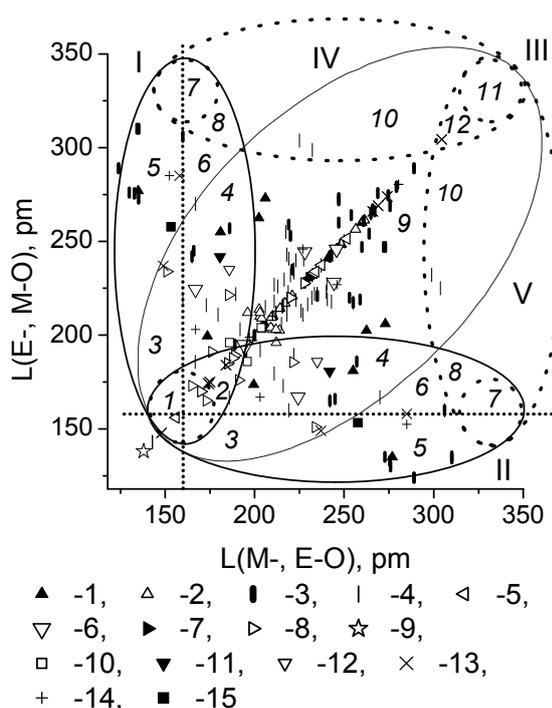
Работа выполнена при поддержке ОХНМ РАН (проект 5.8.2).

ВЗАИМОСВЯЗЬ «СТРУКТУРА-СВОЙСТВО» КРИСТАЛЛОВ КАК ФАКТОР УТОЧНЕНИЯ СТРУКТУРНО-ФИЗИЧЕСКИХ ДАННЫХ

Кидяров Б.И., Атучин В.В., Первухина Н.В.*

*Институт физики полупроводников СО РАН,
Новосибирск, 630090, пр. ак. Лаврентьева, 13, kidyarov@isp.nsc.ru
Институт неорганической химии СО РАН, Новосибирск

Проблема выбора структурных данных кристаллов из набора возможных структур возникает особенно часто при различении нецентросимметричных (НЦС) и центросимметричных (ЦС) структур [1]. Хорошо известна взаимосвязь 32 типов точечной симметрии с четырьмя ацентричными, сегнетоэластичными и магнитными свойствами, которая была ранее формализована в виде наглядной схемы-таблицы [2-3]. Накопление структурных данных в заданных классах материалов позволяет их систематизировать и выявлять области поиска новых перспективных фаз [4]. На рисунке показано расположение ацентричных простых и двойных ниобатов на карте длин химических связей (L) внутри розетки из эллипсов «ацентричности» I-III. Построение вспомогательных эллипсов IV-V способствует четкому разбиению розетки на отдельные подобласти 1-12, в которых НЦС ниобаты обладают различными структурами, и отличающейся градацией нелинейно-оптических (НЛО) свойств ($\chi^{(2)}$). НЛО ниобаты с измеримой величиной $\chi^{(2)}$ выделены на карте темными точками. Однако наивысшими НЛО



свойствами обладают кристаллы из областей 4 и 9. Построив зависимости $\chi^{(2)} = F(L)$, мы нашли максимумы $\chi^{(2)}$, вблизи которых находятся ниобаты, перспективные для поиска новых оптоэлектронных кристаллов.

Литература:

1. Архипенко Д.К., Мороз Т.Н. // Кристаллография. 1996. Т.41, №6. –С.1002.
2. Кидяров Б.И., Атучин В.В. // Материалы электронной техники. 2007. №2. – С.72-76.
3. Kidyarov B.I., Atuchin V.V. // Ferroelectrics. 2007. Vol. 360. – P.218.
4. Кидяров Б.И., Атучин В.В., Первухина Н.В. // ФТТ. 2009. Т.51, №8. – С.1460.

ИЗУЧЕНИЕ СИНТЕЗА, СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ФЕРРИТОВ ЩЕЛОЧНЫХ МЕТАЛЛОВ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА, МЁССБАУЭРОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ И ТЕРМОГРАВИМЕТРИИ

Котельников Г.Р., Степанов Е.Г.*, Качалов Д.В., Васильев С.В.**,
Луговкин С.Н.

ОАО НИИ «Ярсинтез», г. Ярославль, просп. Октября, 88

*Рыбинская государственная авиационная технологическая академия,
г. Рыбинск

**Ярославский государственный технический университет, г. Ярославль

В настоящее время важнейшим классом неорганических материалов являются железооксидные катализаторы дегидрирования олефиновых и алкилароматических углеводородов [1]. Активными компонентами таких катализаторов является смесь моно- и полиферритов калия [2]. Методами термогравиметрии, рентгенофазового анализа и мёссбауэровской спектроскопии изучены процессы образования ферритов при термообработке системы $\text{Fe}_2\text{O}_3 - \text{Me}_2\text{CO}_3$ (где Me- K, Rb, Cs). Мольное соотношение исходных компонентов варьировалось в широком диапазоне, кроме того, менялся характер газовой атмосферы термообработки. Использование метода термогравиметрии позволило определить температурный интервал взаимодействия, а методами рентгенофазового анализа и мёссбауэровской спектроскопии изучен фазовый состав и структура продуктов ферритообразования. Установлено, что в зависимости от условий термообработки, продукты взаимодействия состоят из моно- и полиферритов соответствующего щелочного металла и незначительных остатков непрореагировавших исходных веществ. В структурном отношении пространственная решетка моноферрита калия KFeO_2 полностью соответствует пространственному мотиву β -кristобалита SiO_2 . Моноферриты рубидия RbFeO_2 и цезия CsFeO_2 – изоморфны моноферриту калия. Полиферриты Rb и Cs также изоморфны полиферритам K, а пространственная решетка полиферритов соответствует структуре β -глинозема или β'' -глинозема.

1. Котельников Г.Р., Беспалов В.П., Сиднев В.Б., Качалов Д.В. // Катализ в промышленности. -2009. -№ 1. -с. 38-41.
2. Котельников Г.Р. // Журн. прикл. химии. -1997. -т. 70. -№ 2. -с. 276.

ИССЛЕДОВАНИЕ СПЕКТРАЛЬНО-КИНЕТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ГЕТАРИЛГИДРАЗОНОВ

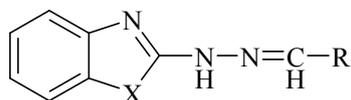
Мелкозёров С.А.¹, Липунова Г.Н.², Барачевский В.А.³, Первова И.Г.¹,
Липунов И.Н.¹, Резинских З.Г.¹

¹Уральский государственный лесотехнический университет,
620100 Екатеринбург, ул. Сибирский тракт, 37, e-mail: biosphera@usfeu.ru,
family@k66.ru

²Институт органического синтеза УрО РАН,
620041 Екатеринбург, ул. Академическая / С.Ковалевской, 22/20

³Центр фотохимии РАН, 119421 Москва, ул. Новаторов, 7а

С целью поиска перспективных соединений с настраиваемыми оптическими свойствами, например, для возможного их использования в процессах рентгеновской литографии проведено спектральное исследование светочувствительных свойств гетарилгидразонов (**1-9**) в ацетонитриле в области 195..200 нм.



X, R: S, CH₃ (**1**); S, C₇H₁₅ (**2**); S, C₆H₅ (**3**); S, *n*-OCH₃C₆H₅ (**4**);
O, *n*-OCH₃C₆H₅ (**5**); NCH₂C₆H₅, *n*-OCH₃C₆H₅ (**6**);
NCH₂C₆H₅, C₂H₅ (**7**); NCH₂C₆H₅, *o*-OH-C₆H₅ (**8**);
NCH₂C₆H₅, C₆H₅ (**9**)

Наименьшую светочувствительность (изменение оптической плотности ΔD в области 195..200 нм) при одной и той же экспозиции облучения УФ-излучением (лампа ВРМ-1, 230-290 нм) показали безтиазолилгидразоны ($\Delta D=0,2..0,35$) по сравнению с бензилбензимидазолилгидразонами ($\Delta D=0,4..0,65$). Причем среди бензтиазолил- и бензилбензимидазолилгидразонов отмечено существенное влияние заместителя R на изменение активности в области 195..200 нм. Так, алкилзамещённые гидразоны **1,2,7** характеризуются более значительными изменениями оптической плотности ($\Delta D \approx 0,2..0,3$) в отличие от фенилзамещённых **3,8,9** (ΔD не более 0,1). Следует отметить, что присутствие *n*-OCH₃-группы в арильном фрагменте увеличивает ΔD до 0,15..0,2 для всех типов гидразонов.

Хотя наличие изобестической точки в спектрах указывает на возможность обратимости процесса фотохимических превращений, однако после выдерживания облучённых ацетонитрильных растворов гидразонов в темноте в течение 60 мин, для некоторых до 3 суток, а также нагрева до 70°C в течение 2-4 часов существенных изменений в электронных спектрах не обнаружено. Возможно, процесс обратимости инициируется электромагнитным излучением другого диапазона, что может быть проверено в дальнейших исследованиях при использовании специального оборудования.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ №08-03-13512офи-ц.

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРУКТУРЫ НАНОКОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ В МАТРИЦЕ ПОЛИ-1-ВИНИЛ-1,2,4-ТРИАЗОЛА

Мячина Г.Ф., Коржова С.А., Конькова Т.В., Ермакова Т.Г., Поздняков А.С.,
Сапожников А.Н.*, Пройдакова О.А.*, Сухов Б.Г., Трофимов Б.А.

*Иркутский институт химии им. А.Е. Фаворского СО РАН,
664033, Иркутск, ул. Фаворского, 1, E-mail: myachina@irioch.irk.ru
Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН, Иркутск

Синтезированы новые водорастворимые нанокomпозиты с наночастицами серебра и золота, стабилизированными поли-1-винил-1,2,4-триазолом, обладающим биосовместимостью ($LD_{50} > 3000$ мг/кг), химической стойкостью и термической стабильностью. Синтез нанокomпозитов осуществляли путем восстановления нитрата серебра и золотохлористоводородной кислоты боргидридом натрия (или глюкозой) в водном растворе в присутствии поли-1-винил-1,2,4-триазола.

В электронных спектрах полученных нанокomпозитов появляются соответствующие полосы плазмонного поглощения с максимумами в области 412-428 нм и 516-532 нм, характерными для серебра и золота в наноразмерном нульвалентном состоянии, соответственно.

ИК спектры нанокomпозитов идентичны ИК спектрам исходного полимера 1-винил-1,2,4-триазола, что указывает на неизменность структуры полимера в процессе синтеза нанокomпозитов. По данным элементного анализа и атомно-абсорбционной спектроскопии содержание серебра в нанокomпозитах составляет 5-8%, золота – 4-6%.

Структура нанокomпозитов подтверждена результатами рентгенографического анализа и просвечивающей электронной микроскопии. Установлено, что полученные нанокomпозиты состоят из наночастиц серебра и золота сферической и эллиптической форм с размерами 3-20 нм и 1-10 нм, соответственно. Анализ диаграмм распределения частиц по размерам свидетельствует о том, что нанокomпозиты серебра состоят преимущественно из наночастиц размерами 5-15 нм (75%), а нанокomпозиты золота – из наночастиц размерами 5-10 нм (78%).

Согласно предварительным результатам синтезированные нами новые водорастворимые нанокomпозиты с наночастицами серебра и золота, стабилизированными поли-1-винил-1,2,4-триазолом, обладают антимикробной активностью.

ИССЛЕДОВАНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ И АМОРФНЫХ ФТОРЦИРКОНАТОВ МЕТОДОМ ЯМР ВМУ ^{19}F

Слободюк А.Б., Кавун В.Я., Диденко Н.А., Гончарук В.К.

*Институт химии ДВО РАН, Владивосток, 690022,
проспект Столетия Владивостока, 159, ampy@ich.dvo.ru*

По данным квантовохимических расчетов, ЯМР ^{19}F фторцирконатов потенциально достаточно характеристичен и может быть использован для получения новых данных о строении как кристаллических фторцирконатов, так и фторцирконатных стекол. Ширины линий ЯМР в исследуемых соединениях, в отсутствие ионной подвижности, лежат в области 50 – 100 кГц и определяются диполь-дипольными взаимодействиями и анизотропией экранирования. Полностью устранить такие взаимодействия при помощи вращения образца под магическим углом (ВМУ) не удастся. Тем не менее, анализ спектров, зарегистрированных при различных частотах вращения, позволяет определить изотропные сдвиги отдельных компонент. Проведены систематические исследования ЯМР ВМУ кристаллических фторидов циркония и фторидных стекол. Полученные данные сопоставлены с квантовохимическими расчетами химического сдвига (ХС) в модельных кластерах. По данным измерений, разница в изотропном химическом сдвиге «мостиковых» и «концевых» атомов фтора в бесконечных цепях, образованных циркониевыми многогранниками, невелика и составляет несколько десятков м.д. Это согласуется с данными квантовохимических расчетов, которые кроме того указывают на значительное различие в анизотропии экранирования ХС указанных структурных позиций.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ КАТАЛИЗАТОРОВ, ИСПОЛЬЗУЕМЫХ В ПРОЦЕССЕ ЭПОКСИДИРОВАНИЯ ПРОПИЛЕНА

Францева Н.В., Мартынова Ю.П., Верещагин В.И.

*Томский политехнический университет,
634050, г. Томск, пр. Ленина, 30,
e-mail: fnv1982@yandex.ru*

В настоящее время большое количество опубликованных исследовательских работ посвящено изучению процесса прямого окисления пропилена с использованием твердых катализаторов¹⁻³.

Целью данного исследования является синтез твердых неорганических катализаторов, исследование свойств и характеристик полученных систем, выявления влияния химического состава поверхности катализаторов, ее электрофизических свойств, дисперсности металла на способность обеспечивать избирательное окисление двойной связи пропилена с сохранением метильной группы.

Катализаторы для данного процесса получали нанесением активных компонентов, таких как железо, молибден, ванадий и серебро на твердый носитель с использованием органических восстановителей. Кроме того, для приготовления катализаторов использовались промотеры – металлы 1 и 2 группы.

Носителями являлись оксидные системы: оксиды титана и кремния и их смеси, оксид алюминия, оксид кальция, цеолит, титансиликат.

Образцы нанесенных катализаторов были исследованы с использованием следующих физико-химических методов – РФА, СТА, ИК-микроскопия, ЭПР, ISP. Свойства поверхности и пористость были исследованы с помощью методов ТПД, ТПО, БЭТ.

Дальнейшие исследования будут направлены на оптимизацию физико-химических и каталитических свойств поверхности катализатора.

Список литературы:

1. Lu J., Bravo-Suárez J.J., Haruta M., Oyama S.T. Applied Catalysis A: General. 2006. V.302. P.283-295.
2. Zhanghuai Suo, Mingshan Jin, Jiqing Lu, Zhaobin Wei, Can Li. // Journal of Natural Gas Chemistry. 2008. V 17. P. 184-190.
3. Jin G., Lu G., Guo Y., Wang J., Liu X. // Catalysis today. 2004. V.93-95. P.173-182.

ДВУХУРОВНЕВЫЙ ГЕНЕТИЧЕСКИЙ АЛГОРИТМ ДЛЯ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА ПОЛИКРИСТАЛЛОВ

Якимов Я.И., Семенкин Е.С., Якимов И.С.

Сибирский федеральный университет

Красноярск, 660025, пр. Красноярский рабочий 95, E-mail: I-S-Yakimov@yandex.ru

В последнее время повысился интерес к методам глобальной оптимизации, ориентированным на решение кристаллических структур порошковых материалов в реальном пространстве и основанным на «блуждающем поиске» и оптимизации некоторой целевой функции, включающей, в частности, профильный R -фактор. Одним из таких подходов явились эволюционные алгоритмы, имитирующие в поиске оптимального структурного решения процессы естественного отбора.

В докладе предложен эволюционный подход к решению задачи определения кристаллической структуры поликристаллического вещества на основе метода полнопрофильного анализа и двухуровневого генетического алгоритма (ГА). Первый уровень – это ГА, работающий с двоичным представлением округленных значений профильных и структурных параметров P_i . В качестве индивидов ГА используются строки P , являющиеся конкатенацией значений параметров P_i . Алгоритм, помимо стандартных генетических операторов скрещивания и мутации, использует оператор локального поиска. Задача 1-го уровня – найти удовлетворительные, в смысле величины R -фактора, начальные приближения параметров P_0 . В качестве индивидов второго уровня ГА используются битовые строки B , идентифицирующие группы уточняемых параметров P_i . B -индивиды скрещиваются и мутируются, в результате этого производится селекция порядка уточнения P_i , выполняемого затем с помощью нелинейного МНК. Задача ГА 2-го уровня – выработка стратегии уточнения начальных приближений параметров P_0 , определяющей последовательность локальных спусков на гиперповерхности R -фактора. При подходящих начальных приближениях P_0 уточняемые значения параметров P сходятся к истинным значениям. Предложенный алгоритм производит циклическое выполнение обоих уровней, при этом для снижения размерности задачи и улучшения сходимости предусмотрена система масок.

Полученные результаты обсуждаются на данных анализа одно- и многофазных тестовых поликристаллических образцов с хорошо известной и несложной кристаллической структурой фаз-компонентов.

МОДЕЛИРОВАНИЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ДИФРАКЦИОННЫХ КАРТИН ДЛЯ АНСАМБЛЯ НАНОРАЗМЕРНЫХ ХАОТИЧЕСКИ РАЗОРИЕНТИРОВАННЫХ ЧАСТИЦ

Яценко Д.А., Цыбуля С.В.

Новосибирский государственный университет,
630090, г. Новосибирск, ул. Пирогова 2, yatsenko@gorodok.net
Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090, г. Новосибирск, пр. Лаврентьева 5

Для моделирования дифракционных картин наноразмерных порошков стандартные подходы, использующие предположения об идеальной бесконечной структуре образцов, например, метод Ритвельда, не подходят, поскольку на таких масштабах могут проявляться различные особенности и эффекты диффузного рассеяния не только в окрестности брэгговских максимумов, но и в областях фона. Очевидно что, наиболее полная информация содержится во всем профиле рентгенограммы, поэтому нами были разработаны алгоритмы и на их основе программное обеспечение для моделирования рентгенограмм от наноразмерных объектов [1], в основе которых лежат первые принципы (*ab initio*). Программа рассчитывает значения интенсивности в каждой точке дифракционной картины (а не только под брэгговскими углами), не прибегая при этом к искусственному размытию брэгговских дифракционных максимумов с помощью аппроксимационных функций. Она позволяет проводить расчет дифрактограмм для различных моделей наночастиц с учетом формы и размеров, начиная с размеров одной элементарной ячейки кристалла.

Программа тестировалась на наноразмерных образцах оксида магния и титана и использовалась для исследований ряда ультрадисперсных порошковых материалов, в частности, образцов псевдобемита $\text{AlOOH} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ и высокодисперсных оксидов железа. В докладе на конкретных примерах обсуждаются возможности программного обеспечения для определения формы и размеров наночастиц, в том числе, для объектов, которые до последнего времени считались рентгеноаморфными.

Работа поддержана грантом РФФИ №08-03-00964 и проектом №17 Программы фундаментальных исследований Президиума РАН №27 (2009–11гг.).

1. Д.А. Яценко, С.В. Цыбуля. Метод моделирования дифракционных картин для наноразмерных кристаллических систем. Вестник НГУ. Серия: Физика. 2008. Том 3, выпуск 4, с. 47 - 51.

СИНТЕЗ И СВОЙСТВА СЛОИСТОЙ КЕРАМИКИ $\text{Bi}_{6-x}\text{Sr}_x\text{Ti}_{2-x}\text{Nb}_{2+x}\text{O}_{18}$ ($x=0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0$)

Зарубин И.А., Власенко В.Г., Шуваев А.Т.

*Научно-исследовательский институт физики
 Южного федерального университета, Ростов-на-Дону,
 E-mail: zarubin@e-mail.ru*

Проведен синтез путем твердофазной реакции ряда новых слоистых оксидов $\text{Bi}_{6-x}\text{Sr}_x\text{Ti}_{2-x}\text{Nb}_{2+x}\text{O}_{18}$ ($x=0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0$), в которых меняется соотношение между количеством атомов, входящими в положение *A* и *B* перовскитных слоев. Определение кристаллической структуры ФА $\text{Bi}_{6-x}\text{Sr}_x\text{Ti}_{2-x}\text{Nb}_{2+x}\text{O}_{18}$ проведено методом рентгеновской порошковой дифракции. Дифрактограммы всех соединений имеют кристаллическое строение, соответствующее фазе Ауривиллиуса с $m=2$, пр.гр. $A21am$ (36). Проведено исследование диэлектрических свойств полученных оксидов. В таблице представлены параметры элементарных ячеек, относительная диэлектрическая проницаемость $\varepsilon/\varepsilon_0$ на частоте 100 kHz, температура Кюри t_c и энергии активации E_a до и после температуры в точке Кюри.

Соединение	a, Å	b, Å	c, Å	$\varepsilon/\varepsilon_0$	t_c , °C	E_a , eV
$\text{Bi}_6\text{Ti}_2\text{Nb}_2\text{O}_{18}$	5.4398	5.3941	25.0995	2128	915	1.0/0.71
$\text{Bi}_{5.5}\text{Sr}_{0.5}\text{Ti}_{1.5}\text{Nb}_{2.5}\text{O}_{18}$	5.4480	5.4205	25.1013	1101	790	1.1/0.87
$\text{Bi}_5\text{SrTiNb}_3\text{O}_{18}$	5.4652	5.4469	25.1443	691	690	1.1/0.84
$\text{Bi}_{4.5}\text{Sr}_{1.5}\text{Ti}_{0.5}\text{Nb}_{3.5}\text{O}_{18}$	5.4819	5.4760	25.1123	658	550	0.87/1.0
$\text{Bi}_4\text{Sr}_2\text{Nb}_4\text{O}_{18}$	5.5181	5.5063	25.0852	589	459	0.69/0.87

Как видно из таблицы, существуют большие отличия в количественных характеристиках диэлектрических свойств керамических образцов, обусловленные природой атомов, входящих как в *A*, так и в *B* центры в перовскитных слоях слоистых оксидов.

СИНТЕЗ И СВОЙСТВА СЛОИСТОЙ СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ КЕРАМИКИ $\text{Bi}_7\text{Ti}_{4+x}\text{W}_x\text{Nb}_{1-2x}\text{O}_{21}$ ($x= 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5$)

Зарубин И.А., Власенко В.Г., Шуваев А.Т.

*Научно-исследовательский институт физики
Южного федерального университета, Ростов-на-Дону,
E-mail: vlasenko@ip.rsu.ru*

Синтезирована методом твердофазной реакции серия слоистых оксидов висмута с общей формулой $\text{Bi}_7\text{Ti}_{4+x}\text{W}_x\text{Nb}_{1-2x}\text{O}_{21}$ ($x= 0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5$). Определение кристаллической структуры ФА $\text{Bi}_7\text{Ti}_{4+x}\text{W}_x\text{Nb}_{1-2x}\text{O}_{21}$ проведено методом рентгеновской порошковой дифракции. Дифрактограммы всех соединений соответствуют структуре фаз Ауривиллиуса с $m=2,5$. Определено, что все полученные ФА кристаллизуются в орторомбической сингонии с пространственной группой элементарной ячейки $I2cm$ (46). Проведены исследования диэлектрических характеристик полученных соединений. Зависимости относительной диэлектрической проницаемости ϵ/ϵ_0 от температуры для всех соединений имеют два максимума, высокотемпературный максимум соответствует фазовому переходу параэлектрик-сегнетоэлектрик (точка Кюри). В таблице представлены параметры элементарных ячеек, относительная диэлектрическая проницаемость ϵ/ϵ_0 на частоте 100 kHz, температура Кюри t_c и энергии активации E_a до и после температуры в точке Кюри.

Соединение	a, Å	b, Å	c, Å	ϵ/ϵ_0 (100 kHz)	$t_1, t_c, ^\circ\text{C}$	$E_a, \text{эВ}$
$\text{Bi}_7\text{Ti}_4\text{NbO}_{21}$	5,4114	5,4449	58,0131	765/1792	664/849	1,74/0,75
$\text{Bi}_7\text{Ti}_{4.1}\text{W}_{0.1}\text{Nb}_{0.8}\text{O}_{21}$	5,3995	5,4338	57,906	652/1575	677/826	1,49/0,76
$\text{Bi}_7\text{Ti}_{4.2}\text{W}_{0.2}\text{Nb}_{0.6}\text{O}_{21}$	5,3977	5,4321	57,8444	1085/1682	625/786	1,24/0,67
$\text{Bi}_7\text{Ti}_{4.3}\text{W}_{0.3}\text{Nb}_{0.4}\text{O}_{21}$	5,3921	5,4204	57,7603	921/1294	648/760	1,58/0,58
$\text{Bi}_7\text{Ti}_{4.4}\text{W}_{0.4}\text{Nb}_{0.2}\text{O}_{21}$	5,4013	5,4040	57,6529	909/1586	653/742	1,53/0,56
$\text{Bi}_7\text{Ti}_{4.5}\text{W}_{0.5}\text{O}_{21}$	5,4106	5,3877	57,5455	1579/1362	646/712	1.26/0,46

Проведенные исследования показывают, что варьируя содержание добавок к базовым составам можно в широких пределах менять электрические и диэлектрические свойства синтезируемых веществ.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ НАНОДИСПЕРСНЫХ ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ (α -Fe₂O₃, Cu₂O) И РАЗРАБОТКА НАУЧНЫХ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕШЕНИЙ ПО ИХ СИНТЕЗУ

Алиева Н.А., Исаев А.Б., Алиев З.М.

*Дагестанский государственный университет,
г. Махачкала, ул. М. Гаджиева, 43 а. E-mail: abdul-77@yandex.ru*

Нanomатериалы находят широкое применение в производстве эффективных сорбентов, селективных катализаторов, сенсорных датчиков и керамических изделий с высокими эксплуатационными характеристиками. Соответственно уникальные свойства нанодисперсных систем вызывают огромный интерес исследователей к изучению их структур и разработке технологии их получения.

В данной работе рассматриваются вопросы синтеза оксидов железа (III), меди (I) и исследования их структуры. Рентгенофазовым анализом установлен фазовый состав, а адсорбционными и электронно-микроскопическими методами исследована пористая структура всех синтезированных материалов. Результаты анализов показали, что оксиды металлов обладают высокой дисперсностью и развитой поверхностью. Оценка средних условных диаметров первичных частиц по микрофотографиям, полученная с помощью электронного микроскопа, дает значение 5–6 нм для сухих продуктов электролиза соединений меди и железа. Следует заметить, что частицы продуктов электролиза обладают специфической формой. Оксид железа получали из электрохимически синтезированного гидроксида железа (III) при последующем его прокаливании при различных температурах.

В результате проведенных исследований по электрохимическому окислению металлов разработана технология получения нанодисперсных α -Fe₂O₃ и Cu₂O. Синтезированные по предлагаемой технологии нанодисперсные оксиды металлов использовались в качестве фотокатализаторов при окислении органических красителей.

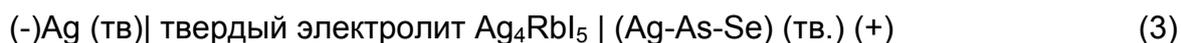
ИЗУЧЕНИЕ ОБЛАСТЕЙ СТЕКЛООБРАЗОВАНИЯ И ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СТЕКОЛ В СИСТЕМАХ Ag(Tl)-As-Se МЕТОДОМ ЭДС

Бабанлы М.Б., Ильяслы Т.М., Алиев З.С., Велиева Г.М., Мурадова Г.В.

*Бакинский Государственный Университет
Баку, AZ 1148, ул. З. Халилова, 23, БГУ, [Babanly mb@rambler.ru](mailto:Babanly_mb@rambler.ru)*

Бинарные и многокомпонентные стекла на основе халькогенидов мышьяка являются перспективными функциональными материалами, обладающими интересными полупроводниковыми и фотоэлектрическими и др. свойствами.

Настоящая работа посвящена исследованию систем As-Se, Tl-As-Se и Ag-As-Se в стеклообразном состоянии методом ЭДС. Нами составлены концентрационные цепи



и измерены их ЭДС в интервале температур 300-380 К.

В цепях типов (1)-(3) правыми электродами служили стеклообразные сплавы соответствующей системы, приготовленные сплавлением соответствующих элементарных компонентов в вакуумированных ($\sim 10^{-2}$ Па) кварцевых ампулах с последующим охлаждением на воздухе. В качестве электролита использовали глицериновый раствор KCl с добавлением $AsCl_3$ (1), $TlCl$ (2) и твердый суперионный проводник Ag_4RbI_5 , обладающий чистой ионной проводимостью по катионам Ag^+ (3).

По данным измерений ЭДС рассчитаны парциальные термодинамические функции мышьяка, таллия и серебра в стеклообразных сплавах вышеуказанных систем. Анализ полученных картин концентрационных зависимостей ЭДС и парциальных молярных функций показал их воспроизводимость и соответствие с имеющимися в литературе данными по областям стеклообразования указанных систем.

На основании парциальных молярных величин стеклофаз системы As-Se интегрированием уравнения Гиббса-Дюгема вычислены их термодинамические функции смешения. Термодинамические функции смешения стекол систем Ag(Tl)-As-Se вычислены интегрированием уравнения Эллиота-Чипмена с использованием соответствующих данных для стекол As-Se.

ИЗУЧЕНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА, СТРУКТУРЫ И МОРФОЛОГИИ ПОРОШКОВ ФЕРРИТОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ СВС

Бусурин С.М., Бусурин М.Л.

*Учреждение Российской академии наук Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН, Черноголовка, ул. Институтская, д.8,
busurin@ism.ac.ru*

Использование современных методов анализа состава и структуры вещества при самораспространяющемся высокотемпературном (СВС) синтезе оксидных материалов позволяет на новом уровне решать материаловедческие проблемы, связанные с синтезом функциональных оксидных материалов. Для модификации свойств магнитных материалов – ферритов возможно использование внешнего электрического поля в процессе СВС. В тоже время при синтезе наблюдаются изменения, вызванные электрическим полем, в фазовом составе и структуре, как получаемого конечного продукта, так и промежуточных фаз. Например, при синтезе гексаферрита бария $BaFe_{12}O_{19}$ были обнаружены промежуточные фазы: $BaFeO_3$ и Fe_2O_3 , для феррита марганца: Mn_3O_4 , $(Mn-Fe)_3O_4$, Fe_3O_4 . Поскольку рабочие системы СВС, составленные для получения целевого продукта, содержат довольно большое число компонентов (оксиды, окислитель, порошок металла), то для определения характера фазообразования в этих системах рассматривались модельные двухкомпонентные системы BaO_2+2Fe (для $BaFe_{12}O_{19}$) и MnO_2+2Fe (для $MnFe_2O_4$). Для изучения фазовых превращений был выполнен послойный анализ образцов, закаленных в процессе синтеза. Рентгено-фазовый анализ (РФА) проводился на дифрактометре ДРОН-3М (CoK_{α} - или CuK_{α} -излучение). Результаты РФА обрабатывались с помощью компьютерной программы Crystallographica Search-Match (v.3.0.0.0) с использованием базы данных Power Diffraction File (PCPDFWIN v.2.02). Анализ методом Ритвельда выполнялся с помощью программы Powder Cell v.2.4 и базы данных ICSD. Микроструктурные исследования и элементный анализ выполнялись на сканирующем электронном микроскопе LEO 1450 фирмы CARL ZEISS с приставкой для энергодисперсионного анализа INCA ENERGY 300. В результате определен механизм формирования продукта синтеза, установлены стадии процесса для изучаемых систем. Определены количество и порядок смены фаз в процессе СВС. Отмечены изменения в форме и размерах частиц при синтезе ферритов в электрическом поле.

**КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА МЕТАСТАБИЛЬНОЙ
КУБИЧЕСКОЙ ФАЗЫ МОНОКРИСТАЛЛА $\text{La}_2\text{Mo}_2\text{O}_9$ ПРИ $T=33\text{K}$**

**Верин И.А., Алексеева О.А., Сорокина Н.И.,
Красильникова А.Е.*, Воронкова В.И.***

*Учреждение Российской академии наук
Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН,
Москва, Ленинский пр., 59, E-mail: nsor@ns.crys.ras.ru*

**Физический факультет МГУ им. М.В. Ломоносова, Москва*

Кристаллы нового семейства LAMOX, полученные на основе соединения $\text{La}_2\text{Mo}_2\text{O}_9$ (LM) с помощью различных замещений, перспективны с точки зрения практического использования в водородной энергетике в качестве кислородно-обменных мембран. Установлено, что в зависимости от скорости охлаждения образцов LM после процесса их приготовления и от содержания в них примеси, они могут существовать при комнатной температуре как в виде стабильной моноклинной α -фазы ($P2_1$), так и в виде кубической метастабильной β_{MC} -фазы ($P2_13$) или смеси этих фаз. Впервые на монокристаллах кубической метастабильной β_{MC} -фазы авторами данной работы были проведены прецизионные рентгеноструктурные исследования при комнатной температуре и при $T=33\text{K}$. Измерения при $T=33\text{K}$ проведены на четырехкружном рентгеновском дифрактометре HUBER-5042 с криостатом DISPLEX DE-202 (APD Cryogenics inc). Параметры элементарной ячейки монокристалла кубической метастабильной β_{MC} -фазы $\text{La}_2\text{Mo}_2\text{O}_9$ определены при $T=233\text{K}$, 223K , 213K , 203K , 193K , 173K , 153K , 123K , 93K , 63K и 33K методом наименьших квадратов по 40 дифракционным рефлексам в интервале $39^\circ < \theta < 45^\circ$. Следует отметить, что в интервале температур от комнатной до 33K фазового перехода в исследованном кристалле обнаружено не было. Массив интегральных интенсивностей был получен методом $\omega/2\theta$ пошагового сканирования, всего зарегистрировано 3150 профилей рефлексов. В результате детального уточнения модели структуры по программе JANA2000 выявлено локальное понижение симметрии для атомов La, Mo и O(1), которые смещаются со своих положений на оси 3-го порядка, образуя вокруг нее три позиции с заселенностью 0.333(2). Следует отметить, что величины тепловых параметров для атомов O(2) и O(3) с понижением температуры не изменились. Это свидетельствует о том, что атомы кислорода в данном кристалле находятся в статическом беспорядке. Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных исследований ОФМ РАН и при поддержке Российского Фонда Фундаментальных Исследований (проект 07-02-00180).

РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИАГНОСТИКА ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ СТРУКТУР

Имамов Р.М., Субботин И.А.

*Институт кристаллографии имени А.В. Шубникова РАН,
Москва, 119333, Ленинский проспект, 59,
E-mail: imamov@ns.crys.ras.ru*

Полупроводниковые гетероструктуры в настоящее время активно используются для создания приборов микро- и нанoeлектроники, обладающих новыми свойствами и рекордными электрофизическими характеристиками. На функциональные характеристики гетероструктуры оказывают сильное влияние структурные свойства составляющих ее слоев. Поэтому получение достоверной информации о структурных параметрах низкоразмерных слоев гетероструктуры и об их химическом составе находится в центре внимания современной физики и химии полупроводников и имеет важное значение для оптимизации технологии выращивания гетероструктур для изготовления различных приборов. Для этой цели весьма перспективными оказались рентгеновские методы благодаря их относительной доступности и неразрушающему способу контроля.

В данной работе представлены результаты исследования структурных параметров различных образцов многослойной гетеросистемы $\text{In}_y\text{Ga}_{1-y}\text{As}/\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{As}/\text{InP}$ методом высокоразрешающей двухкристальной рентгеновской дифрактометрии (ДРД). Образцы для исследования выращивались методом молекулярно-лучевой эпитаксии в Институте сверхвысокочастотной полупроводниковой электроники РАН и различались параметрами роста. Показано, что метод ДРД позволяет: контролировать влияние технологических параметров роста на степень кристаллического совершенства гетероструктуры; определять профили деформации, аморфизации и распределение состава с наноразмерным разрешением по глубине гетероструктуры; надежно фиксировать наличие в структуре δ -слоя (Si) толщиной ~ 1 нм; анализировать характер размытия границ с обеих сторон квантовых ям; оценивать анизотропию хаотических смещений атомов в плоскости слоев и перпендикулярно им.

Использование вместо стандартной рентгеновской трубки более мощных источников рентгеновского излучения (генератора с вращающимся анодом или синхротронного излучения) позволит значительно увеличить объем информации, извлекаемой из кривой дифракционного отражения КДО.

Работа выполнена при финансовой поддержке программы Президиума РАН (№ 27) и ведущей научной школы НШ 1955. 2008.2.

ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ И КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА КАРБОНАТГИДРОКСИАПАТИТА

Ковалёва Е.С., Шабанов М.П., Филиппов Я.Ю., Путляев В.И.

МГУ им. М.В. Ломоносова, Химический факультет, кафедра неорганической химии, Москва, 119991, Ленинские горы, д.1 корп.3, root@inorg.chem.msu.ru

Гидроксилапатит кальция (ГАП) и его модифицированные аналоги являются минеральной частью биоматериалов, предназначенных для замены костной ткани. Серьезной проблемой, сопровождающей производство подобных материалов, является химический анализ, который позволяет достоверно судить о составе минеральной фазы.

Объектом анализа данной работы является Na-содержащий карбонатапатит (КГАП).

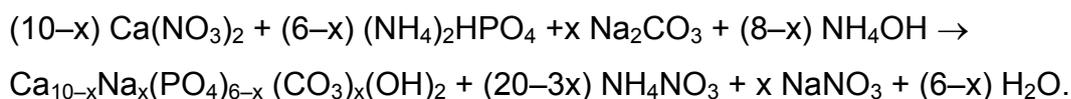
Цель работы: синтез и исследование Ca-Na-карбонатапатита заданного состава.

Задачи работы: количественное определение содержащихся в КГАП кальция, фосфора, и карбонат-иона; определение брутто-формулы вещества, нахождение корреляций между составом, структурой, свойствами. Уточнение параметров кристаллической структуры.

Методы исследования: РФА, ИК-спектроскопия, РСМА, ионометрия растворов (рН, рСа), АЭС с индуктивно-связанной плазмой (ИСП), ААС, гравиметрия, волюмометрия и др.

Кристаллическая структура ГАП принадлежит к пространственной группе $R\bar{6}_3/m$ гексагональной сингонии ($a = b = 9.432 \text{ \AA}$ и $c = 6.881 \text{ \AA}$). Структура ГАП нестехиометрична, и в ней возможны замещения во все катионные и анионные позиции. Известно, что замещения в данных позициях приводят к появлению напряжений в кристаллической структуре и уменьшению кристаллитов и, как следствие, к улучшению биорезорбируемости.

Синтез карбонатгидроксиапатита производился по стандартной жидкофазной методике согласно уравнению:



Было проведено количественное определение кальция, натрия, карбонат-ионов, фосфора различными методами, уточнены параметры элементарной ячейки.

ВЛИЯНИЕ ПРИРОДЫ УГЛЕРОДНЫХ ПОДЛОЖЕК НА СТРУКТУРУ НАНЕСЕННЫХ НАНОЧАСТИЦ ПАЛЛАДИЯ

Кузнецов Б.Н., Чесноков Н.В., Микова Н.М., Шендрик Т.Г.*,
Дроздов В.А.**, Зайковский В.И.***

*Институт химии и химической технологии СО РАН,
Красноярск, ул. К. Маркса, 42, inm@icct.ru*

**Институт физико-органической химии и углехимии НАНУ, Донецк*

***Институт проблем переработки углеводородов СО РАН, Омск*

****Институт катализа им.Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск*

Изучено влияние природы нанопористых углеродных материалов (УМ), приготовленных термообработкой интеркалированного природного графита, химически модифицированного антрацита, целлюлозных волокон и микрокристаллической целлюлозы, на структурные характеристики нанесенных наночастиц палладия.

Данные о структурных характеристиках УМ получены методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и на основании анализа изотерм адсорбции N₂ (77 К) и СО₂ (273 К). Информация о размере частиц нанесенного палладия и их распределении получена методом ПЭМ высокого разрешения.

Установлено, что УМ из графита являются преимущественно микропористыми. В зависимости от условий интеркалирования и термообработки средняя ширина щелевидных пор для них варьируется от 0,77 до 0,92 нм, поверхность по БЭТ от 12 до 33 м²/г. УМ из химически модифицированных антрацитов, также имеют развитую микропористую структуру. Величина поверхности БЭТ для них варьируется от 280 до 1150 м²/г, средняя ширина пор от 1,5 до 1,9 нм. Для углеродных подложек из МКЦ и целлюлозного волокна характерна мезопористая структура представленная порами с размерами от 4,5 до 10,0 нм, а удельная поверхность по БЭТ достигает 1000 м²/г.

Показано, что в зависимости от природы и текстуры углеродной подложки происходит формирование, в качестве преобладающих, одной из следующих форм наночастиц палладия: округлая, плоская, игольчатая и дендритная. Наиболее равномерное распределение нанесенного металлического палладия в виде наноразмерных частиц наблюдается для УМ, приготовленных из химически модифицированных антрацитов (средний размер около 2 нм) и целлюлозных волокон (4-5 нм).

ИССЛЕДОВАНИЕ ФУНКЦИОНАЛИЗИРОВАННЫХ ПОЛИСИЛОКСАНОВ МЕТОДОМ ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОСКОПИИ

Лакиза Н.В., Неудачина Л.К., Редькина Т.А.

Уральский государственный университет, Екатеринбург
620083, Екатеринбург, пр. Ленина, 51, Natalya_Lakiza@mail.ru

Поверхностно-модифицированные функциональные материалы, в особенности на основе соединений кремния, находят все более широкое применение в самых различных областях современной науки, техники и технологии благодаря наличию у них комплекса уникальных свойств.

Функционализированные полисилоксаны являются разновидностью кремнийсодержащих сорбентов, обладающих химической стойкостью, механической прочностью, термостабильностью и высокой скоростью массообмена.

Объектом исследования настоящей работы являются гибридные сорбенты на основе смешанных соединений кремния с функциональными группами β-аланина: дикарбоксиэтилированные аминопропилполисилоксан (КАППС) и аминопропилполититаносилоксан (КАППТС). К настоящему моменту подробно изучены сорбционные свойства перечисленных выше гибридных сорбентов по отношению к ионам 3d-переходных металлов.

Одним из весьма перспективных методов, позволяющих установить природу сорбции компонентов раствора сорбентом, является инфракрасная спектроскопия. С целью изучения природы взаимодействия ионов 3d-переходных металлов с функциональными полисилоксанами были сняты ИК-спектры исходных и закомплексованных полисилоксанов на ИК-Фурье спектрометре Nicolet 6700 в интервале $\nu=4500\div350$ см⁻¹, приставка НПВО. Профили спектров карбоксиэтилированных полисилоксанов, не содержащих и содержащих сорбированные ионы металлов, совпадают. Однако интенсивность полос полисилоксанов, содержащих ионы Cu (II), Ni (II), Co (II) и Zn (II) значительно меньше по сравнению с исходными полисилоксанами. Например, интенсивность полосы валентных колебаний карбоксил-иона (1580 см⁻¹) уменьшается в ряду КАППС>КАППС–Co>КАППС–Cu>КАППС–Ni> КАППС–Zn; КАППТС>КАППТС–Ni>КАППТС–Co>КАППТС–Zn>КАППТС–Cu, что свидетельствует об участии карбоксильной группы в координации ионов переходных металлов.

ДИАГНОСТИКА СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТИ, ПОЛУЧЕННОЙ ПРИ ЭЛЕКТРОИСКРОВОЙ РЕЗКЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ ВИСМУТА

Марков О.И., Хрипунов Ю.В.

*Орловский государственный университет, г. Орел, ул. Комсомольская, 95,
O.I.Markov@mail.ru*

Полуметалл висмут обладает рядом уникальных свойств, что делает его модельным материалом при экспериментальном исследовании фундаментальных проблем физики твердого тела. Монокристаллы висмута выращивались методом горизонтальной зонной плавки. Монокристаллический висмут обладает ярко выраженной анизотропией механических и физических свойств. Монокристаллы висмута легко скалываются по плоскости (111), но в перпендикулярных плоскостях образцы принято вырезать каким-либо методом. Для предотвращения дефектообразования в монокристаллах образцы из слитков вырезали электроискровым методом. Современные приборы диагностики качества поверхности позволяют провести оценку поверхностей, обработанных электроэрозионным методом. Обработанная таким образом поверхность имеет мало общего с поверхностями, изготовленными традиционными способами (токарная, фрезерная обработка), так как состоит из скопления кратеров. Размер кратеров зависит от различных параметров электроэрозионного станка: силы тока, частоты пульсаций, материала проволоки, скорости подачи, скорости подачи воды для смыва окалины. Состояние поверхности монокристалла висмута после электроэрозионной обработки пока никем не исследовалось. С помощью атомно-силовой микроскопии получено изображение среза монокристалла висмута (см. рис.). Перепад высот составляет ~199 нм. Сечение показывает развитый рельеф высот поверхности.

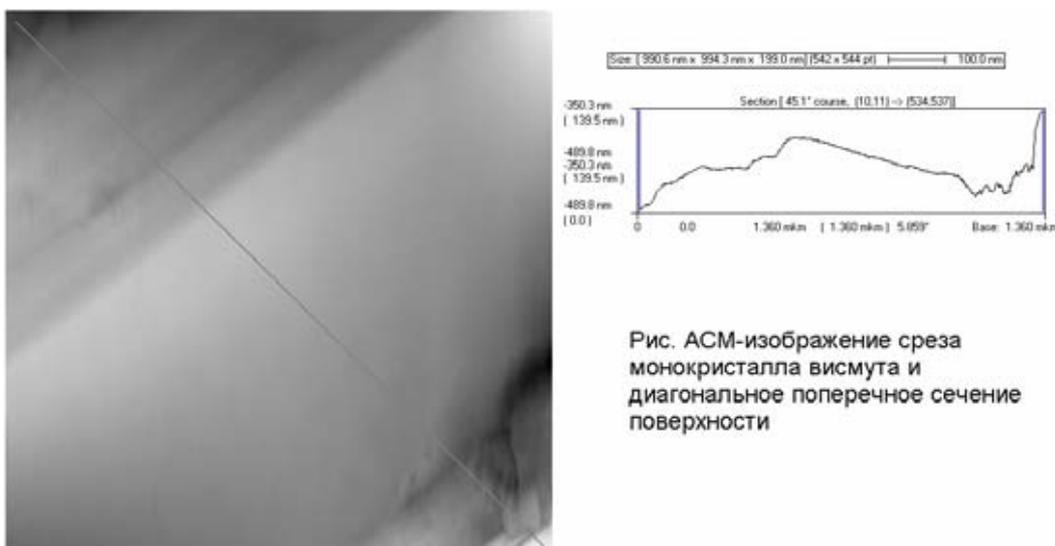


Рис. АСМ-изображение среза монокристалла висмута и диагональное поперечное сечение поверхности

УТОЧНЕНИЕ СТРУКТУРНЫХ ПАРАМЕТРОВ СЕРЕБРА, ВЫДЕЛЕННОГО ИЗ Ag-ЖЕЛАТИН-ИММОБИЛИЗОВАННОЙ МАТРИЦЫ

Наумкина Н.И., Михайлов О.В.*

*Центральный научно-исследовательский институт геологии нерудных
полезных ископаемых, г. Казань, 420097, ул. Зинина, 4, naumkina-n@rambler.ru*

**Казанский государственный технологический университет, г. Казань*

Для улучшения качества современных регистрирующих материалов на основе галогенидов серебра применяется специфическая химическая обработка первоначально сформированного на нем серебряного изображения посредством т.н. «переосаждения» серебра, в ходе которого повышается его кроющая способность и, как следствие, существенно возрастают оптические плотности получаемых изображений.

Образцы рентгеновской пленки РТ-1 производства ОАО «Тасма-Холдинг» (Казань) экспонировали рентгеновским излучением согласно ОСТ 6-17-54-80 и обрабатывали [Михайлов О.В., 2003]. При этом цвет полимерного слоя последних менялся от серого (исходный) до темно-коричневого (в зависимости от галогенида). Рентгенофазовый анализ вещества, выделенного из желатиновой матрицы после химической обработки, показал наличие двух фаз – элементного серебра и галогенида серебра. Однако химический анализ определил Ag и не более 0,5 масс.% примесей, что позволило предположить наличие разных структурных модификаций серебра.

В результате Ритвельд-моделирования теоретического дифракционного спектра с использованием freeware программы PowderCell была показана возможность аддитивного описания экспериментального профиля, уточнены структурные характеристики разных модификаций серебра. В качестве исходных данных были использованы структурные параметры Ag (PDF-карточка 04-0783, $a_0 = 0,40862$ нм, $Fm3m$) и AgBr (PDF-карточка 06-0438, $a_0 = 0,57745$ нм, $Fm3m$), но позиции Br в котором заселены Ag. Рентгенодифракционный анализ осуществляли методом порошка на медном монохроматизированном излучении в угловом интервале от 3 до $86^\circ 2\theta$ с использованием аппаратно-вычислительного комплекса на базе дифрактометра D8 Advance (Bruker Axs, Германия) и пакета программ DIFRAC^{plus}.

1. Михайлов О.В., Гусева М.В., Крикуненко Р.И. // Журн. научной и прикладной фотографии и кинематографии, 2003. Т. 48. № 4. С. 52-60.

ПРЕЦИЗИОННЫЕ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ KTiOAsO_4

Новикова Н.Е., Верин И.А., Сорокина Н.И.

*Учреждение Российской академии наук
Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова РАН,
Москва, Ленинский пр., 59, natnov@ns.crys.ras.ru*

Монокристаллы KTiOAsO_4 (КТА) относятся к семейству кристаллов со структурой KTiOPO_4 (КТР) и представляют особый интерес, так как именно в них наблюдается наибольшая величина интенсивности сигнала генерации второй гармоники (ГВГ) по сравнению с другими членами этого семейства. Оптическую восприимчивость кристаллов семейства КТР до недавнего времени связывали только с наличием в структуре КТР цепочек из TiO_6 -октаэдров с чередующимися длинными и короткими связями Ti-O. Однако в 2001 году появились работы, в которых оптическую восприимчивость кристаллов КТР связывают также со строением тетраэдров и размещением щелочных катионов в каналах структуры. Целью данной работы было изучить структурную обусловленность нелинейно-оптических свойств монокристаллов КТА. Прецизионные рентгеноструктурные исследования монокристаллов КТА проводились при комнатной температуре на четырехкружном автоматическом дифрактометре CAD-4F фирмы Enraf Nonius (MoK_α -излучение, графитовый монохроматор). Трехмерный массив структурных амплитуд получен в $\frac{1}{2}$ сферы обратного пространства при максимальной величине $\sin\theta/\lambda = 1.22$ ($\omega/2\theta$ -сканирование). Обработка экспериментальных данных и все кристаллографические расчеты осуществлялись по комплексу программ JANA. Значения $R=0.0126$ и $R_w=0.0134$. В ходе исследования установлено, что замена P на As не приводит к существенным изменениям длин связей в TiO_6 -октаэдрах, увеличиваются расстояния в AsO_4 -тетраэдрах по сравнению с расстояниями в PO_4 -тетраэдрах. Выявлены изменения в распределении электронной плотности в окрестностях AsO_4 -тетраэдров по сравнению с окрестностями PO_4 -тетраэдров. Существенно изменяется степень отклонения от среднего значения разности межатомных расстояний Ti-O и P(As)-O в цепочках P(As)₂-O-Ti₁-O-P(As)₁ и Ti₁-O-P(As)₂-O-Ti₂. Такая неравномерность распределения электронной плотности подтверждается и анализом углов P-O-Ti (уменьшение) и углов Ti-O-Ti и O-Ti-O (увеличение). Таким образом, экспериментально доказано, что геометрия тетраэдрических анионов вносит свой вклад в нелинейность данного семейства кристаллов. Работа выполнена при частичной финансовой поддержке ведущих научных школ (грант № НШ-2192.2008.5) и РФФИ (грант № 09-02-00577-а).

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ И РЕНТГЕНОВСКОЙ ПОРОШКОВОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ В АНАЛИЗЕ ГЛИНИСТЫХ МИНЕРАЛОВ КАЗАХСТАНА

Сакипова З.Б.*, Тулегенова А.У.**, Кабденова А.Т.**, Еспенбетов А.А.***

**Казахский Национальный медицинский университет им. С.Д. Асфендиярова, г. Алматы, мкр. Самал-3, д. 25, кв. 41, sakipova@archipelag.kz*

***РГП «НЦЭЛС» МЗ РК, г. Алматы*

****Институт химических наук им. А.Б. Бектурова МОН РК, г. Алматы*

Изучение глинистых минералов для пригодности их применения в медицине и фармации проводились по широкой программе, включающей: определение химического и минерального составов, дисперсности, удельной поверхности, обменной емкости, набухаемости, сорбционных свойств, связующей способности и т.д.

Нами проведены исследования глинистых минералов некоторых месторождений методами ИК-спектроскопии и рентгеновской порошковой дифрактометрии (МРПД).

На основании критериев сходимости в соответствии с аналитической программой «OMNIC» Корпорации «Thermo Electron Corporation» (лицензионная программа) проведена сравнительная характеристика образцов исследуемых глинистых минералов между собой и препаратом «Смекта», а также стандартным образцом диоктаэдрического смектита, основным минералом которого является монтмориллонит. В соответствии с критериями сходимости определены группы сходных между собой по ИК - спектрам исследованных образцов.

Методом МРПД определен компонентный состав исследуемых образцов минералов, разделенных по группам сходимости. Выяснено, что исследованные образцы различаются в составах по содержанию смектитов, каолинитов и их совместному содержанию, что позволяет заключить, что ИК-спектроскопическое исследование позволяет проводить сравнительный анализ сходных по природе соединений. На основании полученных результатов проведена классификация исследуемых глинистых минералов, определена принадлежность их к определенному типу. Комплекс вышеуказанных исследований позволил разработать стандарты качества глинистых минералов бентонитовой природы с целью применения последних в медицине и фармации: СТ ИП 600211002219-01-200 **«Глины бентонитовые для косметической, фармацевтической и пищевой промышленности»** и частная фармакопейная статья «Бентонит» для Государственной Фармакопеи Республики Казахстан.

РЕНТГЕНОФАЗОВЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ СОФ НА ТВЕРДОФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ

Усманов Х.Л., Кадырова З.Р.

*Институт общей и неорганической химии АН РУз, 100170, г.Ташкент,
ул. М. Улугбека, 77а, E-mail: igic@uzci.net.*

Известно, что в зависимости от химического состава цементных сырьевых компонентов меняется не только скорость реакций, но и механизм образования минеральных фаз. По этому представлял большой интерес изучить влияния кремнеземсодержащих флотационных отходов свинцовообогатительной фабрики (СОФ) Алмалыкского ГМК на кинетику и механизм твердофазовых превращений.

Исследования проводились на сырьевых смесях с изменением соотношения компонентов флотоотход СОФ и карбонат кальция в пределах 80:20 до 20:80. При этом установлено, что в интервале температур 650–700 °С начинается активное разложение минералов, сырьевой смеси, что выявляется РФА и подтверждается ДТА и петрографически. Первые изменения в структуре слюд и полевых шпатов $d=0,334$; 0,256 нм и $d=0,320$; 0,252; 0,212 нм наблюдается при выделении химически связанной воды, так при 700 °С происходит оплавление зерен и их минералов. При этом происходит разложение карбонатов, в результате чего наблюдается бурые мутные агрегаты, состоящие из микро дисперсных зерен CaO и метастабильного сперрита 2 (2CaO SiO_2) CaCO_3 с дифракционными линиями $d=0,304$; 0,267; 0,263 нм.

В сырьевых смесях с содержанием CaCO_3 до 40% образование свободного CaO минимально и не регистрируется вовсе, что связано с повышенной кислотностью смесей и образованием при температуре кристаллизации $\text{CaO}_{\text{своб.}}$ скрыто кристаллических соединений типа сперрита и $\beta\text{-CaO SiO}_2$. Также отмечено различие процессов минералообразования в смесях как по количеству добавляемой кремнеземсодержащего флотоотхода, так и по его характеру. Твердофазовые реакции в смесях с количеством СОФ не превышающем 40% массы идентичны процессом клинкерообразования в цементных сырьевых смесях и характеризуется появлением $\beta\text{-CaO SiO}_2$ при температуре 600 °С, а начало образования CaO SiO_2 в этих смесях регистрируется при температурах 1150–1250 °С. Таким образом, установлено, что сырьевая смесь, содержащая флотоотход СОФ, обладает высокой реакционной способностью, не уступая по своим характеристикам влиянию на образование цементного клинкера – глин и лессов.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ КОМПОЗИЦИОННОГО АЛМАЗОСОДЕРЖАЩЕГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ СВМПЭ

Шиц Е.Ю., Семенова Е.С., Корякина В.В.

*Институт проблем нефти и газа СО РАН,
г. Якутск, ул. Октябрьская, 1, kvladilina@yandex.ru*

Известно, что структурное совершенство полимерного композита формируется при сочетании оптимальных факторов структурообразования, а структурные особенности алмазосодержащего композита во многом определяют физико-механические и эксплуатационные свойства материала. В данной работе представлены результаты исследования структурной организации композитов абразивного назначения на основе сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ), содержащие в качестве наполнителя 20, 30, 40 мас. % порошков природных алмазов (ППА) спеченных под давлением.

ИК-спектроскопические исследования КАМ проводили на приборе Paragon 1000 фирмы Perkin Elmer в области волновых чисел $4000\text{--}500\text{ см}^{-1}$ с числом сканов 16 и разрешением 4 см^{-1} . Морфологию алмазосодержащего композита исследовали на растровом электронном микроскопе XL-50 фирмы Phillips в режиме вторичных электронов.

Проведенными исследованиями установлено, что основными факторами упорядочения макромолекул СВМПЭ в алмазосодержащем композите являются дисперсность и концентрация используемого алмазного наполнителя. Показано, что химические свойства индивидуальных компонентов в композиционном алмазосодержащем материале на основе СВМПЭ и порошков природных алмазов сохраняются и, следовательно, удержание алмазного материала в данном композите будет обеспечиваться преимущественно механическим охватом абразивного зерна полимерным связующим. Установлено, что высокие показатели физико-механических и эксплуатационных характеристик композиционных алмазосодержащих материалов на основе СВМПЭ и ППА обеспечиваются ростом структурного совершенства полимерного композита как за счет увеличения степени кристалличности и уменьшения надмолекулярных образований полимерного связующего, так и равномерной локализацией алмазных зерен в полимере.

IN SITU EMR/GC/TGA ИССЛЕДОВАНИЯ АКТИВНЫХ ЦЕНТРОВ В СИСТЕМЕ Ni / КИЗЕЛЬГУР В РЕАКЦИИ ПРЕВРАЩЕНИЯ ИЗОПРОПИЛОВОГО СПИРТА В АЦЕТОН

Аббасов Я.А., Гусейнова Э.А.*, Мартынова Г.С., Аджамов К.Ю.*, Исмаилов Э.Г.

Институт нефтехимических процессов НАН Азербайджана, г. Баку

**Азербайджанская государственная нефтяная академия, г. Баку*

E-mail: elvira_huseynova@mail.ru

В докладе приводятся результаты исследования активных центров и механизма реакции дегидрирования изопропилового спирта в ацетон на твердых контактах никель/кизельгур в интервале 150-350 °С применением сочетания методов электронного магнитного резонанса (ЭМР) в режиме in situ, хроматографии газофазных продуктов реакции и термогравиметрического анализа (ТГА). *Изменение магнитных свойств твердого контакта регистрировали методом ЭМР, потерю веса – методом ТГА и состава газофазных продуктов реакции методом хроматографии.*

Показано, что в условиях протекания этой реакции в катализаторе формируются магнитные кластерные образования, магнитное состояние которых зависит от условий проведения реакции. Исследована зависимость ширины, интегральной интенсивности, g-фактора сигналов ЭМР от температуры и состава реакционной среды. Обнаружены скачкообразные изменения магнитного состояния катализатора, вызванные магнитными фазовыми переходами ферромагнетик↔суперпарамагнетик. Заметное различие обнаруживается в поведении кривой зависимости потери веса от температуры в области 230-260 °С.

Указанные эффекты носят размерный характер от температуры и зависят от состояния нанокластера, его взаимодействия с реакционной средой. Совокупность полученных экспериментальных данных позволяет связать каталитическую активность этой системы наличием магнитных нанокластерных образований размером 6-10 нм суперпарамагнитной природы. Приводится и обсуждается механизм этой реакции с участием нанокластеров в качестве активных центров. В вышеприведенной таблице указаны значения активности и селективности исследованных твердых контактов в реакции образования ацетона при газофазном дегидрировании изопропилового спирта. Изменение каталитической активности контактов связывается изменением размера магнитных наночастиц и их распределением по размерам, обусловленных в свою очередь изменением условий проведения реакции.

Таким образом, комплексное рассмотрение полученных результатов позволяет установить образование никелевых нанокластеров, их роль в качестве каталитически активных центров реакции конверсии изопропилового спирта в ацетон и показывает продуктивность применения сочетания вышеуказанных методов в режиме in situ в решение поставленной задачи.

СЕКЦИЯ 4. Методы определения электронных характеристик вещества

КОРРЕЛЯЦИИ РЕНТГЕНОЭЛЕКТРОННЫХ И ИК-СПЕКТРОВ С ДИФРАКЦИОННЫМИ ДАННЫМИ И ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТЬЮ УГЛЕРОД-ФТОРУГЛЕРОДНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ

Асанов И.П., Шубин Ю.В., Митькин В.Н., Предеин А.Ю.

*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
630090, Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 3, E-mail: mit@che.nsk.su*

Методами РЭС, рентгеновской дифракции и Фурье ИК-спектроскопии изучены продукты механоактивации (МА) в системе «терморасширенный графит ТРГ – сверхстехиометрический фторуглерод $CF_{1.2}$ (тип ФС)» и проанализирована связь электрофизических свойств с параметрами $C1s$, $F1s$, $O1s$ и ИК-спектров, а также с данными рентгенофазового анализа (РФА) получаемых МА-наноконпозитов при заданном атомном отношении $C:F = 1.28$. Данные измерений, расчетов и РФА представлены в таблице.

Время МА, мин	Отношение линии ИК 900-1100 cm^{-1} к 900-1350 cm^{-1} , % <i>отн.</i>	Отношение рефлексов ТРГ 004/ФС 003, % <i>отн.</i>	Содержание С в наноконпозите, по данным РФА, %	Параметры ОКР для ТРГ, Å ($\pm 20\%$)	Содержание С на поверх. частиц наноконпозита, по данным РЭС $C1s$	Расщепление между максимумами sp^3 -CF и графита в РЭС $C1s$, эВ	Удельное сопротивление, Ом·см, $\rho \pm \Delta\rho$
0	~ 10	-	15.6(исх.)	> 1000	-	5.3	24.9 \pm 0.3
3	22	8.22	11.1	513, 290	25.5	6.1	14.6 \pm 0.2
6	25	9.38	10.6	380, 265	-	-	6.6 \pm 0.1
10	36	8.14	10.4	320, 225	36.4	5.8	5.8 \pm 0.1
20	48	6.21	9.3	220, 240	-	-	14.7 \pm 0.3
40	49	3.96	8.3	130, 155	31.5	5.4	33.2 \pm 0.1
60	51	3.02	7.3	100, 120	22.0	5.5	69.9 \pm 0.3

Показано (РФА, ИК, РЭС), что в процессе МА происходит химическое связывание углеродной фазы с $CF_{1.2}$. В области 900-1100 cm^{-1} ИК-спектров МА-наноконпозитов «С - CF_{1+x} » появляется плечо на основном пике валентных колебаний sp^3 -CF при 1230 cm^{-1} , интенсивность которого растет при увеличении времени МА. По данным $C1s$ спектров РЭС, в наноконпозитах «ТРГ-ФС» наблюдается эффект дифференциальной подзарядки со смещением спектральных пиков sp^3 -CF и sp^2 -C в высокоэнергетичную область (~ 0.5 eV). Максимальные изменения в спектрах $C1s$ наступают при времени МА 3-10 мин и они соответствуют максимуму электропроводности наноконпозитов.

Наблюдаемые явления свидетельствуют об образовании на поверхности диэлектрических частиц фторуглерода химического наноконпозита токосъема. Обсуждается модель строения наноконпозитов «С - CF_{1+x} » в виде микрочастиц сферических конденсаторов, состоящих из CF_{1+x} , покрытых проводящей оболочкой sp^2 -C- sp^3 -C-F.

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ИК-СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК ЛЕНГМЮРА-БЛОДЖЕТТ

Бадмаева И.А.

ИФП СО РАН, г. Новосибирск, 630090, пр. ак. Лаверентьева 13
badmaeva@thermo.isp.nsc.ru

Пленки длинноцепных производных ацетиленов, полученные методом Ленгмюра-Блоджетт (ЛБ) – это двумерные высокоупорядоченные слоистые структуры с периодами нанометрового размера. Это создает благоприятные условия для топохимической полимеризации под действием различных видов излучения. Такие пленки могут быть использованы в сенсорных устройствах и в качестве электронных резисторов в нанолитографии с разрешением 20-50 нм. В данной работе методом ИК спектроскопии МНПВО проведены исследования процессов фотополимеризации тонких пленок Ленгмюра-Блоджетт Рb-солей длинноцепных алкиновых кислот: 23-тетракозиновой $\text{HC}\equiv\text{C}(\text{CH}_2)_{21}\text{COOH}$ и 2-докозиновой $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}\text{C}\equiv\text{CCOOH}$ под действием УФ излучения. Для исследования пленок применялся оригинальный метод измерения ИК спектров МНПВО [1], основанный на применении призм МНПВО, изготовленных из КРС-5 для ввода и вывода излучения в кремниевую подложку. Высокая чувствительность метода за счет увеличения количества отражений (не менее 200 отражений) анализирующего луча р-поляризации дала возможность исследовать процессы, происходящие в тонких монослойных структурах. ИК-спектры МНПВО записывали на Фурье ИК-спектрометре Bruker-IFS-113v в диапазоне $1000\text{-}5000\text{ см}^{-1}$ с разрешением 1 см^{-1} .

ИК-спектроскопическими исследованиями установлено, что пленки представляют собой высокоупорядоченную систему с транс-конфигурацией алкильных цепей. Определено состояние координационного комплекса PbCOO^- в молекулярной упаковке ЛБ слоя. Показаны отличия в организации моно- и бислоя. Исследована динамика изменений состояния комплекса PbCOO^- в процессе фотополимеризации. По изменению интенсивности полос поглощения, отвечающих колебаниям тройной связи, рассчитана степень полимеризации в зависимости от времени облучения. Установлено, что кинетические закономерности скоростей фотополимеризации зависят от числа слоев.

1. A. Milekhin, M. Friedrich, K. Hiller, M. Wiemer, T. Gessner, D.R.T. Zahn, J. Vac. Sci. Technol. B. 17 (1999) 1733.

РЕНТГЕНОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ ФТОРИСТЫХ СОЕДИНЕНИЙ ЦИРКОНИЯ, ДОПИРОВАННЫХ Ag(I) ИЛИ Ce (III)

Борозновская Н.Н.¹, Годнева М.М.²

¹Томский государственный университет, Томск, пр. Ленина, 36, bnn@asd.iao.ru

²Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья
КНЦ РАН, Апатиты, motov@chemy.kolasc.net.ru

Люминесценция искусственных минералов широко используется для создания люминофоров. Ранее авторами были исследованы люминесцентные свойства синтезированных фтористых минеральных видов циркония. Ряд фтористых соединений циркония (с чрезвычайно интенсивной широкополосной люминесценцией в УФ-диапазоне) был предложен в качестве исходного материала для люминофоров. В частности, к этому ряду отнесены соединения типа M_2ZrF_6 ($M = K, Rb, Cs$). К центрам свечения, отвечающим за люминесценцию этих соединений при рентгеновском возбуждении, были отнесены собственные дефекты анионной составляющей, т.е. возбужденное состояние фтора (F^*). Представляло интерес пролегировать эти соединения добавками таких элементов, которые могли бы изоморфно войти в структуру этих соединений на место катиона и создать дополнительный активаторный центр люминесценции. В качестве легирующих (или допирующих) добавок было решено ввести такие ионы как $Ce(III)$ и $Ag(I)$, известные своими люминоформными свойствами в УФ-диапазоне. Содержание допирующей добавки в образцах составило 10-200 ppm $Ce(III)$ или 0.1-0.5 ppm $Ag(I)$ по отношению к $Zr(IV)$. Наиболее результативным оказалось допирование для соединения K_2ZrF_6 . При вхождении ионов Ag в структуру K_2ZrF_6 на место калия образуется дополнительный активаторный центр излучения Ag^+ , что приводит к наложению спектров излучения Ag^+ и F^* и появлению довольно широкой и интенсивной полосы излучения с максимумом 291-292 нм. Большое разнообразие спектрального состава излучения наблюдается в K_2ZrF_6 при рентгеновском возбуждении после допирования соединения добавками с различным содержанием Ce . За РЛ ответственны как собственные дефекты анионной составляющей с максимальным излучением на 276-281 нм, так и примесные ионы Ce^{3+} (308-325 нм). Исследования показали, что данное соединение, допированное добавками Ag и Ce в количествах, не приводящих к концентрационному тушению и гашению собственной люминесценции, может быть использовано для преобразования рентгеновского изображения в ультрафиолетовое.

СД-4-4

ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРЫ ЧАСТИЦ НАНОДИСПЕРСНОГО УГЛЕРОДА МЕТОДАМИ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЙАНИЯ И РЕНТГЕНОВСКОГО ПОГЛОЩЕНИЯ

Киселёва Е.А., Муромцев И.В., Кан В.Е.*, Раздьяконова Г.И.

*Институт проблем переработки углеводородов СО РАН,
г. Омск, ул. Нефтезаводская, 40, E-mail: Lacsum@ihcp2.oscsbras.ru*

**Омский филиал Института физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН,
г. Омск, ул. 5 Кордная, 29*

Целью работы является описание процессов, происходящих внутри параграфитовой структуры дисперсного углерода в окислительной среде, с помощью двух физических методов: комбинационного рассеяния и рентгеновского поглощения. Объектами исследования служили модифицированные образцы дисперсного углерода П 245 со средним диаметром глобулярных частиц 23 нм. Модификацию проводили с целью удаления из его частиц дефектных структур. Исходный образец дисперсного углерода в неподвижном слое толщиной 1 см выдерживали на воздухе при 573К в течение 10, 20 и 50 ч и затем прокачивали в вакууме для удаления образовавшихся на его поверхности в ходе окисления кислородсодержащих групп.

Дифрактограммы испытуемых образцов, полученные с помощью порошкового дифрактометра D-8(Bruker) в $\text{CuK}\alpha$ -излучении, различались соответственно времени окисления дисперсного углерода, а именно, средний размер областей когерентного рассеяния (ОКР) с ростом времени газофазного окисления увеличивался. Степень кристаллографической упорядоченности ОКР оценивали из отношения интенсивностей спектров координационного рассеяния G/H , полученных с помощью Раман-фурье-спектрометра RFS100/S, «Bruker», а по смещению D полосы относительно исходного – об изменениях их размеров. Выявлено, что отношение интегральных интенсивностей полос D и G, как и размер ОКР, линейно увеличивается в зависимости от времени окисления дисперсного углерода, при этом смещения G-полосы не происходит. Максимальное значение G/H наблюдали у образца дисперсного углерода, окисленного в течение 20 ч, что свидетельствует о завершении газификации не имеющих выраженных границ кристаллитов углерода, которое и приводит к увеличению размеров оставшихся ОКР.

ИССЛЕДОВАНИЯ ЭЛЕКТРОННОЙ СТРУКТУРЫ ФТОРИРОВАННЫХ ДВУХСЛОЙНЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

Лавская Ю.В., Булушева Л.Г., Окотруб А.В., Коротеев В.О., Юданов Н.Ф., Felten A.*, Flahaut E.**

*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
630090 г. Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 3. E-mail: jjulia@ngs.ru*

**Laboratoire Interdisciplinaire de Spectroscopie Electronique,
Facultes Universitaires Notre Dame de la Paix, Namur, Belgium*

***Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingenierie des Materiaux,
Universite Paul-Sabatier, Toulouse, France*

Присоединение атомов фтора к каркасу углеродных нанотрубок является эффективным и простым способом изменения их электрических, механических и других свойств. Рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия и рентгеновская спектроскопия эмиссии и поглощения применялись для исследования электронной структуры фторированных двухслойных УНТ (ДУНТ). ДУНТ были синтезированы методом каталитического химического осаждения из газовой фазы. Фторирование ДУНТ осуществлялось тремя различными методами. Образец Ф-ДУНТ (BrF_3), фторировался в парах раствора BrF_3 и Br_2 при комнатной температуре в течение 7 дней. Образец Ф-ДУНТ (CF_4) был получен в результате воздействия плазмой CF_4 с частотой 13.56 МГц и мощностью 15 Ватт в течение 10 мин. Фторирование образца Ф-ДУНТ (F_2) осуществлялось в токе элементарного фтора при температуре синтеза 200 °С. Рентгеновские спектры поглощения вблизи С К- и F К- краев и С 1s рентгеновские фотоэлектронные спектры фторированных УНТ были измерены на Российско-Германском канале синхротронного излучения при BESSY. Рентгеновские эмиссионные С K_α -спектры были измерены на лабораторном спектрометре «Стеарат». Химический состав образцов CF_x был оценен из разложения С 1s фотоэлектронных спектров. Было установлено, что степень фторирования и прочность С-Ф связи Ф-ДУНТ фторированных разными методами различается. Так самая низкая степень фторирования для образца Ф-ДУНТ (CF_4) $x=0.17$, Ф-ДУНТ (BrF_3) – 0.22 и самая высокая для Ф-ДУНТ (F_2) – 0.33. Сравнение спектров поглощения вблизи С К-края показало различие электронной структуры незанятых состояний. Анализ спектров поглощения вблизи F К-края показал зависимость положения атомов фтора на поверхности ДУНТ от метода фторирования. Информация о парциальной плотности валентных уровней была получена из рентгеновских эмиссионных С K_α -спектров.

КОРРЕЛЯЦИИ ТЕКСТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОРИСТЫХ УГЛЕРОД-ФТОРУГЛЕРОДНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ С ИХ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИМИ СВОЙСТВАМИ

Митькин В.Н., Предеин А.Ю., Вертелецкая Н.Ю., Глухая Э.Н.*

*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
630090, Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 3, E-mail: mit@che.nsk.su*

**ОАО «Новосибирский завод химконцентратов»,
630110, Новосибирск, ул. Б. Хмельницкого, 94*

Методами БЭТ и лазерной дисперсометрии изучены превращения, протекающие при механоактивации (МА) в системах «углерод (типы ТРГ и НУМС-О) – сверхстехиометрический фторуглерод $CF_{1.15-1.25}$ (типы ФТ и ФС)» и проанализирована связь электрофизических свойств с текстурными параметрами исходных материалов и получаемых при МА наноконпозитах. Диапазон задаваемых атомных отношений C:F в наноконпозитах «C - CF_{1+x} » – 1.28-2.0. Размеры частиц МА-порошков измерены на дис-персометрах «Mastersizer 2000» и PRO-7000 с диспергированием порошков ультразвуком в EtOH. Тектурные и сорбционные свойства наноконпозитов изучены на приборах «Micromeritics ASAP 2000» и «Сорбтометр-МГ». МА проводили 0.5-60 мин на планетарно-фрикционных мельницах АГО-2СГ ($a = 40-100$ g) и ММЛ ($a = 100-200$ g).

Показано, что при МА смесей «ФС-ТРГ» первоначальный (3-10 мин) 2-модовый характер гистограмм распределения частиц в механокомпозитах по размерам (5-7 и 20-40 мкм) через 40-60 мин меняется почти на одномодовый с выходом на средний размер частиц 1.38 мкм. В полученных МА-наноконпозитах «ФТ – НУМС-О» и «ФС – ТРГ» характер распределения мезопор (300-500 Å) и микропор (25-40 Å), имеющих в исходных ФС и НУМС-О в основном цилиндрическую форму, по данным расчетов изотерм сорбции-десорбции в N_2 ($T = 77$ K), почти не меняется.

Зависимость удельного сопротивления в МА-наноконпозитах «ФТ – НУМС-О» и «ФС – ТРГ» имеет минимум при МА 6-10 мин, чему отвечают максимумы в текстурных проявлениях и размерах образующихся наноагрегатов. На основе результатов НИР высказано предположение о том, что сначала (МА = 3-10 мин) в системах «C – CF_{1+x} » образуется смесь относительно крупных агрегатов « $aC + bCF_{1+x}$ » с частицами ФС или ФТ, имеющих, за счет поверхностного химического углеродного контакта, повышенную электропроводность, затем (через 20-40 мин МА) происходит дальнейшее уменьшение размеров наноконпозитных частиц « $\alpha C + \beta CF_{1+x}$ » с образованием агрегатов, проявляющих свойства сферических конденсаторов (по данным импедансометрии).

МЕХАНОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СТРОЕНИЯ УГЛЕРОД-ФТОРУГЛЕРОДНЫХ ПОРИСТЫХ ЭЛЕКТРОПРОВОДНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ

Митькин В.Н., Предеин А.Ю., Вертелецкая Н.Ю.

*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
630090, Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 3, e-mail: predein@che.nsk.su*

Комплексом физметодов (ИК, КР, электропроводность, удельная поверхность по методу БЭТ, пикнометрическая и насыпная плотность, объем свободных пор) изучены превращения, протекающие при механоактивации ($\tau_{МА} - 0.5-60$ мин) в двухкомпонентных системах «углерод–сверхстехиометрический фторуглеродный материал (СФУМ)». В качестве исходных СФУМ использованы наноразмерные фторуглеродные материалы типа ФС и ФТ близкого состава CF_{1+x} ; ($x = 0.15-0.25$), а в качестве углерода – терморасширенный графит (ТРГ) и мезопористый углерод НУМС с окисленной поверхностью (содержание О – 0.1-0.3 %_{мас.}, содержание примесей металлов – 0.03-0.05 %_{мас.}). В работе использованы наноматериалы с разной насыпной плотностью (ФС – 0.8-0.9 г/см³, ФТ – 0.3-0.4 г/см³, ТРГ – 0.08 г/см³, НУМС-О – 0.55 г/см³) и разными удельными поверхностями (ФС – 415 м²/г, ФТ – 480 м²/г, ТРГ – 17.5 м²/г, НУМС-О – 405 м²/г). Диапазон задаваемых атомных отношений С : F в наноконпозитах – от 1.14 до 2.0. Процессы МА проводили с использованием планетарно-фрикционных лабораторных мельниц АГО-2СГ (а = 40-100 g) и ММЛ (а = 100-200 g).

Данные различных физметодов хорошо согласуются между собой и приводят к выводу, что в процессе механосинтеза возникают пористые наноагрегаты (100 – 1000 нм), в которых наночастицы СФУМ и углерода сшиты межповерхностными наноразмерными электрическими углеродными контактами, обусловленные межчастичными химическими связями sp^2-C-sp^3-C-F , $sp^2-C-O-sp^3-C-F$, причем удельное сопротивление этих углеродных наноконтактов зависит от исходного состава систем «С - CF_{1+x} », типов взятых материалов и условий обработки, имеет величину около 0.1-10 Ом·см, что сопоставимо с графитом. Габариты агрегатов наночастиц в наноконпозитах составляют 2-100 нм, оценка размеров нанослоев углеродного химического контакта – 0.3-0.6 нм.

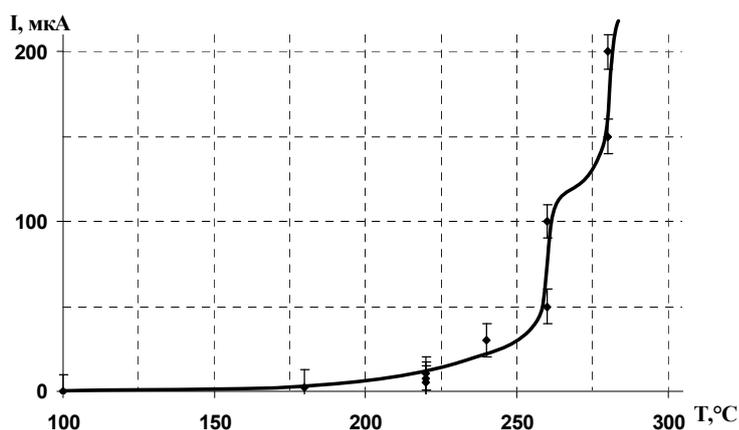
На основе результатов НИР созданы новые типы композиционных электропроводных материалов для изготовления пористых гибких резистивных композитов ($\rho \sim 0.01-10^{12}$ Ом·см), эффективных электродов литиевых источников тока, а также элект-оаналитических сенсоров различного назначения (ионометрия, определение H_2 и др.).

ТЕСТИРОВАНИЕ НАНОПОРОШКОВ МЕДИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА И ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ

Мостовщиков А.В., Толбанова Л.О., Ильин А.П.

*Томский политехнический университет, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30,
pasembellum@mail.ru*

В работе были исследованы нанопорошки меди, полученные в условиях электрического взрыва медного проводника в среде азота [1]. Выбор нанопорошков меди обусловлен тем, что они проявляют каталитические свойства во многих химических реакциях [2], а также являются перспективными материалами для использования их в качестве газовых сенсоров. В нанопорошках меди исследовали изменение проводимости образцов при нагревании в воздухе и их термическую устойчивость в воздухе. Измерения электропроводности проводили по двухэлектродной схеме при постоянном напряжении на образце, равном 20 вольт.



При 250-260 °С наблюдалось резкое нарастание электрического тока (рис.1). При охлаждении электропроводность снижалась, но оставалась больше по величине, чем при первом нагревании. В то же время температура начала окисления исходного нанопорошка меди не превышала 190 °С. Наличие в составе оксидной плёнки двух кристаллических фаз оксидов меди(I) и меди(II) приводило к химическому диспергированию оксидов на кластеры, к нарушению сплошности оксидной плёнки и росту скорости окисления меди.

Рис.1. Зависимость тока через образец нанопорошка меди от температуры

При 250-260 °С наблюдалось резкое нарастание электрического тока (рис.1). При охлаждении электропроводность снижалась, но оставалась больше по величине, чем при первом нагревании. В то же время температура начала окисления исходного нанопорошка меди не превышала 190 °С. Наличие в составе оксидной плёнки двух кристаллических фаз оксидов меди(I) и меди(II) приводило к химическому диспергированию оксидов на кластеры, к нарушению сплошности оксидной плёнки и росту скорости окисления меди.

Список литературы:

1. Назаренко О.Б. Электровзрывные нанопорошки: получение, свойства, применение. – Томск: Изд-во ТГУ, 2005. – 148 с.
2. Ильин А.П., Ляшко А.П., Федущак Т.А., Барбашин А.Е. Особенности взаимодействия малых частиц металлов с реагентами // Физика и химия обработки материалов. 1999. № 2. С. 37 – 42.

ТРИПЛЕТНЫЕ ЭКСИТОННЫЕ СОСТОЯНИЯ В КРИСТАЛЛАХ ТЕТРАФЕНИЛ БОРАТ АММОНИЯ

Надолинный В.А., Ильинчик Е.А., Юрьева О.П., Антонова О.В., Рядун А.А.

ИНХ СО РАН, Новосибирск, spectr@che.nsk.su

Проведенные исследования люминесцентных свойств кристаллического BPh_4NH_4 при 77 К позволили обнаружить «саморазгорающуюся» люминесценцию. Исследования BPh_4NH_4 методом ЭПР показали, что в процессе фотовозбуждения при низких температурах образуется целый набор парамагнитных состояний с электронным спином $S=1$. Причем, кинетика их образования и гибели при повышении температуры идентична поведению люминесценции. При импульсной засветке образца BPh_4NH_4 в спектрах ЭПР наблюдается появление хорошо разрешенного спектра ЭПР с $S=1$ и параметром тонкой структуры $D=48$ Гаусс. При более длительном фотовозбуждении наблюдается появление интенсивной одиночной линии ЭПР при одновременном уменьшении интенсивности разрешенного спектра. Интенсивность люминесценции и спектра ЭПР падает при повышении температуры. Наблюдаемые процессы и спектры ЭПР и люминесценции при фотовозбуждении объясняются образованием триплетных экситонных состояний. Образующийся набор парамагнитных центров с $S=1$ и с разными параметрами тонкой структуры обусловлен локализацией возбужденного электрона на ловушках – других молекулах BPh_4NH_4 , а наблюдаемая тонкая структура в спектрах ЭПР диполь-дипольным взаимодействием между электроном и «дыркой». Наименьшее расстояние для пары электрон-дырка, рассчитанное из параметра $D = 3/2g^2\beta^2r^{-3}$, составляет $r = 8,8\text{\AA}$ и соответствует в структуре расстоянию между атомом азота и ближайшим фенилом соседней молекулы BPh_4NH_4 . Образующиеся состояния в запрещенной зоне соответствуют экситонным триплетным состояниям. Проведенные исследования спектра возбуждения люминесценции экситонных состояний показывают образование в запрещенной зоне целого набора состояний, соответствующих электрон-дырочным парам, разделенным на разное расстояние. Послесвечение характеризуется временами жизни люминесценции $\tau_1=0,5$ сек. и $\tau_2=0,33$ сек. Полученные результаты показали, что воздействием света удается переключать состояние молекул BPh_4NH_4 в кристалле из состояния с $S=0$ в состояние с $S=1$ и обратно, что делает этот материал перспективным для спинтроники.

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОВОЛОКОН

Подъячева О.Ю.¹, Исмагилов З.Р.¹, Романенко А.И.², Аникеева О.Б.²,
Буряков Т.И.², Ткачев Е.Н.²

¹*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090, Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 5, pod@catalysis.ru*

²*Институт неорганической химии, 630090, Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 3*

В настоящее время синтез и исследование углеродных наноматериалов с заданным типом структуры и определенными физико-химическими свойствами является важным направлением нанотехнологии в связи с широкой областью возможных практических приложений данных материалов. Одним из важнейших функциональных характеристик углеродных наноматериалов являются их электропроводящие свойства, которые могут варьироваться от металлических до полупроводниковых, в зависимости от структурных параметров и наличия гетероатомов в углеродной структуре. Данная работа посвящена исследованию электропроводности азотсодержащих углеродных нановолокон (N-УНВ), полученных путем разложения смеси этилена с аммиаком на Ni-Cu-Al₂O₃ катализаторе.

Показано, что синтезированные N-УНВ являются графитоподобными мезопористыми материалами с размером пор 5 – 19 нм, величиной удельной поверхности от 30 до 350 м²/г и содержат азот в количестве от 0 до 8.2 вес.% [1].

Электрофизические свойства N-УНВ определяли с использованием оригинальной методики, разработанной для измерения температурных зависимостей электрической проводимости порошкообразных образцов четырехконтактным методом в интервале температур 4.2 – 293 К [2].

Установлено, что электрическая проводимость N-УНВ с различным содержанием азота обусловлена конкуренцией процессов разупорядочения графитоподобной структуры нановолокон при внедрении атомов азота и допирования дополнительного электрона в делокализованную π -систему графитоподобного материала. Определено оптимальное содержание азота в N-УНВ, при котором значение электрической проводимости максимально.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта Президиума РАН 27.58 и Интеграционных проектов СО РАН № 73 и 88.

1. A.E. Shalagina, Z.R.Ismagilov, O.Yu.Podyacheva et al. Carbon 45 (2007) 1808.
2. Z.R.Ismagilov, A.E.Shalagina, O.Yu.Podyacheva et al. Carbon 47 (2009) 1922.

ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА УГЛЕРОД-ФТОРУГЛЕРОДНЫХ РЕЗИСТИВНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ

Предеин А.Ю., Романенко А.И., Митькин В.Н., Аникеева О.Б.,
Буряков Т.И., Вертелецкая Н.Ю., Ткачев Е.Н.

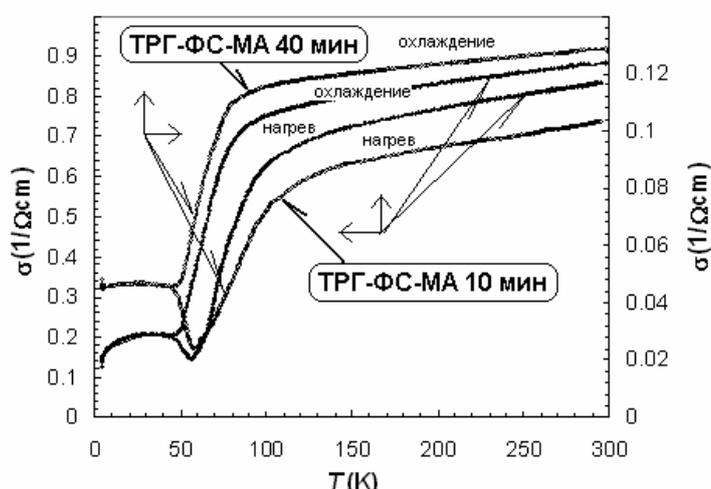
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
630090, Новосибирск, пр. Ак. Лаврентьева, 3, e-mail: predein@che.nsk.su

Исследованы температурные зависимости электропроводности наноконкомпозитов, синтезированных методом механохимической активации (МА) в системах «углерод – сверхстехиометрический фторуглеродный материал (СФУМ)». В качестве СФУМ использовали наноразмерные фторуглеродные материалы типа ФС и ФТ (ТУ 34 9735-0003-03533984-97), а в качестве углерода – терморасширенный графит ТРГ-400, полученный из фтороксида графита ФОГ-Э (ТУ 34 9735-0004-03533984-97), и мезопористый углерод НУМС с частично окисленной поверхностью, полученный из материала Техносорб. Содержание металлов-примесей в исходных и МА-образцах составляло ~ 0.03-0.05 %_{мас.}. Исследуемые образцы МА-наноконкомпозитов, полученных в системе «С - CF_{1+x}» (С : F = 1.14-1.70) при временах МА 0.5-60 мин, прессовали под давлением 25-40 МПа в таблетки диаметром 5-8 мм, высотой 2-3 мм. Измерения температурных зависимостей удельной электропроводности $\sigma(T)$ выполнены четырехконтактным методом в интервале температур 4-300 К. На рисунке представлены кривые $\sigma(T)$ для наноконкомпозитов ТРГ-ФС-МА (С : F = 1.70) с временами МА 10 (→) и 40 мин (←).

Показано, что зависимости удельных сопротивлений наноконкомпозитов ТРГ-ФС-МА и ФТ-НУМС-МА от времени для всех изученных атомных соотношений С : F имеют локальные минимумы при временах МА 6-10 мин.

Кривые $\sigma(T)$ для всех исследованных образцов ТРГ-ФС-МА при $T > 100$ К аналогичны $\sigma(T)$

графита. Для образцов ТРГ-ФС-МА с 10, 20 и 40 мин МА в интервале 40-100 К наблюдаются аномалии, которые могут быть связаны с фазовыми переходами. Для образцов ТРГ-ФС-МА с 3, 6 и 60 мин МА падение проводимости < 100 К заканчивалось разрушением образцов при $T \sim 70$ К.



СПЕКТРО-ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ТОНКОПЛЁНОЧНЫХ ОКСИДОВ НА МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНОМ ЛАБОРАТОРНОМ СТЕНДЕ УФ-ВИДИМОГО ДИАПАЗОНА

Расторгуев А.А., Снытников В.Н., Сорокин А.М., Каичев В.В.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090, Новосибирск, пр-т Лаврентьева, 5, E-mail: rastorg@catalysis.ru*

Фотолюминесцентная методика (ФЛ) эффективна для изучения электронной структуры различных оксидных образцов. Один из примеров доклада – исследование электронной структуры тонких (<100 нм) пленок HfO₂, выращенных методом CVD на подложках Si и SiO₂ [1,2]. Сопоставление полученных и литературных результатов демонстрирует слабую зависимость ФЛ пленок от типа прекурсоров, и существенную – от условий синтеза и температур отжига (до 1200 К). В пленках HfO₂ выявлена полоса при E ~ 4 эВ с узким максимумом возбуждения при E_{макс} ≅ 4,25 эВ, относимая к резонансному электронно – колебательному переходу $A^2\Sigma^+ \leftrightarrow X^2\Pi_1$ радикала OH[•].

Исследования выполнены на модифицированном спектральном комплексе УФ-видимого диапазона [3], созданном базе монохроматоров МДР-23, ДФС-24 и микрофотометрической приставки. Изучаемые образцы могут быть в различном агрегатном состоянии с линейными размерами 10⁻⁵÷1 м. Отличаясь от коммерческих приборов своей открытой архитектурой, комплекс позволяет получать в диапазоне 8500÷50000 см⁻¹ спектры поглощения, отражения, комбинационного рассеяния, люминесценции, возбуждения люминесценции, в том числе спектры двойного синхронного сканирования. Источники света: лампы линейчатого, сплошного и квазисплошного спектра ДРШ-250, КГМ, ДКСШ-1000, ЛДД-400. Регистрация светового сигнала осуществляется двумя фотоумножителями в режимах интегрального тока или счета фотонов. Спектральное разрешение 0.4÷20 см⁻¹, временное разрешение 0.001÷60 с, динамический диапазон 2х10⁶. В перспективе развития комплекса предполагается введение в его состав методов измерения быстропротекающих процессов.

Работа выполнена в рамках интеграционного проекта №70-2009 СО РАН.

1. А.А. Rastorguev, V.I. Belyi, T.P. Smirnova et al. // Phys. Rev. B76. № 23. (2007) P. 235315.
2. А.А. Rastorguev, V.I. Belyi, T.P. Smirnova, L.V. Yakovkina. // J. Structural Chem. V.49, №1 (2008) P.27
3. Сорокин А.М., Каичев В.В., Тимошин А.И., Московкин О.В., Расторгуев А.А., Бадалян А.М. // ПТЭ. 2001. № 3 С. 102-108.

ИССЛЕДОВАНИЕ СИММЕТРИИ КРИСТАЛЛОВ SrF₂, BaF₂, CaF₂, АКТИВИРОВАННЫХ Cd И Zn, МЕТОДОМ ЭПР**Семёнова М.А., Егранов А.В., Ивашечкин В.Ф.***Институт геохимии им. А.П. Виноградова СО РАН,
664033, г. Иркутск, ул. Фаворского, 1а, msemenova@igc.irk.ru*

Работа мотивируется потребностью в высоко эффективных, быстрых, плотных сцинтилляторах. Требуемые характеристики: быстродействие, эффективность, высокая плотность, размеры, высокая радиационная стойкость и прозрачность. Данная работа посвящена исследованию симметрии кристаллов: SrF₂, BaF₂, CaF₂, активированных цинком и кадмием. Кристаллы выращивались из расплава методом Бриджмена-Стокбаргера в графитовом тигле в вакууме. Исследовались методом ЭПР на радиоспектрометре РЭ-1306 при комнатной температуре. Так же было исследовано оптическое поглощение. Необлученные кристаллы не имеют полос поглощения в видимой области спектра и прозрачны в широком диапазоне длин волн. Наблюдается только сдвиг фундаментального поглощения в длинноволновую сторону с увеличением концентрации кадмия, цинка [1]. После облучения рентгеновскими лучами наблюдается спектр ЭПР ионов Zn⁺, Cd⁺, находящихся в состоянии ²S_{1/2} [2]. Спектр оставался стабильным при нагревании образцов до 200 °С. Была определена симметрия кристаллов, а также константы сверхтонкого расщепления. Исследование кристаллов проводилось при трёх направлениях магнитного поля: $B \parallel \langle 100 \rangle$, $B \parallel \langle 110 \rangle$, $B \parallel \langle 111 \rangle$.

В кристаллах ионизирующее излучение восстанавливает примесные ионы до одновалентного состояния. При этом одновалентный ион окружен восьмью эквивалентными ионами фтора и имеет кубическую симметрию O_h. При такой симметрии p - состояние Zn⁺ и Cd⁺ иона не расщепляется [3].

Литература:

1. E. Radzhabov, A. Mysovsky, A. Egranov, A. Nepomnyashikh, and T. Kurobori. *Physica Status Solidi (c)* 2,388, (2005).
2. В.Ф. Крутиков, Н.И. Силкин, В.Г. Степанов. *Физика твёрдого тела*, 18, №10, 2958-2963 (1976).
3. E. Radzhabov, A. Mysovsky, A. Egranov, A. Nepomnyashikh, and T. Kurobori // *Physica Status Solidi (c)* 2,388, (2005).

НАВЕДЕННЫЕ ЛАЗЕРНЫМ ИЗЛУЧЕНИЕМ МИКРО- И НАНОСТРУКТУРЫ В ФОТОРЕФРАКТИВНОМ МОНОКРИСТАЛЛЕ НИОБАТА ЛИТИЯ

Сидоров Н.В., Чуфырев П.Г., Яничев А.А., Палатников М.Н., Маврин Б.Н.

Учреждение Российской академии наук Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья (ИХТРЭМС) им. И.В. Тананаева Кольского научного центра РАН, Апатиты, Мурманской обл., Академгородок, д. 26а, 184209. E-mail: sidorov@chemy.kolasc.net.ru

Показано, что ширины линий в спектре комбинационного рассеяния света (КР) сегнетоэлектрических фоторефрактивных монокристаллов могут зависеть от длины волны возбуждающего лазерного излучения. Впервые обнаружено, что ширины линий в спектре КР монокристалла ниобата лития (LiNbO_3) больше при возбуждении спектров лазерной линией в видимой области, чем при возбуждении спектров лазерной линией в ИК области. Впервые показано, что в фоторефрактивном монокристалле, в освещенной области, под действием лазерного излучения, возникают локальные микронеоднородности структуры с измененным показателем преломления. Образование таких микроструктур вносит дополнительный (к вкладу, обусловленному статическим и динамическим беспорядком в расположении структурных единиц) вклад в уширение линий КР в видимой области спектра.

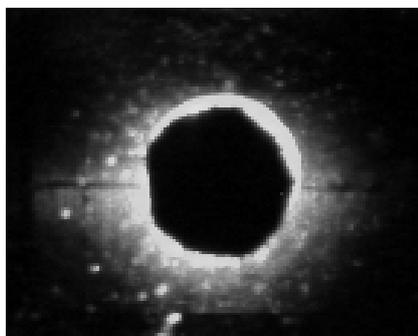


Рисунок. Фотография освещенной области вблизи лазерного луча ($\lambda=514,5$ нм) в фоторефрактивном монокристалле ниобата лития стехиометрического состава. Полярная ось Z и луч лазера направлены перпендикулярно плоскости рисунка

Подобные структурные микронеоднородности практически отсутствуют при освещении монокристалла лазером с линией генерации в ИК-области вследствие существенно меньшего эффекта фоторефракции. Показано, что дополнительное разупорядочение структуры, вызванное фоторефрактивным эффектом и связанное с образованием объемной подрешетки микро- и наноструктур с измененными физическими параметрами в виде неоднородностей показателя преломления, гораздо сильнее выражено в более разупорядоченной в целом среде с сверхравновесным количеством заряженных структурных дефектов.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ОБЪЕМНЫХ ПРИМЕСНЫХ ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫХ ЦЕНТРОВ Rh^{3+} и Cr^{3+} ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ ОКСИДНЫХ Rh/Al_2O_3 КАТАЛИЗАТОРОВ

Стояновский В.О.

Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск, 630090
E-mail: Stoyn@catalysis.ru

Методом лазерно-индуцированной люминесценции с использованием объемных примесных центров Rh^{3+} и Cr^{3+} исследованы особенности процессов термостарения в окислительной среде Rh/Al_2O_3 катализаторов, содержащих концентрацию 0.01-0.5 wt.% нанесенного металла при температурах до 1000-1050 °С [1]. Диффузия ионов Rh с поверхности носителя в его объем при прогреве Rh/Al_2O_3 катализаторов в окислительной атмосфере эффективно протекает начиная с температур 800 °С и может быть обратима. При температурах 1000-1050 °С протекание фазовых превращений носителя сопровождается образованием корунда ($\alpha-Al_2O_3$). Вхождение в объем образующихся частиц корунда ионов Rh ведет к необратимой дезактивации катализатора, поскольку скорость диффузии ионов в корунде при рассматриваемых температурах незначительна. Использование люминесцентных методов чрезвычайно эффективно для детектирования примесных Cr^{3+} и Rh^{3+} в корунде и позволяет, с одной стороны, использовать естественные примеси ионов $Cr^{3+} \sim 10^{-3}-10^{-2}$ масс. % для изучения процесса образования $\theta-Al_2O_3$ и $\alpha-Al_2O_3$ на самых начальных стадиях этого процесса при степенях превращения $10^{-4}-0.5\%$, а с другой – позволяет селективно детектировать ионы Rh^{3+} в $\alpha-Al_2O_3$. Экспериментально показано, что при возбуждении при 337.1 нм в области полосы $^1A_{1g} \rightarrow ^1T_{2g}$ ионов Rh^{3+} в $\alpha-Al_2O_3$ реализуется безызлучательный механизм передачи энергии возбуждения (FRET) примесным ионам акцепторам Cr^{3+} от ионов доноров Rh^{3+} , для которого характерные расстояния между парой donor-акцептор ионов находятся диапазоне 10–80 Å. Таким образом, в общем случае интенсивность люминесценции линии R_α ионов Cr^{3+} в образцах Rh/Al_2O_3 при возбуждении на длине волны $\lambda_{ex}=337.1$ нм отражает не полный объем фазы корунда в образце, а лишь локализованной в непосредственной близости ($r \sim 10-80$ Å) от ионов доноров $Rh^{3+}/\alpha-Al_2O_3$. Данная методика измерения концентрации объемных примесных люминесцентных центров может быть применена для характеристики других нанодисперсных материалов, содержащих невысокие или следовые концентрации нанесенного металла и примесных центров.

1. V.O. Stoyanovskii, A.A. Vedyagin, A.M. Volodin, ..., Applied Catalysis B, Env. 90 (2009), pp. 141-146

СД-4-16

**ЛАЗЕРНО-ИНДУЦИРОВАННАЯ ЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ Al_2O_3 ,
СВЯЗАННАЯ С ПОВЕРХНОСТНЫМИ ГИДРОКСИЛЬНЫМИ
ГРУППАМИ**

Стояновский В.О., Снытников В.Н.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск, 630090
E-mail: Stoyn@catalysis.ru*

Исследованы особенности лазерно-индуцированной люминесценции ОНс-групп для чистых оксидов Al_2O_3 различного фазового состава при возбуждении импульсным излучением азотного лазера на длине волны 337,1 нм [1]. Показано, что известная полоса люминесценции при 500-650 нм и приписываемая гидроксильным группам Al_2O_3 , состоит из ряда линий при 500-515, 553, 567, 577, 607 и 633 нм, которые могут быть отнесены как различным типам поверхностных ОНс-групп, так и эмиссионным переходам с возбужденных уровней, чьи волновые функции являются комбинацией функций поверхностных ОНс-групп в различной координации. Наблюдаемая в процессе дегидроксилирования в вакууме относительная перестройка структуры полосы люминесценции может быть связана не только с изменением количества поверхностных ОНс-групп, но и изменением их локального поверхностного окружения.

Обнаружено, что для переходных фаз Al_2O_3 ряда γ -... δ -... θ - Al_2O_3 при возбуждении люминесценции на длине волны 337,1 нм происходит передача энергии возбуждения от поверхностных ОНс-групп объемным примесным тетраэдрически координированным ионам Fe^{3+} , для которых характерна полоса люминесценции при 770 нм. Нами показано, что при данных условиях возбуждения интенсивность люминесценции Fe^{3+} зависит как от величины удельной поверхности и концентрации ОНс-групп, так и от кристаллической структуры образца. Так, описанная полоса люминесценции при 770 нм не наблюдается для γ - $AlOOH$ и α - Al_2O_3 , в которых ион алюминия имеет октаэдрическую координацию.

Отличительной особенностью обнаруженных эффектов является то, что это позволяет использовать спектры люминесценции при проведении микроструктурных исследований поверхностных свойств нанодисперсных порошков и пленок Al_2O_3 как в вакууме при различных степенях гидроксидирования поверхности, так и при атмосферных условиях.

Работа выполнена при частичной поддержке интеграционного проекта СО РАН №70-2009.

1. В.О. Стояновский, В.Н. Снытников. Кинетика и Катализ, 2009, 50, №3, 470–475.

СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ ОКСИД НИКЕЛЯ/УГЛЕРОДНОЕ ВОЛОКНО

Ткаченко И.А., Земскова Л.А., Курявый В.Г., Кавун В.Я., Сергиенко В.И.

*Институт химии ДВО РАН, 690022, Владивосток,
пр. 100-летия Владивостока, 159. E-mail: tkachenko@ich.dvo.ru*

В последние несколько десятилетий исследование магнитных свойств в магнитных системах с размерами в нанометровом диапазоне является предметом интенсивных теоретических и экспериментальных исследований. Установлено, что, изменяя морфологию наночастиц, можно влиять на их магнитные характеристики. К сожалению, известные на сегодня методы синтеза позволяют получать наночастицы с довольно широким распределением по размерам. Это, в свою очередь, является проблемой при получении однотипных материалов с воспроизводимыми свойствами.

Среди многообразия этих материалов наночастицы оксида никеля (NiO) являются предметом интенсивного исследовательского интереса вследствие конечного размерного эффекта, слабого ферромагнетизма и поверхностных эффектов. В данной работе мы исследовали структурные и магнитные свойства композитов NiO/углеродное волокно. Для целей получения и стабилизации наночастиц оксида использовали контролируемое электроосаждение частиц оксида из раствора на поверхность углеродного волокна, используемого в качестве электрода, а также гидролиз солей никеля в присутствии углеродной матрицы. Для стабилизации образующихся частиц осаждение проводили в присутствии поверхностно-активных веществ. Исследования методом АСМ показывают, что можно добиться достаточно равномерного осаждения частиц оксида никеля размером 30–50 нм.

Магнитные свойства композитов оксид никеля/углеродное волокно зависят от морфологии поверхности, размеров частиц ее образующих и способа получения поверхности. При магнитных измерениях установлено, что изученные композиты проявляют ферромагнитные свойства. Наличие при низкой температуре (2 К) петли гистерезиса, а также значение величины коэрцитивной силы позволяют отнести данные материалы к магнитожестким ($H_c > 126$ Э). Повышение температуры не приводит к исчезновению гистерезиса, изменяется только форма петли и величина коэрцитивной силы.

**ЯМР СПЕКТРОСКОПИЯ ОКСОФТОРИДОВ ТИТАНА И НИОБИЯ:
ФАЗОВЫЕ ПЕРЕХОДЫ, СТРОЕНИЕ И ИОННАЯ ПОДВИЖНОСТЬ****Ткаченко И.А., Слободюк А.Б., Габуда С.П.*, Кавун В.Я.**

*Институт химии ДВО РАН, г. Владивосток, 690022,
пр. 100 лет Владивостоку 159. E-mail: tkachenko@ich.dvo.ru
*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
г. Новосибирск, 630090, Пр. академ. Лаврентьева 3.*

Одной из важных стратегий синтеза новых полярных материалов, обладающих набором таких интересных свойств, как пиро-, сегнето-, пьезоэлектричество, генерация второй гармоники является использование в качестве строительных блоков полярных по своей природе нецентросимметричных оксофторидных анионов. В докладе рассмотрены результаты исследования фазовых переходов (ФП), строения, анизотропии хим. сдвигов ^{19}F (ХС) и ионной подвижности в аммонийной и анионной подрешетке комплексов $\text{Rb}_2\text{KTiOF}_5$ (I), $(\text{NH}_4)_3\text{TiOF}_5$ (II) и $(\text{NH}_4)_2\text{NbOF}_5$ (III) методами твердотельной спектроскопии ЯМР ^{19}F , ^1H , включая релаксационные измерения времени T_1 .

По данным ЯМР ^{19}F характер ионных движений в высокотемпературных фазах оксо-фторотитанатов (выше 220 и 280 К для соединения I и II, соответственно) отвечает изотропной ориентационной разупорядоченности в подрешетке анионов $[\text{TiOF}_5]^{3-}$, скоррелированной с движением $[\text{NH}_4]^+$ групп в $(\text{NH}_4)_3\text{TiOF}_5$. Переход к заторможенному вращению анионов вдоль оси (O–Ti–F) при понижении температуры сопровождается скачкообразным упорядочением атомов O и F и фазовым переходом порядок-беспорядок при температурах 190–200 и 260–270 К для соединений I и II. В области 150–180 К для $(\text{NH}_4)_3\text{TiOF}_5$ наблюдается температурная зависимость параметра упорядочения ионов $[\text{NH}_4]^+$, типичная для ФП второго рода. Для $\text{Rb}_2\text{KTiOF}_5$ фторидная подсистема становится жесткой (в терминах ЯМР) ниже 170 К, а для $(\text{NH}_4)_3\text{TiOF}_5$ – ниже 150 К.

Рассмотрен характер ионных движений и процесс упорядочения-разупорядочения ионов NH_4 в структурных позициях в низкотемпературной фазе соединения $(\text{NH}_4)_3\text{TiOF}_5$.

В соединении $(\text{NH}_4)_2\text{NbOF}_5$ в интервале температур 150–400 К наблюдаются только изотропные реориентации ионов аммония. Фторидная подрешетка остается жесткой в области температур 150–240 К, а выше 250 К происходит переход к реориентационному движению комплексных анионов. В диапазоне 270–400 К в спектрах ЯМР ^{19}F соединения $(\text{NH}_4)_2\text{NbOF}_5$ регистрируются две линии с соотношением интегральных интенсивностей 4:1 и ХС ≈ 160 и 44 м.д. (отн. C_6F_6) и, следовательно, можно предположить, что строение аниона NbOF_5^{2-} аналогично строению аниона $[\text{TiOF}_5]^{3-}$.

ИССЛЕДОВАНИЕ ФУЛЛЕРЕНОВЫХ ПРОИЗВОДНЫХ СТАБИЛЬНЫХ НИТРОКСИЛЬНЫХ БИРАДИКАЛОВ МЕТОДАМИ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ

**Шарафутдинова Д.Р., Ефремов Ю.Я.[†], Ризванов И.Х., Фазлеева Г.М.,
Бережная Л.Х., Губская В.П., Нуретдинов И.А.**

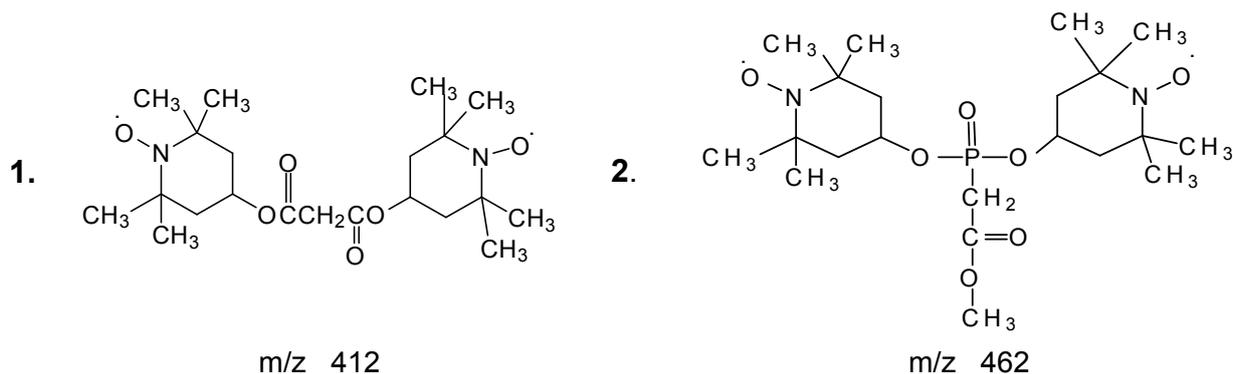
ИОФХ им. А.Е. Арбузова Каз. НЦ РАН, г. Казань, ул. ак. Арбузова, д.8.

E-mail: drsh@iopc.knc.ru.

Производные фуллеренов, содержащие в своем составе стабильные нитроксильные радикалы, играют центральную роль в современном развитии органических наноматериалов, а также представляют интерес в качестве спин-меченых биологически активных веществ и ловушек радикалов в живых системах.

В работе изучены фуллереновые производные стабильных нитроксильных радикалов и сами свободные бирадикалы различными масс-спектрометрическими методами.

Объектами исследования являлись бирадикалы (**1** и **2**) и соединения фуллерена с различным числом присоединенных бирадикалов:



Масс-спектры фуллереновых производных бирадикалов получены с помощью метода MALDI-TOF. В случае присоединения одной молекулы бирадикала в масс-спектре наблюдалось появление пика иона $[M + 3H]^+$, а в случае нескольких радикалов – наблюдалось присоединение большего числа атомов водорода. Например в случае соединения фуллерена с шестью нитроксильными бирадикалами наблюдалось присоединение семи и большего числа атомов водорода, в зависимости от числа присоединенных бирадикалов. Для выяснения причин присоединения большего числа атомов водорода изучены сами бирадикалы (**1** и **2**). Представлены масс-спектры ЭИ, ХИ и MALDI-TOF. Обсуждаются полученные результаты.

ИК-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СПИНОВОГО ПЕРЕХОДА В КОМПЛЕКСАХ ЖЕЛЕЗА(II) С 1,2,4-ТРИАЗОЛАМИ

Шелудякова Л.А.^{1,2}, Шакирова О.Г.¹, Бушуев М.Б.^{1,2},
Варнек В.А.¹, Лавренова Л.Г.^{1,2}

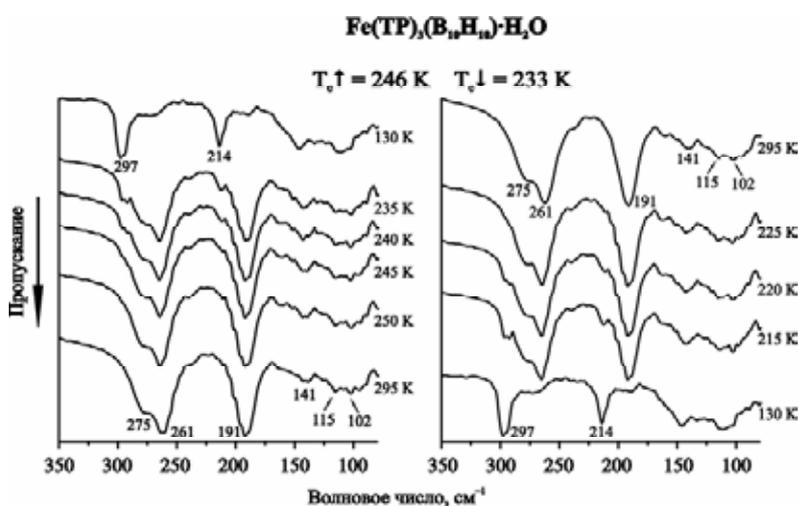
¹Учреждение Российской академии наук
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск

E-mail: lshel@che.nsk.su

²Новосибирский государственный университет, Новосибирск

В ряде комплексов железа(II) с 1,2,4-триазолом и его 4-замещенными производными, имеющих строение, близкое к октаэдрическому (узел FeN_6), наблюдается спиновый переход из низкоспинового (НС) в высокоспиновое (ВС) состояние. Изменение спиновой мультиплетности происходит под влиянием температуры, давления или света определенной длины волны.

Исследована температурная зависимость ИК-спектров комплексов железа(II) с 1,2,4-триазолом (Htrz) и 4-амино-1,2,4-триазолом (NH_2 trz) состава $Fe(Htrz)_3B_{10}H_{10} \cdot H_2O$ (I) и $Fe(NH_2trz)_3(ReO_4)_2$ (II) в области колебаний M-L ($400-80 \text{ см}^{-1}$). Данные комплексы обладают спиновым переходом $^1A_1 \leftrightarrow ^5T_2$. На рис. представлены ИК-спектры I,



измеренные в окрестности температуры спинового перехода, T_c (в левой части – прямого, в правой – обратного). При $T=295 \text{ K}$ в спектре наблюдаются полосы при 261 и 191 см^{-1} , соответствующие ВС состоянию I. Интенсивность этих полос уменьшается с

понижением температуры. В интервале температур $250-235 \text{ K}$ появляется перегиб $\sim 300 \text{ см}^{-1}$ у полосы 261 см^{-1} и поглощение $\sim 215 \text{ см}^{-1}$, их интенсивность растет с понижением температуры. При 130 K в проявляются полосы 297 и 214 см^{-1} , соответствующие НС состоянию. Зависимость D от температуры полосы 191 см^{-1} образует петлю гистерезиса, которая по форме близка к гистерезису $\mu_{эфф}(T)$. Для II также наблюдается прямой и обратный спиновый переход при изменении температуры, но спектроскопическая картина в области $330-310 \text{ см}^{-1}$ усложняется перекрыванием полос $\nu(Fe-N)$ с $\nu_4(ReO_4^-)$.

ДИАГНОСТИКА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ГРУПП КОМПОЗИЦИОННЫХ УГЛЕРОД- И УГЛЕРОД-ФТОРУГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ

Шелудякова Л.А., Левченко Л.М., Митькин В.Н.

*Учреждение Российской академии наук
Институт неорганической химии им. А. В. Николаева СО РАН,
проспект Академика Лаврентьева, 3, Новосибирск 630090 (Россия),
e-mail: lshel@che.nsk.su*

Получение сорбентов с заданными свойствами на основе композиционных углеродных и фторуглеродных материалов предполагает получение гидрофильной поверхности, которая образуется либо в процессе окисления углеродных материалов, либо в процессе гидролиза фторуглеродных материалов.

В состав окисленных углеродных матриц входит до 5% кислорода с образованием на поверхности различных О-содержащих функциональных групп, карбоксилов, фенолов, карбониллов, лактонов и др.

Для идентификации поверхностных функциональных групп одним из важных методов является ИК-спектроскопия. Современные ИК-Фурье спектрометры расширяют возможности обычного анализа в сторону уменьшения предельно-обнаруживаемых количеств вещества, улучшения качества спектров, полученных от образцов со слабым пропусканием ($T < 1\%$), усиления слабых полос поглощения. Разработаны методики получения ИК-спектров «неудобных» материалов к которым относятся углерод и углерод-фторуглеродные композиты. Это позволило провести идентификацию поверхностных функциональных групп, образующихся в процессе окисления, гидролиза и модификации углеродсодержащих материалов.

Были исследованы серии наноуглеродных и фторуглеродных модифицированных сорбентов НУМС-О, НУМС-Sb, НУМС-Sb-Na, ФС-ОН, ФС-ОН-Sb, ФС-ОН-Sb-Na, ФУКМ-ОН, ФУКМ-ОН-Sb, ФУКМ-ОН-Sb-Na, ТРГ-О, ТРГ-АА, ТРГ-АА-Na (исходные, окисленные, гидролизованные, модифицированные сурьмяной кислотой, после сорбции натрия).

Для оптимизации способа получения сорбентов селективных по щелочным и щелочно-земельным металлам были изучены ИК-спектры модифицированных сурьмяной кислотой НУМС, ФУКМ-ОН при различной температуре и времени термообработки (100-400 °С; 1-4 часов) и сделаны выводы об изменениях происходящих на углеродной поверхности.

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ЭДС С ТВЕРДЫМ ЭЛЕКТРОЛИТОМ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОСТАВА И ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТРОЙНЫХ ХАЛЬКОГЕНИДОВ МЕДИ И СЕРЕБРА

**Бабанлы Н.Б., Машадиева Л.Ф., Мирзоева Р.Дж.,
Шыхыев Ю.М., Бабанлы М.Б.**

*Бакинский Государственный Университет
г. Баку, AZ 1148, ул. З. Халилова, 23, БГУ, babanly_mb@rambler.ru*

В работе обсуждаются вопросы применения твердых суперионных проводников $\text{Cu}_4\text{RbCl}_3\text{I}_2$ и Ag_4RbI_5 в качестве твердого электролита для комплексного изучения фазовых равновесий и термодинамического исследования трехкомпонентных халькогенидов на основе меди и серебра методом ЭДС и приводятся результаты для систем Cu-In(Bi)-Se и Ag-Bi-Se(I) .

Специфическая особенность твердых электролитов состоит в том, что в них проводимость осуществляется посредством ионов одного элемента, причем строго определенного заряда. Это, в отличие от метода ЭДС с жидким электролитом, дает возможность непосредственно измерить активность металла в многокомпонентном сплаве независимо от того, является он менее благородным металлом системы или нет.

Измерения ЭДС составленных концентрационных цепей типа



проводили компенсационным методом в интервале температур 300-430 К. Правыми электродами служили равновесные сплавы вышеуказанных систем.

Полученные результаты показали высокую чувствительность метода ЭДС с твердым электролитом к изменениям фазового состава гетерогенных сплавов и химического состава отдельных фаз. Это позволило контролировать диаграмму твердофазовых равновесий и определить области гомогенности промежуточных фаз. Установлено, что в системах Cu(Ag)-Bi-Se области гомогенности тройных соединений CuBiSe_2 , Cu_3BiSe_3 , CuBi_3Se_5 и AgBiSe_2 не превышают 0,5-1 мол%. В то же время соединения CuIn_3Se_5 , CuInSe_2 , AgBi_{17} и Ag_2BiI_5 являются нестехиометрическими фазами и имеют широкие области гомогенности по разрезам $\text{Cu}_2\text{Se-In}_2\text{Se}_3$ и AgI-BiI_3 , соответственно.

Результаты измерения ЭДС также позволили вычислить парциальные термодинамические функции меди и серебра в сплавах и стандартные интегральные термодинамические функции вышеуказанных тройных соединений.

ИК-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЯ В ПРОЦЕССЕ СОРБЦИИ ПЛАТИНЫ ТИОКАРБОМОИЛИРОВАННЫМ ПОЛИСИЛОКСАНОМ

Голуб А.Я., Неудачина Л.К., Ятлук Ю.Г.*, Корякова О.В.*

Уральский государственный университет,
620083, Россия, г. Екатеринбург, пр. Ленина, 51, alegolub@yandex.ru

*Институт органического синтеза УрО РАН, Екатеринбург

Впервые полученный в Институте органического синтеза УрО РАН золь-гель методом тиокарбомоилированный полисилоксан (ПСХМТ), способен количественно сорбировать платину [1]. Сорбционный процесс на комплексообразующих сорбентах может протекать как по ионообменному, так и по комплексообразовательному механизму. ИК-спектроскопия позволяет получить сведения о взаимодействии функциональных групп сорбента с сорбатом и, следовательно, предположить механизм сорбции.

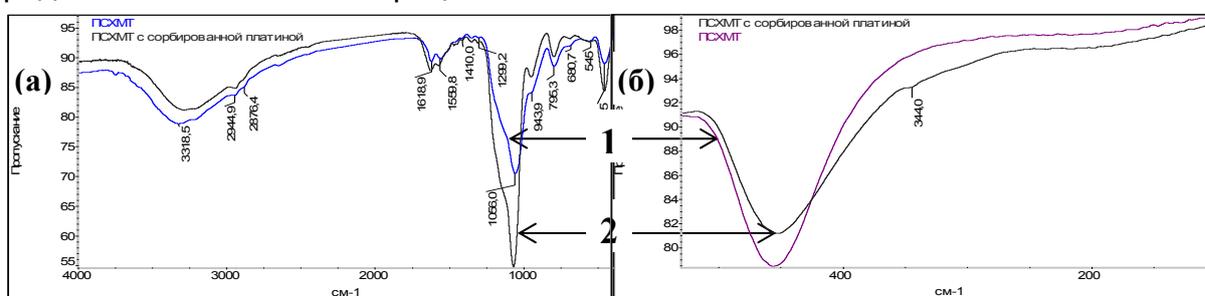


Рис. 1. Спектры ПСХМТ до (1) и после (2) сорбции платины в средней (а) и дальней (б) ИК-областях.

Тиокарбамидная группа вследствие таутомерии является амбидентатным лигандом. При образовании Pt-S следует ожидать уменьшения частоты $\nu(\text{CS})$ при одновременном увеличении частоты $\nu(\text{CN})$. Однако в случае полисилоксанов характеристические полосы при 1250 и 1080 cm^{-1} [$\nu(\text{C-N}) + \nu(\text{C=S})$] перекрываются с полосой $\nu(\text{Si-O-Si})$ (рис. 1^а), полоса $\nu(\text{C=S})$ – с полосой колебаний связи Si-C (795,3 cm^{-1}). В целом, спектры ПСХМТ в среднем ИК-диапазоне до и после сорбции практически не отличаются (рис. 1^а), что не позволяет сделать однозначный вывод о координации платины. В дальней ИК-области (рис. 1^б) наблюдается слабый максимум при 344 cm^{-1} , который в литературе относят к колебаниям Pt-S (связь Pt-N проявляется в более низкочастотной области). Исследование показало, что интенсивность поглощения при 344 cm^{-1} увеличивается с ростом концентрации сорбированной платины.

Таким образом, можно предположить комплексообразовательный механизм сорбции с координацией платины к тиомочевинной группе через атом серы. Вместе с тем, ионный обмен с протонированными аминогруппами сорбента исключить нельзя.

1. Голуб А.Я., Неудачина Л.К., Ятлук Ю.Г., Бердюгин Ю.А. // Сорбционные и хроматографические процессы. 2006. Т. 6. Вып. 6. С. 1151–1156.

ЭЛЕКТРОННАЯ И АТОМНО–СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ В ИССЛЕДОВАНИИ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ИОНООБМЕННЫХ МЕМБРАН

Зайченко Н.А., Васильева В.И., Григорчук О.В., Гречкина М.В.

*Воронежский государственный университет, 394006, г. Воронеж,
Университетская пл., 1, e-mail: auctoritas2@yandex.ru*

Оценка состояния поверхности ионообменных мембран имеет важное практическое значение, так как позволяет выявить влияние гомогенности или гетерогенности их поверхности на процессы переноса ионов и молекул в мембранных системах.

В работе проведено комплексное исследование морфологии поверхности ионообменных мембран методами сканирующей электронной микроскопии и атомной силовой микроскопии.

Исследования проводили методами: 1) атомно–силовой микроскопии (АСМ) с помощью сканирующего зондового микроскопа корпорации NT-MDT модели Solver P47 Pro (Россия, г. Зеленоград) в полуконтактном режиме на сухих образцах; 2) сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), микроскоп модели JSM-6380 LV (Япония) с напылением золотом на сухих, элементный состав определяли с использованием системы микроанализа INCA (Oxford Instruments, Великобритания).

Визуализированы различия в структуре поверхности гомогенных и гетерогенных мембран, исходных коммерческих, образцов после кондиционирования и подвергшихся эксплуатации при высокоинтенсивных токовых режимах методом СЭМ. Установлено увеличение размеров и доли проводящих участков поверхности у образцов после кондиционирования по сравнению с исходными. Для мембраны МА-41И, характеризующейся наибольшим значением незкранированной полиэтиленом поверхности, ее величина возросла почти в два раза и в набухшем состоянии составляла $0,30 \pm 0,01$.

Для исследуемых гетерогенных мембран после кондиционирования и токо–температурного воздействия установлен более выраженный микрорельеф поверхности по сравнению с исходными коммерческими образцами. Максимальное значение фактора шероховатости поверхности составило 1,12 для анионообменной мембраны МА-40 после воздействия повышенной температуры и тока.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект 09.03.97567р_центр_а. АСМ–изображения получены в ЦКПНО ВГУ.

ЭКЗОЭМИССИЯ – МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ЭЛЕКТРОННЫХ СВОЙСТВ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Крылова И.В.

*Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова,
Химический факультет. 119992 ГСП-2 Москва, Ленинские горы, д.1, стр. 3.
E-mail: Krylova@kge.msu.ru*

Экзоэмиссия (ЭЭ)-низкотемпературная(4-700 К) нестационарная эмиссия электронов и ионов происходит в результате механических (термомеханических), радиационных или физикохимических воздействий на металлы, полупроводники и диэлектрики. После окончания воздействий происходит послеэмиссия, затухающая во времени, а при последующем нагревании в линейном режиме – термостимулированная эмиссия.

Ввиду малых токов ($\approx 10^{-17}$ А) ЭЭ регистрируют в режиме счета импульсов газопоточным счетчиком Гейгера или в вакууме – вторично-электронным умножителем, что обеспечивает высокую чувствительность метода. Методы экзоэмиссии применялись нами для исследования электронных свойств поверхности в ходе физикохимических превращений (адсорбции, окисления, питтинговой коррозии нержавеющей сталей специального назначения, гетерогенно-каталитических реакций), термоциклических нагрузок, действия излучений. С целью оптимизации технологии изготовления исследовалась ЭЭ с конструкционных материалов космической техники (терморегулирующих, теплоизолирующих и жаростойких покрытий). Изучали ТСЭ с полупроводников (Si) и ВТСП для определения температуры структурных переходов на поверхности в условиях эксплуатации. В данной работе излагаются результаты регистрации ЭЭ, сопровождающей процессы самоорганизации нанокристаллического гидроксиапатита $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. В результате термоциклирования ($T=20$ - 360 °С) и последующего хранения образцов при 20 °С происходят процессы самоорганизации, приводящие к разделению зарядов с образованием на поверхности отрицательно заряженного слоя. Возникший заряд длительно сохраняется и при высокой температуре (350 °) и спадает в ходе охлаждения в температурной области структурного перехода при 225 °С, когда происходит переориентация диполей OH^- относительно Ca^{2+} -каналов. Для образцов прокаленных при $T > 800$ °С с укрупненными кристаллами устойчивый электрет не образуются.

ГЕОМЕТРИЧЕСКИЕ И ЭЛЕКТРОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ 6-АМИНОПЕНИЦИЛЛАНОВОЙ КИСЛОТЫ И ЕЁ АЦЕТИЛПРОИЗВОДНОГО

Омарова Р.А., Бошкаева А.К.

*Казахский национальный медицинский университет им. С.Д. Асфендиярова,
Республика Казахстан, г. Алматы, 050012, ул. Толе би, 86,
E-mail: kenes65@mail.ru*

Изыскание новых лекарственных препаратов, обладающих преимущественным антибиотическим действием в сравнении с известными, является одной из актуальных задач фармации. В качестве препаратов первого выбора в этом направлении следует признать беталактамы, которые являются наиболее активными в отношении типичных бактериальных патогенов. Это связано с тем, что антибиотики пенициллиновой группы являются специфическими ингибиторами биосинтеза клеточной стенки, а избирательность их действия на бактериальную клетку определяется некоторыми особенностями строения клеточной стенки бактерий по сравнению с животной клеткой. Для целенаправленного синтеза новых соединений на основе беталактамов и применения новых вариантов скрининга с целью установления их антибиотического действия в настоящее время применяют методы, позволяющие определять зависимость между химической структурой и биологическим действием. Наиболее перспективными методами, позволяющими выполнять указанную задачу, являются расчетные методы квантовой химии.

Целью настоящего исследования явился расчет геометрических и электронных параметров 6-аминопенициллановой кислоты (6-АПК) и её ацилпроизводного, когда в случае ацилирующего агента использована молекула фосгена, квантово-химическим методом PM3 в полуэмпирическом приближении, входящим в программный комплекс MOPAC шестой версии. В модельных формах указанных объектов рассчитаны межатомные расстояния, валентные и торсионные углы, первый потенциал ионизации, зарядовые характеристики на атомах, заселенности атомных орбиталей и энергии высшей занятой и нижней свободной молекулярных орбиталей. Показано, что в процессе взаимодействия 6-АПК с молекулой фосгена происходит заметное изменение параметров геометрического и электронного строения, а также изменение реакционной способности модельной молекулы в целом.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ЛЮМИНОФОРОВ МЕТОДОМ ЭПР

Салкин Д.А., Зюзин А.М.

Мордовский государственный университет имени Н.П. Огарева,
г. Саранск, ул. Большевистская, д.68, 430005, brudosd@mail.ru

В настоящей работе изучалась возможность определения состава некоторых промышленных люминофоров методом ЭПР. Оптически активные ионы активаторов в анализируемых люминофорах обладают парамагнитными свойствами и дают характерные линии поглощения в спектре ЭПР. При этом в зависимости от матрицы люминофора, в которой находится парамагнитный центр возможно различное действие кристаллических полей. В таблице 1 приведены параметры обнаруженных сигналов ЭПР исследуемых люминофоров.

Таблица 1

Химический состав	Марка	g	ΔH , G
$\text{Ca}_5\text{P}_3\text{O}_{12}(\text{F},\text{Cl}):\text{Sb},\text{Mn}$	ФЛ 580-3500-1 п.320	2,02	797
$(\text{Sr},\text{Ba})_4(\text{PO}_4)_2\text{Cl}_2:\text{Eu}$	ФЛ447 п.4	2,06; 2,92; 4,07; 6,55; 27,2	1197; 671; 559; 578; 369
$(\text{Ba},\text{Eu})\text{Mg}_2\text{Al}_{16}\text{O}_{27}$	Л47 п.23	2,07; 4,86; 7,15	244; 411; 482
$\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}$	Л49 п.19	2,015	93

В люминофоре $\text{Ca}_5\text{P}_3\text{O}_{12}(\text{F},\text{Cl}):\text{Sb},\text{Mn}$ сигнал ЭПР обусловлен ионами Mn^{2+} . Спектр ЭПР в люминофорах $(\text{Sr},\text{Ba})_4(\text{PO}_4)_2\text{Cl}_2:\text{Eu}$ и $(\text{Ba},\text{Eu})\text{Mg}_2\text{Al}_{16}\text{O}_{27}$ связан с ионами европия в двухвалентном состоянии. Сложную структуру спектра можно объяснить расщеплением энергетических уровней в результате действия внутрикристаллического поля в нулевом внешнем магнитном поле, а также разными кристаллографическими позициями иона Eu^{2+} в матрице. В Y_2O_3 ионы европия находятся в трехвалентном состоянии. Полный механический момент иона Eu^{3+} равен нулю, поэтому сигнал в спектре ЭПР с $g \gg 2$ может наблюдаться только при наличии неполной компенсации механического момента во внутрикристаллическом поле. Линии обнаруженные для $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}$ вблизи $g \approx 2$ скорее всего связаны с ионами европия в двухвалентном состоянии (постоянная $\text{СТС } A = 1,88 \cdot 10^{-3} \text{ см}^{-1}$).

В работе делается вывод о возможности применения метода ЭПР как для определения химического состава однородного люминофора, так и для определения состава смеси люминофоров.

О СПЕКТРАХ ПОГЛОЩЕНИЯ ПЛЕНОК ПОЛИВИНИЛОВОГО СПИРТА В ИНФРАКРАСНОЙ ОБЛАСТИ СПЕКТРА

Стукалова А.С.

*Дальневосточный государственный гуманитарный университет,
г. Хабаровск, ул. Карла-Маркса, 68, stukalovaanna@mail.ru*

Исследование физико-химической структуры как самого поливинилового спирта (ПВС), так и ПВС с различными примесями является актуальным, поскольку полимер имеет широкий спектр практического применения и является уникальной матрицей для разнообразных фоточувствительных композиций. Функциональные и различные органические группы в ПВС интенсивно поглощают в инфракрасном (ИК) диапазоне спектра, поэтому метод ИК-спектроскопии, используемый в настоящей работе, может помочь оценить структуру и состояние не только полимера, но и органических добавок, в частности красителей ксантенового ряда.

Были получены ИК-спектры поглощения поливинилового спирта разных марок, осуществлена подробная интерпретация выявленных полос поглощения. Анализ полученных результатов показал различие в содержании некоторых примесных и дефектных групп разных полимеров. Таким образом, по ИК-спектрам поглощения можно однозначно идентифицировать марку ПВС. Также автором была выявлена зависимость оптических свойств полимерных пленок, а, следовательно, их состава, от условий хранения и обработки (влажность, тепловое воздействие, ультрафиолетовое (УФ) и рентгеновское облучение). Полученные экспериментальные результаты позволяют прогнозировать физико-химические свойства и поведение поливинилового спирта в разных условиях эксплуатации.

Кроме того, были исследованы ИК спектры поглощения пленок ПВС разных марок, содержащих красители ксантенового ряда, рассмотрено влияние на данную систему УФ облучения и термообработок. Оптические свойства красителей ксантенового ряда достаточно хорошо исследованы в области 400-650 нм, в то время как в ИК области поглощение композиций ПВС-краситель практически не изучено. Результаты эксперимента показали, что различия в свойствах матрицы не повлияло на положение полос поглощения красителя, однако облучение интегральным УФ светом привело к уменьшению интенсивности его полос поглощения. Последующий прогрев системы частично восстанавливал разрушенные центры поглощения. Предполагается дальнейшее исследование этого вопроса.

ЭМР, ИК ИССЛЕДОВАНИЯ ПЛЕНОК ПОЛИЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ С НАНОЧАСТИЦАМИ МАГНЕТИТА

Фараджев Ч.Р., Масимов Э.А., Исмаилов Э.Г.*

*Бакинский государственный университет,
AZ 1000, г. Баку, ул. Захида Халилова, 23*

**Институт нефтехимических процессов НАН Азербайджана, г. Баку*

e-mail: ariavarta.68@mail.ru

Сочетанием методов ЭМР и ИК спектроскопии исследованы пленки полиэтиленгликоля (ПЭГ) с молекулярной массой 600 и 1500, содержащие наночастицы магнетита различной концентрации от 0.5 до 7.0 %мас. Получение магнитных наночастиц оксидов железа (Fe_3O_4 и Fe_2O_3) в оболочке из ПЭГ весьма привлекательно с точки зрения биомедицинских приложений: получения контрастных сред для магнитно-резонансной томографии и терапевтических средств диагностики и профилактики раковых заболеваний.

В представленном сообщении приводятся результаты исследования температурной и концентрационной зависимости магнитно-резонансных сигналов пленок ПЭГ, содержащих частицы магнетита. Изучено распределение наночастиц магнетита от их концентрации и условий приготовления пленок. По ИК спектрам охарактеризована природа химической связи частиц магнетита с полимерной матрицей. Обнаружено, что полоса при 600 см^{-1} , характерная для связи Fe-O в Fe_3O_4 , расщепляется на два пика при 640 и 590 см^{-1} для магнетита в пленке.

По ЭМР спектрам были оценены размеры частиц магнетита, которые менялись в зависимости от условий проведения экспериментов в пределах $\sim 3\div 22$ нм.

Экспериментальные спектры ЭМР при комнатной температуре представляли собой слегка асимметричные одиночные линии с эффективным g-фактором $\sim 2.16-2.31$ и шириной 750-1350 Гс. Температурное поведение спектра ЭМР было характерно для суперпарамагнитных частиц оксидов железа.

Исследованные зависимости ширины линий от концентрации магнетита в пленке показали, что для образцов с предельно низким содержанием магнитных частиц значение ширины линий составляет ~ 700 Гс и мало отличается от соответствующей величины в жидкой фазе. С увеличением концентрации магнитных частиц пленки ширина линий стремится к предельному значению.

СЕКЦИЯ 5. Методы определения дисперсности и текстурных характеристик

ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА И ПОРИСТОЙ СТРУКТУРЫ САПРОПЕЛЕВЫХ СОРБЕНТОВ

Адеева Л.Н., Коваленко Т.А., Кривонос О.И.*, Плаксин Г.В.*

Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского,
г. Омск, пр. Мира, 55А, E-mail: kovalenko_85@list.ru

*Институт проблем переработки углеводов СО РАН, г. Омск

Получены сорбенты из сапропелей Омской области, представляющие собой карбонизаты, синтезированные в интервале температур 500–1000 °С и активированные водяным паром продукты. В данной работе методами химического, рентгеноструктурного анализа, ИК-спектроскопии, дериватографии, адсорбции, ртутной порометрии, электронной микроскопии изучены состав, текстурные характеристики и физико-химические свойства сорбентов, полученных из сапропелей с различным содержанием органических и минеральных веществ.

Данные рентгенофазового анализа сапропелевых сорбентов свидетельствуют о наличии в их составе кварца, смеси алюмосиликатов, аморфных фаз углерода и диоксида кремния. В составе алюмосиликатов обнаружен анортотлаз и санидин.

В ИК-спектрах продуктов пиролиза сапропелей наблюдается несколько полос, которые были использованы для идентификации химической структуры поверхностных групп. В спектрах имеется широкая полоса при 1090 и 1040 см⁻¹, что указывает на присутствие в образцах кремнезема и глинистых материалов. В спектрах также наблюдаются полосы поглощения карбонатов (1430, 870 см⁻¹), сульфатов (1080, 670 см⁻¹). Область ИК-спектра 3700–3100 см⁻¹ характеризует валентные колебания различных типов гидроксильных групп: в этой области идентифицированы силанольные Si – O – H группы (3748, 3652 см⁻¹).

Методами адсорбции и ртутной порометрии установлено распределение пор по размерам и средний радиус пор. Показано, что карбонизованные и активированные продукты представляют собой мезо-, макропористые сорбенты. Для сорбентов, полученных карбонизацией кремнеземистых сапропелей соотношение $V_{\text{мезо}}:V_{\text{макро}} = 1:1,5-1:2$, средний радиус пор 100 нм; для сорбентов, полученных карбонизацией органических сапропелей соотношение $V_{\text{мезо}}:V_{\text{макро}} = 1:3-1:4$, средний радиус пор 1000 нм; для активированных водяным паром сорбентов, полученных из органических сапропелей соотношение $V_{\text{мезо}}:V_{\text{макро}} = 1:3-1:4$, средний радиус пор 700-800 нм.

Углеродминеральные сорбенты с таким составом и пористой структурой могут быть перспективны для адсорбции веществ различной природы.

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ЭФФЕКТА ПЕРЕКЛЮЧЕНИЯ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ В Рb ФТАЛОЦИАНИНЕ

Бадмаева И.А., Алиев В.Ш.

*Институт физики полупроводников СО РАН, г. Новосибирск, 630090,
badmaeva@thermo.isp.nsc.ru*

Металлофталоцианины как органические полупроводники находят широкое применение в производстве газовых сенсоров, нелинейной оптике и молекулярной электронике. Тонкие пленки Рb фталоцианина (РbРс) представляют практический интерес из-за ряда привлекательных свойств: квазиодномерной проводимости и электростимулированного эффекта переключения, связанного с особой структурой РbРс в моноклинной модификации, где молекулы образуют стопки, в которых расстояние между атомами свинца незначительно превышает таковое для металлического свинца. В результате в пленке образуются одномерные каналы проводимости по цепочкам атомов свинца. В свою очередь проводимость каналов зависит от наличия в цепочках точечных дефектов (типа доменных границ). При превышении электрического поля в пленке некоторой величины (10^4 В/см) точечные дефекты начинают двигаться к электродам, где они аннигилируют. Концентрация дефектов резко уменьшается, а электропроводность вдоль цепочек свинца возрастает на 3-8 порядков. Данный эффект ранее наблюдался только на сэндвичевых структурах металл/РbРс/металл. Нами впервые был получен эффект переключения в атомно-силовом микроскопе с проводящими зондами Solver P47H (НТ-МДТ, г. Зеленоград) без существенной модификации поверхности. Это было достигнуто благодаря использованию тонкой (5 нм) пленки алмазоподобного углерода для защиты поверхности РbРс пленки. В экспериментах РbРс пленки толщиной 35-100 нм были нанесены на кремниевые подложки методом вакуумного напыления из эффузионной ячейки. Методом дифракции быстрых электронов исследована кристаллическая структура пленок. Пленки аморфного углерода наносились методом ионного распыления графитовой мишени. Получены топографические и фазовые АСМ-изображения РbРс пленок с и без углеродного слоя. Представлены вольт-амперные характеристики зондового тока для обратимого переключения проводимости в РbРс пленках, покрытых углеродом. Отношение тока в проводящем состоянии к току в слабопроводящем состоянии составило величину $7 \cdot 10^4$.

ТЕКСТУРНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НАНОПОРИСТЫХ УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Головизин В.С., Левченко Л.М.

*Учреждение Российской академии наук
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
просп. Акад. Лаврентьева, 3, Новосибирск 630090, e-mail: inxvlad@che.nsk.su*

Известно, что текстура нанопористого углеродного материала марки «Техносорб» определяется размером частиц исходной сажи, количеством нанесенного пироуглерода и степенью активации. Цель настоящего исследования заключалась в изучении текстурных характеристик, получаемых в процессе окисления нанопористых углеродных материалов.

Из углеродных материалов марки «Техносорб» были изучены три фракции с размерами частиц 0.3-0.7 мм, 1.0-1.2 мм и 1.6 мм. Процесс окисления проводили в печи с автоматической регулировкой температуры и продувкой воздуха со скоростью 15-20 л/мин в течение часа. Диапазон температур изменяли от 200 до 600 °С с шагом 50 °С. Полученные окисленные образцы наноуглеродных модифицированных сорбентов были охарактеризованы по следующим параметрам: объем свободных пор (ОСП), статическая обменная емкость (СОЕ), насыпная и пикнометрическая плотность, химический состав, а также качественный и количественный состав поверхности. ОСП определяли по декану, пикнометрическую плотность по толуолу, СОЕ по NaOH (ГОСТ 20255-74). Состав поверхности исследовали титриметрическим методом Бозма.

На анализаторе удельной поверхности серии СОРБТОМЕТР-М были определены текстурные характеристики НУМС-О (удельная поверхность, объем микропор, объем мезопор, суммарный объем пор, распределение пор по размерам) с помощью традиционного одноточечного БЭТ, многоточечного метода БЭТ и t -метода с использованием газовой смеси из гелия (49,83%) и азота (50,17%).

На основе полученных данных было установлено, что при увеличении температуры и времени окисления в образцах НУМС происходит постепенное увеличение ОСП, что приводит к закономерному повышению удельной поверхности, количества пор большего размера (более 10 нм), статической обменной емкости и уменьшению показателя насыпной плотности. На пикнометрическую плотность процесс модификации влияет незначительно. Массовая доля кислородсодержащих поверхностных функциональных групп увеличивается, максимум приходится на температуру окисления 450 °С. Было установлено, что фракция УМ 1.0-1.2 мм обладает наибольшей удельной поверхностью. Максимальная величина СОЕ и ОСП наблюдается для НУМС-О фракции 1.0-1.2 мм, окисленного в течение 5 часов при $T=450^{\circ}\text{C}$.

ИССЛЕДОВАНИЯ ЗАКОКСОВАННЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ ГИДРОКРЕКИНГА МАЗУТА

**Исмаилов Э.Г., Мартынова Г.С., Ахвердиев Р.Б., Аббасов Я.А.,
Магеррамов М.Дж., Зарбалиев Р.Р., Абад-заде А.Г., Рустамов М.И.**

*Институт нефтехимических процессов НАН Азербайджана
AZ1025, Баку, пр. Ходжалы, 30, тел.факс 99412 490 35 20
e-mail: mammad-maharramov@rambler.ru*

В данной работе предлагаются результаты исследований закоксованных в реакции гидрокрекинга мазута Ni-Mo-содержащих катализаторов методами ЭМР, ЭСДО, ДТА, ДСК и ТГА. Показано, что в спектрах ЭМР закоксованных образцов, проявляются сигналы от двух магнитных центров. Один из них принадлежит парамагнитным коксовым отложениям, второй – никельсодержащим наночастицам катализатора. О наличии двух активных центров, свидетельствует также бимодальный характер экзотермических эффектов на ДТА кривых, соответствующих термическому окислению в атмосфере воздуха коксовых отложений, сформировавшихся в процессе гидрокрекинга. Установлена зависимость интенсивности, ширины и эффективного g-фактора резонансных сигналов от условий проведения опыта. Исследована зависимость интенсивности поглощения от температуры регистрации сигналов ЭМР. Показано, что наблюдаемая зависимость характерна для частиц, проявляющих суперпарамагнитные свойства. Оценен линейный размер магнитных частиц, ~ 5-8 нм – для никельсодержащих и 1,5-2 нм – для коксовых структур предположительно сферической формы. Для образцов, содержащих 2.5% масс. катализатора, наряду с сигналом от коксовых отложений наблюдается сигнал, принадлежащий никельсодержащим наноразмерным магнитным частицам. Снижение температуры до -196 °С вызывает значительное уширение линий и смещение их в сторону меньших значений магнитного поля. Повышение температуры до 290 °С, напротив, смещает резонанс в высокие поля, сигналы при этом становятся уже и симметричнее.

Таким образом, исследования структуры и свойств отработанных катализаторов с никельсодержащими наноразмерными магнитными частицами вместо применения новых специальных катализаторов гидрокрекинга мазута (составляющего около 50 % нативной нефти), позволили предложить новую экологически чистую технологию, сокращающую затраты в связи с использованием в процессе гидрокрекинга промышленных отходов.

СИММЕТРИЯ РЕАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ НАНОТОНКИХ КРИСТАЛЛОВ СЕЛЕНА И СИММЕТРИЯ ИЗГИБНЫХ ЭКСТИНКЦИОННЫХ КОНТУРОВ

Малков В.Б., Пушин В.Г., Стрекаловский В.Н., Малков А.В., Малков О.В.

Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН, г. Екатеринбург, 620219, ул. С. Ковалевской, 22, e-mail: mvb@ihte.uran.ru

Картины изгибных экстинкционных контуров являются характерной деталью электронно-микроскопических изображений нанотонких кристаллов. В ряде случаев картины изгибных контуров обладают той или иной симметрией. Возможно ли применение общезначимого принципа Кюри при исследовании реальной структуры нанотонких кристаллов, обладающих определенной симметрией картин контуров на электронно-микроскопических изображениях?

Методами электронной микроскопии и микродифракции показано, что микроэлектронограммы от симметрично равных участков нанотонких кристаллов гексагонального селена, с картинами изгибных контуров обладающими зеркальной симметрией или асимметричными, соответственно, обладают зеркальной симметрией (рис. 1) или асимметричны. Полученный результат позволяет сделать следующий вывод: в процессе исследований реальной структуры нанотонких кристаллов селена, на электронно-микроскопических изображениях которых присутствуют картины изгибных контуров, обладающие определенной симметрией или асимметричны, возможно применение общезначимого принципа симметрии Кюри для анализа реальной структуры нанотонких кристаллов. Предлагается методика проведения электронно-микроскопических исследований нанотонких кристаллов.

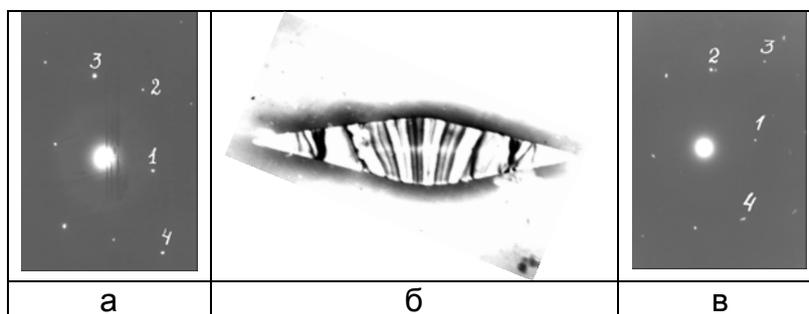


Рис. 1. Микроэлектронограммы (а, в) от симметрично равных участков нанотонкого кристалла с системой изгибных контуров на электронно-микроскопическом изображении, обладающей зеркальной симметрией (б, $\times 10000$).

ОБНАРУЖЕНИЕ ЭФФЕКТА ИЗМЕНЕНИЯ ЗНАКА ВЕКТОРА РАЗОРИЕНТИРОВКИ ПО ПОРЯДКУ ЧЕРЕДОВАНИЯ ИЗГИБНЫХ КОНТУРОВ НА ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОМ ИЗОБРАЖЕНИИ НАНОТОНКОГО КРИСТАЛЛА

Малков В.Б., Пушин В.Г., Стрекаловский В.Н., Малков А.В., Малков О.В.

*Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН,
г. Екатеринбург, 620219, ул. С. Ковалевской, 22, e-mail: mvb@ihte.uran.ru*

В аморфных пленках селена в интервале температур кристаллизации $180 \div 160$ °С растут нанотонкие ромбовидные кристаллы гексагонального селена, решетка которых испытывает неоднородное упругое ротационное искривление вокруг [001], совпадающего по направлению с короткой диагональю ромба. Релаксация искривления решетки в части кристалла приводит к формированию межблочной границы кручения.

Методами просвечивающей электронной микроскопии проведено исследование межблочных границ кручения в нанотонких кристаллах селена. С использованием светлого и темного поля, проводилась операция индирования изгибных контуров, расположенных вдоль межблочных границ кручения, и изучался порядок их взаимного чередования в блоках кристалла. Установлено, что в нанотонких кристаллах селена, формируются межблочные границы кручения двух типов: 1. границы вдоль которых порядок чередования изгибных контуров остается неизменным; 2. границы вдоль которых порядок чередования изгибных контуров изменяется (рис 1).

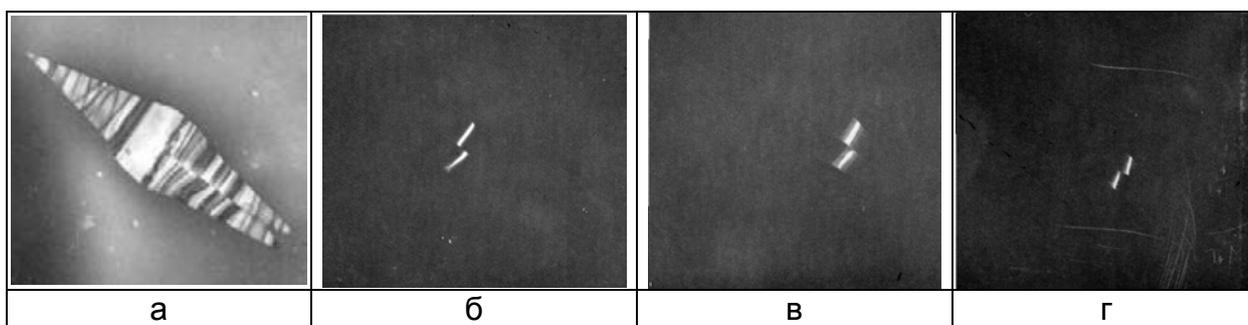


Рис. 1. Светлопольное (а) и темнопольные (б, в, г) – в рефлексах $(\bar{2}0\bar{2})$, (202) , (203) , соответственно, микрофотографии нанотонкого кристалла селена с межблочной границей, вдоль которой изменяется порядок чередования контуров, $\times 10000$.

Анализ данных, полученных при изучении порядка чередования изгибных контуров вдоль межблочных границ кручения в блоках кристаллов, показывает, что изменение взаимного порядка чередования контуров обусловлено эффектом изменения знака вектора разориентировки ω . Итак, исследование порядка взаимного чередования изгибных контуров вдоль межблочной границы кручения, сформировавшейся в нанотонком кристалле, позволяет обнаружить эффект изменения знака разориентировки.

ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АДСОРБЦИИ В ТОНКИХ ПОРИСТЫХ СЛОЯХ

Могильников К.П., Семенова О.И.

*Институт физики полупроводников СО РАН
г. Новосибирск, Пр. Ак. Лаврентьева, 13, ifp@isp.nsc.ru*

Тонкие пористые слои находят все более широкое применение в современной технологии микроэлектроники, катализе, биомедицине. Традиционные методы измерения пористости и распределения пор по размерам в таких слоях не работают из-за слишком малого количества вещества в тонких слоях. Представленный в (1) эллипсометрический метод измерения адсорбции паров летучих жидкостей в тонких пористых слоях дает возможность определить пористую структуру в слое толщиной 1000 Å площадью 3x5 мкм², то есть вес анализируемого вещества составляет всего 10⁻¹² грамм! Измерения проводились в вакуумной камере при ступенчатом увеличении и уменьшении давления для получения изотерм адсорбции и десорбции, которые служат исходными данными для стандартных расчетов распределения пор по размерам. В дальнейшем был предложен аналогичный способ измерения адсорбции паров воды в камере атмосферного давления (2). Наши эксперименты показали, что такие же результаты могут быть получены вообще без использования какой-либо камеры, а прямо в потоке смеси газа-носителя и паров адсорбата, направляемой через специальное сопло непосредственно в зону эллипсометрических измерений. Парциальное давление паров адсорбата при этом задается дозированным смешением потоков чистого газа-носителя и газа-носителя, насыщенного парами адсорбата в барботере. Это позволяет существенно упростить эллипсометрическую установку измерения адсорбции и уменьшить время измерений.

1. M.R. Baklanov, K.P. Mogilnikov, V.G. Polovinkin and F.N. Dultsev. Determination of pore size in thin films films by ellipsometric porosimetry. J. Vac. Sci.& Techn., 18, 3, pp. 1385-1391, 2000.
2. C. Boissiere, D. Grosso, S. Lepoutre, L. Nikole, A.B. Bruneau, C. Sanchez. Porosity and Mechanical Properties of Mesoporous Thin Films Assessed by Environmental Ellipsometric Porosimetry. Langmuir, 21 (26), pp. 12362-12371, 2005.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРИСТЫХ ПЛЕНОК НА ОСНОВЕ СОПОЛИМЕРА ДИВИНИЛБЕНЗОЛ-СТИРОЛ

Николаева О.А., Патрушев Ю.В., Сидельников В.Н.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск, 630090,
пр. Академика Лаврентьева, 5, Nikolga@catalysis.ru*

Материалы на основе ДВБ широко применяются в газовой хроматографии в качестве гранулированных сорбентов. Однако существуют такие области их применения, где необходимо использование не гранулированного сорбента, а пористой пленки полимера. Одной из таких областей является капиллярная газовая хроматография. Для эффективной работы адсорбционных капиллярных колонок требуется равномерное распределение сорбента вдоль колонки, чего не может быть достигнуто при использовании гранул. Несмотря на то, что гранулированные сорбенты на основе дивинилбензола (ДВБ) достаточно подробно изучены, пористые пленки этого же материала до настоящего времени не являлись предметом исследований. В данной работе были рассмотрены свойства и характеристики пористых пленок на основе сополимера дивинилбензол-стирол (ДВБ-СТ).

Функциональные свойства материала были изучены с помощью метода газовой хроматографии. Исследование текстурных характеристик синтезированного вне колонки сорбента показало, что удельная поверхность синтезированного материала, полученная на основе изотермы адсорбции, составила $570 \text{ м}^2/\text{г}$. Распределение пор по размерам установлено методом Баррета-Джойнера-Халенды (ВЖН). Максимальный объем приходится на микропоры (размер менее 2 нм).

Было показано, что использование пленок ДВБ-СТ в качестве сорбентов для капиллярных и экспрессных поликапиллярных газоадсорбционных колонок, позволяет получать высокоэффективные колонки с необходимыми разделительными свойствами. Капиллярные колонки с пористыми пленками в качестве хроматографического материала дают возможность решать широкий спектр задач от разделения легких углеводородов до разделения кислородсодержащих веществ. Особенностью колонок с пористым полимером на основе ДВБ является возможность разделять водные растворы веществ, что является невыполнимой задачей для хроматографических колонок с материалом другой природы.

ПРИМЕНЕНИЕ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА И МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ КАТАЛИЗАТОРОВ НА МИКРО- И НАНОУРОВНЕ

Саланов А.Н., Супрун Е.А., Никулин В.В.

*Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, г. Новосибирск,
пр. Ак. Лаврентьева 5, 630090, Россия, e-mail: salanov@catalysis.ru*

Металлы платиновой группы, благодаря своим уникальным свойствам, широко используются в качестве катализаторов в химической промышленности и в нейтрализаторах выхлопных газов автомобильного транспорта. Хорошо известно, что в ходе протекания каталитических процессов реакционная среда активно взаимодействует с катализатором, в результате изменяется его состав, структура и соответственно активность. Целью данной работы являлось исследование методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС) химического состава и морфологии поверхности массивных металлических катализаторов в виде проволок и поликристаллических фольг родия, палладия и серебра. Химический состав и морфология поверхности образцов были изучены в вакууме, в атмосфере O_2 и в реакционной среде $CO+O_2$ при температурах 500-1500 К. В результате проведенного исследования было установлено, что процессы рекристаллизации, образования-разложения частиц оксидов и формирования кристаллических фасеток определяют химический состав и морфологию поверхности металлических катализаторов. Так, в вакууме с ростом температуры в ходе рекристаллизации поликристаллических образцов наблюдается постепенный рост зерен от ~0.5-1.0 до ~10-50 мкм. В атмосфере O_2 в ходе процессов образования-разложения оксидов Rh_2O_3 , PdO и Ag_2O наблюдается образование при $T \geq 500-600$ К частиц и микрокристаллов оксидов размером 50-500 нм, а при $T \geq 1000-1200$ К металлических кристаллических фасеток, которые покрывают поверхность зерен. В реакционной среде $CO+O_2$ в ходе протекания реакции окисления CO на Pd(poly) при $T \geq 800-900$ К на поверхности микрокристаллов PdO постепенно образуются и растут волокна палладия диаметром ~50-100 нм и длиной до ~1-5 мкм. Волокна постепенно формируют сплошной слой толщиной до 1-5 мкм. При $T \geq 1000-1200$ К на поверхности зерен формируются кристаллические фасетки.

МОДЕЛИРОВАНИЕ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ УЛС

Седельникова О.В., Булушева Л.Г., Гаврилов Н.Н., Окотруб А.В.

*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН,
630090, г. Новосибирск, ул. Лаврентьева, 3*

Несомненным преимуществом полимерных композитов (ПК) является возможность конструирования материала с заданными свойствами, определяющимися структурой и составом компонентов, их взаимным расположением, а также способ приготовления композита. Благодаря своим уникальным свойствам ПК находят широкое применение во многих областях, в частности, при создании покрытий, ослабляющих электромагнитное излучение в широком диапазоне частот. Недавно открытые наноразмерные формы углерода, такие как углерод луковичной структуры (УЛС), представляют собой альтернативу металлическим частицам в составе ПК и позволяют создавать материалы с улучшенными функциональными характеристиками.

УЛС, полученные при отжиге наноалмазов, представляют собой агломераты размером до 100 нм, состоящие из многослойных фуллеренов, покрытых общей графитовой оболочкой. Кроме того, под действием сил Ван-дер-Ваальса и водородных связей между поверхностными функциональными группами УЛС могут объединяться в более крупные агрегаты размером до нескольких микрон. Информация об организации наполнителя в матрице может быть получена из анализа измеренных свойств композита. Электрофизические свойства ПК зависят от степени агломерации и гомогенизации наночастиц в матрице, поэтому, наряду с исходными компонентами метод приготовления образца играет решающую роль.

В данной работе было проведено моделирование диэлектрической проницаемости ПК на основе УЛС, изготовленных методом вальцевания при массовой доле УЛС от 5% до 35%. Структурная организация наполнителя в полистирольной матрице определялась в рамках теории Максвелла-Гарнетта. Было показано, что метод вальцевания позволяет разбить исходные агрегаты УЛС до первичных, при повышении содержания УЛС в композите экспериментальный рост диэлектрической проницаемости можно объяснить началом явления перколяции, т.е. при доле лукович больше 20 мас.% происходит встраивание агрегатов УЛС в линейные цепочки.

МОРФОЛОГИЯ ПОВЕРХНОСТИ И ГРАНИЦЫ ОТРЫВА НАНОСЛОЙНОГО ПОКРЫТИЯ ЗОЛОТА ОТ СТЕКЛЯННОГО СУБСТРАТА

Сидельникова О.Н.*, Саланов А.Н., Серкова А.Н.****

*Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН,
630128, г. Новосибирск, ул. Кутателадзе, 18, olsi@solid.nsc.ru

**Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090, г. Новосибирск, пр. Лаврентьева, 5

В работе приводятся результаты исследования морфологии поверхности покрытия Au толщиной $\sim 50 - 200$ нм (плазменное напыление, установка JFC, Япония) и границ покрытия после отрыва от поверхности кальций-щелочно-силикатного стекла в результате приложения вертикальной статической нагрузки. Основным методом исследования – растровая электронная микроскопия (микроскоп JSM-6460, Япония). Установлено, что при отрыве покрытия Au, нанесенного на гладкую поверхность стекла, образуется граница с минимальными линейными размерами неровностей (< 0.1 мкм, Рис. 1 а). В случае покрытия Au, нанесенного на поверхность стекла, предварительно обработанного методом химического травления, наблюдается неровная граница отрыва, а также островки отрыва покрытия (Рис. 1 б). При отрыве слоя Au, нанесенного на поверхность стекла после стадии поверхностного ионного обмена [1, 2], граница отрыва строго повторяет границы блоков разрушения, формируемых в результате процесса ионного обмена (Рис. 1 с).

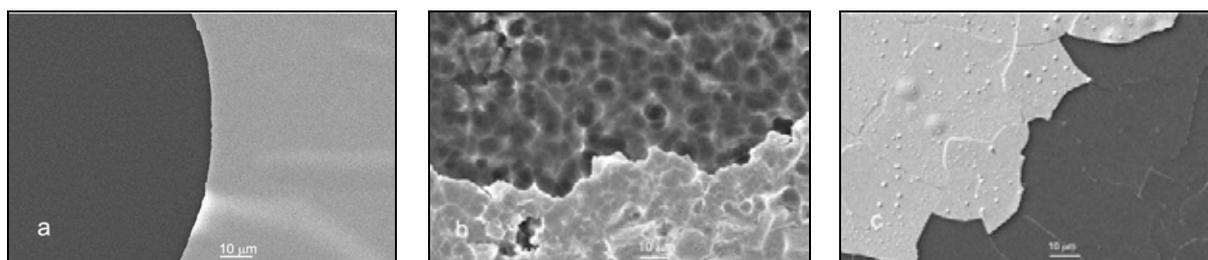


Рис. 1

Наблюдаемый характер отрыва покрытия Au от поверхности стеклянного субстрата свидетельствует о влиянии морфологии поверхности субстрата на локальные особенности равномерности нанесенного покрытия и его адгезионной прочности.

1. Сидельников А.А., Свистунов Д.В., Сидельникова О.Н. Паста для матирования. Патент РФ № 2238919, 2004.
2. Sidelnikova O.N., Salanov A.N. Surface structure of glass surface treated with the new glass frosting paste. *Glass Technology: European Journal of Glass Science and Technology Part A*, August, 2008, v. 49, № 4, p. 179-182.

ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ УГЛЕРОДНЫХ НАНОВОЛОКОН, ВОЗНИКАЮЩИХ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ ПРИ ОТРЫВЕ НАНОСЛОЙНОГО ПОКРЫТИЯ ЗОЛОТА ОТ СТЕКЛЯННОГО СУБСТРАТА

Сидельникова О.Н.*, Саланов А.Н.**, Серкова А.Н.**

*Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН,
630128, г. Новосибирск, ул. Кутателадзе, 18, olsi@solid.nsc.ru

**Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН,
630090, г. Новосибирск, пр. Лаврентьева, 5

Представленные в работе результаты свидетельствуют о возникновении углеродных нановолокон в результате отрыва покрытия Au толщиной ~ 50 – 200 нм (плазменное напыление, установка JFC, Япония) от поверхности кальций-щелочно-силикатного стекла. Основной метод исследования – растровая электронная микроскопия (микроскоп JSM-6460, Япония). Покрытие Au наносилось на гладкую поверхность стекла, а также на предварительно модифицированную поверхность стекла методами химического травления составом, содержащим фтористоводородную кислоту, и поверхностного ионного обмена [1, 2]. Нановолокна углерода формировались после отрыва фрагмента покрытия Au (площадь фрагмента $S \sim 0.1 - 0.5 \text{ см}^2$) в атмосфере воздуха при комнатной температуре (Рис. 1). Методом рентгеновского микроанализа подтверждается углеродный состав нановолокон. Авторы предполагают, что образование нановолокон обусловлено протеканием окислительно-восстановительных реакций с участием каталитически активных наночастиц Au в граничных к отрыву областях поверхности покрытия, в которых в наибольшей степени происходит локализация механических напряжений.

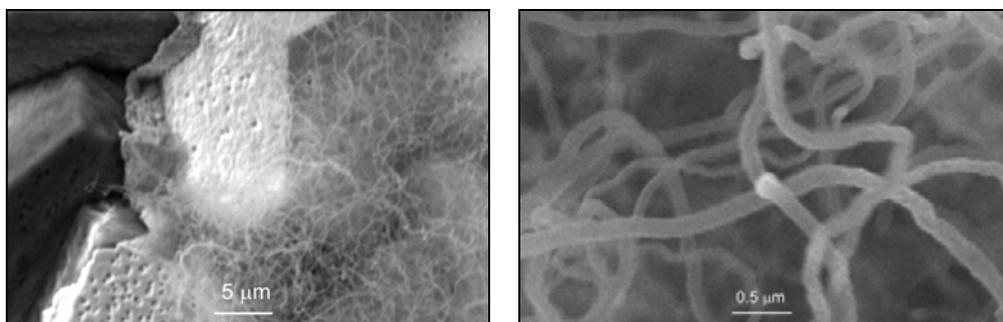


Рис. 1

1. Сидельников А.А., Свистунов Д.В., Сидельникова О.Н. Паста для матирования. Патент РФ № 2238919, 2004.
2. Sidelnikova O.N., Salanov A.N. Surface structure of glass surface treated with the new glass frosting paste. Glass Technology: European Journal of Glass Science and Technology Part A, August, 2008, v. 49, № 4, p. 179 -182.

СТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИМЕР – ЭЛАСТОМЕРНОГО КОМПОЗИТА

Соколова М.Д., Давыдова М.Л., Шадрин Н.В.

*Институт проблем нефти и газа СО РАН, г. Якутск, ул. Автоторожная, 20,
E-mail: NShadrinoff@yandex.ru*

В представляемой работе исследованы свойства и структура композиции на основе смеси несовместимых полимеров: бутадиен-нитрильного каучука с содержанием акрилонитрила $\approx 18\%$ (БНКС-18) и сверхвысокомолекулярного полиэтилена СВМПЭ. В качестве наполнителя, улучшающего взаимодействие двух несовместимых пар полимеров на границе раздела фаз, использован механоактивированный природный алюмосиликат – природный цеолит (месторождение Хонгуруу (Якутия)).

Вследствие своей многокомпонентности, эластомерные композиты представляют собой сложную систему и вопрос исследования структурных свойств данного материала, требует особого внимания. В данной работе, представлена попытка исследования надмолекулярной структуры эластомерного композита с помощью рентгеноструктурного анализа, сканирующей электронной и зондовой микроскопиями. Данные рентгеноструктурного анализа, подтверждаются исследованиями структуры композитов методом электронной и зондовой микроскопии.

В результате электронной микроскопии было установлено, что введение кристаллического полимера приводит к появлению включений фибриллярной формы, проросших из зоны СВМПЭ с образованием различных субчастиц, выступов и впадин (толщина от 15 до 25 мкм), со сглаженными границами раздела. Микрофотографии композиции с активированным цеолитом характеризуются развитыми (более протяженными) межфазными границами перехода, что подтверждает факт более активного выделения СВМПЭ в переходные слои. Эти же данные подтвердились при исследовании на атомно-силовом микроскопе, где было установлено, что микрокристаллы в массе вулканизатов несравненно более мелкие, чем на его поверхности.

ПРИМЕНЕНИЕ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ АНАЛИЗА МОРФОЛОГИИ ДИСПЕРСНЫХ И ВЫСОКОПОРИСТЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ

Соснов Е.А., Малыгин А.А.

*Санкт-Петербургский государственный технологический институт
(Технический университет), г. Санкт-Петербург, Московский пр., 26.*

E-mail: sosnov@lti-gti.ru

Развитие нанотехнологий приводит к появлению целого класса новых материалов, геометрические размеры которых (либо размеры структурных компонентов, их составляющих) находятся в нанометровом диапазоне. Разработка и промышленное внедрение таких продуктов невозможно без обеспечения их контроля по таким параметрами, как геометрические размеры, морфология поверхности, равномерность распределения, например, введенных на поверхность твердофазной матрицы модифицирующих добавок. Для решения указанных задач в настоящее время широко используют атомно-силовую микроскопию (АСМ), обладающую уникальными чувствительностью, разрешающей способностью и широким спектром исследуемых физико-химических характеристик в сочетании с простотой эксплуатации приборного парка.

Однако применение АСМ на практике обычно ограничивается исследованиями либо массивных (размером не менее чем в десятки мкм) объектов, либо наноструктур тем или иным образом закрепленных или сформированных на массивной подложке. В то же время среди наноматериалов имеется значительное количество высокодисперсных и высокопористых продуктов, линейные размеры которых (в том числе размер устьев пор) соизмеримы с размерами острия используемого зонда, что требует совершенствования методических приемов для тестирования таких структур с использованием АСМ.

В настоящем сообщении рассмотрены вопросы пробоподготовки дисперсных наноматериалов для определения их размеров и морфологии, особенности осуществления АСМ-исследований высокопористых наноструктурированных материалов различного генезиса и на примере силикагелей показано влияние морфологических особенностей наноструктуры материала на его сорбционные свойства.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке гранта РФФИ № 08-03-00803.

МОДИФИЦИРОВАНИЕ ПОРОШКОВ ДЕТОНАЦИОННОГО НАНОАЛМАЗА С ЦЕЛЮ УНИФИКАЦИИ ЕГО СВОЙСТВ И ПОСЛЕДУЮЩЕЙ СТАНДАРТИЗАЦИИ

Спицын Б.В., Алексенко А.Е.

*Учреждение Российской академии наук Институт физической химии
и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, 119991 Москва, Ленинский пр., 31
Тел.: +7-495-955-4475; +7-495-955-4433. Факс: +7-495-952-5308
spitsyn@phychе.ac.ru*

Получаемый при взрыве мощных ВВ детонационный наноалмаз (ДНА), со средним размером индивидуальных сферических частиц в 4,2 нм, относится к числу немногих порошковых наноматериалов, производство которых в России и СНГ обеспечено в промышленном масштабе. Однако, являясь фазово-чистым алмазом, ДНА содержит примеси неалмазного углерода и неуглеродные примеси.

В задачу настоящего краткого обзора входит обобщение данных по высокотемпературной обработке образцов ДНА в газах, с целью контролируемого изменения состава поверхности и объема его индивидуальных частиц. При этом становится возможным унификация поверхностного состава и физико-химических свойств ДНА, что является необходимым условием как для его последующей стандартизации, так и для целенаправленного применения в нанокomпозиционных материалах, а также в биологии и медицине.

Литература:

1. Б.В. Спицын. Наноалмаз – для науки и технологии. Вестник РАН, т.73, No 5. 433-435 (2003).
2. B.V. Spitsyn, J.L. Davidson, et al. Inroad to modification of detonation nanodiamond. Diamond and Related Materials. V. 15 (2006) 296-299.
3. Б.В. Спицын, А.Е. Алексенко, С.А. Денисов, А.Г. Чопурова и др. Функционализация частиц детонационного наноалмаза. В: Современные проблемы физической химии наноматериалов. Изд. группа «Граница». М. 2008. СС. 178-185.

ОПТИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИСПЕРСНОСТИ СУБМИКРОННЫХ АЭРОЗОЛЕЙ

Титов С.С., Павленко А.А., Кудряшова О.Б., Архипов В.А.

ИПХЭТ СО РАН, г. Бийск, turist.85@mail.ru

Для исследования дисперсных параметров субмикронных аэрозолей в динамике применяют обратные оптические методы. В работе предлагается использовать модифицированный метод спектральной прозрачности. Блок-схема измерительного комплекса приведена на рисунке 1.

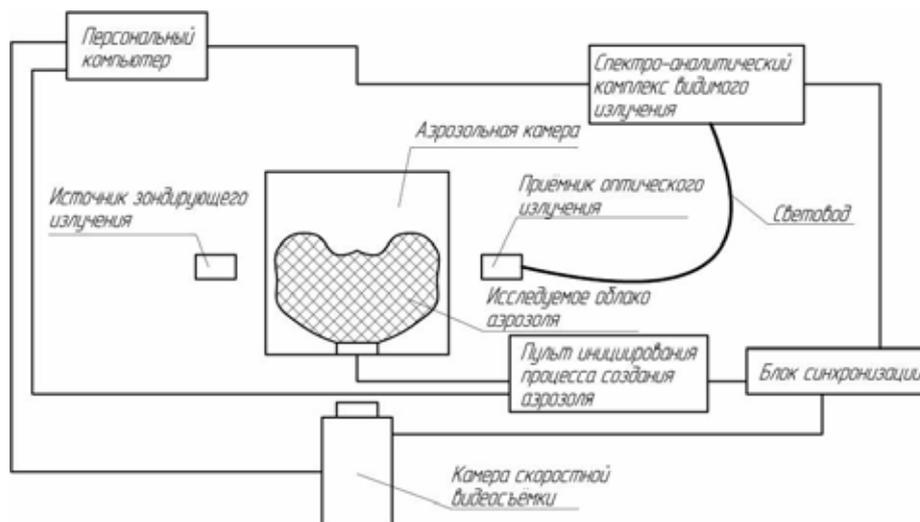


Рисунок 1 – Блок схема измерительного комплекса

Для измерения скоростных и геометрических характеристик облака аэрозоля применяется метод визуализации (скоростная видеосъемка и лазерная сетка).

Для метода спектральной прозрачности найдено корректное аналитическое решение лишь для частных случаев, а в общем случае такая задача не решена. Модификация метода спектральной прозрачности, предложенная в работе, заключается в следующем. Значения коэффициента спектрального поглощения, рассчитанные по формуле

$$\tau_{\lambda} = \frac{\pi C_n l^{\infty}}{4} \int_0^{\infty} Q\left(\frac{\pi D}{\lambda}, m\right) D^2 f(D) dD,$$

где $f(D) = aD^{\alpha} \exp(-bD)$ – гамма-распределение, сравниваются с измеренными значениями τ_{λ} для нескольких длин волн в оптическом диапазоне (0,4...1,1 мкм).

Путем организации итерационного вычислительного процесса с использованием точных формул теории Ми подбираются наиболее подходящие коэффициенты α и b функции распределения, минимизирующие разницу между набором расчетных и измеренных значений τ_{λ} . Диапазон размеров частиц в предложенном методе

определяется условием $\frac{\pi D}{\lambda} \sim 1$ и спектральным диапазоном используемой регистрирующей аппаратуры; он составляет от 10 нм до 30 мкм.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИСПЕРСНЫХ И ТЕКСТУРНЫХ СВОЙСТВ МИНЕРАЛЬНЫХ НАПОЛНИТЕЛЕЙ ПОЛИПРОПИЛЕНА

Трофимова А.С., Мартынова И.А.

НТЦ ООО «Томскнефтехим», г. Томск, Кузовлевский тр-т, 2, стр. 202
Raksha64@mail.ru

Дисперсные свойства минеральных наполнителей полипропилена (талька, мела, волластонита и слюды) определяли методом низкотемпературной адсорбции азота на анализаторе удельной поверхности «Сорботметр-М» различными методами. Методика эксперимента заключалась в следующем: через адсорбер с размещенным в нем исследуемым образцом пропускали стационарный поток газовой гелий-азотной смеси с заданным составом и определяли объем газа-адсорбата. Для каждого вида минерального наполнителя необходимо проводить экспериментальный подбор условий тренировки и испытаний образцов. Результаты испытаний промышленного талька ТПМ-1 представлены в таблице.

Таблица – Определение условий тренировки и испытания образца талька ТПМ-1 на анализаторе удельной поверхности «Сорботметр-М»

Давление, мм. рт. ст.	Условия тренировки образца		Температура десорбции, °С	Удельная поверхность, м ² /г
	Температура, °С	Время, мин		
695	150	30	-50	9,115
695	150	90	-50	9,975
695	150	180	-50	10,07
695	250	180	-50	11,14
783	250	180	-50	8,892
783	290	180	-50	9,188
783	290	120	-50	7,155

Из данных таблицы видно, что оптимальными условиями для определения удельной поверхности для тальков являются условия соответствующие максимальному значению удельной поверхности. На основании проведенных исследований разработан стандартизированный метод измерения удельной поверхности тальков.

Текстурные характеристики минеральных наполнителей исследовали с помощью микроскопа «Микромед-2» по методу светлого и темного поля при кратности увеличения 10, 40 и 400 раз. Устройство микроскопа позволяет проводить оценку размеров частиц, количество и форму. В качестве регистратора результатов испытаний применялся цифровой фотоаппарат.

ОЦЕНКА ХАРАКТЕРИСТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ СУСПЕНЗИЙ ДИСПЕРСНОГО УГЛЕРОДА

Филиппева А.А., Раздьяконова Г.И.

*Институт проблем переработки углеводородов СО РАН, г. Омск,
Lacsum@ihcp2.oscsbras.ru*

Дисперсный углерод в разных областях техники используют в виде суспензий или паст. Их ассортимент составляет десятки марок. Физико-химические характеристики дисперсного углерода в них значительно различаются, а их роль в процессах смешения в жидких средах изучена недостаточно. Чтобы исключить необходимость разработки рецептур суспензий с «нуля», затраты на проведение исследований реологических свойств суспензий дисперсного углерода, необходимо знание роли морфологии его частиц в сопротивлении суспензии сдвигу. При описании влияния формы частиц наполнителей на вязкость их суспензий обычно придают им правильные геометрические образы. Их применение к дисперсному углероду не эффективно, поскольку его первичные агрегаты построены из глобулярных частиц, плотность распределения которых в агрегатах не одинакова даже в массе материала одной и той же марки. Целью данного исследования является выявление возможности оценки вязкостных характеристик водных суспензий дисперсного углерода с помощью морфологических параметров агрегатов: размера и анизотрии. Из результатов исследования дисперсного углерода методом просвечивающей электронной микроскопии определен средний размер первичных агрегатов ряда марок и коэффициент анизотричности их агрегатов K_a , рассчитанный как отношение длины агрегата технического углерода к его ширине. Из результатов определения вязкости разбавленных водных суспензий с помощью капиллярной вискозиметрии, графически определена характеристическая вязкость, называемая также предельным числом вязкости $[\eta]$. В данном исследовании рассмотрено раздельное влияние размера и анизотрии агрегатов дисперсного углерода на $[\eta]$.

Установлено, что зависимость $[\eta]$ от K_a в суспензиях дисперсного углерода имеет линейный вид $[\eta] = 50 - 14 \cdot K_a$. Наибольшее влияние на сопротивление течению суспензий оказывают агрегаты технического углерода с формой, приближающейся к сферической ($K_a = 1$). С увеличением длины влияние агрегатов на вязкость суспензий возрастает по уравнению $[\eta] = 0,08 \cdot l_a - 3$. Следовательно, размер агрегатов не является существенным фактором, влияющим на вязкость суспензий дисперсного углерода в воде.

ИЗУЧЕНИЕ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ГЛЮКОНАТА КАЛЬЦИЯ И ЕГО МЕХАНОАКТИВИРОВАННОЙ (НАНОДИСПЕРСНОЙ) ФОРМЫ

Шарафутдинова Д.Р.¹, Ефремов Ю.Я.¹, Ризванов И.Х.¹, Коныгин Г.Н.²,
Рыбин Д.С.³, Стрелков Н.С.³

¹ИОФХ им. А.Е. Арбузова Каз.НЦ РАН, 420088, г. Казань, ул. ак. Арбузова, д.8.

²ФТИ УрО РАН, 420012, г.Ижевск, ул. Кирова, д.132.

³ИГМА, г.Ижевск, ул. Коммунаров, д.221.

e-mail: drsh@iopc.knc.ru.

Кальций относится к группе элементов, обеспечивающих нормальное течение жизнедеятельности организма, поэтому поиск его новых биологически активных форм и модификация старых является актуальной задачей. Ранее было установлено, что механоактивированная нанодисперсная (аморфная) форма глюконата кальция (ГК) является намного более активной, чем его обычная (кристаллическая) форма. Для выявления отличий в составе этих форм нами исследован исходный ГК и его более активная наноформа.

Масс-спектрометрический анализ проводился методом ЭИ и MALDI-TOF на масс-спектрометрах MAT-212 и «DYNAMO». Установлено, что в исходном глюконате кальция содержатся микропримеси глюконовой кислоты и глюколактона. При деструкции исходного ГК наряду с предсказуемым интенсивным пиком m/z 44, (что обусловлено его деструкцией), наблюдалось появление пика m/z 98. Состав этого пика определен как $C_4H_4O_2$. Анализ органической части ГК методом ХИ показал присутствие примеси состава $C_{11}H_{17}O_8$. Сопоставление этих данных и данных MALDI-TOF, где регистрируется интенсивный пик m/z 590, позволило установить, что в исходном ГК имеется примесь соединения образованного присоединением двух молекул фурилового спирта к глюконату кальция с отщеплением двух молекул воды.

При исследовании механоактивированной формы наблюдалось лишь небольшое увеличение интенсивности иона m/z 160, что может быть связано с разрывом части молекул с отщеплением глюконовой кислоты и переходом ее в глюколактон. Температура деструкции наноформы ГК на 20° ниже, чем обычного ГК составляет $180^\circ C$ (деструкция обычного ГК в условиях съемки масс-спектров составляет $200^\circ C$). Следует отметить, при исследовании наноформы ГК методом ИК-спектроскопии выявлен переход ГК при помоле в более активную, но менее стабильную форму. Приводимые масс-спектрометрические данные подтверждают этот переход.

Методом MALDI-TOF показано, что в процессе помола происходит также нарастание интенсивности пиков в области более высоких масс (m/z 700-900). Это может быть связано с присоединением остатков глюконовой кислоты к молекулам глюконата кальция. Других различий в масс-спектрах исходной и механоактивированной формы не наблюдается.

**ПРИМЕНЕНИЕ ТЕКСТУРНОГО АНАЛИЗА ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ
СТРУКТУРЫ НАПОЛНЕННОГО ПОЛИЭТИЛЕНА**

Абраменко Е.А., Минакова Н.Н.

Алтайский государственный университет.

656000 г. Барнаул, пр. Красноармейский, 90. E-mail: wand13@rambler.ru

Основной способ получения новых свойств у полимерных материалов является добавление в их состав нано- и субмикронных порошков. При этом происходит существенное изменение физико-химических свойств полимеров. Так добавление в состав полиэтилены высокого давления металлических наполнителей приводит к изменению такие важных свойств, как электрическая прочность, стойкость к растрескиванию и пр. Стоит отметить, что такого вида материалы широко используются в качестве электрических изоляторов в линиях электропередач. Именно в этой области существенным является набор перечисленных свойств материала.

Сегодня большой интерес представляет собой нахождение параметра, позволяющего связать между собой изображение структуры материала и его физико-химические свойства. Структуру изучаемых материалов можно условно разложить на три фазы – наполнитель, неизменённый полиэтилен и область вокруг частиц наполнителя, которая претерпела структурные изменения из-за близости к активному наполнителю. Размер данной области во многом зависит от степени кристалличности наполнителя. Вследствие этого была выдвинута следующая гипотеза – по имеющимся снимкам поверхности материалов создаётся текстурная карта структуры полимера. Данная карта позволяет выделить участки со схожей структурой. Далее по этой карте рассчитывается значение преобразования Фурье, которое с физической точки зрения даёт информацию о периодичности повторения текстур и их размерах. Полученный параметр может быть принят для анализа как конкретная величина. При этом обнаруживается его связь с некоторыми физическими свойствами объектов. Также его можно рассматривать как спектра. Данная возможность позволяет применять к полученным результатам дополнительные инструменты анализа.

Считается перспективным продолжение развития методов неразрушающего контроля. Полученные результаты говорят о целесообразности применения описанного метода к задачам такого рода.

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕКСТУРЫ БЕНТОНИТОВ МЕСТОРОЖДЕНИЯ ГЫЗЫЛ-ДАРЕ АЗЕРБАЙДЖАНСКОЙ РЕСПУБЛИКИ

Аннагиев М.Х., Мамедов У.А., Иманова Н.А., Мамедова С.Г.

Институт химических проблем им. академика М.Ф. Нагиева

Национальной АН Азербайджана

370143.Az.1143 г. Баку 143, проспект Г. Джавида 29.

E-mail: itpcht@itpcht.ab.az

Определение текстурных свойств катализаторов и адсорбентов в зависимости от различных факторов имеет важное значение при использовании их в различных отраслях народного хозяйства. Исследованы текстурные свойства бентонитовых образцов, взятых из месторождения Гызыл-Даре Азербайджанской Республики. Содержание монтмориллонита в составе исследованных образцов составляет 85%, остальными минералами являются кварц, полевои шпат, кальцит, слюда.

Текстурные свойства исследованных бентонитовых образцов определены по адсорбции паров бензола и воды с применением методов дериватографии и БЭТ.

При определении пористо-структурных характеристик образцов бентонита построены изотермы адсорбции-десорбции паров бензола и воды при температуре 20 °С.

Следует отметить, что характерной особенностью изотермы сорбции на слоистых алюмосиликатах является ее необратимость во всем интервале давлений, так как десорбционные кривые не совпадают с адсорбционной при малых значениях P/Ps. В результате исследования текстурных свойств образцов бентонита было установлено, что монтмориллонитовый минерал, обработанный 20%-ным раствором серной кислоты в течение 4 часов при температуре 80 °С, имеет максимальную величину текстурных свойств по сравнению с не активированным образцом бентонита. Увеличение пористой структурной характеристики образца бентонита, активированного 20% раствором серной кислоты, обусловлено тем, что при кислотной обработке происходит воздействие на структуру монтмориллонита с вымыванием межслоевых обменных катионов. Разработан способ определения текстурных характеристик по адсорбции и десорбции бензола и воды дериватографическим методом. Было установлено, что после активации образцов бентонита растворами серной кислоты возрастают величины пористо-структурных характеристик.

КОМПЬЮТЕРНО-МИКРООПТИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК ДИСПЕРСНОЙ ФАЗЫ В СУСПЕНЗИЯХ

Болатбаев К.Н., Луговицкая Т.Н., Дюйсенбаева А.О.

*Северо-Казахстанский государственный университет,
г. Петропавловск, 153000, ул. Пушкина, 86, tlugovitskaja@mail.ru*

Методы оптической микроскопии, используемые для определения фракционного состава дисперсных систем, линейных размеров и морфологии отдельных частиц в традиционном исполнении являются трудоемкими и недостаточно точными. Путем рационального сопряжения с компьютерными системами произведена модернизация традиционного микрооптического метода, разработаны алгоритм и программные средства для идентификации микрообъектов (считывания), обработки данных и отображения результатов (интегральные и дифференциальные характеристики) в автоматическом режиме.

С использованием электронных преобразователей обеспечено техническое сопряжение микроскопа с персональными ЭВМ, считывание и перенос информации с видеоизображения в систему Windows XP.

В рамках разработанной программы пооперационно решаются следующие задачи:

1. Преобразование изображения.
2. Распознавание отдельных микрообъектов методом непрерывного сканирования, которое позволяет идентифицировать отдельные дисперсии по морфологическим признакам, рассчитать количество частиц дисперсий в единице объема суспензии и произвести их сортировку по классам крупности путем считывания площади в пикселях. Размер в метрических единицах рассчитывается при заданном DPI (Dots Per Inch) с учетом кратностей увеличения электронных преобразователей и объектива микроскопа.
3. Распределение по классам крупности дисперсий осуществляется путем пересчета их количества или же площади на общее количество или же общую площадь дисперсий в единице объема суспензии.

Разработанный метод использовали при анализе дисперсного состава технологических пульп (руд и концентратов), а также при изучении процессов агрегации дисперсий минералов в присутствии флокулянтов и поверхностно-активных диспергаторов.

ИССЛЕДОВАНИЕ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОПОРИСТОЙ СТРУКТУРЫ ПРОДУКТОВ РЕАКЦИИ ОКИСЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ ВОДОЙ

Григоренко А.В., Школьников Е.И., Сидорова Е.В.

*Учреждение Российской Академии Наук
Объединенный институт высоких температур РАН, Москва*

Одно из важных направлений современной физики поверхностных явлений – адсорбции направлено на изучение свойств материалов, размеры пор которых лежат в диапазоне от единиц до сотен нанометров. Интерес к исследованию таких материалов всегда был очень высоким, поскольку они широко применяются в современных технологиях и появляются новые сферы их использования. Данная работа направлена на исследование посредством оригинального и перспективного метода динамической десорбционной порометрии пористых структур и установление возможных корреляций между химическими и физическими факторами, влияющими на нанопористую структуру оксидов алюминия при низкотемпературном окислении.

Проведенное исследование пористой структуры энергоносителей позволило установить предварительные корреляционные зависимости между полученными образцами продуктов реакции активированного Al с водой при различных температурах (30, 50, 70 °С) в свободном объеме при различном процентном содержании эвтектического состава в исходных образцах Al (3, 5, 7, 10% эвтектики Ga(70%) + In(30%)).

Кинетические кривые для всех экспериментов показывают, что чем выше температура и количество эвтектики, тем выше выход водорода и структура пор более глубоко проработана. Эта закономерность соблюдается и для распределений пор по размерам: с ростом температуры происходит увеличение объема пор и сдвиг в область больших радиусов для транспортных пор. Проведено установление корреляций для пористой структуры образцов оксидов алюминия с разным процентным содержанием эвтектики: 3%, 5%, 7%, 10% при температурах 30°, 50° и 70° («низкотемпературное» окисление) посредством разработанной установки на основе метода динамической десорбционной порометрии. Установлено, что структура оксида имеет би- модальный характер. Присутствует характерный пик для всех образцов в области 1,5 нм и пики в области макропор на уровне 0,1 мкм, которые являются транспортными для воды в процессе окисления.

Авторы благодарят сотрудников лаб.210 ИНЭП ОИВТ РАН Е.А. Киселеву и С.А. Тарасову за помощь в приготовлении образцов активированного Al.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗМЕРА И МОРФОЛОГИИ ЧАСТИЦ НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВ ZnO

Громов О.Г., Усманов Р.М., Куншина Г.Б., Беляевский А.Т., Локшин Э.П.

*Институт химии и технологии редких элементов и минерального сырья
Кольского Научного Центра РАН, 184209, Апатиты, Мурманской обл.,
Академгородок, д. 26а. E-mail: kunshina@chemy.kolasc.net.ru*

Растровой электронной микроскопией (SEM LEO-420) и по удельной поверхности (FlowSorb II 2300) определены размер и морфология частиц нанопорошков ZnO, синтезированных методами гидротермальным и осаждения-пиролиза.

При гидротермальном разложении $Zn(OH)_2$ в нейтральной воде образуется порошок ZnO с удельной поверхностью $S = 13.5 \text{ м}^2/\text{г}$ ($d = 80 \text{ нм}$). По данным РЭМ частицы порошка представляют собой 1.5-2-х микронные сфероидные конгломераты, образованные нитками бус длиной 200-800 нм. Бусы таблитчатого типа имеют диаметр 50-150 нм и толщину 25-50 нм. При гидротермальной обработке в щелочной (pH 8) воде образуется порошок с $S = 17 \text{ м}^2/\text{г}$ ($d = 56 \text{ нм}$). По данным РЭМ частицы ZnO иглообразны длиной 2-6 мк и толщиной 200-300 нм. При гидротермальной обработке в щелочной (pH 12) воде образуется порошок с удельной поверхностью $S = 19 \text{ м}^2/\text{г}$ ($d = 56 \text{ нм}$). По данным РЭМ частицы порошка являются сферическими диаметром 100-150 нм.

Метод осаждения-пиролиза предусматривает синтез прекурсора оксида цинка $Zn_4CO_3(OH)_6 \cdot H_2O$ и его термическое разложение при заданной температуре. Установлено, что при 400 °C получается наноразмерный ZnO с удельной поверхностью $20.5 \text{ м}^2/\text{г}$ ($d = 52 \text{ нм}$). По данным РЭМ частицы порошка сферические ($d = 50-60 \text{ нм}$). При 500 °C получается порошкообразный ZnO с удельной поверхностью $17.45 \text{ м}^2/\text{г}$ ($d = 60 \text{ нм}$). По данным РЭМ частицы порошка являются сферическими диаметром 50-150 нм. При 700 °C получается порошкообразный ZnO с удельной поверхностью $7 \text{ м}^2/\text{г}$ ($d = 150 \text{ нм}$). По данным РЭМ частицы порошка являются сферическими диаметром 100-200 нм.

Полученные результаты показали, что более простой способ определения размера частиц нанопорошков ZnO по их удельной поверхности занижает реальное значение и может быть использован для качественной характеристики порошков.

ПОЛУЧЕНИЕ КРИВОЙ НАМАГНИЧИВАНИЯ ДИСПЕРСИИ НАНОЧАСТИЦ МАГНЕТИТА МЕТОДОМ ЯМР

Жерновой А.И., Рудаков Ю.Р.

Санкт-Петербургский государственный технологический институт
(Технический университет), г. Санкт-Петербург, Московский пр., д. 26,
nmr863000@mail.ru

Обычно кривые намагничивания магнитных дисперсий исследуют электромагнитным методом. При этом для совпадения экспериментальной кривой намагничивания с теоретической формулой Ланжевена приходится принять, что в ее начальной части диаметр наночастиц d значительно больше, чем вблизи насыщения. Для определения I методом ЯМР используется связь напряженности магнитного поля H внутри дисперсии и напряженности внешнего поля H_0 : $H = H_0 + KI$, где K – коэффициент, зависящий от размагничивающего фактора образца и константы эффективного поля. Экспериментально намагниченность при известном множителе K можно находить, измерив напряженность поля магнита H_0 без образца и напряженность H с образцом вблизи его поверхности параллельной индукции поля. Напряженность намагничивающего поля H_H можно измерить, установив датчик ЯМР вблизи поверхности образца нормальной индукции внешнего поля. Вследствие малой напряженности и значительной неоднородности полей для их измерения был применен метод нутации. Измерив зависимости H и H_H от H_0 , по зависимости $\Delta = H - H_0$ от $1/H_H$ и намагниченности насыщения исследуемой дисперсии $I_H = 8100$ А/м определили коэффициент K и получили экспериментальную зависимость $I = \Delta/K$ от H_H . Теоретически эта зависимость определяется формулой Ланжевена. Параметр Ланжевена ξ пропорционален H_H : $\xi = \alpha H_H$. На начальном участке кривой намагничивания $\alpha = 3/$, а на конечном участке $I/I_H = 1 - 1/\alpha H_H$. В результате получено, что на начальном и конечном участках кривой намагничивания α имеет практически одинаковые значения $\alpha = 1,6 \cdot 10^{-4}$. Подставляя $\xi = \alpha H_H$ в формулу Ланжевена, получили теоретическую кривую намагничивания, адекватную экспериментальной зависимости. По коэффициенту α можно найти диаметр наночастиц $d = 14$ нм. При использовании электромагнитного метода коэффициент α на начальном и конечном участках кривой намагничивания различается на 80-100 %.

**ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИЗУЧЕНИЯ ПОВЕРХНОСТИ
ЭЛЕКТРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ: ЗОЛОТЫЕ МИКРОАНСАМБЛИ****Захарова Э.А., Носкова Г.Н.***Томский политехнический университет, г. Томск, пр. Ленина, 30
E-mail: tan@mail.tomsknet.ru*

В работе изучали микро/наноэлектроды, осажденные электролизом из растворов Au(III) на твердом композите: сажа (20%) + полиэтилен. СЭМ-изображения показывают, что образующиеся кластеры золота ($r=200-500$ нм) осаждаются на частицах сажи на расстоянии 700-1000 нм и образуют нерегулярный ансамбль золотых микроэлектродов – Au-МЭА. На примере Au-МЭА демонстрируются возможности электрохимических методов в изучении свойств поверхности. 1) Изучение механизма зародышеобразования золота на углеродном композите, а также оценка радиуса частиц и их количества из кривых зависимости ток-время при постоянном потенциале электролиза. 2) Определение реальной поверхности золотого покрытия кулонометрическим методом по площади под катодным пиком восстановления монослоя оксида золота и величины 400 мКл/см^2 для монослоя. 3) Показано, что покрытие поверхности золотом катализирует ок/вос процессы. Это следует из вида циклических ВА при испытании обратимой системы ферро/феррицианид. 4) Применение критериев, развитых в работах R. Compton с сотр., позволяет по виду ВА-кривых восстановления ионов и зависимости от скорости изменения потенциала судить о морфологии поверхности ансамблей и типе диффузии к электроду: линейная, сферическая или смешанная. 5) Из циклических ВА можно оценить значения емкости ДЭС и определить закономерности адсорбции анионов или катионов. На Au-МЭА в области 0...1,0 В (хсэ) порядок адсорбции анионов: $\text{ClO}_4^- \leq \text{NO}_3^- < \text{SO}_4^{2-} < \text{Cl}^-$. 6) При измерении ВА кривых (токи нА) с Au-МЭА в 0,005 М р-рах кислот указанных анионов замечено образование домонослойных оксидов золота в области потенциалов 0,2...0,5 В, что подтверждает работы L. Burke. 7) Показана зависимость аналитических характеристик ВА-определения Fe(III), Cr(VI), NO_2^- от строения поверхности электродов. Показано, что Au-МЭА превосходят сплошные Au электроды равной площади по чувствительности, селективности определения и отношению сигнала к помехе в соответствии с теорией микроансамблей.

Авторы признательны г. Lei Xiao (Оксфордский ун-т) за получение снимков методом сканирующей электронной микроскопии.

ИССЛЕДОВАНИЕ КАТАЛИЗАТОРОВ КРЕКИНГА ГЕТЕРОПОЛИКИСЛОТА/ПРИРОДНЫЙ ЦЕОЛИТ МЕТОДАМИ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

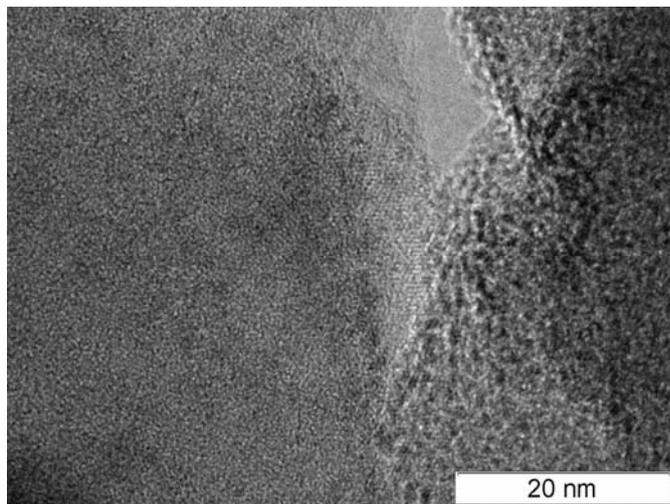
Кадирбеков К.А.*, **Конуспаев С.Р.***, **Нурбаева Р.К.***, **Сарсекова А.Т.***,
Нурлыбаев И.Т.*, **Зайковский В.И.****, **Саланов А.Н.****

**Институт химических наук им. А.Б. Бектурова МОН РК,
Алматы, ул. Уалиханова, 106. E-mail: kkairati@mail.ru*

***Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск*

Уникальные физико-химические свойства гетерополикислот и их солей открывают большие потенциальные возможности для приготовления катализаторов различных нефтехимических процессов с регулируемой кислотностью, дисперсностью модификатора, повышенной термостабильностью. Для катализаторов крекинга с использованием природных цеолитов (или наоборот, ГПК) данный вопрос не исследован.

В настоящей работе с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ) с пространственным разрешением 1 и 10 Å и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе JEM–2010 с ускоряющим напряжением 200 кВ и разрешением 1,4 Å (0,14 нм) изучены дисперсности нанесенных PMo_{12} -ГПК и PW_{12} -ГПК, степень их взаимодействия с цеолитной основой, а также определены текстурные характеристики катализаторов.



Так снимки РЭМ показывают о наличии на поверхности различных неоднородных структур, которые могут привести к взаимодействию с наносимыми ГПК. Данные ПЭМ свидетельствуют о возникновении новых структур на наноуровне (рисунок), которые приводят к увеличению удельной поверхности и росту каталитической активности.

При модифицировании природного цеолита Шанханайского месторождения (клиноптилолита) растворами гетерополикислот поверхность цеолита ($22,1 \text{ м}^2/\text{г}$) увеличивается в несколько раз и достигает площади $257,0 \text{ м}^2/\text{г}$.

ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ МИКРОКРИСТАЛЛОВ, ФОРМИРУЕМЫХ В ТОНКИХ ПЛЁНКАХ Та-О

Колосов В.Ю.^{1,2}, Шалаева Е.В.¹, Швамм К.Л.²

¹Уральский государственный университет, Екатеринбург, пр. Ленина, 51;
Vladimir.Kolosov@usu.ru; ²УрГЭУ, каф. физики и химии, Екатеринбург

Соединения Та-О имеют высокие значениями диэлектрической постоянной k и перспективны для замены используемых соединений SiO_2 , Si_3N_4 [1]. Просвечивающей электронной микроскопией с привлечением метода изгибных экстинкционных контуров исследованы кристаллизуемые участки в первоначально аморфных плёнках системы Та-О, полученных анодированием, пиролизом, электронно-лучевым испарением в вакууме. Метод изгибных контуров [2] использовался для определения величины внутреннего изгиба по расстоянию между контурами в паре (N, рис. 1с, d) и по расстоянию между зонно-осевыми картинками (ЗОК – область пересечения изгибных контуров, где соответствующие плоскости находятся в отражающем положении, см. например, ЗОК $[0\bar{1}1]$, рис. 1). По периоду тонкой структуры (L, рис. 1f) контура определялась глубина прорастания кристалла в плёнку.

В анодированных плёнках Та-О наблюдались вытянутые кристаллы (усы, до нескольких мкм, рис. 1с) гексагональной фазы Ta_2O_5 [3] в сильно текстурированном поликристаллическом окружении (размер зерна $\sim 0,05\text{--}0,2\text{ мкм}$, рис. 1с). Проиндицированы изгибные контуры и определён внутренний изгиб решётки кристаллов и зёрен, достигающий $80^\circ/\text{мкм}$ в кристаллах и $187^\circ/\text{мкм}$ в поликристаллическом зерне. Наибольшее изменение толщины в пределах одного кристалла (рис. 1с, e) составило 26 нм (от 40 до 66 нм, рис. 1, треугольные маркеры). Мелким зёрнам меньшей толщины, (предположительно образовавшимся на поверхности плёнки) соответствует больший внутренний изгиб (рис. 1а). Зависимость соответствует ранее полученной поликристаллах Те в системе Cd-Te [4].

Работа поддержана грантом Минобрнауки №1566.

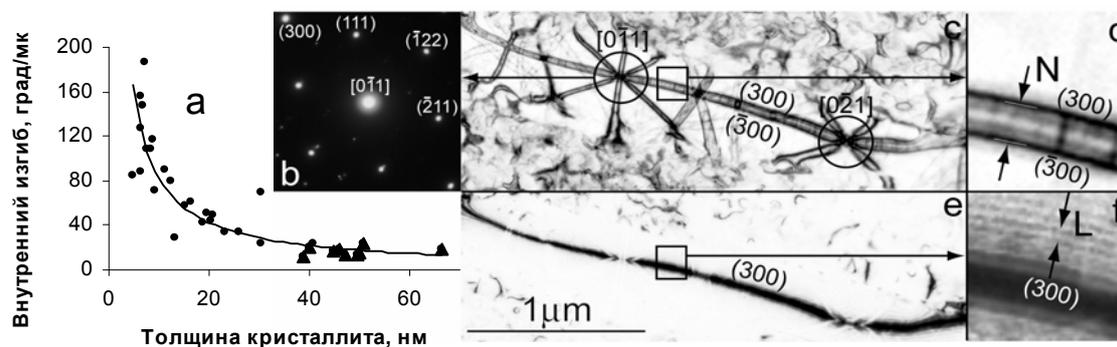


Рис. 1. График зависимости внутреннего изгиба от толщины кристаллита (а), микродифракция от ЗОК (b), светло-(с) и темнопольное (d) изображения кристаллитов, (e, f) - их увеличение.

1. Min K.H., Sinclair R., Park I.S., Kim S.T., Chung U.I., Phil. Mag., 2005, V. 85, N 18.
2. Kolosov V.Yu., Tholen A.R., Acta Mater., 2000, 48, 1829-1840.
3. Harvey J., Wilman H., Acta Cryst. 1961, 14, 1278-1281.
4. Колосов В.Ю., Веретенников Л.М., Старцева Ю.Б., Швамм К.Л., ФТП, 2005, т.39, с. 990-994.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ БИОПОВРЕЖДЕНИЙ ЦЕМЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Кондратьева И.А.¹, Горбушина А.А.², Микушев В.М.¹, Бахтиаров А.В.²,
Галафутник Л.Г.³, Белоусова О.Л.³

¹НИИФ СПбГУ, в. Санкт-Петербург, ул. Ульяновская, 1,

e-mail: ikondratyeva@mail.ru

²СПбГУ, ³ИХС РАН

Методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и порошковой рентгеновской дифракции (РФА) были исследованы биоповреждения цементных материалов. В течение двух лет изучалось поведение собственно цементов в присутствии микроорганизмов, а также проводилось изучение биоповреждений цементных клинкеров (основных составляющих фаз цементных материалов) в течение шести лет.

Было проведено экспериментальное моделирование процесса биоповреждения цементных материалов, протекающего в условиях, предельно приближенных к естественным, возникающих при эксплуатации строительных материалов в воздушной среде. Образцы клинкеров, имеющие сложный химический состав, готовились по стандартной методике в виде кубиков размером 10x10x10 мм. Содержание главных (CaO , SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3) клинкерных компонентов от образца к образцу менялось незначительно, содержание же второстепенных (Na_2O , K_2O , MgO , SO_3 , TiO_2) претерпевало большие изменения. Так, суммарное содержание щелочей менялось от 0.54 до 2.24, магния – от 0.72 до 4.86 вес. %.

Адекватный выбор штаммов грибов являлся одним из ключевых условий для успешного проведения эксперимента. Образцы были покрыты суспензией спор самых широко распространенных в природе грибов с концентрацией 10 млн клеток на 1 мл физиологического раствора. В целях моделирования ускоренной биодegradации в особо агрессивных внешних условиях рост микроскопических грибов на поверхности части цементных образцов стимулировался нанесением органической субстанции. В ходе непрерывного мониторинга за состоянием исследованных образцов постоянно контролировалась корродированность образцов, а рост грибного мицелия на цементных образцах контролировался методами СЭМ и РФА.

СЭМ показала, что с течением времени мицелий нескольких видов плесневых грибов распространяется по поверхности образцов, образуя покрывающую пленку и проникая вглубь материала. РФА продемонстрировал наличие в образцах большого количества кальцита, а также остаточных количеств алита и белита (основных фаз цементного клинкера).

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИСПЕРСНОСТИ И ТЕКСТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ОЗЕРНЫХ САПРОПЕЛЕЙ И ПРИРОДНЫХ ЦЕОЛИТОВ

Николаева Л.А., Давыдова Н.Н.

Институт проблем нефти и газа СО РАН, г. Якутск, brick305@yandex.ru

Наиболее перспективными и экономически выгодными органоминеральными добавками в строительные материалы, а также для мелиоративных целей и для использования в качестве природных сорбентов являются озерные сапропели и природные цеолиты. Как показывает анализ сапропелей различных озер Якутии, их вещественный (органический и минеральный) состав резко отличается от типов озер, также установленным фактом является изменение химического состава вещества при интенсивном механическом воздействии.

Нами проведены исследования по определению дисперсности и текстурных характеристик сапропелей оз. Большая Чабыда, оз. Сугун и природных цеолитов месторождения Хонгуру (Якутия). Механоактивацию проводили на планетарной мельнице АГО-2.

Оценка дисперсности орвано-минеральных наполнителей до и после активации проведена методом рассеивания на вибрационном грохоте «Анализетте-3» фирмы «Fritsch», также на лазерном анализаторе частиц «MicroSizer 201» и на оптическом микроскопе «Olympus BX-41», структурные исследования с помощью ИК-спектроскопии (ИК-Фурье спектрометр «Paganon-1000»). Адсорбционные свойства дисперсных наполнителей – на приборе «СОРБОМЕТР ТМ» (Институт катализа СО РАН, г. Новосибирск) по стандарту ASTM D5816.

Полученные результаты изучения дисперсности наполнителей показывают, что если размер индивидуальных частиц сапропелей и цеолитов до активации составляет >180 мкм, то после обработки в планетарной мельнице он снижается на два порядка.

Изучение текстурных характеристик показывает, что активированным сапропелям и цеолитам соответствуют меньший размер пор, увеличение их количества, более высокая степень заполнения объема пор, по сравнению с неактивированными.

Результаты исследований показали, что механоактивация приводит к усилению адсорбционных свойств и увеличению дисперсности рассмотренных наполнителей.

СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМЕРА НАНОЧАСТИЦ СУЛЬФИДА КАДМИЯ

Петренко О.С., Лозинская Е.Ф.

Курский государственный университет, Курск, Радищева 33, petruchon@mail.ru

Для получения сульфида кадмия (CdS) в исследовании использовался метод послойной хемосорбции ионов в объеме полимерной матрицы. С помощью данного метода были получены наночастицы сульфида кадмия в объеме полимерной матрицы. Полученные образцы исследуются методом спектроскопии в УФ-видимой области. Измерения оптического поглощения проводится с помощью спектрофотометра СФ-46. На основе измерения оптической плотности полученных пленок в диапазоне 350-500 нм были определены ширина запрещенной зоны наночастиц и их размеры.

На основе измерения спектральных характеристик ширина запрещенной зоны наночастиц CdS составляет $E_g=2,428 - 2,697$ эВ. При уменьшении размеров частиц изменение ширины запрещенной зоны (ΔE) по отношению к ширине запрещенной зоны для объемного кристалла связано с радиусом наночастиц

соотношением: $\Delta E = \frac{h^2}{8r^2} + \frac{1}{m^*} - \frac{1,8e^2}{4\pi\epsilon\epsilon_0r}$; где $\Delta E = E_g(\text{нано}) - E_g(\text{объемного кристалла})$
 $= E_g - 3,882 \cdot 10^{-19}$ Дж; m^* – эффективная масса электрона в CdS ($9,02 \cdot 10^{-31}$ кг).
 ϵ – диэлектрическая постоянная CdS и ϵ_0 – диэлектрическая постоянная вакуума.

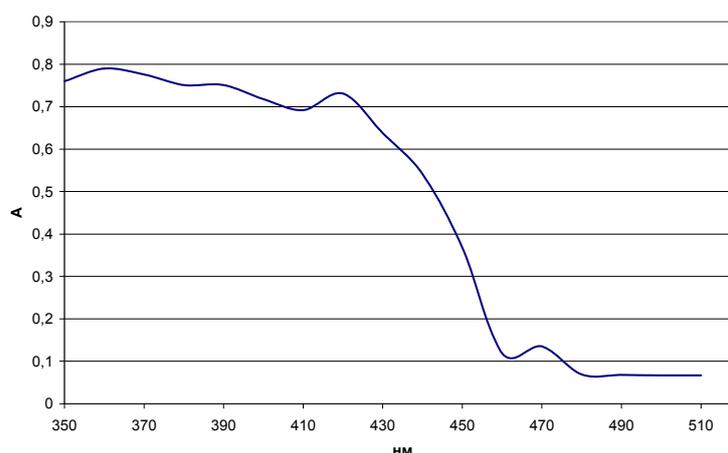
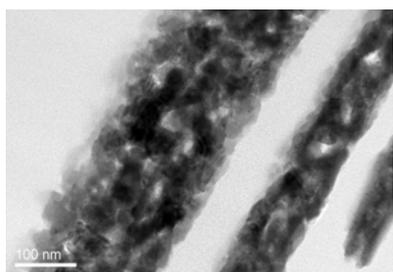


Рис.1. Спектр поглощения пленки, содержащей наночастицы сульфида кадмия.

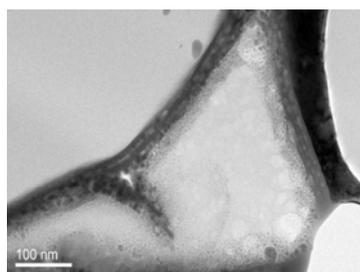
Таким образом, с помощью спектроскопического метода, в данной работе были вычислены значения радиусов наночастиц (5-10 нм), полученные методом послойной хемосорбции ионов кадмия и сульфид-ионов в объеме желатиновой полимерной пленки.

SEM и TEM НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СЛОЖНООКСИДНЫХ КАТАЛИЗАТОРОВРусских О.В., Колосов В.Ю., Остроушко А.А.*Уральский государственный университет им. А.М.Горького,
Екатеринбург, пр. Ленина, 51; Alexandre.Ostroushko@usu.ru*

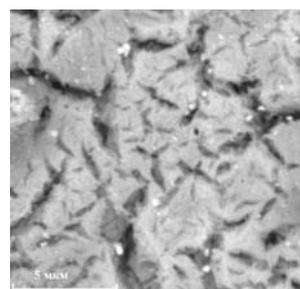
Сложнооксидные катализаторы со структурой типа перовскита – перспективные средства защиты атмосферы от выбросов различных токсичных веществ, в т.ч. катализаторы на ВПЯМ (высокопористых проницаемых ячеистых материалах, например, – пеноникеле) с промежуточным слоем оксида алюминия. Один из информативных методов изучения наноструктурированных катализаторов – электронная микроскопия. В настоящей работе изучено каталитическое покрытие общего состава $\text{La}_{0,75}\text{Ag}_{0,25}\text{MnO}_{3\pm y}$, полученное пиролизом полимерно-солевых композиций. Морфологию образца изучали в двухпучковом электронно-ионном микроскопе JIB 4500, а образец для TEM (JEM 2100) готовили ионным травлением на установке JIB 4600F. Катализатор с содержанием перовскитной фазы 5 мас.% покрывает практически всю поверхность носителя с поддерживающим слоем. Наноразмерные частицы (рис. 1а) образуют ансамбли бимодальной пористости с транспортными каналами и наноразмерными порами. Перовскитный слой имеет помимо иерархической системы микронных, субмикронных и наноразмерных частиц (размером ~20 нм) аналогичную структуру трещин-каналов и пор (рис.1б). Это обеспечивает доступ по имеющимся транспортным каналам на всю глубину каталитического слоя и высокую эффективность катализатора. Характерные размеры каналов: длина 1-10 мкм, ширина 100 нм – 1 мкм. Взаимодействие катализаторов на основе манганита лантана с подстилающими слоями оксида алюминия приводит к образованию промотирующей фазы алюмо-марганцевой шпинели, а непосредственно с никелем – твердых растворов на основе перовскита. Промежуточные слои и фрагменты структуры ВПЯМ также различимы на полученных изображениях (Рис.1а).



●—● 100 нм



●—● 100 нм



●—● 5 мкм

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ СИНТЕЗИРОВАННЫХ МИКРОКАПСУЛИРОВАННЫХ ЭКСТРАГЕНТОВ МЕТОДАМИ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ И ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Широкова А.Г., Пасечник Л.А., Яценко С.П., Борисов С.В., Григоров И.Г.

*Институт химии твердого тела Уральского отделения РАН,
620990, Екатеринбург, ГСП, Первомайская, 91, pasechnik@ihim.uran.ru*

Микрокапсулированная упаковка функциональных материалов (экстрагентов, ферментов, лекарств и т.д.) является уникальной формой для хранения и транспортировки веществ. Методом суспензионной радикальной полимеризации на основе мономеров – стирола и дивинилбензола в присутствии инициатора осуществлен синтез микрокапсул (МК), содержащих дибензо-18-краун-6 (ДБ18К6) и 18-краун-6 (18К6). Изучено влияние добавок органических растворителей в процессе синтеза и строения краун-эфира на морфологию синтезированных материалов. Исследование скола и поверхности гранул МК-ДБ18К6 показало, что добавка полярного растворителя способствует формированию структуры с большим количеством объемных «холлов» размером 70-100 μm и рельефной пористой поверхностью. В присутствии неполярного растворителя возникает складчатая структура, пронизанная каналами с мелкопористой поверхностью, синтез без растворителя приводит к получению плотных материалов и сглаживанию поверхности. При отсутствии двух бензольных колец в формуле в МК-18К6 формируется плотная однородная структура с гладкой поверхностью и одиночными большими «холлами» с размером 20-30 μm . Путем локального микрорентгеноспектрального анализа кислорода (СЭМ JSM-6390LA, JEOL) было установлено, что распределение краун-эфира происходит равномерно по всему объему синтезированного материала. Методом ИК-спектроскопии на основании симметрии макроцикла сделан вывод о твердом состоянии краун-эфира в МК. Вероятно, процесс формирования МК проходит через образование полимерной матрицы вокруг капель раствора экстрагента, когда вследствие температурного режима реакции кипящий растворитель удаляется из МК, образуя каналы в полимерной матрице и поры на поверхности гранул, определяемые на СЭМ-фотографиях. Экстрагент удерживается в «холлах» в виде полимолекулярного адсорбированного слоя и это его состояние называется «свободным», именно оно отвечает за экстракцию металлов. Кроме этого существует «связанное» или «растворенное» состояние, когда экстрагент «запутывается» в сетчатом дивинилбензольном каркасе и тем самым становится неспособным образовывать экстракционные комплексы с металлами.

СЕКЦИЯ 6. Термоаналитические методы

ИЗМЕРЕНИЕ ТЕМПЕРАТУР «ПЛАВЛЕНИЯ-КРИСТАЛЛИЗАЦИИ» AgGaS₂ МЕТОДОМ СТАТИСТИЧЕСКОГО ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Кидяров Б.И., Николаев И.В.

Институт физики полупроводников СО РАН,
Новосибирск, 630090, пр. ак. Лаврентьева, 13, kidyarov@isp.nsc.ru

Температура «плавления-кристаллизации» некоторых тернарных соединений зависит от термического режима синтеза, или нагрева-охлаждения, составляя 960-1040 °С для AgGaS₂ [1-3]. Поэтому точное определение этих величин возможно только методом статистического термического анализа (СТА) [4]. Здесь представлена зависимость $(T_{\max}, T_m) = F(T^+)$ для образца AgGaS₂, синтезированного из компонентов особой степени чистоты методом направленной кристаллизации при температуре 1050 °С. При последовательном возрастании перегрева T^+ величина T_m немонотонно возрастает до 999 °С, Рис., кривая 3. Затем при последовательном уменьшении перегрева T_m монотонно убывает до равновесной температуры плавления $T_m = 989.2$ °С. С другой стороны температура верхнего пика кристаллизации переохлажденного расплава (линия 1-2, T_{\max}) возрастает с уменьшением достигаемого переохлаждения спонтанной кристаллизации, так что при нулевом переохлаждении равновесная температура плавления-кристаллизации $T_{\max} = T_m = 989.2$ °С. Построена гистерезисная зависимость переохлаждения ΔT^- расплава от T^+ , и немонотонная зависимость скорости нуклеации кристаллов от ΔT^- . Обсуждены причины наблюдаемых явлений.

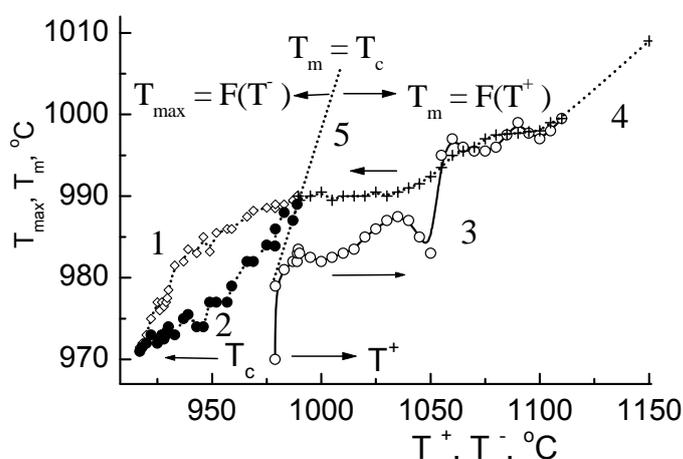


Рис. Зависимость температуры плавления (T_m , кривые 3-5) и температуры пика кристаллизации (T_{\max} , кривые 3-5) от перегрева (T^+) расплава AgGaS₂.

Литература:

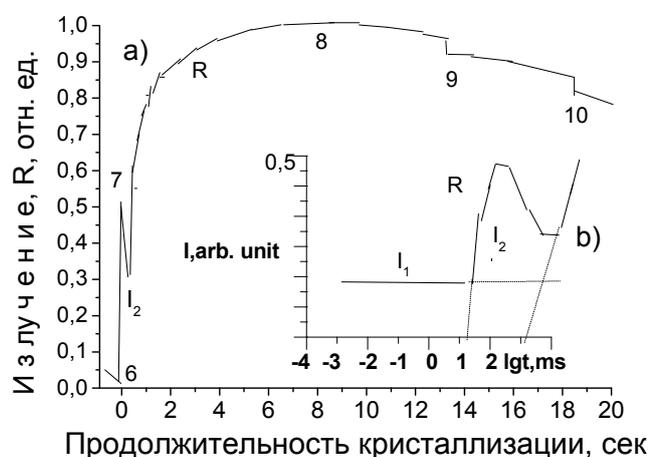
1. Cound V.M., Davies P.M., Hulme K.F., Robertson D. *J. de Physics*. 1970. V.C3, № 4. – P.183.
2. Feigelson R. S. *J. de Physique*. 1975. V.36, №9. – P.57.
3. Brand G., Kramer V. *Mat. Res. Bull.* 1976. V.11. – P.1381.
4. Кидяров Б.И. Кинетика образования кристаллов из жидкой фазы. Новосибирск: Наука. 1979. – 135 с.

ИЗУЧЕНИЕ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ РАСПЛАВА ТЕЛЛУРА МЕТОДОМ РАДИАЦИОННОГО И ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Кидяров Б.И., Николаев И.В.

Институт физики полупроводников СО РАН,
Новосибирск, 630090, пр. ак. Лаврентьева, 13, kidyarov@isp.nsc.ru

Вследствие инерционности теплопередачи обычный метод термического (ТА) и дифференциально-термического анализа (ДТА) не позволяет изучать быстрые, начальные стадии кристаллизации расплавов. В тоже время нано-размерные стадии образования кристаллов отличаются некоторыми структурными преобразованиями до – критических зародышей, кинетика которых до сих пор не изучалась [1]. В данной работе представлена конструкция установки радиационного термического (РТА), и радиационного дифференциально-термического анализиров (РДТА), а также результаты исследования кинетики начальной стадии кристаллизации расплава теллура (особой степени чистоты). Обычные ячейки ДТА были снабжены фотодетекторами на основе антимолибдита индия, разностные сигналы от которых через схему сравнения и усилитель подавались на быстродействующий двух- координатный самописец, или на осциллограф. В последнем случае запись начала характеристического инфракрасного оптического излучения R, п.7 (ХИКИ) при кристаллизации начиналась уже в интервале $10^{-6} \div 10^{-2}$ сек, Рис.а). Здесь четко видны две стадии процесса: 1) с постоянной интенсивностью (I_1), и с максимумом ХИКИ (I_2), Рис. b), вставка. Изучена зависимость максимальной амплитуды ХИКИ от величины переохлаждения ΔT расплава теллура. Выявлен резко пороговый характер этого



процесса: он начинается только при $\Delta T > 18^\circ\text{C}$, а максимум его наблюдается при $\Delta T = 106^\circ\text{C}$. В соответствии с теорией В. Гинзбурга предложена модель начальных стадий ХИКИ.

1. Цветков Е.Г., Кидяров Б.И. // Записки Российского минералогического общества. 2007. Часть 136, специальный выпуск. – С.66-76.

СОВМЕСТНОЕ ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДОВ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНО-СКАНИРУЮЩЕЙ КАЛОРИМЕТРИИ И ТЕРМОСТИМУЛИРОВАННЫХ ТОКОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИМЕРОВ

Клюев В.А., Киселев М.Р., Малкин А.И., Топоров Ю.П.

Институт физической химии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, Москва.

E-mail: yupt@rambler.ru

Авторами при исследовании наполненных полимерных систем установлено совпадение температур фазовых переходов, фиксируемых методом ДСК, с температурами появления пиков на глор-кривой зависимости термостимулированного тока (ТСТ) от температуры. При этом значения скачков теплоемкости, сопровождающих фазовый переход, и величины энергии активации процесса генерации ТСТ коррелируют между собой. Это означает, что каждому фазовому переходу соответствует определенный пик на глор-кривой ТСТ.

Это, в свою очередь, позволяет использовать параметры пика для анализа самого процесса фазового перехода. В частности, ширина пика ТСТ при линейном нагреве испытуемого материала позволяет оценить продолжительность и кинетику перехода, а энергия активации процесса генерации ТСТ (по существу, виртуального тока перераспределения гетерозаряда полимера) в какой-то мере характеризует подвижность полимерных цепей при температуре фазового перехода. При этом следует иметь в виду, что переход полимеров в стеклообразное состояние, при котором не выделяется и не поглощается скрытая теплота перехода, не сопровождается появлением пиков ТСТ.

Авторами предлагаемая методика испытаний была использована при исследовании возможности применения наноразмерных частиц в качестве антипиренов. При этом ДСК-измерения проводились на приборе DSC-Q100, а спектры ТСТ снимались на компьютеризованной установке, выполненной по стандартной схеме.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА И МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ДЛЯ КОМПЛЕКСНОГО ИЗУЧЕНИЯ МАТЕРИАЛОВ

Гуляева Р.И., Быков В.А., Ведмидь Л.Б., Селиванов Е.Н.

Институт металлургии УрО РАН, г. Екатеринбург, pcmlab@mail.ru

Изучение свойств функциональных материалов, минералов, руд, а также высокотемпературных процессов в ИМЕТ УрО РАН ведется с использованием методов термического анализа и масс-спектрометрии. Термоанализаторы NETZSCH STA 449 F3, 449 C Jupiter, 409 PC Luxx и квадрупольный масс-спектрометр QMS 403C Aëolos, прибор для измерения температуропроводности и теплопроводности NETZSCH LFA 457 MicroFlash™ входят в термоаналитический комплекс.

Комплект оборудования обладает уникальными возможностями оценки изменения массы с точностью до 0.0001 г, температуры ($\pm 1-3$ К) и теплоты (до 5%) термических эффектов веществ при нагреве до 1823-1923 К в нейтральной, окислительной, восстановительной и контролируемой по P_{O_2} средах. Освоенная методика измерения теплоемкости материалов дает возможность определять её с точностью до 3% в области от 310 до 1570 К. Качественный и количественный анализы газовой фазы (до 300 а.е.м.) ведутся в реальном режиме времени. При нагреве материалов фиксируются магнитные превращения. Абсолютный метод измерения температуропроводности (интервал значений 0.01-1000 мм²/с, погрешность 3%) с использованием лазерной вспышки позволяет проводить исследования не только материалов, находящихся в твердом состоянии, но и жидких объектов. Сочетание полученных данных с высокотемпературными рентгеновскими исследованиями и обработкой сервисными и прикладными программами обеспечивает высокую информативность результатов измерений.

Использование указанного комплекта оборудования позволило: уточнить фазовый состав, термохимические и теплофизические свойства широкого класса сульфидно-металлических, окисдно-сульфидных и металлических систем в кристаллическом и аморфном состояниях, изучить кинетику твердофазных окислительно-восстановительных процессов,

Работа выполнена с использованием оборудования центра коллективного пользования «Урал-М».

ПРИМЕНЕНИЕ ДТА ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ СВОЙСТВ ОСАДКОВ ПОЛИУРАНАТА АММОНИЯ, ПОРОШКОВ И ТАБЛЕТОК UO_2 , ПОЛУЧЕННЫХ ПО НАНО- И ШТАТНОЙ ТЕХНОЛОГИЯМ

Серебренникова О.В., Курина И.С.

ГНЦ РФ-ФЭИ, г. Обнинск

В настоящей работе были проведены исследования по сравнению методом ДТА свойств осадков полиураната аммония (ПУА), порошков и спечённых таблеток UO_2 , полученных по различным водным технологиям: штатной и нанотехнологии. Разработанная в ГНЦ РФ-ФЭИ водная нанотехнология получения оксидных материалов включает получение осадка, содержащего одновременно частицы разных размеров, в том числе наночастицы, с последующими операциями прокаливания, прессования и спекания. Такая технология позволяет модифицировать структуру спечённых изделий.

Задачей исследований было выявить различие в механизме процессов термического разложения осадков ПУА, а также в окисляемости спечённых таблеток диоксида урана, полученных по разным технологиям. Результаты ДТА показали, что термическое разложение ПУА (рис.1), полученного по штатной и нанотехнологии, происходит соответственно в одну и три стадии. Это может свидетельствовать о наличии нескольких фаз (уранил-аммиачных комплексов) в модифицированном осадке ПУА.

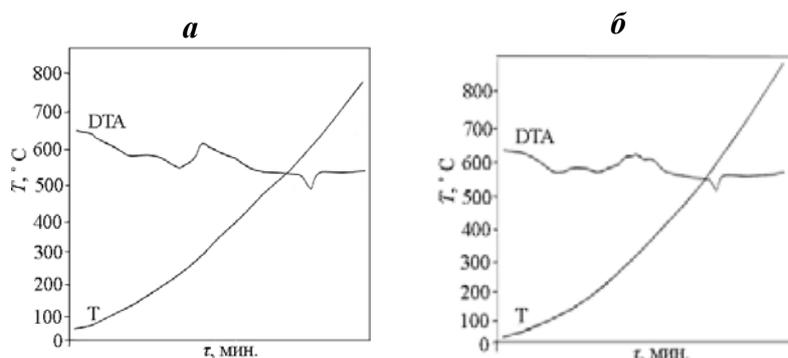


Рисунок 1. Термограммы разложения осадков ПУА, полученных:
а) по штатной технологии;
б) по нанотехнологии

Термограмма окисления порошка модифицированного UO_2 отличается слабыми пиками. ДТА спечённых таблеток UO_2 показал, что термограммы окисления модифицированных наноструктурных таблеток диоксида урана имеют некоторую схожесть с термограммой окисления металлического урана.

Результаты ДТА показали, что свойства осадков полиураната аммония, порошков и таблеток UO_2 , полученных по водной штатной и нано-технологиям, значительно отличаются.

ОСОБЕННОСТИ ТЕРМОДЕСТРУКЦИИ МЕМБРАНОТРОПНЫХ ПОЛИСАХАРИДНЫХ МАТРИЦ ДЛЯ НАНОБИОКОМПОЗИТОВ**Александрова Г.П., Лесничая М.В., Мячина Г.Ф., Сухов Б.Г., Трофимов Б.А.***Иркутский институт химии СО РАН,
664033, г. Иркутск, ул. Фаворского, 1, alexa@irioch.irk.ru*

При создании металлополимерных нанокомпози́тов для биомедицинских целей важнейшее значение придается их биосовместимости и безвредности для организма. В связи с этим для синтеза нанобиокомпози́тов широко используются природные биологически активные полимеры, в частности, растительные полисахариды. В качестве полисахаридных матриц при синтезе серебросодержащих нанокомпози́тов нами использованы арабиногалактан, галактоманнан и каррагинан, обладающие мембранотропными свойствами. Общеизвестно, что полисахариды являются термоактивными веществами, в связи с чем необходимо исследовать их поведение при повышенных температурах. В работе изучена кинетика термодеструкции гетерополисахаридов, в состав которых входят галактозные мономерные единицы: галактоманнаны (ММ 95 и 173 кДа), и каррагинаны (ММ 70 и 99,5 кДа) и арабиногалактаны (ММ 15 и 21 кДа) методом термогравиметрии в условиях линейного подъема температуры.

При рассмотрении и интерпретации термогравиметрических кривых полисахаридов установлено наличие трех-пяти четко дифференцируемых термохимических эффектов, различающихся по своим кинетическим параметрам. Первый эффект является эндотермическим и обусловлен потерей сорбированной воды в количестве 4-8%. Последующие эффекты являются экзотермическими, характеризуются растянутостью форм и асимметричностью и свидетельствуют о протекании медленного, постепенного процесса карамелизации. Конечный этап термодеструкции полисахаридов характеризуется быстрым резким снижением массы и выделением большого количества тепла, зарегистрированного на дифференциальной кривой в виде высокоинтенсивного экзотермического эффекта. Установлено, что исследованные природные полисахариды сохраняют термическую устойчивость в интервале температур до 190-250 °С, а их полная деструкция заканчивается при 460-500 °С.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 07-03-01009-а и интеграционных проектов СО РАН №9 и 47.

ЭПР, ДСК, ТГА ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТАЛЛ-ПОЛИМЕРНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ

Алиева Р.В., Азизов А.Г., Исмаилов Э.Г., Мартынова Г.С.,
Магеррамов М.Дж., Ахвердиев Р.Б.

*Институт нефтехимических процессов НАН Азербайджана
AZ1025, Баку, пр. Ходжалы, 30, тел.факс (+99412) 4903520
e-mail: mammad-maharramov@rambler.ru*

Комбинацией методов ЭПР, ЭСДО, ДСК и ТГА изучены металл-полимерные наноконпозиты (МПК), полученные путем допирования солями Cu и Fe полиэтиленовой матрицы, синтезированной на новых Ti-содержащих неметаллоценовых катализаторах.

Было показано, что в процессе получения МПК происходит образование ультрамикродисперсных металл/металлоксидных частиц, размерами 10-20 нм.

Исследована температурная и концентрационная зависимости сигналов ЭПР от температуры обработки. Определены характер распределения наноразмерного металлоксидного компонента в полимере, образование агрегатов, их форма и взаимодействие с окружением. Спектры ЭПР характеризовали по эффективным g-фактором и ширине ΔH_{pp} (от пика до пика производного сигнала), по амплитуде I_{pp} и интегральной интенсивности $I = I_{pp}(\Delta H_{pp})^2$. Показано, что с повышением температуры измерения образцов от комнатной до 543К ширина сигнала уменьшается, а амплитуда растет. Спектры ЭПР всех исследованных образцов после высокотемпературного нагрева становятся асимметричными. При понижении температуры измерения наблюдается спектр, состоящий из суперпозиции 2х сигналов разной ширины.

Данные ДСК/ТГА исследований МПК показали, что они становятся более устойчивыми к термическому окислению. Так, с увеличением концентрации металла в составе МПК процесс окисления вплоть до начала деструкции практически отсутствует, а температура деструкции сдвигается в область высоких температур ≈ 400 °С. Были определены кинетические параметры термоокислительной деструкции, такие как: энергия активации (E_a), константа скорости реакции (k) и порядок реакции (n), а также предложено кинетическое уравнение, удовлетворительно описывающее механизм деструкции: $d\alpha/dt = k(1-\alpha)^n$, где $n=0.5; 1.0; 1.5$. Энергия активации деструкции увеличилась в зависимости от роста концентрации металла в композите.

ТЕРМОАНАЛИТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЖЕЛЕЗООКСИДНЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ ДЕГИДРИРОВАНИЯ

Губайдуллина А.М., Исламова Г.Г., Вассерман Д.В., Трофимов Л.В.

ФГУП ЦНИИГеолнеруд, 420097, г. Казань, ул. Зинина, 4, atsic@geolnerud.net

Железооксидные катализаторы, промотированные оксидами металлов, являются наиболее эффективными из всего класса контактов в реакциях дегидрирования олефиновых и алкилароматических углеводородов. Они отличаются способностью работать длительными циклами дегидрирования или непрерывно без регенерации.

Основной составной частью катализаторов являются оксиды железа. Природа синтетических оксидов железа, полученных различными методами, отличается не только текстурой и структурой пор, но и определяет фазовый состав катализатора в условиях реакции дегидрирования. Одной из технологических операций производства катализаторов с целью формирования активных компонентов является термическая обработка.

Исследования особенностей термического поведения индивидуальных железооксидных соединений и систем $Fe_2O_3 - MeO$ (где Me: K, Mo, Ce), синтезированных электрохимическим методом осуществляли методами дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) и термогравиметрии (ТГ-ДТГ) на синхронном термоанализаторе STA 409PC Luxx (фирма NETZSCH, Германия). Образцы катализаторов подвергались нагреву в воздушной среде при скорости нагрева 10 К/мин в интервале температур 27-1000 °С.

Выявлены следующие особенности термического поведения и фазовых превращений в исследованных системах.

1. При температурном воздействии происходит ряд сложных превращений как самих исходных компонентов, так и взаимодействие между компонентами.
2. В системах $Fe_2O_3 - K_2O$, при выбранных соотношениях, в области температур 550-800 °С фиксируется протекание топохимических реакций с образованием ферритов.
3. В системах $Fe_3O_4 - Ce_2O_3$ и $Fe_2O_3 - Mo_2O_3$ в исследованном температурном интервале (27-1000 °С) и при выбранных соотношениях компонентов ферритообразование не регистрируется. Выдвинуто предположение о возможном образовании в этих системах твердых растворов.

ОСОБЕННОСТИ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ТУГОПЛАВКИХ СОЕДИНЕНИЙ, ПОЛУЧАЕМЫХ ПО ТЕХНОЛОГИИ СВС

Игнатъева Т.И., Семёнова В.Н., Баринов Ю.Н.

*Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН,
142432, Московская обл., г. Черноголовка, ИСМАН, e-mail: itian@ism.ac.ru*

В настоящее время в технологии неорганических материалов широко используется процесс самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). Это автоволновой процесс, в котором химическая реакция локализована в зоне горения, самопроизвольно распространяющейся по химически активной среде. В результате происходит безотходный химический синтез тугоплавких соединений, которые составляют основу широкого класса современных неорганических материалов, способных работать в экстремальных условиях: карбидов, нитридов, боридов, силицидов, композиционных материалов на их основе и т.д.

Одна из основных задач в исследовании синтеза продуктов СВС – установление зависимости между химическим и фазовым составом продуктов, с одной стороны, и составом шихты и условиями горения, с другой. Полноту протекания процесса СВС можно оценить по содержанию в конечном продукте несвязанных («свободных») элементов, взятых для получения целевого соединения. Используя разные приемы разложения СВС-продуктов, разные методы определения элемента в зависимости от природы образца, можно провести химический и фазовый анализ целевого продукта. В результате можно откорректировать условия горения и состав шихты, количественно определить соотношения фаз в сложных композитных материалах, наличие промежуточного соединения в конечном продукте, установить способ дополнительной очистки соединений для получения высококачественного материала с заданными свойствами.

Для установления области практического использования целевых продуктов СВС необходима их полная аттестация, включающая в себя результаты химического анализа на содержание не только основных компонентов, но и примесей, влияющих на свойства синтезированных материалов. Высокая требовательность к установлению стехиометрии основных компонентов в конечном продукте синтеза, к определению содержания примесных элементов, побочных соединений требует комплексного применения как современных физико-химических методов анализа (ААС, АЭС, РФА), так и классических методов «мокрой химии».

СОСТАВ И СТРУКТУРА КЕРМЕТА NiO-Fe₂O₃-Cu₂O-Cu

Мансурова А.Н., Гуляева Р.И., Чумарев В.М.

Институт металлургии УрО РАН, г. Екатеринбург, 620016, ул. Амундсена 101

Керамические материалы относятся в настоящее время к одним из самых перспективных, например, для изготовления инертных анодов алюминиевых электролизеров. Изучение факторов, влияющих на состав, структуру и свойства оксидно-металлической керамики, представляет научный и практический интерес.

Целью работы являлось изучение условий формирования, состава и структуры оксидно-металлической керамики (керметов) системы NiO-Fe₂O₃-Cu₂O-Cu с использованием методов дифференциально-сканирующей калориметрии, рентгенографии и рентгеноспектрального микроанализа.

Эксперименты по синтезу керметов проведены с использованием термоанализатора NETZSCH STA 449C *Jupiter* при неизотермическом нагреве (10°С/мин) в инертной среде до 1200°С и 1350°С. Фазовый (РФА) и элементный (МРСА) составы продуктов обжига определяли с помощью дифрактометра ДРОН-2.0, энергодисперсионного рентгеновского спектрометра INCA Energy 200 и растрового электронного микроскопа JSM-5900LV. Изучены спрессованные оксидно-металлические порошкообразные смеси.

Согласно термограммам, при нагреве исходной смеси выявлены эффекты фазовых переходов NiO и Fe₂O₃, начала взаимодействия компонентов (818°С) и плавления эвтектики Cu-Cu₂O (1067°С). При температуре 1143°С зафиксирован пик, по-видимому, относящийся к плавлению шпинели на основе CuFeO₂. В соответствии данным РФА, в продуктах нагрева зафиксированы фазы Cu, Cu₂O, и шпинели, параметры ЭЯ которой с увеличением температуры обжига повышаются от $a=0,8344$ нм, $V=0,5809$ нм³ (1200°С) до $a=0,8347$ нм, $V=0,5816$ нм³ (1350°С), причем количество Cu₂O с температурой обжига резко возрастает. Микроструктура образцов состоит из зерен фазы NiFe₂O₄ геометрической формы размером около 50 мкм, окруженных неоднородной смесью оксидов Cu₂O и Cu_{1.39}FeO_{2.43}. Таким образом, выявлены условия синтеза керамики на основе системы NiO-Fe₂O₃-Cu₂O-Cu, изучены состав и структура образующихся фаз.

Работа выполнена на оборудовании центра коллективного пользования «Урал-М» и при финансовой поддержке Интеграционного проекта УрО РАН.

ТЕРМИЧЕСКАЯ ДЕСТРУКЦИЯ БРОМИДА ДИЭТИЛДИБЕНЗИЛАММОНИЯ

Полежаева Н.И., Тарасова Л.С., Полежаева И.В.

ГОУ ВПО «Сибирский государственный технологический университет»,
Красноярск, пр. Мира, 82, E-mail: piv-80@mail.ru

Проведенные ранее исследования показали, что использование в качестве флюса бромида диэтилдибензиламмония обеспечивает некоррозионную активность паяльной пасты. Для определения продуктов термодеструкции бромида диэтилдибензиламмония был проведен его термический масс-спектрометрический анализ в инертной атмосфере аргона, что позволило исключить участие процессов окисления.

При нагревании бромида диэтилдибензиламмония в диапазоне 140-250 °С происходит полное разложение четвертичной аммониевой соли с потерей 99% исходной массы. Как показали результаты масс-спектрометрического анализа, разложение соли ЧАО начинается с отщепления от молекулярного иона бензильных заместителей $C_6H_5CH_2^+$ (m/z 91) с образованием третичного (m/z 163) или вторичного (m/z 73) аминов, с последующим отщеплением этильного заместителя $C_2H_5^+$ (m/z 29) и элиминированием молекулы этилена (m/z 28). Кроме того, в масс-спектре разложения бромида диэтилдибензиламмония зафиксированы различные углеводороды: этан (m/z 30), бутан (m/z 58), бутен (m/z 56) – продукты рекомбинации отщепляющихся этильных заместителей, ацетилен (m/z 26) – продукт перегруппировки бензильного катиона в тропилий-ион $C_7H_7^+$, который далее элиминирует молекулу ацетилена. Присутствие в масс-спектре ионов с m/z 78 и 77 связывается с распадом бензильного катиона $C_6H_5CH_2^+$ на катион $C_6H_6^+$ (m/z 78), фенил-катион $C_6H_5^+$ (m/z 77), который, в свою очередь, распадается с отщеплением ацетилена. В масс-спектре продуктов разложения бромида диэтилдибензиламмония присутствуют также бром-содержащие осколочные ионы.

Таким образом, термический распад четвертичной аммониевой соли бромида диэтилдибензиламмония при нагревании в инертной атмосфере протекает в интервале температур 140-250 °С с максимальной скоростью при 174-185 °С, начинаясь с отщепления наиболее длинного углеводородного заместителя – бензильного радикала, затем – этильного, с образованием, соответственно, третичного или вторичного аминов. В конечных продуктах термической деструкции бромида диэтилдибензиламмония присутствуют также различные углеводороды – бензол, этилен, ацетилен, бутан, бутен.

ПРИМЕНЕНИЕ ТЕРМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА ПРИ РАЗРАБОТКЕ НОВЫХ ГЕРМЕТИЗИРУЮЩИХ СОСТАВОВ

Чигорина Т.М., Бестаев М.В., Арутюнянц А.А., Райцев А.В.

*ГОУ ВПО Северо-Осетинский государственный
университет им. К.Л. Хетагурова,
Владикавказ, Ватутина, 46, tmchigorina@list.ru*

Обладая сведениями о поведении материалов при определённых температурах, можно прогнозировать области их применения, расширить возможности получения материалов и изделий электронной промышленности с заданными свойствами.

В работе рассмотрены новые возможности использования термического анализа (ТА) в полимерной химии. Измерительный комплекс фирмы «Du Pont», позволяет исследовать свойства материалов несколькими методами: термогравиметрическим методом анализа (ТГА), динамическим механическим анализатором (ДМА), дифференциальным термическим анализом (ДТА). Обработка информации ведётся через процессор, что даёт возможность получать данные в режиме реального времени.

Исследованы кремнийорганические композиции на основе блок-сополимера «Лестосил», содержащие в своем составе в качестве отвердителей – ологодоборсилоксан, триэтоксисилан, винилоксим, октоат олова. Проведенное исследование показало возможность использования методов ТГА и ТМА для определения линейных размеров, потери массы, а также стабильности этих параметров в определённом интервале температур для разрабатываемых материалов, оценки вулканизационной активности каучуков. Определен диапазон рабочих температур исследуемого материала: (-70 °С) ÷ (+300 °С). Наиболее высокое значение термостойкости характерно для композиций, содержащих в своем составе, в качестве отвердителя, раствор олигодоборсилоксана в триэтоксисилане, в соотношении 20:80. Сравнивая кривые ТМА с кривыми ТГА исследуемых образцов, определен режим отверждения: 1 час при комнатной температуре и 6 часов при температуре +150 °С. В этом случае получают образцы со стабильными характеристиками.

Исследуемые композиции могут быть рекомендованы в качестве прозрачного эластичного теплопроводного материала для герметизации изделий электронной промышленности.

ТЕРМОАНАЛИТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ ВОССТАНОВЛЕНИЯ КАТИОНОВ МЕДИ ИЗ СОВМЕСТНЫХ ОКСИДНЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ

Филоненко Г.А.¹, Хасин А.А.^{1,2}

¹Новосибирский государственный университет, Россия, Новосибирск

²Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Россия, Новосибирск

Основным этапом активации многих медьсодержащих катализаторов является их термообработка в атмосфере водорода, сопровождающаяся восстановлением катионов Cu^{2+} и образованием наноразмерных частиц фазы Cu^0 . В данной работе исследованы кинетические закономерности восстановления индивидуальных оксидов меди CuO и Cu_2O , а также ряда катализаторов: гидросиликата меди, алюмината меди, твердых растворов Cu^{2+} в MgO и в ZnO , а также хромита меди, CuCr_2O_4 . Исследование проведено термоаналитическими методами ТГ и ДСК, кинетические параметры восстановления определены в рамках двух подходов: модельного *best-fit* и безмодельного *model-free*. Кинетические параметры восстановления твердых растворов Cu^{2+} в ZnO и MgO зависят от количества анионных примесей OH^- и CO_3^{2-} в образцах. Процессы восстановления экспонированных на воздухе твердых растворов Cu^{2+} в ZnO и MgO , а также гидросиликата меди и алюмината меди, протекают подобно процессам восстановления индивидуальных оксидов меди с энергией активации E_a в диапазоне 40-80 кДж/моль. Восстановление хромита меди CuCr_2O_4 , не содержащего анионных примесей, и $\text{Cu}_{0.08}\text{Zn}_{0.92}\text{O}$, прокаленного в аргоне непосредственно перед измерением, протекает с высокими значениями наблюдаемой энергии активации ($E_a = 90-130$ кДж/моль). Данные INS, XRD, ИКС (в т.ч. – *in situ*) и КР света дают основания утверждать, что восстановление этих оксидов сопровождается абсорбцией водорода в структуре оксида.

Кинетические параметры, полученные методом *model-free*, для широкого ряда совместных оксидов следуют линейной зависимости $\ln A$ vs. E_a (изокинетический или компенсационный эффект), ранее показанной для восстановления промышленного CuZn катализатора [1]. Такая зависимость может быть следствием сложности кинетического процесса, содержащего две стадии – «транспортную» и «химическую» [2]. Область низких E_a на изокинетическом тренде соответствует контролю скорости процесса химической стадией, тогда как значения $E_a > 90$ кДж/моль характерны для области диффузионного контроля (E_a самодиффузии Cu^{2+} в $\text{CuO} \sim 150$ кДж/моль). Моделирование позволяет предположить, что химическая стадия восстановления описывается расширенным уравнением Prout-Tompkins (B_{na}), что также согласуется с данными других работ.

Литература:

1. Andreini A., Poels E., Bliet A: *React Kinet. Catal. Lett.*, 1998, Vol. 63, No. 2, P. 209-217.
2. Vyazovkin S.V. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2006, Vol. 83, No. 1, 45–51.

РЕКЛАМА



Interactive Corporation

Японская Торговая Компания

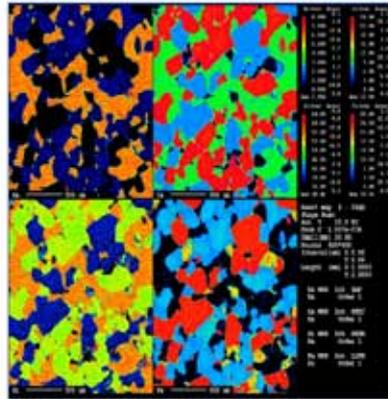
Официальное представительство в России:
117312 Москва, ул. Губкина, 14, офис 23
Моб. тел.: 8-916-626-2548
Тел: (495) 748-2007
Факс: (495) 748-2007
e-mail: iac@microanalysis.ru
<http://www.intactive.ru>

Фирма JEOL LTD., Япония, которая в этом году справляет свое 60-летие, известна в России и СНГ с начала 1960-х годов. За почти полувековой период было поставлено около 1000 единиц оборудования JEOL в Россию и СНГ. С 2000 года фирму JEOL активно представляет компания INTERACTIVE CORPORATION, которая установила в России и СНГ уже почти 100 различных приборов JEOL., в том числе растровые и просвечивающие электронные микроскопы, электронно-зондовые микроанализаторы, FIB-SEM установки, ЭПР спектрометры и сканирующие зондовые микроскопы, установки для пробоподготовки. Многие самые современные уникальные приборы были установлены в России и СНГ именно компанией INTERACTIVE CORPORATION (IAC) благодаря тому, что она осуществляет сервисное сопровождение, организует обучение и тренинги операторов, проводит регулярные семинары по различным видам оборудования. Также, компания IAC осуществляет поставки оборудования фирм ULVAC, SPS, Seki Technotron, Oxford Instruments, Gatan и других производителей.

Электронно-зондовый рентгеновский микроанализатор **JEOL**



JXA-8230



Диапазон анализируемых элементов: 4Be до 92U
Количество волновых рентгеновских спектрометров:
От 1 до 5 шт
Безазотный энергодисперсионный спектрометр.
Размер образца: До 100мм x 100мм x 50 мм
Диапазон перемещений по осям X - Y: 100 мм x 100 мм
Точность позиционирования образца: 0,5 мкм
Ускоряющее напряжение: От 0,2 до 30 кВ (шаг 100 В)
Диапазон тока зонда: 10-12 до 10-5А
Стабильность тока зонда: 0,05 %/час для W-пушки
0,3 %/12ч для LaB6-пушки
Разрешение во вторичных электронах:
6 нм для W-пушки
5 нм для LaB6-пушки
Диапазон увеличений: x40 до x300 000
Стандартное и опционное ПО Анализ в точке,
вдоль линии.
Картирование элементного и фазового состава.
Фазовые диаграммы. Анализ образцов неровной формы.
Программа картирования возраста пород

Растровые Электронные Микроскопы

JEOL



JSM-6610

Растровый Электронный Микроскоп
Общего назначения
Большая камера образцов
W или LaB6 катод
Разрешение 3 нм



JSM-7001F

Растровый Электронный Микроскоп
Большие аналитические возможности
EDS, WDS, EBSD, CL
Ток зонда до 200 нА
Разрешение 1.2 нм



JIB-4500

Двухлучевая система
Пробоподготовка для ПЭМ
Вскрытие образцов
До 3 газовых инжекторов
Разрешение 2.5 нм
(во вторичных электронах)

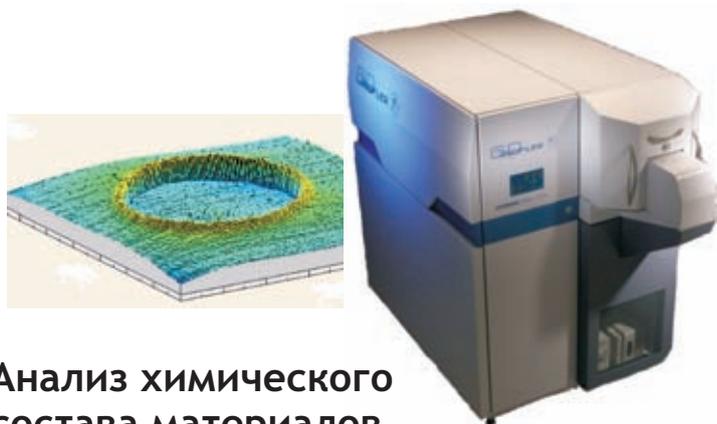


НАЙТЕК инструментс

Адрес: 141700, Россия, г. Долгопрудный,
ул. Дирижабельная, д. 15а
Тел./ф.: (495) 661-0681
E-mail: nytek@nytek.ru rasxodniki@nytek.ru
Web: www.nytek.ru www.rasxodniki.ru



МЕТОДЫ
ИССЛЕДОВАНИЯ
СТРУКТУРЫ И
СВОЙСТВ
ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ
МАТЕРИАЛОВ '2009



Анализ химического состава материалов

- послойный элементный анализ
- неорганические и органические материалы
- анализ растворенных газов

Изучение структуры материалов

- морфологические исследования, распределение фаз
- определение дефектов решетки
- степень структурного беспорядка
- эффекты легирования
- распределение напряжений

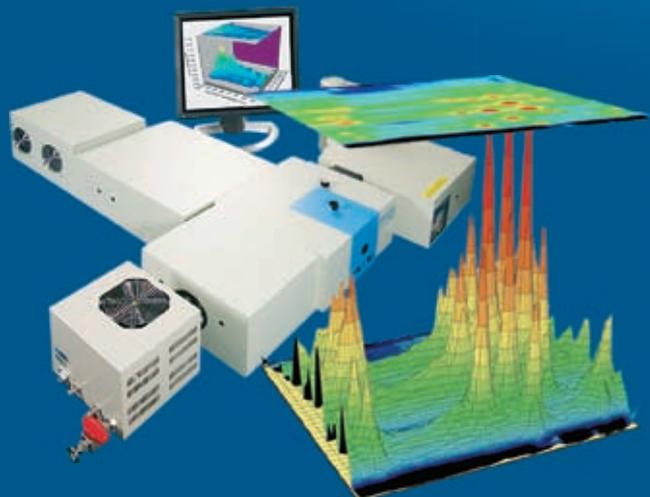


Оптические свойства материалов

- спектры флуоресценции и фосфоресценции
- времена жизни флуоресценции и фосфоресценции
- квантовый выход
- тушение флуоресценции
- флуоресценция квантовых точек и нанотрубок

Исследование многослойных покрытий и эпитаксиальных пленок

- толщины слоев
- коэффициенты рефракции и поглощения
- ширина запрещенной зоны
- диэлектрическая постоянная
- оси анизотропии
- шероховатость поверхности
- пористость
- стехиометрия



СОРБОМЕТР™

АНАЛИЗАТОРЫ УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТИ ДИСПЕРСНЫХ И ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ

Предназначены для исследования текстурных характеристик дисперсных и пористых материалов, в том числе нанокompозитов, катализаторов, сорбентов, и т.д.

Характеристики

- Диапазон измерения удельной поверхности: 0,1-2000 м²/г
- Погрешность измерений: 6% во всем диапазоне
- Полная автоматизация циклов адсорбция-десорбция
- Автоматическая калибровка
- Станция подготовки образцов к измерению

Прибор **СОРБОМЕТР** обеспечивает

- Измерение удельной поверхности однотоочечным методом БЭТ



СОРБОМЕТР

СОРБОМЕТР-М



Прибор **СОРБОМЕТР-М** обеспечивает

- Измерение изотермы адсорбции
- Измерение удельной поверхности многоточечным методом БЭТ и STSA, объёма микро- и мезопор
- Расчёт распределения мезопор по размерам

Области применения

- Научные исследования
- Учебный процесс
- Химическая промышленность
- Горно-обогатительная промышленность
- Атомная промышленность
- Производство огнеупорных и строительных материалов
- Производство катализаторов и сорбентов

научно-технический журнал

Популярные NANO технологии

Популярные НаноТехнологии

Скоро!

Вторжение в Невидимую Вселенную.
Открытие Главного Элемента. Погружение в Микрокосмос.

Новый проект Агентства Neftegaz.RU

Читайте в ближайших номерах «ПН»:

Боевые нанороботы. Атом на обед.
Наночастицы убивают насекомых
Титановый снег.

**Не
пропустите!**

Обзоры

Гипотезы

Сенсации

Новости

Открытия

РОССИЙСКИЕ НАНО ТЕХНОЛОГИИ

Ведущий научный журнал России по нанотехнологиям

Включен в список ВАК

Издается на английском языке под названием «Nanotechnologies in Russia»

Полноцветная печать

Журнал «Российские нанотехнологии» учрежден в 2006 году совместно Федеральным агентством по науке и инновациям РФ и ООО «Парк-медиа».

Высылаем для ознакомления один номер бесплатно, отправляйте заявки на адрес podpiska@nanorf.ru.

Журнал публикует оригинальные статьи, в том числе междисциплинарного характера, по следующим направлениям:

- самоорганизующиеся структуры и наносборки;
- наноструктуры, включая нанотрубки;
- наноматериалы функционального назначения;
- наноматериалы конструкционного назначения;
- устройства и изделия на основе наноматериалов и нанотехнологий;
- метрология, стандартизация и контроль нанотехнологий;
- нанoeлектроника;
- нанофотоника;
- нанобиология.

Адрес редакции:

119991, Москва, Ленинские Горы, владение 1, стр. 75Г, корп. 6, офис 628

Телефон/факс: (495) 930-88-08, 930-88-06

e-mail: sozerin@strf.ru (выпускающий редактор Сергей Озерин)

web-site: www.nanoru.ru

Список участников

Hoffmann Peter

Technische Universitaet Darmstadt
Petersenstr., 23

D-64287 Darmstadt, Germany

Телефон: +49 6151 166382

Факс: +49 6151 166378

E-mail: dg7j@ca.tu-darmstadt.de

Franck Armin Siegfried

Potsdam Institute for Climate Impact Research
& Potsdam University

Telegrafenberg, P.O.Box 601203

D-14412 Potsdam, Germany

E-mail: franck@pik-potsdam.de

Аббасов Сафа

Институт нефтехимических процессов

НАН Азербайджана

пр. Ходжалы, 30

AZ1025 Баку, Азербайджан

Абраменко Егор Андреевич

Алтайский государственный университет

ул. Молодежная, 32, 27

656015 Барнаул

E-mail: wand13@rambler.ru

Агафонов Иван Борисович

АО «Interactive Corporation»,

Московское представительство

ул. Губкина, 14, офис 23

117312 Москва

Телефон: (495) 748 2007

Факс: (495) 748 2007

E-mail: iac@microanalysis.ru

Акимов Владлен Владимирович

Институт геохимии СО РАН

ул. Фаворского, 1а

664033 Иркутск

Телефон: (3952) 429 967

Факс: (3952) 427 050

E-mail: vladlen.akimov@mail.ru

Александрова Галина Петровна

Иркутский институт химии СО РАН

ул. Фаворского, 1

664033 Иркутск

Телефон: (3952) 426 911

Факс: (3952) 419 346

E-mail: alexa@irioch.irk.ru

Алиева Наида Алиомаровна

Дагестанский государственный университет

ул. М. Гаджиева, 43а

367001 Махачкала

Телефон: (8722) 680 703

Факс: (8722) 680 703

E-mail: abdul-77@yandex.ru

Алиева Рейхан Вели кызы

Институт нефтехимических процессов

им. Ю.Г. Мамедалиева НАН Азербайджана

пр. Ходжалы, 30

AZ 1025 Баку, Азербайджан

Телефон: (99412) 490 2476

Факс: (99412) 490 3520

E-mail: mammad-maharramov@rambler.ru

Аликин Евгений Андреевич

ОАО «Уральский электрохимический
комбинат»

ул. Дзержинского, 2

624130 Новоуральск

Телефон: (34370) 91 119

Факс: (34370) 57 029

E-mail: seminar@ueip.ru

Ананьев Максим Васильевич

Институт высокотемпературной

электрохимии УрО РАН

ул. С. Ковалевской, 22

620219 Екатеринбург

Телефон: (343) 362 3484

Факс: (343) 374 5992

E-mail: wedney@yandex.ru

Андреев Дмитрий Станиславович

Лимнологический институт СО РАН

ул. Улан-Баторская, 3

664033 Иркутск

Телефон: (3952) 423 280

Факс: (3952) 425 405

E-mail: dan14444@yahoo.com

Аникин Кирилл Витальевич

Представительство фирмы «Хориба, Л.т.д.»

Алтуфьевское шоссе, 13, стр. 5

127106 Москва

Телефон: (495) 221 8771

E-mail: kirill.anikin@horiba.com

Аникина Эльвира Анатольевна

ЗАО «Найтек Инструментс»

ул. Дирижабельная, 15а, офис 1

141700 Долгопрудный, Московская обл.

Телефон: (495) 661 0681

Факс: (495) 661 0681

E-mail: eanikina@nytek.ru

Аношин Геннадий Никитович

Институт геологии и минералогии

им. В.С. Соболева СО РАН

пр. Академика Коптюга, 3

630090 Новосибирск

E-mail: anosh@uiggm.nsc.ru

Антонов Алексей Юрьевич

Российский химико-технологический

университет им. Д.И. Менделеева

Миусская площадь, 9

125047 Москва

Телефон: (495) 490 8484

E-mail: zest-alant@mail.ru

Анчарова Ульяна Валерьевна

Институт химии твердого тела
и механохимии СО РАН
ул. Кутателадзе, 18
630128 Новосибирск

E-mail: ancharova@gmail.com

Арбузов Алексей Борисович

Институт проблем переработки
углеводородов СО РАН
ул. Нефтезаводская, 54
644040 Омск

Телефон: (3812) 672 216

E-mail: arbuzov1410@mail.ru

Артёмов Василий Георгиевич

Институт общей физики им. А.М. Прохорова
ул. Дм. Ульянова, 5
119333 Москва

Телефон: (499) 503 8165

E-mail: vartemov@bk.ru

Асанов Игорь Петрович

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 316 5341

Факс: (383) 330 5352

E-mail: asan@che.nsk.su

Асеев Александр Леонидович

Института физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 13
630090 Новосибирск

Факс: (383) 333 2771

E-mail: aseev@isp.nsc.ru

Аюпов Борис Мингареевич

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 9410

Факс: (383) 330 9489

E-mail: ayupov@che.nsk.su

Бабаева Фарида Алекпер

Институт нефтехимических процессов
им. Ю.Г. Мамедалиева НАН Азербайджана
пр. Ходжалы, 30
AZ 1025 Баку

Телефон: (99412) 490 2476

Факс: (99412) 490 3520

E-mail: feridan@rambler.ru

Бабанлы Магомед Баба

Бакинский государственный университет
ул. З. Халилова, 23
AZ1148 Баку

Телефон: (99412) 438 1528

Факс: (99412) 498 3376

E-mail: babanly_mb@rambler.ru

Бавыкина Анастасия Владимировна

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 8760

Факс: (383) 330 8760

E-mail: bavykina@catalysis.ru

Бадмаева Ирена Андреевна

Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 13
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 6944

Факс: (383) 333 2771

E-mail: badmaeva@thermo.isp.nsc.ru

Бейзель Нина Федоровна

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 6965

Факс: (383) 330 9489

E-mail: beisel@che.nsk.su

Белоцерковская Вера Юрьевна

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 326 9760

Факс: (383) 330 8056

E-mail: vera@catalysis.ru

Бельская Людмила Владимировна

Омский государственный университет
им. Ф.М. Достоевского
проспект Мира, 55а
644077 Омск

Телефон: (3812) 268 199

Факс: (3812) 642 410

E-mail: Ludab2005@mail.ru

Бессонов Евгений Витальевич

ООО «Термо Техно»
Колпачный пер., 9а, офис 404
101990 Москва

Телефон: (495) 625 3905

Факс: (495) 783 8212

E-mail: evgeniy.bessonov@thermot techno.ru

Богуславский Евгений Георгиевич

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 9515

E-mail: boguslav@che.nsk.su

Боева Ольга Анатольевна

Российский химико-технологический
университет им. Д.И. Менделеева
Миусская площадь, 9
125047 Москва

Телефон: (495) 496 6938

Факс: (495) 490 8484

E-mail: olga_boeva@mail.ru

Болатбаев Казбек Нельевич
Северо-Казахстанский государственный
университет
ул. Пушкина, 86
153000 Петропавловск
Телефон: (8715) 249 3352
Факс: (8715) 249 3342
E-mail: tlugovitskaja@mail.ru

Болдырева Наталья Николаевна
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383)3269757
Факс: (383) 330 8056
E-mail: boldnn@catalysis.ru

Болдырева Елена Владимировна
Новосибирский государственный
университет, Институт химии твердого
тела и механохимии СО РАН
ул. Пирогова, 2
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 363 4272
E-mail: boldyrev@nsu.ru

Борисов Станислав Васильевич
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Факс: (383) 330 9489
E-mail: borisov@che.nsk.su

Борозновская Нина Николаевна
Томский государственный университет
пр. Ленина, 36
634050 Томск
Телефон: (3822) 492 941
E-mail: bnn@asd.iao.ru

Бочкарев Сергей Юрьевич
ОАО «Уральский электрохимический
комбинат»
ул. Дзержинского, 2
624130 Новоуральск
Телефон: (34370) 91 119
Факс: (34370) 57 029
E-mail: Botcha@yandex.ru; seminar@ueip.ru

Бошкаева Асыл Кенесовна
Казахский национальный медицинский
университет им. С.Д. Асфендиярова
ул. Толе би, 96
050012 Алматы
Телефон: (727) 292 6487
E-mail: kenes65@mail.ru

Брылев Константин Александрович
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 9253
Факс: (383) 330 9489
E-mail: kbrylev@gmail.com

Бубликов Александр Васильевич
Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН
ул. Институтская, 2
630090 Новосибирск
Телефон: (838) 330 9913
Факс: (838) 330 9913
E-mail: [ublikov@isp.nsc.ru](mailto:bublikov@isp.nsc.ru)

Булавченко Александр Иванович
Институт неорганической химии
им. А.А. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (3832) 316 5349
Факс: (3832) 330 8248
E-mail: bulavch@che.nsk.su

Булавченко Ольга Александровна
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630900 Новосибирск
Телефон: (383) 330 6300
Факс: (383) 330 8056
E-mail: isizy@catalysis.ru

Бусурин Сергей Михайлович
Институт структурной макрокинетики
и проблем материаловедения РАН
ул. Институтская, 8
142432 Черноголовка
Телефон: (496) 524 6317
Факс: (495) 962 8025
E-mail: busurin@ism.ac.ru

Бухтияров Валерий Иванович
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 6771
Факс: (383) 330 8056
E-mail: vib@catalysis.ru

Быстров Сергей Геннадьевич
Физико-технический институт УрО РАН
ул. Кирова, 132
426000 Ижевск
Телефон: (3412) 728 779
Факс: (3412) 722 529
E-mail: less@fti.udm.ru

Валишева Наталья Александровна
Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 13
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 8807
Факс: (383) 333 2766
E-mail: valisheva@thermo.isp.nsc.ru

Вандюков Александр Евгеньевич
Институт органической и физической химии
им. А.Е. Арбузова КазНЦ РАН
ул. Академика Арбузова, 8
420088 Казань
Телефон: (843) 273 1892
Факс: (843) 273 2253
E-mail: sasha@iopc.knc.ru

Варнек Владимир Алексеевич
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 8973
Факс: (383) 330 9489
E-mail: varnek@che.nsk.su

Васильев Владимир Геннадьевич
Новосибирский институт органической химии
им. Н.Н. Ворожцова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 9
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 7864
E-mail: vgvasil@nioch.nsc.ru

Васильева Инга Григорьевна
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 8465
Факс: (383) 330 9465
E-mail: kamarz@che.nsk.su

Ведмидь Лариса Борисовна
Институт металлургии УрО РАН
ул. Амундсена, 101
620016 Екатеринбург
Телефон: (343) 232 9073
Факс: (343) 267 9186
E-mail: elarisa100@mail.ru

Велигжанин Алексей Александрович
РНЦ Курчатовский Институт
пл. Курчатова, 1
123182 Москва
Телефон: (499) 196 7263
Факс: (499) 196 7723
E-mail: alexey.veligzhanin@gmail.com

Верин Игорь Андреевич
Институт кристаллографии
им. А.В. Шубникова РАН
Ленинский проспект, 59
119333 Москва
Телефон: (499) 135 0330
E-mail: krol@ns.crys.ras.ru

Ветрова Татьяна Ивановна
Netzsch Geraetebau GmbH
Ленинский пр., 95 А
119313 Москва
Телефон: (495) 936 2626
Факс: (499) 132 4700
E-mail: ngb@netzsch.ru

Витус Елена Николаевна
Контрольно-аналитический департамент,
Заполярный филиал
ОАО «ГМК «Норильский никель»
ул. Октябрьская, 2
663316 Норильск
Телефон: (3919) 438 282
Факс: (3919) 354 492
E-mail: vitusen@nk.nornik.ru

Власенко Валерий Григорьевич
НИИ физики Южного федерального
университета
пр. Стачки, 194
344090 Ростов-на-Дону
Телефон: (8632) 22 3758
Факс: (8632) 434 044
E-mail: vlasenko@ip.rsu.ru

Власов Анатолий Александрович
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Факс: (383) 330 8056
E-mail: vlasov@catalysis.nsk.su

Вовк Евгений Иванович
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 326 9580
Факс: (383) 330 8056
E-mail: ev@catalysis.ru

Волченкова Валентина Анатольевна
Институт металлургии и материаловедения
им. А.А. Байкова РАН
Ленинский проспект, 49
119991 Москва
Телефон: (499) 135 9472
Факс: (499) 135 8680
E-mail: kazenas@ultra.imet.ac.ru

Ворсина Ирина Александровна
Институт химии твердого тела
и механохимии СО РАН
ул. Кутателадзе, 18
630128 Новосибирск
E-mail: grig@solid.nsc.ru

Вяткин Владимир Петрович
Netzsch Geraetebau GmbH
Ленинский пр., 95 А
119313 Москва
Факс: (499) 132 4700
E-mail: ngb@netzsch.ru

Галкин Александр Михайлович
ЗАО «Найтек Инструментс»
ул. Дирижабельная, 15а, офис 1
141700 Долгопрудный, Московская обл.
Телефон: (495) 661 0681
Факс: (495) 661 0681
E-mail: agalkin@nytek.ru

Гардионов Сергей Владиславович
Дальневосточный государственный
университет
ул. Суханова, 8
690650 Владивосток
E-mail: chemist.sg@gmail.com

Герасимов Иван Николаевич
Институт геохимии СО РАН
ул. Фаворского 1а
664033 Иркутск
Телефон: (3952) 429 967
Факс: (3952) 427 050
E-mail: letum1@mail.ru

Глазкина Ольга Викторовна
ОАО «Западно-Сибирский
металлургический комбинат»
шоссе Космическое, 16
654043 Новокузнецк
Телефон: (3843) 592 230
Факс: (3843) 595 959
E-mail: kolomina_tn@zsmk.ru

Глызина Татьяна Святославовна
Томский политехнический университет
пр. Ленина, 30
634050 Томск
Телефон: (3822) 563 606
E-mail: inosine@yandex.ru

Голованова Ольга Александровна
Омский государственный университет
им. Ф.М. Достоевского
пр. Мира, 55А
644077 Омск
Телефон: (3812) 268 199
Факс: (3812) 642 410
E-mail: golovanoa2000@mail.ru

Головизин Владислав Сергеевич
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 332 8163
Факс: (383) 330 9489
E-mail: inxvlad@che.nsk.su

Головизина Татьяна Сергеевна
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 332 8163
Факс: (383) 330 9489
E-mail: vlad-and-tany1@yandex.ru

Голуб Алексей Яковлевич
ГОУ ВПО Уральский государственный
университет им. А.М. Горького
пр. Ленина, 51
620083 Екатеринбург
Телефон: (343) 261 7553
Факс: (343) 261 7411
E-mail: alegolub@yandex.ru

Грачек Валентина Ивановна
Институт физико-органической химии НАН
Беларуси
ул. Сурганова, 13
220072 Минск
Телефон: (375 17) 284 0973
Факс: (375 17) 284 0973
E-mail: grachek@ifoch.bus-net.by

Григорович Константин Всеволодович
Институт металлургии и материалов
им. А.А. Байкова РАН
Ленинский пр., 49
119991 Москва
E-mail: grigorov@imet.ac.ru

Громилов Сергей Александрович
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 9466
Факс: (383) 330 9489
E-mail: grom@che.nsk.su

Губайдуллина Альфия Максutowна
ФГУП ЦНИИгеолнеруд
ул. Зинина, 4
420097 Казань
Телефон: (843) 236 4814
Факс: (843) 236 5373
E-mail: alfgub@mail.ru

Гудилин Евгений Алексеевич
Московский государственный университет
им. М.В. Ломоносова
Ленинские Горы
119992 Москва
Телефон: (495) 939 4729
E-mail: goodilin@inorg.chem.msu.ru

Гусейнова Эльвира Анваровна
Институт нефтехимических процессов НАН
Азербайджана
пр. Ходжалы, 30
AZ1025 Баку, Азербайджан
E-mail: elvira_huseynova@mail.ru

Давыдова Наталья Николаевна
Институт проблем нефти и газа СО РАН
ул. Автодорожная, 20
677007 Якутск
Телефон: (4112) 357 293
Факс: (4112) 357 333
E-mail: david304@yandex.ru

Демидова Марина Геннадьевна
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 316 5349
Факс: (383) 316 5349
E-mail: demidova@che.nsk.su

Довлитова Лариса Степановна
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 326 9757
Факс: (383) 330 8056
E-mail: dsl@catalysis.nsk.su

Дорофеева Наталия Валерьевна
Томский государственный университет
пр. Ленина, 36
634050 Томск
Телефон: (3822) 42-38-96
Факс: (3822) 42-38-96
E-mail: natalia10@mail.ru

Дребущак Ирина Валерьевна
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
E-mail: dairdre@gmail.com

Дребущак Татьяна Николаевна
Институт химии твердого тела
и механохимии СО РАН
ул. Кутателадзе, 18
630128 Новосибирск
Телефон: (383) 363 4206
Факс: (383) 363 4132
E-mail: tanya@xray.nsu.ru

Дроздов Владимир Анисимович
Институт проблем переработки
углеводородов СО РАН
ул. Нефтезаводская, 54
644040 Омск
Телефон: (3812) 672 216
Факс: (3812) 646 156
E-mail: drozdov@ihcp1.oscsbras.ru

Дякин Павел Васильевич
Санкт-Петербургский государственный
технологический институт
(Технический Университет)
Московский пр., 23
190013 Санкт-Петербург
Телефон: (952) 351 7799
E-mail: ceramika-6@mail.ru

Ежевская Татьяна Борисовна
Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН
ул. Институская, 2
630090 Новосибирск
Телефон: (838) 330 9913
Факс: (838) 330 4724
E-mail: taniam@mail.ru

Ермалицкая Ксения Федоровна
Белорусский государственный университет
ул. Кропоткина, 114-55
220123 Минск
Телефон: (37517) 283 2942
E-mail: ermalitskaya@biz.by

Жейвот Валентина Ивановна
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 3269 465
Факс: (383) 330 8056
E-mail: val@catalysis.ru

Жогова Кира Борисовна
Российский Федеральный Ядерный Центр
ВНИИЭФ
ул. Мира, 37
607188 Саров, Нижегородская обл.
Телефон: (83130) 29 002
Факс: (83130) 45 569
E-mail: zhogova@expd.vniief.ru

Журавлева Наталья Геннадиевна
ГК «Российская корпорация нанотехнологий»
(РОСНАНО)
ул. Наметкина, 12А
117420 Москва
Телефон: (495) 542 4444 доб. 1624
Факс: (495) 542 4434
E-mail: Natalya.Zhuravleva@rusnano.com

Зайковский Владимир Иванович
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: 383 3269781
Факс: (383) 330 8056
E-mail: viz@catalysis.ru

Зайченко Наталья Александровна
Воронежский государственный университет
Университетская пл., 1
394006 Воронеж
Телефон: (4732) 208 932
Факс: (4732) 208 932
E-mail: auctoritas2@yandex.ru

Заксас Наталья Павловна
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 6965
Факс: (383) 330 9489
E-mail: zak@che.nsk.su

Замулина Татьяна Владимировна
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 326 9536
Факс: (383) 330 8056
E-mail: zam@catalysis.ru

Зарубина Оксана Николаевна
Томский государственный университет
Ленина, 36
634050 Томск
Телефон: (3822) 420 783
E-mail: zon@xf.tsu.ru

Захарченко Николай Иванович

Национальный аэрокосмический университет им. Н.Е. Жуковского
ул. Чкалова, 17
61070 Харьков

Телефон: (380 57) 244 2358

E-mail: zakharni@mail.ru

Захарова Эльза Арминовна

Томский политехнический университет
пр. Ленина, 30
634050 Томск

Телефон: (3822) 563569

Факс: (3822) 563 562

E-mail: elaz38@mail.ru

Захарчук Нина Федоровна

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 339 1965

Факс: (383) 339 4489

E-mail: nzak@che.nsk.su

Зверева Елена Евгеньевна

Институт органической и физической химии
им. А.Е. Арбузова КазНЦ РАН
ул. Арбузова, 8
420088 Казань

E-mail: helva@iopc.knc.ru

Зеленина Людмила Николаевна

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3,
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 9259

Факс: (383) 330 9489

E-mail: zelenina@che.nsk.su

Зиновьева Айгуль Фанизовна

Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 13
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 333 2624

Факс: (383) 333 2624

E-mail: aigul@isp.nsc.ru

Золотов Юрий Александрович

Московский государственный университет
им. М.В. Ломоносова
Ленинские Горы
119992 Москва

Телефон: (495) 939 5564

Факс: (495) 939 46 75

E-mail: zolotov@analyt.chem.msu.ru;
zolotov@igic.ras.ru

Золотова Евгения Семеновна

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 9466

E-mail: zolotova@che.nsk.su

Зюзин Дмитрий Альбертович

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 326 9532

Факс: (383) 330 8056

E-mail: zyuzin@catalysis.ru

Иванов Вячеслав Павлович

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 326 9451

Факс: (383) 330 8056

E-mail: vpivanov@catalysis.nsk.su

Иванов Дмитрий Анатольевич

Институт химической физики
им. Н.Н. Семенова
ул. Косыгина, 4
119991 Москва

Телефон: (495) 137 8203

Факс: (495) 137 8203

E-mail: ivanovda@inbox.ru

Иванов Максим Григорьевич

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 326 9597

Факс: (383) 330 8056

E-mail: mr.ivanov@ngs.ru

Иванова Татьяна Ивановна

НПП Буревестник, ОАО
Малоохтинский пр., 68
195112 Санкт-Петербург

Телефон: (812) 528 4979

Факс: (812) 528 1734

E-mail: marketing@bourestnik.spb.ru

Ивановская Мария Ивановна

НИИ физико-химических проблем БГУ
ул. Ленинградская, 14
220030 Минск

Телефон: (375 17) 200 8106

Факс: (375 17) 200 8106

E-mail: ivanovskaya@bsu.by

Игнатьева Татьяна Ивановна

Институт структурной макрокинетики
и проблем материаловедения РАН
ул. Институтская, 8
142432 Черноголовка

Телефон: (496) 524 6247

Факс: (496) 962 8025

E-mail: itian@ism.ac.ru

Ильин Александр Петрович

Томский политехнический университет
ул. Ленина, 30
634050 Томск

Телефон: (3822) 564 633

E-mail: ilyinap@mail.ru

Ильин Александр Викторович

АО «Interactive Corporation»,
Московское представительство
ул. Губкина, 14, офис 23
117312 Москва

Телефон: (495) 748 2007

Факс: (495) 748 2007

E-mail: iac@microanalysis.ru

Ильин Антон Васильевич

Контрольно-аналитический департамент,
Заполярный филиал
ОАО «ГМК «Норильский никель»
ул. Октябрьская, 2
663316 Норильск

Телефон: (3919) 496 041

Факс: (3919) 354 492

E-mail: mullagulovia@nk.normik.ru

Ильичёва Ольга Михайловна

ФГУП «ЦНИИгеолнеруд»
ул. Зинина, 4
420097 Казань

Телефон: (843) 236 3582

E-mail: molodspec@mail.ru

Имамов Рафик Мамед оглы

Институт кристаллографии
им. А.В. Шубникова РАН
Ленинский проспект, 59
119333 Москва

Телефон: (495) 330 6856

Факс: (495) 330 0783

E-mail: imamov@ns.crys.ras.ru

Исламова Галия Гаязовна

ФГУП «ЦНИИгеолнеруд»
ул. Зинина, 4
420097 Казань

Телефон: (843) 236 4814

Факс: (843) 236 5373

E-mail: atsic@mail.ru

Исмагилов Ильяс Зинферович

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 7670

Факс: (383) 339 7352

E-mail: iismagil@catalysis.ru

Исмагилов Зинфер Ришатович

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 6219

Факс: (383) 339 7352

E-mail: zri@catalysis.ru

Исмаилов Этибар Гумбят

Институт нефтехимических процессов
им. Ю.Г. Мамедалиева НАН Азербайджана
пр. Ходжалы, 30
AZ1025 Баку, Азербайджан

E-mail: mammad-maharramov@rambler.ru

Исупов Виталий Петрович

Институт химии твердого тела
и механохимии СО РАН
ул. Кутателадзе, 18
630128 Новосибирск

Телефон: (383) 336 3837

Факс: (383) 332 2847

E-mail: isupov@solid.nsc.ru

Кабин Евгений Владимирович

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 316 5633

Факс: (383) 330 9489

E-mail: john_kabin@ngs.ru

Кадирбеков Кайрат Адырбекович

Институт химических наук
им. А.Б. Бектурова МОН РК
ул. Уалиханова, 106
050010 Алматы

Телефон: (727) 291 5305

Факс: (727) 291 5305

E-mail: kkairati@mail.ru

Калинкин Александр Васильевич

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 326 9527

Факс: (383) 330 8056

E-mail: avkalinkin@mail.ru

Каныгин Михаил Андреевич

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск

E-mail: mkanygin@gmail.com

Капралов Павел Олегович

Институт общей физики им. А.М. Прохорова
ул. Дм. Ульянова, 5
119333 Москва

Каргин Владимир Федорович

Netzsch Geraetebau GmbH
Ленинский пр., 95 А
119313 Москва

E-mail: ngb@netzsch.ru

Карпова Елена Викторовна

Новосибирский институт органической химии
им. Н.Н. Ворожцова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 9
630090 Новосибирск

Телефон: (838) 330 7864

Факс: (838) 330 9752

E-mail: karpovae@nioch.nsc.ru

Кацюба Сергей Александрович

Институт органической и физической химии
им. А.Е. Арбузова КазНЦ РАН
ул. Арбузова, 8
420088 Казань

E-mail: katsyuba@iopc.knc.ru

Качаев Артём Алексеевич

Томский политехнический университет
ул. Ленина, 30
634050 Томск

Телефон: (3822) 426 936

Факс: (3822) 426 936

E-mail: kachaev@tpu.ru

Керженцев Михаил Анатольевич

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 5

630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 7154

Факс: (383) 339 7352

E-mail: [ma_k@catalysis.ru](mailto:ma_k@ catalysis.ru)

Кидяров Борис Иванович

Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 13

630090 Новосибирск

Телефон: (383) 333 3266

Факс: (383) 333 2771

E-mail: kidyarov@isp.nsc.ru

Кирик Сергей Дмитриевич

Институт химии и химической технологии СО
РАН, Сибирский федеральный университет
ул. К. Маркса, 42

660049 Красноярск

Телефон: (3912) 495 663

Факс: (3912) 238 658

E-mail: kirik@icct.ru

Киселева Евгения Алексеевна

Институт проблем переработки
углеводородов СО РАН

ул. Нефтезаводская, 54

644040 Омск

Телефон: (3812) 560 207

Факс: (3812) 646 156, 560 211

E-mail: Lacsum@ihcp2.oscsbras.ru

Князев Борис Александрович

Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера
СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 11

630090 Новосибирск

Телефон: (383) 329 4839

E-mail: knyazev@inp.nsk.su

Ковалев Игорь Дмитриевич

Институт химии высокоочищенных веществ РАН
ул. Тропинина, 49

603950 Нижний Новгород

Телефон: (831) 462 7590

Факс: (831) 462 7750

E-mail: ikovalev@ihps.nnov.ru

Ковалева Ольга Васильевна

Контрольно-аналитический департамент,
Заполярный филиал

ОАО «ГМК «Норильский никель»

ул. Октябрьская, 2

663316 Норильск

Телефон: (3919) 436 824

Факс: (3919) 354 492

E-mail: kovalevaov@nk.nornik.ru

Коваленко Валерий Игнатьевич

Институт органической и физической химии
им. А.Е. Арбузова КазНЦ РАН

ул. Академика Арбузова, 8

420088 Казань

E-mail: koval@iopc.knc.ru

Коваленко Татьяна Александровна

Омский государственный университет
им. Ф.М. Достоевского

пр. Мира, 55 А

644077 Омск

Телефон: (3812) 268 199

Факс: (3812) 642 410

E-mail: kovalenko_85@list.ru

Козлов Дмитрий Николаевич

Всероссийский научно-исследовательский
институт метрологии им. Д.И. Менделеева

Московский пр., 19

198005 Санкт-Петербург

Телефон: (812) 323 9655

Факс: (812) 327 9776

E-mail: kozlov@b10.vniim.ru

Коковкин Василий Васильевич

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 3

630090 Новосибирск

Телефон: (383) 316 5632

Факс: (383) 330 9489

E-mail: basil@che.nsk.su

Колесов Борис Алексеевич

Институт неорганической химии

им. А.В. Николаева СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 3

630090 Новосибирск

Факс: (383) 330 9489

E-mail: kolesov@che.nsk.su

Колзунова Лидия Глебовна

Институт химии Дальневосточного
отделения РАН

пр. 100-летия Владивостока, 159

690022 Владивосток

Телефон: (4232) 313 566

Факс: (4232) 311 889

E-mail: kolzunova@ich.dvo.ru

Колосов Владимир Юрьевич

Уральский государственный университет
пр. Ленина, 51

620083 Екатеринбург

Телефон: (343) 251 9696

Факс: (343) 261 5978

E-mail: Vladimir.Kolosov@usu.ru

Колпакова Нина Александровна
Томский политехнический университет
ул. Учебная, 39/2
634050 Томск
Телефон: (3822) 561 640
Факс: (3822) 561 640
E-mail: nak@anchem.chtd.tpu.ru

Колчина Елена Владимировна
ОАО «Уральский электрохимический комбинат»
ул. Дзержинского, 2
624130 Новоуральск
Телефон: (34370) 56 662
Факс: (34370) 56 209
E-mail: czl@ueip.ru

Кондратьева Ирина Андреевна
НИИФ им. В.А. Фока Санкт-Петербургского государственного университета
ул. Ульяновская, 3
198504 Санкт-Петербург, Петродворец
Телефон: (812) 428 4547
Факс: (812) 428 7240
E-mail: ikondratyeva@mail.ru

Коптюг Игорь Валентинович
Международный томографический центр СО РАН
ул. Институтская, 3А
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 333 3561
Факс: (383) 333 1399
E-mail: koptuyug@tomo.nsc.ru

Король Наталья Александровна
Дальневосточный государственный университет путей сообщения
Серышева, 47
680021 Хабаровск
Телефон: (4212) 359 114
E-mail: natasha-korol@yandex.ru

Коршунов Андрей Владимирович
Томский политехнический университет
пр. Ленина, 30
634050 Томск
Телефон: (3822) 563 474
Факс: (3822) 529 658
E-mail: korshunov@tpu.ru

Корякина Владилена Владимировна
Институт проблем нефти и газа СО РАН
ул. Октябрьская, 1
677890 Якутск
E-mail: kvladilina@yandex.ru

Косова Нина Васильевна
Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН
ул. Кутателадзе, 18
630128 Новосибирск
Телефон: (383) 336 3843
Факс: (383) 332 2847
E-mail: kosova@solid.nsc.ru

Косырев Николай Николаевич
Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН
Академгородок 50, стр. 38
660036 Красноярск
Телефон: (391) 249 4556
E-mail: kosyrev@inbox.ru

Кохановская Ольга Андреевна
Институт проблем переработки углеводов СО РАН
ул. Нефтезаводская, 54
644040 Омск
Телефон: (3812) 560 207
Факс: (3812) 646 156, 560 211
E-mail: kokhanovskaya@ihcp2.oscsbras.ru

Кочубей Дмитрий Иванович
Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (3832) 344 769
Факс: (3832) 343 056
E-mail: kochubey@catalysis.ru

Кощеева Ольга Сергеевна
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 6965
Факс: (383) 330 9489
E-mail: koshcheeva@ngs.ru

Кривенцов Владимир Владимирович
Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 329 4013
Факс: (383) 330 3056
E-mail: kriven@mail.ru

Криворучко Олег Петрович
Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 6222
Факс: (383) 330 8056
E-mail: opkriv@catalysis.ru

Кручинин Владимир Николаевич
Институт физики полупроводников СО РАН им. А.В. Ржанова
пр. Академика Лаврентьева, 13
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 333 2727
E-mail: vladd50@mail.ru

Крылова Ирина Владимировна
Московский государственный университет
им. М.В. Ломоносова
Ленинские горы, д. 1, стр. 3, Химфак МГУ
119992 Москва
Телефон: (495) 939 3322
Факс: (495) 939 8846
E-mail: krylova@kge.msu.ru

Крылова Наталья Сергеевна
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 326 9784
Факс: (383) 330 8056
E-mail: krylova@catalysis.ru

Крысин Алексей Петрович
Новосибирский институт органической химии
им. Н.Н. Ворожцова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 9
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 8533
E-mail: kap@nioch.nsc.ru

Крючкова Наталия Анатольевна
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 316 5341
Факс: (383) 330 9489
E-mail: knatali@ngs.ru

Кузнецов Борис Николаевич
Институт химии и химической
технологии СО РАН
Академгородок
660036 Красноярск
Телефон: (391) 249 4894
Факс: (391) 243 9342
E-mail: inm@icct.ru

Кузнецов Федор Андреевич
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 9488
Факс: (383) 330 9489
E-mail: fk@che.nsk.su

Кулипанов Геннадий Николаевич
Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 11
630090 Новосибирск
E-mail: g.n.kulipanov@inp.nsk.su

Куншина Галина Борисовна
Институт химии и технологии редких
элементов и минерального сырья КНЦ РАН
Академгородок, 26а
184209 Апатиты
Телефон: (81555) 79 339
Факс: (81555) 61 658
E-mail: kunshina@chemy.kolasc.net.ru

Курганова Александра Евгеньевна
Институт химии высокочистых веществ РАН
ГСП-75, ул. Тропинина, 49
603950 Нижний Новгород
Телефон: (903) 604 8508
E-mail: kursa85@mail.ru

Курумчин Эдхем Хурьятбекович
Институт высокотемпературной
электрохимии УрО РАН
ул. С. Ковалевской, 22
620219 Екатеринбург
Телефон: (343) 362 3123
Факс: (343) 374 5992
E-mail: Kurum@ihte.uran.ru

Лавренова Людмила Георгиевна
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирский
государственный университет
ул. Пирогова, 2
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 316 5143
Факс: (383) 330 9489
E-mail: ludm@che.nsk.su

Лавская Юлия Владимировна
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 5352
E-mail: jjulia@ngs.ru

Лакиза Наталья Владимировна
Уральский государственный
университет им. А.М. Горького
пр. Ленина, 51
620083 Екатеринбург
Телефон: (343) 261 7553
Факс: (343) 261 7411
E-mail: Natalya_Lakiza@mail.ru

Ланская Ольга Григорьевна
Институт мониторинга климатических
и экологических систем СО РАН
пр. Академический, 10/3
634055 Томск
Факс: (3822) 491 950
E-mail: ollanskaya@yandex.ru

Лапина Ольга Борисовна
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 326 9505
Факс: (383) 330 8056
E-mail: olga@catalysis.ru

Латышев Александр Васильевич
Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 13
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 333 1080
Факс: (383) 333 1080
E-mail: latyshev@thermo.isp.nsc.ru

Лебедев Дмитрий Владимирович

Физико-технический институт
им. А.Ф. Иоффе РАН
Политехническая ул., 26
194021 Санкт-Петербург
E-mail: lebedev_84@mail.ru

Лебедев Сергей Григорьевич

Институт ядерных исследований РАН
пр. 60-летия Октября, 7а
117312 Москва
Телефон: (496) 751 0714
E-mail: lebedev@inr.ru

Левченко Людмила Михайловна

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 336 0589
Факс: (383) 339 4489
E-mail: luda@che.nsk.su

Лейтес Елена Анатольевна

Алтайский государственный университет
пр. Ленина, 61
656099 Барнаул
Телефон: (3852) 624 292
Факс: (3852)-363 921
E-mail: leites-elena@yandex.ru

Леонтьева Наталья Николаевна

Институт проблем переработки
углеводородов СО РАН
ул. Нефтезаводская, 54
644040 Омск
Телефон: (3812) 672 216
Факс: (3812) 646 156
E-mail: n_n_leonteva@list.ru

Леонтьева Анна Александровна

НИИ химии Нижегородского
государственного университета
им. Н.И. Лобачевского
пр. Гагарина, 23
603950 Нижний Новгород
Телефон: (831) 465 7316
Факс: (831) 465 7343
E-mail: mashin@chem.ru

Лидер Елизавета Викторовна

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 316 5143
Факс: (383) 330 9489
E-mail: lisalider@ngs.ru

Линник Лев Николаевич

Роспатент
Ореховый бульвар, 39, 1-145
115573 Москва
Телефон: (495) 393 7973
Факс: (495) 393 7973
E-mail: lev.linnik@mail.ru

Лисняк Владислав Владиславович

Киевский Национальный университет
им. Тараса Шевченко
ул. Владимирская, 64
01033 Киев, Украина
Телефон: (380 67) 9777 9562
Факс: (380 44) 258 1241
E-mail: vladyslav_lisnyak@yahoo.com

Литвинов Игорь Анатольевич

Институт органической и физической химии
им. А.Е. Арбузова КазНЦ РАН
ул. Академика Арбузова, 8
420088 Казань
Телефон: (843) 272 7573
Факс: (843) 273 2253
E-mail: litvinov@iopc.knc.ru

Литвинов Сергей Дмитриевич

Самарский государственный
аэрокосмический университет
им. Академика С.П. Королёва
ул. Гагарина, 48-6
443079 Самара
Телефон: (846) 2674 641
Факс: (846) 2603 060
E-mail: lsd888@rambler.ru

Логинов Александр Сергеевич

ООО «Брукер»
ул. Терешковой, 34
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 333 2241
E-mail: Alexander.Loginov@bruker.ru

Логинова Алёна Владимировна

ООО «Брукер»
ул. Терешковой, 34
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 333 2241
E-mail: Alena.Loginova@bruker.ru

Луговкин Сергей Николаевич

ОАО НИИ «Ярсинтез»
пр. Октября, 88
150040 Ярославль
Телефон: (4852) 275 672
E-mail: snlgw@mail.ru

Лукьянчикова Нина Леонидовна

ООО «Миллаб», представительство
в Новосибирске
ул. Инженерная, 4а, оф. 412, 414
630128 Новосибирск
Телефон: (383) 363 0900
E-mail: nina_nsk@millab.ru

Ляхов Николай Захарович

Институт химии твердого тела
и механохимии СО РАН
ул. Кутателадзе, 18
630128 Новосибирск
E-mail: lyakhov@solid.nsc.ru

Мазалов Лев Николаевич

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 6433
Факс: (383) 330 9489
E-mail: lm@che.nsk.su

Максимовский Евгений Анатольевич

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 6646
Факс: (383) 330 9489
E-mail: eugene@che.nsk.su

Малахов Владислав Вениаминович

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 8160
Факс: (383) 330 8056
E-mail: malakhov@catalysis.ru

Малков Вячеслав Борисович

Институт высокотемпературной
электрохимии УРО РАН
ул. С. Ковалевской, 22
620219 Екатеринбург
Телефон: (343) 362 3504
E-mail: mvb@ihte.uran.ru

Малыхин Евгений Васильевич

Новосибирский институт органической
химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 9
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 6748
Факс: (383) 330 8850
E-mail: malykhin@nioch.nsc.ru

Мамонтов Григорий Владимирович

Томский государственный университет
пр. Ленина, 36
634050 Томск
Телефон: (3822) 420 486
Факс: (3822) 534 845
E-mail: grinmamontov@sibmail.com

Марков Олег Иванович

ГОУ ВПО Орловский государственный
университет
ул. Комсомольская, 95
302026 Орел
Телефон: (486) 277 7825
E-mail: o.i.markov@mail.ru

Мартьянов Олег Николаевич

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 326 9745
Факс: (383) 330 8056
E-mail: oleg@catalysis.ru

Марченко Юрий Владимирович

Институт химии ДВО РАН
пр. 100-лет Владивостоку, 159
690022 Владивосток
Факс: (4232) 312 590
E-mail: gor_dvo@mail.ru

Масимов Эльдар Алиоглу

Бакинский государственный университет
ул. З. Халилова, 23
AZ1073 Баку, Азербайджан

Матякубов Баходир Комилжонович

Институт общей и неорганической
химии АН РУз
ул. Мирзы Улугбека, 77а
100170 Ташкент
Телефон: (99871) 262 8290
Факс: (99871) 262 7990
E-mail: kad.zulayho@mail.ru

Мелкозёров Сергей Александрович

Уральский государственные лесотехнический
университет
Сибирский тракт, 37
620100 Екатеринбург
Телефон: (343) 262 9708, 262 9650
E-mail: family@k66.ru

Микушкин Валерий Михайлович

Физико-технический институт
им. А.Ф. Иоффе РАН
ул. Политехническая, 26
194021 Санкт-Петербург
Телефон: (812) 292 7142
Факс: (812) 297 1017
E-mail: V.Mikoushkin@mail.ioffe.ru

Михайличенко Тамара Викторовна

ГОУ ВПО Вятский государственный
университет
ул. Московская, 36
610000 Киров
Телефон: (8332) 321 486
Факс: (8332) 641 591
E-mail: kla500@yandex.ru

Михлин Юрий Леонидович

Институт химии и химической
технологии СО РАН
ул. К. Маркса, 42
660049 Красноярск
E-mail: yumikh@icct.ru

Могильников Константин Петрович

Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева 13
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 8591
Факс: (383) 333 2771
E-mail: mogkonst@thermo.isp.nsc.ru

Мороз Элла Михайловна
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 326 9532
Факс: (383) 330 8056
E-mail: emoroz@catalysis.ru

Морозов Евгений Владимирович
Сибирский федеральный университет
ул. Вильского, 16
660062 Красноярск
E-mail: morozov_sfu@mail.ru

Морозова Галина Ивановна
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов»
ул. Радио, 17
105005 Москва
Телефон: (499) 261 8677, 263 8597
Факс: (499) 267 8609
E-mail: admin@viam.ru

Морозова Мария Витальевна
ГОУ ВПО Уральский государственный университет им. А.М. Горького
пр. Ленина, 51
620083 Екатеринбург
Телефон: (343) 261 7553
Факс: (343) 261 7411
E-mail: morphey_usu@mail.ru

Мостовщиков Андрей Владимирович
Томский политехнический университет
пр. Ленина, 30
634050 Томск
E-mail: pasembellum@mail.ru

Муллагулов Ильдар Анурович
Контрольно-аналитический департамент,
Заполярный филиал
ОАО «ГМК «Норильский никель»
ул. Октябрьская, 2
663316 Норильск
Телефон: (3919) 354 232
Факс: (3919) 354 492
E-mail: mullagulovia@nk.nornik.ru

Мухтарова Гюльбанис Сиявуш
Институт нефтехимических процессов
им. Ю.Г. Мамедалиева НАН Азербайджана
пр. Ходжалы, 30
АЗ-1027 Баку
Телефон: (99412) 479 3264
Факс: (99412) 471 5881
E-mail: gulermuxtarova@yahoo.com

Муравьев Никита Вадимович
Институт химической физики
им. Н.Н. Семенова РАН
ул. Косыгина, 4
119991 Москва
Телефон: (495) 137 8203
E-mail: muravyev-nikita@ya.ru

Мухина Елена Игоревна
Netsch Geraetebau GmbH
Ленинский пр., 95 А
119313 Москва
Телефон: (495) 936 2626
Факс: (499) 132 4700
E-mail: ngb@netsch.ru

Мячина Галина Фирсовна
Иркутский институт химии
им. А.Е. Фаворского СО РАН
ул. Фаворского, 1
664033 Иркутск
Телефон: (3952) 426 511
Факс: (3952) 419 346
E-mail: myachina@irioch.irk.ru

Набиуллин Ильсур Рашитович
Институт физики молекул и кристаллов
УНЦ РАН
пр. Октября, 151
450075 Уфа
Телефон: (347) 284 3538
Факс: (347) 284 1995
E-mail: ilsurufa82@mail.ru

Надолинный Владимир Акимович
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 9515
Факс: (383) 330 9489
E-mail: spectr@che.nsk.su

Наумкина Наталья Ивановна
ФГУП «ЦНИИГеолнеруд»
ул. Зинина, 4
420097 Казань
Телефон: (843) 236 3582
E-mail: naumkina-n@rambler.ru

Недосейкина Татьяна Ивановна
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 316 5633
Факс: (383) 330 9489
E-mail: nti@che.nsk.su

Немец Анатолий Михайлович
ФГУП ЦНИИ КМ «Прометей»
ул. Шпалерная, 49
191015 Санкт-Петербург
Телефон: (812) 274 1216
Факс: (812) 710 3756
E-mail: vvv@prometey2.spb.su

Немов Вячеслав Александрович
Вычислительный Центр ДВО РАН
ул. Ким Ю Чена, 65
680000 Хабаровск
Телефон: (4212) 704 072
Факс: (4212) 227 469
E-mail: nemo45@mail.ru; van@mail.fesmu.ru

Нехин Михаил Юрьевич
ЗАО «Найтек Инструментс»
ул. Дирижабельная, 15а, офис 1
141700 Долгопрудный, Московская обл.
Телефон: (495) 661 0681
Факс: (495) 661 0681
E-mail: mnehin@nytek.ru

Низовский Александр Иванович
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Факс: (383) 330 8056
E-mail: alexniz@inbox.ru

Николаева Лира Александровна
Институт проблем нефти и газа СО РАН
ул. Автодорожная, 20
677007 Якутск
Телефон: (4112) 357 293
Факс: (4112) 357 333
E-mail: lirakka@mail.ru

Николаева Ольга Александровна
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383)326 9568
Факс: (383) 330 8760
E-mail: Nikolga@catalysis.ru

Никуличева Ольга Николаевна
Новосибирский институт органической химии
им. Н.Н. Ворожцова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 9
630090 Новосибирск
Факс: (383) 330 8850
E-mail: olnik@nioch.nsc.ru

Новикова Наталия Евгеньевна
Институт кристаллографии
им. А.В. Шубникова РАН
Ленинский проспект, 59
119333 Москва
Телефон: (499) 135 3110
Факс: (499) 135 2010
E-mail: natnov@ns.crys.ras.ru

Носкова Галина Николаевна
Томский политехнический университет
пр. Ленина, 30
634050 Томск
Телефон: (3822) 563 525
E-mail: tan@mail.tomsknet.ru

Овчинникова Татьяна Николаевна
ФГУП НИФХИ им. Л.Я. Карпова
ул. Воронцово поле, 10
105064 Москва
Телефон: (495) 917 5452
Факс: (495) 917 2490
E-mail: ovchin@cc.nifhi.ac.ru

Огибалова Татьяна Анатольевна
ООО «Усолъе-Сибирский Силикон»
п/о 8, а/я 100
665452 Усолъе-Сибирское
Телефон: (395 43) 577 16
Факс: (30 543) 570 37
E-mail: nachlab@silicon.nitol.ru

Окотруб Александр Владимирович
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Факс: (383) 330 9489
E-mail: spectrum@che.nsk.su

Омарова Роза Амиржановна
Казахский национальный медицинский
университет им. С.Д. Асфендиярова
ул. Толе би, 96
050012 Алматы
Телефон: (727) 229 26487
E-mail: kenes65@mail.ru

Орджоникидзе Ольга Сергеевна
Институт химической физики
им. Н.Н. Семенова РАН
ул. Косыгина, 4
119991 Москва
Телефон:
E-mail: olga_ord@mail.ru

Орлов Лев Константинович
Институт физики микроструктур РАН,
Нижегородский государственный технический
университет им. Р.Е. Алексеева
ул. Минина, 24
603950 Нижний Новгород
Телефон: (831) 460 1931
Факс: (831) 438 5553
E-mail: orlov@ipm.sci-nnov.ru

Остроушко Александр Александрович
Уральский государственный университет им.
А.М. Горького, НИИ ФПМ
проспект Ленина, 51
620083 Екатеринбург
Телефон: (343) 251 7927
Факс: (343) 261 5978
E-mail: alexandre.ostroushko@usu.ru

Очертянова Любовь Ивановна
Институт общей и неорганической химии им.
Н.С. Курнакова РАН
Ленинский пр., 31
119991 Москва
Телефон: (495) 955 4821
E-mail: ochert@igic.ras.ru

Пальчик Надежда Арсентьевна
Институт геологии и минералогии СО РАН
пр. Академика Коптюга, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 333 2903
Факс: (383) 333 3505
E-mail: nadezhda@uiggm.nsc.ru

Пармон Валентин Николаевич
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 8269
Факс: (383) 330 8269
E-mail: parmon@catalysis.ru

Патрушев Юрий Валерьевич
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 326 9709
Факс: (383) 330 8056
E-mail: patrush@catalysis.ru

Пахарукова Вера Павловна
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 326 9532
Факс: (383) 330 8056
E-mail: verapakh@catalysis.ru

Петерсон Иван Викторович
Институт химии и химической
технологии СО РАН
ул. Карла Маркса, 42
660049 Красноярск
E-mail: defender200385@mail.ru

Петренко Ольга Сергеевна
Курский государственный университет
ул. Скорятина, 160
305003 Курск
Телефон: (8951) 327 5735
E-mail: petruchon@mail.ru

Пименов Владимир Георгиевич
Институт химии высокочистых веществ РАН
ул. Тропинина, 49
603950 Нижний Новгород
Телефон: (831) 462 6649
Факс: (831) 462 5666
E-mail: pim@ihps.nnov.ru

Плясова Людмила Михайловна
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 6300
Факс: (383) 330 8056
E-mail: pls@catalysis.nsk.su

Подъячева Ольга Юрьевна
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 326 9552
Факс: (383) 339 7352
E-mail: pod@catalysis.ru

Полежаева Ирина Викторовна
ГОУ ВПО Сибирский государственный
технологический университет
пр. Мира, 82
660049 Красноярск
E-mail: piv-80@mail.ru

Поротникова Наталья Михайловна
Институт высокотемпературной
электрохимии УрО РАН
ул. С. Ковалевской, 22
620219 Екатеринбург
Телефон: (343) 348 4362
Факс: (343) 374 5992
E-mail: Porotnikova@ihte.uran.ru

Почтарь Алена Анатольевна
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 326 9757
Факс: (383) 330 8056
E-mail: po4tar@catalysis.ru

Предеин Александр Юрьевич
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 336 0589
E-mail: predein@che.nsk.su

Прибора Василий Николаевич
ООО «Брукер»
Ленинский пр., 47
119991 Москва
Телефон: (495) 935 8081
Факс: (495) 502 9007
E-mail: vpribora@bruker.ru

Прокопов Сергей Валерьевич
Самарский государственный университет
ул. Академика Павлова, 1
443011 Самара
Телефон: (846) 334 5432
Факс: (846) 334 5417
E-mail: prorock87@mail.ru

Прокопьев Евгений Петрович
Московский Государственный институт
электронной техники (Технический
университет, МИЭТ)
Зеленоград, проезд 4806, стр. 5
124498 Москва
Телефон: (495) 532 9962
Факс: (495) 532 9962
E-mail: epprokopiev@mail.ru

Просвирин Игорь Петрович
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 339 7286
Факс: (383) 334 3056
E-mail: prosvirin@catalysis.ru

Протопопов Анатолий Всеволодович

Южно-Казахстанский государственный университет им. М. Ауезова

пр. Тауке-Хана, 5
160012 Шымкент

Телефон: (7252) 211 989

E-mail: protopopov@ukqu.kz

Расторгуев Александр Александрович

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 326 9638

Факс: (383) 330 8056

E-mail: rastorg@catanalysis.ru

Ревенко Анатолий Григорьевич

Институт земной коры СО РАН

ул. Лермонтова, 128

664033 Иркутск

Телефон: (3952) 426 156

E-mail: xray@earth.crust.irk.ru

Ризванов Ильдар Хамидович

Институт органической и физической химии
им. А.Е. Арбузова КазНЦ РАН

ул. Академика Арбузова, 8
420080 Казань

Телефон: (843) 273 1892

Факс: (843) 273 2253

E-mail: drsh@iopc.knc.ru

Рыхлицкий Сергей Владимирович

Институт физики полупроводников

им. А.В. Ржанова СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 13

630090 Новосибирск

Телефон: (383) 333 3884

Факс: (383) 333 3884

E-mail: rhl@isp.nsc.ru

Саипов Амангелди

Южно-Казахстанский государственный университет им. М. Ауезова

пр. Тауке-Хана, 5
160012 Шымкент

E-mail: bauka1953@bk.ru

Сайфутдинов Булат Ренатович

Самарский государственный университет
ул. Академика Павлова, 1

443011 Самара

Телефон: (846) 334 5432

E-mail: say-bulat@yandex.ru

Сакипова Зуриядда

Казахский национальный медицинский университет им. С.Д. Асфендиярова

ул. Самал-3, 25-41

050059 Алматы

Телефон: (727) 263 5956

Факс: (727) 262 3676

E-mail: sakipova@archipelag.kz

Саланов Алексей Николаевич

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 9255

Факс: (383) 330 8056

E-mail: salanov@catanalysis.nsk.su

Салихов Кев Миннулинович

Казанский физико-технический институт
им. Е.К. Завойского

Сибирский тракт, 10/7

420029 Казань

Телефон: (843) 272 5075

Факс: (843) 272 5075

E-mail: salikhov@kfti.knc.ru

Салкин Дмитрий Александрович

Мордовский государственный университет
им. Н.П. Огарева

ул. Большевикская, 68

430005 Саранск

Телефон: (8342) 290 684

E-mail: brudosd@mail.ru

Самопляс Виктория Николаевна

ОАО Западно-Сибирский металлургический комбинат

шоссе Космическое, 16

654043 Новокузнецк

Телефон: (3843) 592 343

Факс: (3843) 592 329

E-mail: rsiczl@zsmk.ru

Сапрыкин Анатолий Ильич

Институт неорганической химии

им. А.В. Николаева СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 3

630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 6965

Факс: (383) 330 9489

E-mail: saprykin@che.nsk.su

Седельникова Ольга Викторовна

Институт неорганической химии

им. А.В. Николаева СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 3

630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 5352

E-mail: o.sedelnikova@gmail.com

Селиванов Евгений Николаевич

Институт металлургии УрО РАН

ул. Амундсена, 101

620016 Екатеринбург

Телефон: (343) 267 8947

Факс: (343) 267 9186

E-mail: pcmlab@mail.ru

Селиванова Екатерина Алексеевна

ГОУ ВПО «МГТУ им. Г.И. Носова»

пр. Ленина, 38

455000 Магнитогорск

Телефон: (3519) 489 207

Факс: (3519) 489 207

E-mail: selivanova_87@mail.ru

Семёнова Мария Алексеевна
Институт геохимии им. А.П. Виноградова
СО РАН
ул. Фаворского, 1а
664033 Иркутск
Факс: (3952) 426 500
E-mail: msemenova@igc.irk.ru

Серебренникова Ольга Витальевна
ФГУП «ГНЦ РФ-ФЭИ»
пл. Бондаренко, 1
249033 Обнинск Калужской обл.
Телефон: (48439) 98 156
Факс: (48439) 98 582
E-mail: ol.serebrennikova@gmail.com

Середенко Виктория Валентиновна
Национальный аэрокосмический университет
им. Н.Е. Жуковского
ул. Чкалова, 17
61070 Харьков
Телефон: (380 57) 244 2358
E-mail: zakharni@mail.ru

Сидельников Владимир Николаевич
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 8760
Факс: (383) 330 8760
E-mail: vlad@catalysis.ru

Сидельникова Ольга Николаевна
Институт химии твердого тела
и механохимии СО РАН
ул. Кутателадзе, 18
630128 Новосибирск
Телефон: (383) 217 0992, 262 1953
Факс: (383)-332 2847
E-mail: olsi@solid.nsc.ru

Сидоров Николай Васильевич
Институт химии и технологии редких
элементов и минерального сырья
Кольского научного центра РАН
Академгородок, 26А
184209 Апатиты
Телефон: (81555) 79 168
Факс: (81555) 61 658
E-mail: sidorov@chemy.kolasc.net.ru

Сидорова Елена Владимировна
Объединенный институт высоких
температур РАН
ул. 2-я Бебеля, 38
127220 Москва
Телефон: (495) 485 9611
Факс: (495) 485 9411
E-mail: ewsidorova@yandex.ru

Слободюк Арсений Борисович
Институт химии ДВО РАН
Столетия Владивостока, 159
690022 Владивосток
Телефон: (4232) 311 636
E-mail: ampy@ich.dvo.ru

Сокольникова Юлия Владимировна
Институт геохимии им. А.П. Виноградова
ул. Фаворского, 1А
664033 Иркутск
Телефон: (3952) 511 470
Факс: (3952) 427 050
E-mail: jsokol@igc.irk.ru

Солодовников Антон Олегович
Тюменский государственный университет
ул. Перекопская, 15а
625003 Тюмень
E-mail: reanimatorz@mail.ru

Солодовников Сергей Федорович
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Факс: (383) 330 9489
E-mail: spectr@che.nsk.su

Солотчина Эмилия Павловна
Институт геологии и минералогии
им. В.С. Соболева СО РАН
пр. Академика Коптюга, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 333 2903
Факс: (383) 333 2792
E-mail: solot@uiggm.nsc.ru

Сорокина Наталия Ивановна
Институт кристаллографии
им. А.В. Шубникова РАН
Ленинский проспект, 59
119333 Москва
Телефон: (499) 135 3110
Факс: (499) 135 2010
E-mail: nsor@ns.crys.ras.ru

Соснов Евгений Алексеевич
Санкт-Петербургский государственный
технологический институт
(Технический университет)
Московский пр., 26
190013 Санкт-Петербург
Телефон: (812) 494 9359
Факс: (812) 494 9286
E-mail: sosnov@lti-gti.ru

Спесивцев Евгений Васильевич
Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 13
630090 Новосибирск
Телефон: 333 37 93
Факс: (383) 333 27 71
E-mail: evs@isp.nsc.ru

Спицын Борис Владимирович
Институт физической химии
и электрохимии имени А.Н. Фрумкина РАН
Ленинский пр., 31
119991 Москва
E-mail: spitsyn@phyche.ac.ru

Стасюк Антон Ярославович

Институт проблем переработки
углеводородов СО РАН
ул. Нефтезаводская, 54
644040 Омск

Телефон: (3812) 672 216

Факс: (3812) 646 156

E-mail: antony.stasuk@gmail.com

Степановских Валерий Васильевич

ЗАО «Институт стандартных образцов»
ул. Ульяновская, 13а
620057 Екатеринбург

Телефон: (343) 228 1888

Факс: (343) 228 1898

E-mail: vvst@r66.ru

Стояновский Владимир Олегович

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 326 9469

Факс: (383) 330 8056

E-mail: stoynd@analysis.nsk.su

Стрекаловский Виктор Николаевич

Институт высокотемпературной
электрохимии УрО РАН

ул. С. Ковалевской, 22
620219 Екатеринбург

Телефон: (343) 362 3504

Факс: (343) 374 5992

E-mail: vstrek@ihte.uran.ru

Стукалова Анна Сергеевна

Дальневосточный государственный
гуманитарный университет

ул. Карла Маркса, 68
680000 Хабаровск

E-mail: stukalovaanna@mail.ru

Субботин Илья Александрович

Институт кристаллографии
им. А.В. Шубникова РАН

Ленинский проспект, 59
119333 Москва

Телефон: (495) 330 6856

Факс: (495) 330 0783

E-mail: subbotin@ns.crys.ras.ru

Тарасова Светлана Михайловна

Институт геохимии им. А.П. Виноградова
СО РАН

ул. Фаворского 1-а
664033 Иркутск

Телефон: (3952) 429 923

Факс: (3952) 429 923

E-mail: starasova@igc.irk.ru

Теребкова Татьяна Вадимовна

ООО «Термо Техно»
Колпачный пер., 9а, офис 404
101990 Москва

Телефон: (495) 625 3905

Факс: (495) 783 8211

E-mail: info@thermotechno.ru

Терещенко Олег Евгеньевич

Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 13
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 3334475

Факс: (383) 330 2771

E-mail: teresh@thermo.isp.nsc.ru

Титков Александр Николаевич

Физико-технический институт
им. А.Ф. Иоффе РАН

ул. Политехническая, 26
194021 Санкт-Петербург

Телефон: (812) 292 7317

Факс: (812) 297 1017

E-mail: alexander.titkov@mail.ioffe.ru

Титов Олег Павлович

Восточно-Сибирский государственный
технологический университет

ул. Хахалова 3А - 37
670034 Улан-Удэ

Телефон: (3012) 553 318

E-mail: fibrilla45@mail.ru

Титов Сергей Сергеевич

Институт проблем химико-энергетических
технологий СО РАН

ул. Социалистическая, 1
659322 Бийск

Телефон: (3854) 305 847

Факс: (3854) 311 309

E-mail: turist.85@mail.ru

Тихова Вера Дмитриевна

Новосибирский институт органической химии
им. Н.Н. Ворожцова СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 9
630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 6554

Факс: (383) 330 9752

E-mail: tikhova@nioch.nsc.ru

Ткаченко Иван Анатольевич

Институт химии ДВО РАН

пр. 100-лет Владивостоку, 159
690022 Владивосток

Телефон: (4232) 311 636

Факс: (4232) 312 590

E-mail: tkachenko@ich.dvo.ru

Толбанова Людмила Олеговна

Томский политехнический университет
пр. Ленина, 30

634050 Томск

Телефон: (3822) 563 474

E-mail: tolbanova@mail.ru

Толкачев Николай Николаевич

ГК «Российская корпорация нанотехнологий»
(РОСНАНО)

ул. Наметкина, 12А
117420 Москва

E-mail: Nikolay.Tolkachev@rusnano.com

Тоневицкая Наталья Ивановна

ЗАО «ЛАБЦЕНТР»
ул. Куйбышева, 55, офис 501
620144 Екатеринбург
Телефон: (343) 359 2970
Факс: (343) 359 28 22
E-mail: info@labcenter.ru

Тренихин Михаил Викторович

Институт проблем переработки
углеводородов СО РАН
ул. Нефтезаводская, 54
644040 Омск
Телефон: (3812) 672 216
Факс: (3812) 676 156
E-mail: tremv@ihcp1.oscsbras.ru

Третьяков Юрий Дмитриевич

Московский государственный университет
им. М.В. Ломоносова
Ленинские Горы
119992 Москва
Телефон: (495) 939 2074
Факс: (495) 939 0998
E-mail: yudt@inorg.chem.msu.ru,
head@inorg.chem.msu.ru

Троицкая Ирина Баязитовна

Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 13
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 8889
Факс: (383) 333 2771
E-mail: troitskaia@thermo.isp.nsc.ru

Троицкий Дмитрий Юрьевич

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 6965
Факс: (383) 330 9489
E-mail: troitsk@ngs.ru

Трофимова Алла Семеновна

Научно-технический центр
ООО «Томскнефтехим»
Кузовлевский тракт, 2, стр.202
634067 Томск
Телефон: (3822) 703 290
E-mail: raksha64@mail.ru; tas@tnhk.ru

Трунова Валентина Александровна

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
E-mail: Trunova@inp.nsk.su

Тузиков Федор Васильевич

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 326 9400
Факс: (383) 330 8056
E-mail: tuzikov@catalysis.ru

Тузикова Наталья Александровна

Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 326 9400
Факс: (383) 330 8056
E-mail: tuzikov@catalysis.ru

Тюняев Алексей Алексеевич

РГУ нефти и газа имени И.М. Губкина
Ленинский проспект, 65
119991 Москва
Телефон: (499) 233 9075
Факс: (499) 233 9003
E-mail: genchem@gubkin.ru

Ульрих Дмитрий Владимирович

Южно-Уральский государственный
университет
пр. Ленина, 85
454007 Челябинск
Телефон: (351) 265 3654
E-mail: Ulrich.dm.25@mail.ru

Усманов Хикматулла Лутпуллаевич

Институт общей и неорганической
химии АН РУз
ул. Мирзы Улугбека, 77а
100170 Ташкент
Телефон: (99871) 262 8290
Факс: (99871) 262 7990
E-mail: kad.zulayho@mail.ru

Фадеева Валентина Павловна

Новосибирский институт органической
химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 9
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 9856
Факс: (383) 330 9752
E-mail: fadeeva@nioch.nsc.ru

Фараджев Чингиз Рамис

Бакинский государственный университет
ул. Захида Халилова, 23
AZ 1000 Баку
E-mail: ariavarta.68@mail.ru

Федин Владимир Петрович

Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 9490
Факс: (383) 330 9489
E-mail: cluster@che.nsk.su

Федоров Андрей Леонидович

Институт проблем нефти и газа СО РАН
ул. Автодорожная, 20
677007 Якутск
Телефон: (4112) 357 293
Факс: (4112) 357 333
E-mail: NShadrinoff@yandex.ru

Федорова Анна Викторовна

Санкт-Петербургский государственный университет

Петродворец, Университетский пр., 26

198504 Санкт-Петербург

Телефон: (812) 428 4096

E-mail: prigaro@inbox.ru

Федосеев Михаил Леонидович

ФГУП ЦНИИ КМ «Прометей»

ул. Шпалерная, 49

191015 Санкт-Петербург

Телефон: (812) 274 1216

Факс: (812) 710 3756

E-mail: yvv@prometey2.spb.su

Филиппьева Анастасия Александровна

Институт проблем переработки

углеводородов СО РАН

ул. Нефтезаводская, 54

644040 Омск

Телефон: (3812) 560 207

Факс: (3812) 646 156, 560 211

E-mail: kokhanovskaya@ihcp2.oscsbras.ru

Филоненко Георгий Александрович

Институт катализа им. Г.К. Борескова

СО РАН, Новосибирский государственный университет

пр. Академика Лаврентьева, 5

630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 9109

Факс: (383) 330 8056

E-mail: horherules@gmail.com

Францева Наталья Валерьевна

Томский политехнический университет

пр. Ленина, 30

634050 Томск

E-mail: fnv1982@yandex.ru

Харкевич Сергей Игоревич

ООО «СИ-ЛАБ»

ул. Бойцовая, 27, офис 217

107370 Москва

Телефон: (495) 739-58-55

Факс: (495) 739 5856

E-mail: serg@sy-lab.ru

Хвостиков Владимир Анатольевич

Институт проблем технологии

микроэлектроники РАН

ул. Институтская, 6

142432 Черноголовка

Телефон: (49652) 44 018

Факс: (495) 962 8047

E-mail: khvos@iptm.ru

Цуканова Елена Яковлевна

ОАО «Западно-Сибирский

испытательный центр»

ул. Орджоникидзе, 9

654006 Новокузнецк

Телефон: (3843) 745 634

Факс: (3843) 745 722

E-mail: mineralog@mail.ru

Цыбуля Сергей Васильевич

Институт катализа им. Г.К. Борескова

СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 5

630090 Новосибирск

Телефон: (383) 326 9597

Факс: (383) 330 8056

E-mail: tsybulya@catalysis.ru

Цыганкова Альфия Рафаэльевна

Институт неорганической химии

им. А.В. Николаева СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 3

630090 Новосибирск

Телефон: (383) 330 6965

Факс: (383) 330 9489

E-mail: alphiya@yandex.ru

Чайкина Марина Васильевна

Институт химии твердого тела

и механохимии СО РАН

ул. Кутателадзе, 18

630128 Новосибирск

E-mail: chaikinam@solid.nsc.ru

Черепанова Светлана Витальевна

Институт катализа им. Г.К. Борескова

СО РАН

пр. Академика Лаврентьева, 5

630090 Новосибирск

Телефон: (383) 336 9597

Факс: (383) 330 8056

E-mail: svch@catalysis.ru

Черепанова Ирина Владимировна

ОАО «Западно -Сибирский металлургический комбинат»

шоссе Космическое, 16

654043 Новокузнецк

Телефон: (3843) 592 230

Факс: (3843) 595 959

E-mail: kolomina_tn@zsmk.ru

Чигорина Татьяна Михайловна

ГОУ ВПО Северо-Осетинский

государственный университет

им. К.Л. Хетагурова

ул. Весенняя 8, корп. 4, кв. 9

362047 Владикавказ

Телефон: (8672) 531 214

Факс: (8672) 544 422

E-mail: tchigorina@mail.ru

Шадринов Николай Викторович

Институт проблем нефти и газа СО РАН

ул. Автодорожная, 20

677007 Якутск

Телефон: (4112) 357 293

Факс: (4112) 357 333

E-mail: NShadrinoff@yandex.ru

Шакирова Ольга Григорьевна
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 316 5143
Факс: (383) 330 9489
E-mail: ludm@che.nsk.su

Шарков Михаил Дмитриевич
Физико-технический институт
им. А.Ф. Иоффе РАН
Политехническая ул., 26
194021 Санкт-Петербург
Телефон: (812) 292 7985
Факс: (812) 297 1017
E-mail: mischar@mail.ioffe.ru

Шацкая Светлана Станиславовна
Институт химии твердого тела
и механохимии СО РАН
ул. Кутателадзе, 1
630128 Новосибирск
Телефон: (383) 217 0454
Факс: (383) 232 2847
E-mail: shatskaya@solid.nsc.ru

Швец Василий Александрович
Институт физики полупроводников
им. А.В. Ржанова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 13
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 333 2727
E-mail: shvets@isp.nsc.ru

Шелковников Владимир Владимирович
Новосибирский институт органической
химии им. Н.Н. Ворожцова СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 9
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 8996
E-mail: vsh@nioch.nsc.ru

Шелудякова Лилия Андреевна
Институт неорганической химии
им. А.В. Николаева СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 3
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 330 8957
Факс: (383) 330 9489
E-mail: lshel@che.nsk.su

Широкова Алла Геннадьевна
Институт химии твердого тела УрО РАН
ул. Первомайская, 91
620990 Екатеринбург
Телефон: (343) 374 5314
Факс: (343) 374 4495
E-mail: pasechnik@ihim.uran.ru

Шолкин Сергей Евгеньевич
ФГУП ЦНИИ КМ «Прометей»
ул. Шпалерная, 49
191015 Санкт-Петербург
E-mail: sholkin@mail.ru

Шугуров Артур Рубинович
Институт физики прочности
и материаловедения СО РАН
пр. Академический, 2/4
634021 Томск
Телефон: (3822) 286 823
Факс: (3822) 492 576
E-mail: shugurov@ispms.tsc.ru

Якимов Игорь Степанович
Сибирский федеральный университет,
Институт цветных металлов и
материаловедения
пр. Красноярский рабочий, 95
660025 Красноярск
Телефон: (3912) 657 601
E-mail: I-S-Yakimov@yandex.ru

Якимов Ярослав Игоревич
Сибирский федеральный университет
пр. Красноярский рабочий, 95
660069 Красноярск
E-mail: yar_yakimov@mail.ru

Яковлев Григорий Иванович
Ижевский государственный технический
университет
ул. Карла Маркса, 124-194
426003 Ижевск
Телефон: (3412) 527 253
Факс: (3412) 527 253
E-mail: jakowlew@udm.net

Яценко Дмитрий Анатольевич
Институт катализа им. Г.К. Борескова
СО РАН
пр. Академика Лаврентьева, 5
630090 Новосибирск
Телефон: (383) 326 9597
Факс: (383) 330 8056
E-mail: yatsenko@gorodok.net

Авторский указатель*

Hoffmann Peter	76	Васильева Инга Григорьевна	17, 69, 75, 215
Franck Armin Siegfried	222	Ведмидь Лариса Борисовна	356
Аббасов Сафа	282, 320	Велигжанин Алексей Александрович	53
Абраменко Егор Андреевич	336	Верин Игорь Андреевич	270, 277
Акимов Владлен Владимирович	43, 187	Ветрова Татьяна Ивановна	33
Александрова Галина Петровна	358	Витус Елена Николаевна	202
Алиева Наида Алиомаровна	267	Власенко Валерий Григорьевич	265, 266
Алиева Рейхан Вели кызы	359	Власов Анатолий Александрович	186, 191, 192
Ананьев Максим Васильевич	249	Вовк Евгений Иванович	112
Андреев Дмитрий Станиславович	119	Волченкова Валентина Анатольевна	232
Аникин Кирилл Витальевич	30	Ворсина Ирина Александровна	252
Антонов Алексей Юрьевич	231	Гардионов Сергей Владиславович	280
Анчарова Ульяна Валерьевна	250	Герасимов Иван Николаевич	43, 187
Арбузов Алексей Борисович	135, 214	Глазкина Ольга Викторовна	188, 218
Артёмов Василий Георгиевич	136	Глызина Татьяна Святославовна	189
Асанов Игорь Петрович	46, 111, 251, 285	Голованова Ольга Александровна	124, 223, 224
Аюпов Борис Мингареевич	39, 58, 204	Головизин Владислав Сергеевич	319
Бабанлы Магомед Баба	268, 306	Голуб Алексей Яковлевич	307
Бавыкина Анастасия Владимировна	208	Грачек Валентина Ивановна	225
Бадмаева Ирена Андреевна	286, 318	Григорович Константин Всеволодович	12
Бейзель Нина Федоровна	181	Громилов Сергей Александрович	75, 87, 216, 254
Белоцерковская Вера Юрьевна	182	Губайдуллина Альфия Максутовна	360
Бельская Людмила Владимировна	223, 224	Гудилин Евгений Алексеевич	7
Бессонов Евгений Витальевич	32	Гусейнова Эльвира Анваровна	282
Богуславский Евгений Георгиевич	41	Давыдова Наталья Николаевна	346
Боева Ольга Анатольевна	231	Демидова Марина Геннадьевна	78
Болатбаев Казбек Нельевич	338	Довлитова Лариса Степановна	70, 186, 191, 192, 193
Болдырева Наталья Николаевна	71, 186, 191, 193	Дорофеева Наталия Валерьевна	194
Болдырева Елена Владимировна	20, 140	Дребуцак Ирина Валерьевна	140
Борисов Станислав Васильевич	349	Дребуцак Татьяна Николаевна	93
Борозновская Нина Николаевна	287	Дроздов Владимир Анисимович	94, 135, 212, 214, 273
Бошкаева Асыл Кенесовна	310	Дякин Павел Васильевич	234
Бубликов Александр Васильевич	197	Ежевская Татьяна Борисовна	197
Булавченко Александр Иванович	78, 137	Ермалицкая Ксения Федоровна	173
Булавченко Ольга Александровна	97	Жейвот Валентина Ивановна	121
Бусурин Сергей Михайлович	269	Жогова Кира Борисовна	142, 143
Бухтияров Валерий Иванович	53, 54, 102, 112, 118, 139, 184	Зайковский Владимир Иванович	25, 78, 91, 95, 121, 122, 139, 273, 343
Быстров Сергей Геннадьевич	63	Зайченко Наталья Александровна	308
Валишева Наталья Александровна	184	Заксас Наталья Павловна	68
Вандюков Александр Евгеньевич	185	Зарубина Оксана Николаевна	235, 240
Варнек Владимир Алексеевич	46, 304		
Васильев Владимир Геннадьевич	128		

Захарченко Николай Иванович	255	Колпакова Нина Александровна	64, 189
Захарова Эльза Арминовна	342	Колчина Елена Владимировна	148
Захарчук Нина Федоровна	77	Кондратьева Ирина Андреевна	345
Зверева Елена Евгеньевна	163, 164	Король Наталья Александровна	174
Зеленина Людмила Николаевна	69	Коршунов Андрей Владимирович	44, 117, 129
Зиновьева Айгуль Фанизовна	107	Корякина Владилена Владимировна	281
Золотова Евгения Семеновна	58, 106	Косова Нина Васильевна	81
Зюзин Дмитрий Альбертович	92	Косырев Николай Николаевич	45
Иванов Вячеслав Павлович	62	Кохановская Ольга Андреевна	200
Иванов Дмитрий Анатольевич	48, 51	Кочубей Дмитрий Иванович	24
Иванов Максим Григорьевич	98	Кощеева Ольга Сергеевна	201
Ивановская Мария Ивановна	226, 227	Кривенцов Владимир Владимирович	138, 139
Игнатьева Татьяна Ивановна	361	Криворучко Олег Петрович	55
Ильин Александр Петрович	44, 117, 129, 292	Кручинин Владимир Николаевич	144
Ильин Антон Васильевич	203	Крылова Ирина Владимировна	309
Ильичёва Ольга Михайловна	141, 145	Крысин Алексей Петрович	128
Имамов Рафик Мамед оглы	271	Крючкова Наталия Анатольевна	104
Исламова Галия Гаязовна	360	Кузнецов Борис Николаевич	273
Исмагилов Ильяс Зинферович	57, 108	Куншина Галина Борисовна	340
Исмагилов Зинфер Ришатович	108, 146, 294	Курганова Александра Евгеньевна	236
Исмаилов Этибар Гумбят	282, 313, 320, 359	Курумчин Эдхем Хурьятбекович	154, 249
Исупов Виталий Петрович	96	Лавренова Людмила Георгиевна	103, 199, 219, 304
Кабин Евгений Владимирович	256	Лавская Юлия Владимировна	289
Кадирбеков Кайрат Адырбекович	343	Лакиза Наталья Владимировна	274
Калинкин Александр Васильевич	70, 102, 112, 144	Ланская Ольга Григорьевна	49
Каныгин Михаил Андреевич	123	Лапина Ольга Борисовна	23
Капралов Павел Олегович	136	Латышев Александр Васильевич	8
Карпова Елена Викторовна	147	Лебедев Дмитрий Владимирович	50
Кацюба Сергей Александрович	163, 164	Лебедев Сергей Григорьевич	40
Качаев Артём Алексеевич	157	Левченко Людмила Михайловна	52, 190, 305, 319
Керженцев Михаил Анатольевич	108, 146	Лейтес Елена Анатольевна	149
Кидяров Борис Иванович	257, 353, 354	Леонтьева Наталья Николаевна	94
Кирик Сергей Дмитриевич	16	Леонтьева Анна Александровна	175
Киселева Евгения Алексеевна	288	Лидер Елизавета Викторовна	199
Князев Борис Александрович	15	Линник Лев Николаевич	150
Ковалев Игорь Дмитриевич	198	Литвинов Игорь Анатольевич	38
Ковалева Ольга Васильевна	72	Литвинов Сергей Дмитриевич	168
Коваленко Валерий Игнатьевич	101, 183, 185	Луговкин Сергей Николаевич	258
Коваленко Татьяна Александровна	317	Ляхов Николай Захарович	220, 250, 252
Козлов Дмитрий Николаевич	80	Мазалов Лев Николаевич	21, 104
Коковкин Василий Васильевич	199	Максимовский Евгений Анатольевич	204
Колесов Борис Алексеевич	140	Малахов Владислав Вениаминович	10, 186, 191, 192, 193
Колзунова Лидия Глебовна	166	Малков Вячеслав Борисович	321, 322
Колосов Владимир Юрьевич	344	Малыхин Евгений Васильевич	147, 205

Мамонтов Григорий Владимирович	194, 206	Петренко Ольга Сергеевна	347
Марков Олег Иванович	275	Пименов Владимир Георгиевич	61, 195, 196
Мартьянов Олег Николаевич	22	Плясова Людмила Михайловна	70, 85, 137
Марченко Юрий Владимирович	165	Подъячева Ольга Юрьевна	98, 146, 294
Масимов Эльдар Алиоглу	313	Полежаева Ирина Викторовна	363
Мелкозёров Сергей Александрович	259	Поротникова Наталья Михайловна	155, 249
Микушкин Валерий Михайлович	237, 238	Почтарь Алена Анатольевна	193
Михайличенко Тамара Викторовна	239	Предеин Александр Юрьевич	285, 290, 291, 295
Михлин Юрий Леонидович	43, 65, 187	Прибора Василий Николаевич	31
Могильников Константин Петрович	323	Прокопов Сергей Валерьевич	167
Мороз Элла Михайловна	86, 91, 92, 121	Прокопьев Евгений Петрович	162
Морозов Евгений Владимирович	169	Просвирин Игорь Петрович	184
Морозова Галина Ивановна	66	Расторгуев Александр Александрович	296
Морозова Мария Витальевна	228, 229, 230	Ревенко Анатолий Григорьевич	14
Мостовщиков Андрей Владимирович	292	Ризванов Ильдар Хамидович	303, 335
Муллагулов Ильдар Анурович	203	Рыхлицкий Сергей Владимирович	13, 45, 56, 144
Мухтарова Гюльбанис Сиявуц	171	Сайфутдинов Булат Ренатович	153
Муравьев Никита Вадимович	48, 51	Сакипова Зуриядда	278
Мячина Галина Фирсовна	260, 358	Саланов Алексей Николаевич	325, 327, 328, 343
Набиуллин Ильсур Рашитович	42	Салихов Кев Миннулинович	11
Надолинный Владимир Акимович	105, 106, 293	Салкин Дмитрий Александрович	311
Наумкина Наталья Ивановна	141, 145, 276	Самопляс Виктория Николаевна	210
Недосейкина Татьяна Ивановна	54, 256	Сапрыкин Анатолий Ильич	9, 68, 74, 201, 217
Немец Анатолий Михайлович	120	Седельникова Ольга Викторовна	326
Немов Вячеслав Александрович	176	Селиванов Евгений Николаевич	356
Нехин Михаил Юрьевич	30	Селиванова Екатерина Алексеевна	130
Низовский Александр Иванович	53, 70, 102	Семёнова Мария Алексеевна	297
Николаева Лира Александровна	346	Серебренникова Ольга Витальевна	357
Николаева Ольга Александровна	324	Середенко Виктория Валентиновна	255
Никуличева Ольга Николаевна	128	Сидельников Владимир Николаевич	208, 209, 324
Новикова Наталия Евгеньевна	277	Сидельникова Ольга Николаевна	327, 328
Носкова Галина Николаевна	342	Сидоров Николай Васильевич	109, 298
Овчинникова Татьяна Николаевна	170	Сидорова Елена Владимировна	339
Огибалова Татьяна Анатольевна	221	Слободюк Арсений Борисович	261, 302
Окотруб Александр Владимирович	111, 123, 251, 289, 326	Сокольникова Юлия Владимировна	211
Омарова Роза Амиржановна	310	Солодовников Антон Олегович	242
Орджоникидзе Ольга Сергеевна	48, 51, 127	Солодовников Сергей Федорович	58, 106
Орлов Лев Константинович	47	Солотчина Эмилия Павловна	89
Остроушко Александр Александрович	348	Сорокина Наталия Ивановна	270, 277
Очертянова Любовь Ивановна	207	Соснов Евгений Алексеевич	110, 142, 330
Пальчик Надежда Арсентьевна	151	Спесивцев Евгений Васильевич	13, 45, 56
Патрушев Юрий Валерьевич	208, 209, 324	Спицын Борис Владимирович	331
Пахарукова Вера Павловна	91	Стасюк Антон Ярославович	212
Петерсон Иван Викторович	152	Стояновский Владимир Олегович	299, 300

Стрекаловский Виктор Николаевич	37, 154, 155, 321, 322	Федосеев Михаил Леонидович	120
Стукалова Анна Сергеевна	312	Филипьева Анастасия Александровна	334
Субботин Илья Александрович	271	Филоненко Георгий Александрович	365
Тарасова Светлана Михайловна	213	Францева Наталья Валерьевна	262
Терещенко Олег Евгеньевич	184	Хвостиков Владимир Анатольевич	67
Титков Александр Николаевич	26	Цыбуля Сергей Васильевич	18, 90, 97, 264
Титов Олег Павлович	156	Цыганкова Альфия Рафаэльевна	74
Титов Сергей Сергеевич	332	Чайкина Марина Васильевна	122
Тихова Вера Дмитриевна	73	Черепанова Светлана Витальевна	90, 97, 188
Ткаченко Иван Анатольевич	301, 302	Черепанова Ирина Владимировна	188, 218
Толбанова Людмила Олеговна	117, 129, 292	Чигорина Татьяна Михайловна	364
Тренихин Михаил Викторович	135, 212, 214	Шадринов Николай Викторович	329
Третьяков Юрий Дмитриевич	7	Шакирова Ольга Григорьевна	219, 304
Троицкая Ирина Баязитовна	75, 215, 216	Шарков Михаил Дмитриевич	158
Троицкий Дмитрий Юрьевич	216, 217	Шацкая Светлана Станиславовна	220
Трофимова Алла Семеновна	333	Швец Василий Александрович	13, 45, 56, 144
Трунова Валентина Александровна	79	Шелковников Владимир Владимирович	19, 177
Тузиков Федор Васильевич	91, 96, 118	Шелудякова Лилия Андреевна	190, 304, 305
Тузикова Наталья Александровна	118	Широкова Алла Геннадьевна	349
Тюняев Алексей Алексеевич	172	Шолкин Сергей Евгеньевич	159
Ульрих Дмитрий Владимирович	243, 244	Шугуров Артур Рубинович	160
Усманов Хикматулла Лутпуллаевич	279	Якимов Игорь Степанович	88, 263
Фадеева Валентина Павловна	73, 128	Якимов Ярослав Игоревич	88, 263
Фараджев Чингиз Рамис	313	Яковлев Григорий Иванович	161
Федорова Анна Викторовна	113	Яценко Дмитрий Анатольевич	264

*В авторский указатель из числа соавторов включены только участники конференции.

СОДЕРЖАНИЕ

ПРИВЕТСТВЕННОЕ СЛОВО ГЕНЕРАЛЬНОГО СПОНСОРА	4
ПЛЕНАРНЫЕ ЛЕКЦИИ	5
ПЛ-1 Иткис Д.М., Семененко Д.А., Скундин А.М., Кулова Т.Л., <u>Гудилин Е.А.</u>, Померанцева Е.А., Григорьева А.В., Третьяков Ю.Д. НОВЫЕ НАНОМАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ХИМИЧЕСКИХ ИСТОЧНИКОВ ТОКА	7
ПЛ-2 Латышев А.В. КОМПЛЕКСНАЯ СТРУКТУРНАЯ НАНОДИАГНОСТИКА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СИСТЕМ	8
ПЛ-3 Сапрыкин А.И. МЕТОДЫ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ	9
ПЛ-4 Малахов В.В. СТЕХИОГРАФИЯ В ИССЛЕДОВАНИИ СОСТАВА, СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ	10
ПЛ-5 Салихов К.М. ЭПР КАК МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОСКОПИЧЕСКИХ СИСТЕМ	11
ПЛ-6 Григорович К.В. РАЗВИТИЕ ТЕРМОЭКСТРАКЦИОННЫХ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГАЗООБРАЗУЮЩИХ ПРИМЕСЕЙ В ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛАХ	12
ПЛ-7 Рыхлицкий С.В., Швец В.А., <u>Спесивцев Е.В.</u> ЭЛЛИПСОМЕТРИЯ ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ	13
ПЛ-8 Ревенко А.Г. РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ	14
ПЛ-9 Князев Б.А. НОВОСИБИРСКИЙ ЛАЗЕР НА СВОБОДНЫХ ЭЛЕКТРОНАХ: ВОЗМОЖНОСТИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ.....	15
ПЛ-10 Кирик С.Д. ДИФРАКЦИОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ МЕЗОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СИЛИКАТНЫХ МАТЕРИАЛОВ	16
ПЛ-11 Васильева И.Г. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОЙ НЕОДНОРОДНОСТИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ	17
ПЛ-12 Цыбуля С.В. СОВРЕМЕННЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА НАНОКРИСТАЛЛОВ.....	18

ПЛ-13 <u>Шелковников В.В.</u>, Васильев Е.В., Ковалевский В.И., Пен Е.Ф., Твердохлеб П.Е., Щепеткин Ю.Н., Штейнберг И.Ш. ГОЛОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ФОТОПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ.....	19
ПЛ-14 Болдырева Е.В. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ ОБРАЗЦОВ В УСЛОВИЯХ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ <i>IN SITU</i>	20
ПЛ-15 Мазалов Л.Н. МЕТОДЫ РЕНТГЕНОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ЭЛЕКТРОННОГО И ПРОСТРАНСТВЕННОГО СТРОЕНИЯ МАТЕРИАЛОВ	21
ПЛ-16 <u>Мартьянов О.Н.</u>, Бухтиярова Г.А. РАЗМЕРНЫЕ ЭФФЕКТЫ В СПЕКТРОСКОПИИ ЭЛЕКТРОННОГО МАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА МАГНИТОУПОРЯДОЧЕННЫХ ФАЗ В КАТАЛИТИЧЕСКИХ СИСТЕМАХ.....	22
ПЛ-17 Лапина О.Б. ЯМР-СПЕКТРОСКОПИЯ ТВЕРДОГО ТЕЛА В ИССЛЕДОВАНИИ НЕОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ	23
ПЛ-18 Кочубей Д.И. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА EXAFS ДЛЯ КОНТРОЛЯ ПРОЦЕССОВ СИНТЕЗА НОВЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ	24
ПЛ-19 Зайковский В.И. ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ КАТАЛИЗАТОРОВ И ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ МЕТОДОМ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ.....	25
ПЛ-20 Макаренко И.В., Дементьев П.А., Дунаевский М.С., Гуревич С.А., Кожевин В.М., Явсин Д.А., <u>Титков А.Н.</u> СОЧЕТАНИЕ МЕТОДОВ ЗОНДОВОЙ И ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ ДИСПЕРСНОСТИ, ТЕКСТУРЫ И ЭЛЕКТРОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК СЛОЕВ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ НАНОЧАСТИЦ	26
ПРЕЗЕНТАЦИОННЫЕ ДОКЛАДЫ	27
ПР-1 Ильин А.В. ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ И ПОЛУЧЕНИЯ НАНОМАТЕРИАЛОВ ПОСТАВЛЯЕМОЕ КОМПАНИЕЙ «ИНТЕРАКТИВ КОРПОРЕЙШН»	29
ПР-2 <u>Нехин М.Ю.</u>, Кузнецов Г.Б., Аникин К.В. СОВРЕМЕННОЕ ОБОРУДОВАНИЕ КОМПАНИИ HORIBA SCIENTIFIC ДЛЯ АНАЛИЗА ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ	30
ПР-3 Прибора В.Н. СОВРЕМЕННОЕ РЕНТГЕНОВСКОЕ ОБОРУДОВАНИЕ Bruker AXS	31

ПР-4 <u>Бессонов Е.В., Чижов П.С.</u> СОВРЕМЕННОЕ ОБОРУДОВАНИЕ КОМПАНИИ «ТЕРМО ТЕХНО» ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СОСТАВА, КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ, МИКРОСТРУКТУРЫ И МОРФОЛОГИИ НАНООБЪЕКТОВ.....	32
ПР-5 <u>Ветрова Т.И.</u> НОВЫЕ РАЗРАБОТКИ И ПРИБОРЫ ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ФИРМЫ NETZSCH.....	33
СЕКЦИЯ 1. Общие вопросы диагностики состава и структуры	35
КЛЮЧЕВЫЕ ДОКЛАДЫ	
КД-1-1 <u>Стрекаловский В.Н., Вовкотруб Э.Г., Салюлев А.Б.</u> МИКРОСПЕКТРОСКОПИЯ КР – ЭФФЕКТИВНЫЙ МЕТОД ДИАГНОСТИКИ ВЕЩЕСТВЕННОГО СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ	37
КД-1-2 <u>Литвинов И.А., Синяшин О.Г.</u> МНОГОПРОФИЛЬНЫЙ ЦКП ЛОКАЛИЗОВАННОГО ТИПА ИОФХ КазНЦ РАН. ОПЫТ, ПРОБЛЕМЫ И ПЕРСПЕКТИВЫ	38
УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ	
УД-1-1 <u>Аюпов Б.М., Баковец В.В., Паулиш А.Г., Федоринин В.Н., Данилович В.С.</u> ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ И СТРУКТУРЫ НАНОРАЗМЕРНЫХ МЕМБРАН ДЛЯ АКУСТООПТИЧЕСКИХ ПРИБОРОВ.....	39
УД-1-2 <u>Алексеев Н.В., Андреев В.Г., Кравчук Л.В., Лебедев С.Г., Самохин А.В.</u> ПРОБЛЕМА ДИАГНОСТИРОВАНИЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ СВОЙСТВ НАНОПОРОШКА ФОНОННЫХ РЕЗОНАТОРОВ	40
УД-1-3 <u>Богуславский Е.Г.</u> ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ЭПР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОРИЕНТАЦИОННОГО РАСПОЛОЖЕНИЯ МОЛЕКУЛ В ПЛЕНКАХ И ТЕТРАХ.....	41
УД-1-4 <u>Набиуллин И.Р., Лачинов А.Н.</u> РЕГИСТРАЦИЯ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В НЕКОТОРЫХ МЕТАЛЛАХ С ПОМОЩЬЮ ТОНКИХ ПОЛИМЕРНЫХ ПЛЕНОК	42
УД-1-5 <u>Акимов В.В., Герасимов И.Н., Михлин Ю.Л., Белозерова О.Ю.</u> ПОВЕРХНОСТНЫЕ НАНОРАЗМЕРНЫЕ ФАЗЫ: ОСОБЕННОСТИ РОСТА, МИКРОСТРУКТУРА И ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ.....	43
УД-1-6 <u>Коршунов А.В., Ильин А.П.</u> ОСОБЕННОСТИ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНЫХ НАНОПОРОШКОВ МЕТАЛЛОВ.....	44

УД-1-7 Косырев Н.Н., Заблуда В.Н., Варнаков С.Н., Швец В.А., Рыхлицкий С.В., Спесивцев Е.В., Прокопьев В.Ю. ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ СТРУКТУРНЫХ СВОЙСТВ НАНОКЛАСТЕРОВ СИЛИЦИДА ЖЕЛЕЗА В ГЕТЕРОСИСТЕМАХ Si/FeSi МЕТОДОМ МАГНИТОЭЛЛИПСОМЕТРИИ	45
УД-1-8 Варнек В.А., Оглезнева И.М., Асанов И.П., Ребров А.К., Сафонов А.И., Тимошенко Н.И. ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОМАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ГАЗОСТРУЙНЫМ ОСАЖДЕНИЕМ, МЕТОДАМИ СПЕКТРОСКОПИИ И РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА	46
УД-1-9 Орлов Л.К., Дроздов М.Н., Вдовин В.И., Штейнман Э.А., Подъячева О.А. КОМПЛЕКСНЫЙ АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ ПЛЕНОК КАРБИДА КРЕМНИЯ, ВЫРАЩИВАЕМЫХ НА КРЕМНИИ В УСТАНОВКАХ ВАКУУМНОЙ ЭПИТАКСИИ ИЗ ГИДРИДОВ И УГЛЕВОДОРОДОВ	47
УД-1-10 Иванов Д.А., Фролов Ю.В., Пивкина А.Н., Моногаров К.А., Мееров Д.Б., Муравьев Н.В., Орджоникидзе О.С. МЕТОД НАНЕСЕНИЯ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ ЧАСТИЦ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО МАТЕРИАЛА НА ПОДЛОЖКУ	48
УД-1-11 Ланская О.Г., Лиленко Е.П. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИОННЫХ ПРОФИЛЕЙ В СТРУКТУРАХ НА ОСНОВЕ АНОДНЫЙ ОКСИД – КАДМИЕВЫЙ ТЕЛЛУРИД РТУТИ МЕТОДОМ РЕЗЕРФОРДОВСКОГО ОБРАТНОГО РАССЕЯНИЯ	49
УД-1-12 Лебедев Д.В., Калачев А.А., Мясникова Л.П., Марихин В.А. ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДА ТЕРМОЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ ДЛЯ ОЦЕНКИ МОЛЕКУЛЯРНОЙ УПАКОВКИ В ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЯХ ПОЛИМЕРОВ.....	50
УД-1-13 Муравьев Н.В., Фролов Ю.В., Пивкина А.Н., Моногаров К.А., Мееров Д.Б., Иванов Д.А., Орджоникидзе О.С. ДИАГНОСТИКА СТРУКТУРЫ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ КОМПОНЕНТОВ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ КОНДЕНСИРОВАННЫХ СИСТЕМ	51
УД-1-14 Левченко Л.М. ТЕКСТУРНЫЕ И СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ МОДИФИЦИРОВАННЫХ НАНОУГЛЕРОДНЫХ СОРБЕНТОВ.....	52
УД-1-15 Велигжанин А.А., Зубавичус Я.В., Чернышов А.А., Тригуб А.Л., Хлебников А.С., Низовский А.И., Худорожков А.К., Бекк И.Э., Бухтияров В.И. IN SITU ЯЧЕЙКА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ КАТАЛИЗАТОРОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ	53
УД-1-16 Недосейкина Т.И., Мороз Б.Л., Пыряев П.А., Бухтияров В.И. ПРИМЕНЕНИЕ XAFS-СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАРЯДОВОГО СОСТОЯНИЯ И ЛОКАЛЬНОЙ АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ ЗОЛОТА В КАТАЛИЗАТОРАХ Au/C	54

УД-1-17 Криворучко О.П., Ларина Т.В. ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЙ КОНТРОЛЬ ПРОЦЕССОВ САМОСБОРКИ «СНИЗУ-ВВЕРХ» И СВОЙСТВ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ГИДРОКСОСОЕДИНЕНИЙ ДВУХ- И ТРЕХЗАРЯДНЫХ КАТИОНОВ В РАСТВОРАХ И В ПОРОВОМ ПРОСТРАНСТВЕ HZSM-5	55
УД-1-18 Швец В.А., Михайлов Н.Н., Дворецкий С.А., Спесивцев Е.В., Рыхлицкий С.В. ПРЕЦИЗИОННЫЙ ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ПРИ ВЫРАЩИВАНИИ НАНОСТРУКТУР КРТ МЕТОДОМ МЛЭ	56
УД-1-19 Исмагилов И.З., Hair L.M., Wong J., Fröba M., Frahm R. МЕТОД QUICK XAFS В РЕЖИМЕ IN SITU ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ВОЗДЕЙСТВИЯ РЕАКЦИОННОЙ СРЕДЫ НА НАНОРАЗМЕРНЫЕ АЭРОГЕЛЕВЫЕ КАТАЛИЗАТОРЫ ТИПА DENOX	57
УД-1-20 Золотова Е.С., Аюпов Б.М., Солодовникова З.А., Солодовников С.Ф. ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА И ПАРАМЕТРОВ ЦВЕТА НОВЫХ ПИГМЕНТОВ НА ОСНОВЕ СЛОЖНЫХ МОЛИБДАТОВ	58
СЕКЦИЯ 2. Методы определения химического состава функциональных материалов	59
КЛЮЧЕВЫЕ ДОКЛАДЫ	
КД-2-1 Пименов В.Г. ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ВЫСОКОЧИСТЫХ ВЕЩЕСТВ С КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ ПРИМЕСЕЙ ОТГОНКОЙ МАТРИЦЫ В АВТОКЛАВЕ	61
КД-2-2 Иванов В.П. ПРИМЕНЕНИЕ ВТОРИЧНОЙ ИОННОЙ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ДЛЯ АНАЛИЗА СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЁВ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ МАТЕРИАЛОВ	62
УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ	
УД-2-1 Быстров С.Г. НОВЫЕ МЕТОДОЛОГИЧЕСКИЕ ПОДХОДЫ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ ЛОКАЛЬНОГО ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО СТРОЕНИЯ СВЕРХТОНКИХ СЛОЕВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ	63
УД-2-2 Колпакова Н.А., Горчаков Э.В., Габдурахманова Э.М. ОЦЕНКА ФАЗОВОГО СОСТАВА ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ ОСАДКОВ СОДЕРЖАЩИХ ЗОЛОТО И ПЛАТИНУ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ	64
УД-2-3 Михлин Ю.Л., Лихацкий М.Н., Романченко А.С., Томашевич Е.В., Карачаров А.С., Сайкова С.В., Воробьев С.А., Трубина С.В., Эренбург С.Б. ИЗУЧЕНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ СТРУКТУР МЕТАЛЛОВ И СУЛЬФИДОВ МЕТАЛЛОВ, ОБРАЗУЮЩИХСЯ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ, С ПОМОЩЬЮ СЗМ, РФЭС, XAS.....	65

УД-2-4 Морозова Г.И. МЕТОД ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОГО ФАЗОВОГО АНАЛИЗА В ИССЛЕДОВАНИИ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ	66
УД-2-5 Хвостиков В.А., Гражулене С.С., Бурмий Ж.П. ЛАЗЕРНЫЙ ФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ КОНТРОЛЬ МОЛЕКУЛЯРНОГО СОСТАВА ГАЗОВОЙ ФАЗЫ ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА ПРИ РЕАКТИВНОМ РАСПЫЛЕНИИ МАТЕРИАЛОВ.....	67
УД-2-6 Заксас Н.П., Комиссарова Л.Н., Сапрыкин А.И. АНАЛИЗ МИКРО- И НАНОДИСПЕРСНЫХ ПРОБ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДВУХСТРУЙНОГО ДУГОВОГО ПЛАЗМОТРОНА.....	68
УД-2-7 Чусова Т.П., Зеленина Л.Н., Васильева И.Г. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА КОНДЕНСИРОВАННЫХ ФАЗ МЕТОДОМ СТАТИЧЕСКОЙ ТЕНЗИМЕТРИИ	69
УД-2-8 Низовский А.И., Кардаш Т.Ю., Плясова Л.М., Довлитова Л.С., Калинин А.В., Бондарева В.М., Андрушкевич Т.В. ОСОБЕННОСТИ СОСТАВА, СТРОЕНИЯ И КАТАЛИТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КАТАЛИЗАТОРОВ VMoNbO	70
УД-2-9 Болдырева Н.Н. ТЕХНИКА И МЕТОДИЧЕСКИЕ ПОДХОДЫ К ФАЗОВОМУ АНАЛИЗУ МНОГОЭЛЕМЕНТНЫХ ОБЪЕКТОВ БЕЗЭТАЛОННЫМ МЕТОДОМ ДИФФЕРЕНЦИРУЮЩЕГО РАСТВОРЕНИЯ.....	71
УД-2-10 Агабабова Т.В., Ковалева О.В., Остапчук И.С., Издебская Л.И. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РАСТВОРОВ ПРИ КОНТРОЛЕ ПРОЦЕССОВ ПРОИЗВОДСТВА МЕДИ, НИКЕЛЯ И КОБАЛЬТА КОМПАНИИ «НОРИЛЬСКИЙ НИКЕЛЬ»	72
УД-2-11 Олейник И.И., Фадеева В.П., Тихова В.Д., Олейник И.В. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ПОСТМЕТАЛЛОЦЕНОВЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ ОЛЕФИНОВ.....	73
УД-2-12 Цыганкова А.Р., Чанышева Т.А., Шелпакова И.Р., Сапрыкин А.И. ХИМИКО-АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ОКСИДОВ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ ОТДЕЛЕНИЕМ ОСНОВЫ.....	74
УД-2-13 Троицкая И.Б., Атучин В.В., Громилов С.А., Васильева И.Г. СОСТАВ И СТРУКТУРА НИЗКОРАЗМЕРНЫХ КРИСТАЛЛОВ GeO ₂ и MoO ₃ , ОСАЖДАЕМЫХ ИЗ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ.....	75
УД-2-14 Baake O., Hoffmann P.S., Klein A., Pollakowski B., Beckhoff B., Ensinger W., Kosinova M.L., Fainer N.I., Trunova V.A. COMPARISON OF THE ANALYTICAL CHARACTERIZATION OF BC _x N _y FILMS GROWN WITH TRIMETHYLAMINE BORANE, TRIETHYLAMINE BORANE OR TRIMETHYLBORAZINE PRECURSOR	76

УД-2-15 Захарчук Н.Ф. ИНВЕРСИОННАЯ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИЯ В ДИАГНОСТИКЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ	77
УД-2-16 Демидова М.Г., Булавченко А.И., Подлипская Т.Ю., Боронин А.И., Кибис Л.С., Зайковский В.И. МЕТОДЫ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ СЕРЕБРА, ПОЛУЧЕННЫХ МИЦЕЛЛЯРНЫМ СИНТЕЗОМ	78
УД-2-17 Трунова В.А., Зверева В.В. ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДОВ SRXRF, TXRF, NEXAFS С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ	79
УД-2-18 Конопелько Л.А., Кустиков Ю.А., Козлов Д.Н. СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ДЛЯ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ПРИБОРОВ КОНТРОЛЯ ПАРАМЕТРОВ ДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ.....	80
УД-2-19 Косова Н.В. ХРОНОПОТЕНЦИОМЕТРИЯ – НОВЫЙ МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ В ХИМИИ ТВЕРДОГО ТЕЛА.....	81
СЕКЦИЯ 3. Методы определения параметров кристаллической структуры	83
КЛЮЧЕВОЙ ДОКЛАД	
КД-3-1 Плясова Л.М. РЕНТГЕНОГРАФИЯ <i>IN SITU</i> В КАТАЛИЗЕ	85
КД-3-2 Мороз Э.М. СТРУКТУРНАЯ ДИАГНОСТИКА НАНОМАТЕРИАЛОВ: ВОЗМОЖНОСТИ РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОГО МЕТОДА РАДИАЛЬНОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕКТРОННОЙ ПЛОТНОСТИ.....	86
УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ	
УД-3-1 Алексеев А.В., Громилов С.А. РЕНТГЕНДИФРАКТОМЕТРИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ, ПРЕДСТАВЛЕННЫХ В МИКРОКОЛИЧЕСТВАХ	87
УД-3-2 Якимов И.С., Дубинин П.С., Залого А.Н., Пиксина О.Е., Якимов Я.И. РЕГУЛЯРИЗАЦИЯ МЕТОДОВ БЕССТАНДАРТНОГО РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА.....	88
УД-3-3 Солотчина Э.П., Жданова А.Н., Солотчин П.А. МОДЕЛИРОВАНИЕ СЛОЖНЫХ XRD ПРОФИЛЕЙ ГЛИНИСТЫХ МИНЕРАЛОВ В МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ СИСТЕМАХ	89

УД-3-4 Черепанова С.В., Цыбуля С.В. МОДЕЛИРОВАНИЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ДИФРАКЦИОННЫХ КАРТИН ДЛЯ 1D РАЗУПОРЯДОЧЕННЫХ СТРУКТУР КАК МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОРАЗМЕРНЫХ И НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ	90
УД-3-5 Пахарукова В.П., Мороз Э.М., Зайковский В.И., Тузиков Ф.В., Космамбетова Г.Р. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ КОМПЛЕКСОМ СТРУКТУРНЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ	91
УД-3-6 Зюзин Д.А., Шефер К.И., Мороз Э.М. СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ ПСЕВДОБЕМИТОВ И ОКСИДОВ АЛЮМИНИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ НА ИХ ОСНОВЕ	92
УД-3-7 Дребущак Т.Н. О ДИАГНОСТИКЕ ПОЛИМОРФНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ЛЕКАРСТВЕННЫХ ПРЕПАРАТАХ МЕТОДОМ РФА НА ПРИМЕРЕ ХЛОРПРОПАМИДА	93
УД-3-8 Дроздов В.А., Леонтьева Н.Н., Гуляева Т.Т., Савельева Г.Г., Белая Л.А., Доронин В.П. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРИСТАЛЛИЧНОСТИ ЦЕОЛИТОВ В ОКСИДНЫХ НАНОКОМПОЗИТАХ МЕТОДАМИ АДсорбЦИИ И РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА	94
УД-3-9 Зайковский В.И., Голубь А.С., Лененко Н.Д., Новиков Ю.Н. АТОМНАЯ СТРУКТУРА ИНТЕРКАЛЯЦИОННЫХ СОЕДИНЕНИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ МОНОСЛОЕВОГО ДИСПЕРГИРОВАНИЯ MoS ₂ , ПО ДАННЫМ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ	95
УД-3-10 Тузиков Ф.В., Исупов В.П. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА МАЛОУГЛОВОГО РЕНТГЕНОВСКОГО РАССЕИВАНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ НИКЕЛЬСОДЕРЖАЩИХ НАНОКОМПОЗИТОВ	96
УД-3-11 Булавченко О.А., Черепанова С.В., Цыбуля С.В. ДИФРАКЦИОННЫЕ IN SITU ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ АКТИВАЦИИ ОКСИДНЫХ АЛЮМОКОБАЛЬТОВЫХ И АЛЮМОМАРГАНЦЕВЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ	97
УД-3-12 Иванов М.Г., Шмаков А.Н., Подъячева О.Ю. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ КИСЛОРОДПРОНИЦАЕМЫХ МЕМБРАН	98
СЕКЦИЯ 4. Методы определения электронных характеристик вещества.....	99
 КЛЮЧЕВОЙ ДОКЛАД	
КД-4-1 Коваленко В.И. КОЛЕБАТЕЛЬНАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ В ИССЛЕДОВАНИИ СУПРАМОЛЕКУЛЯРНЫХ СИСТЕМ	101

УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ

УД-4-1

Калинкин А.В., Смирнов М.Ю., Низовский А.И., Бухтияров В.И.
ИССЛЕДОВАНИЕ ВОССТАНОВЛЕНИЯ $\text{H}_2\text{Pt}(\text{OH})_6$ И K_2PtCl_6 ПОД ДЕЙСТВИЕМ
РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ МЕТОДОМ РФЭС 102

УД-4-2

Лавренова Л.Г.
ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМОХРОМНЫХ КОМПЛЕКСОВ ЖЕЛЕЗА(II)
С 1,2,4-ТРИАЗОЛАМИ И БИС(ПИРАЗОЛ-1-ИЛ)МЕТАНОМ,
ОБЛАДАЮЩИХ СПИНОВЫМ ПЕРЕХОДОМ 103

УД-4-3

**Мазалов Л.Н., Крючкова Н.А., Диков Ю.П., Соколов В.В.,
Филатова И.Ю., Коротаев Е.В., Федоренко А.Д.**
ИЗУЧЕНИЕ ЭЛЕКТРОННОГО СТРОЕНИЯ НЕУПОРЯДОЧЕННЫХ
МАГНИТНЫХ ПОЛУПРОВОДНИКОВ $\text{CuCr}_{1-x}\text{V}_x\text{S}_2$ ($x=0-0.4$)
МЕТОДАМИ РФЭС, РЭС И XANES СПЕКТРОСКОПИИ 104

УД-4-4

**Надолинный В.А., Голушко В.В., Пальянов Ю.Н., Шацкий В.С.,
Кузнецов В.Л., Юрьева О.П., Володин А.М.**
О ПРИРОДЕ ЭПР СПЕКТРА В УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ АЛМАЗАХ 105

УД-4-5

**Надолинный В.А., Павлюк А.А., Солодовников С.Ф., Солодовникова З.А.,
Золотова Е.С., Небогатикова Н.А., Плюснин В.Ф.**
СИНТЕЗ, СТРУКТУРА И СВОЙСТВА КРИСТАЛЛОВ $\text{Li}_2\text{Zn}_2(\text{MoO}_4)_2$ 106

УД-4-6

**Зиновьева А.Ф., Двуреченский А.В., Стёпина Н.П., Дерябин А.С.,
Никифоров А.И., Кулик Л.В.**
ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ ЭПР НАНОСТРУКТУР Ge/Si
С КВАНТОВЫМИ ТОЧКАМИ 107

УД-4-7

**Исмагилов И.З., Матус Е.В., Якутова А.М., Протасова Л.Н., Rebrov E.V.,
Керженцев М.А., Исмагилов З.Р., Schouten J.C., Bernhardt P., Garin F.**
ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОННЫХ И СТРУКТУРНЫХ СВОЙСТВ
НАНОРАЗМЕРНЫХ БИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ КАТАЛИЗАТОРОВ
НА МЕЗОПОРИСТЫХ НОСИТЕЛЯХ МЕТОДАМИ РФЭС И ИКС 108

УД-4-8

Сидоров Н.В., Чуфырев П.Г., Палатников М.Н., Калинин В.Т.
ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ СТРУКТУРЫ МАТЕРИАЛОВ
ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ НА ОСНОВЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ
И КЕРАМИК НИОБАТОВ-ТАНТАЛАТОВ ЩЕЛОЧНЫХ МЕТАЛЛОВ
МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ КР 109

УД-4-9

Соснов Е.А., Васильева К.Л., Малков А.А., Малыгин А.А.
АНАЛИЗ КООРДИНАЦИОННОГО СОСТОЯНИЯ АТОМОВ В ПОВЕРХНОСТНЫХ
НАНОСТРУКТУРАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЭЛЕКТРОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ
ДИФFUЗНОГО ОТРАЖЕНИЯ 110

УД-4-10

Окотруб А.В., Булушева Л.Г., Асанов И.П.
ИССЛЕДОВАНИЯ ЭЛЕКТРОННОГО СТРОЕНИЯ УГЛЕРОДНЫХ
НАНОМАТЕРИАЛОВ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОВСКОЙ И ФОТОЭЛЕКТРОННОЙ
СПЕКТРОСКОПИИ 111

УД-4-11 <u>Вовк Е.И., Смирнов М.Ю., Калинин А.В., Пашис А.В., Герасимов Е.Ю., Бухтияров В.И.</u> ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МОДЕЛЬНЫХ СИСТЕМ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ НАНЕСЕННЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ КАТАЛИЗАТОРОВ МЕТОДОМ РФЭС	112
УД-4-12 <u>Федорова А.В., Чежина Н.В.</u> МАГНЕТОХИМИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТОЯНИЯ АТОМОВ ПЕРЕХОДНОГО ЭЛЕМЕНТА В МАГНИТОРЕЗИСТИВНЫХ МАНГАНИТАХ ЛАНТАНА.....	113
СЕКЦИЯ 5. Методы определения дисперсности и текстурных характеристик	115
КЛЮЧЕВОЙ ДОКЛАД	
КД-5-1 <u>Ильин А.П., Шувалов Г.В., Клековкин И.В., Коршунов А.В., Толбанова Л.О.</u> ПРОБЛЕМЫ ТЕОРИИ И ПРАКТИКИ ТЕСТИРОВАНИЯ НАНОПОРОШКОВ МЕТАЛЛОВ	117
УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ	
УД-5-1 <u>Тузиков Ф.В., Бекк И.Э., Тузикова Н.А., Бухтияров В.И.</u> МУРР В ПРИЛОЖЕНИИ К ГЕТЕРОГЕННЫМ КАТАЛИЗАТОРАМ: НОВЫЙ МЕТОД ОЦЕНКИ ДИСПЕРСНОСТИ И ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ НАНОЧАСТИЦ С МАТРИЦАМИ-НОСИТЕЛЯМИ.....	118
УД-5-2 <u>Андреев Д.С., Arriaga E.A.</u> АНАЛИЗ ИНДИВИДУАЛЬНЫХ СУБМИКРОННЫХ И НАНОЧАСТИЦ МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА С ДЕТЕКЦИЕЙ СВЕТОРАССЕИВАНИЯ, ДЕПОЛЯРИЗАЦИИ И ФЛУОРЕСЦЕНЦИИ	119
УД-5-3 <u>Анисимов А.В., Барахтин Б.К., Немец А.М., Федосеев М.Л.</u> МЕТОДЫ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА В ПРОИЗВОДСТВЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ	120
УД-5-4 <u>Жейвот В.И., Мороз Э.М., Зайковский В.И., Криворучко В.Н.</u> УГЛЕРОДНЫЕ СОРБЕНТЫ: НАНО- И АДСОРБЦИОННЫЕ ТЕКСТУРЫ, ХИМИЧЕСКАЯ ПРИРОДА И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТИ.....	121
УД-5-5 <u>Чайкина М.В., Зайковский В.И., Рудина Н.А., Ищенко А.В.</u> ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНОХИМИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ	122
УД-5-6 <u>Каныгин М.А., Окотруб А.В., Булушева Л.Г., Куреня А.Г.</u> РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ УГЛОВОЙ ЗАВИСИМОСТИ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ ПЛЕНОК ОРИЕНТИРОВАННЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБ.....	123
УД-5-7 <u>Голованова О.А., Лемешева С.А., Городилов Р.В.</u> МЕТОДЫ ИЗУЧЕНИЯ ПАТОЛОГИЧЕСКИХ ИЗМЕНЕНИЙ КОСТНОЙ ТКАНИ ЧЕЛОВЕКА ПРИ КОКСАРТРОЗЕ	124

СЕКЦИЯ 6. Термоаналитические методы	125
УСТНЫЕ ДОКЛАДЫ	
УД-6-1	
<u>Орджоникидзе О.С., Пивкина А.Н., Фролов Ю.В.</u> ТЕРМОКИНЕТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА РАЗЛОЖЕНИЯ ОКТОГЕНА НА ОСНОВЕ ДАННЫХ СОВМЕЩЕННОГО ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА	127
УД-6-2	
<u>Крысин А.П., Васильев В.Г., Никуличева О.Н., Фадеева В.П.</u> АНАЛИТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ДИАГНОСТИКИ ПРОТРАНСТВЕННО-ЗАТРУДНЕННЫХ ФЕНОЛОВ ДЛЯ ВЫЯВЛЕНИЯ МОДИФИКАТОРОВ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ	128
УД-6-3	
<u>Толбанова Л.О., Шувалов Г.В., Клековкин И.В., Ильин А.П., Коршунов А.В.</u> ПРИМЕНЕНИЕ ДТА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТИ НАНОПОРОШКОВ МЕТАЛЛОВ.....	129
УД-6-4	
<u>Селиванова Е.А., Чернов В.П., Лимарев П.С.</u> МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕРМОСТОЙКОСТИ ОГНЕУПОРНЫХ МАТЕРИАЛОВ	130
СТЕНДОВЫЕ ДОКЛАДЫ	131
СЕКЦИЯ 1. Общие вопросы диагностики состава и структуры	133
СД-1-1	
<u>Арбузов А.Б., Дроздов В.А., Тренихин М.В., Лихолобов В.А.</u> ПРИМЕНЕНИЕ ИК-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИХ МЕТОДОВ В ИССЛЕДОВАНИИ ЕСТЕСТВЕННЫХ ОКСИДНЫХ СЛОЕВ НА ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО АЛЮМИНИЯ.....	135
СД-1-2	
<u>Артёмов В.Г., Капралов П.О., Тихонов В.И., Волков А.А.</u> ДИФфуЗИЯ МОЛЕКУЛ ВОДЫ В ПОРИСТО-ГРАНУЛИРОВАННЫХ СРЕДАХ...	136
СД-1-3	
<u>Булавченко А.И., Шкатулов А.И., Плясова Л.М., Подлипская Т.Ю.</u> МИЦЕЛЛЯРНЫЙ СИНТЕЗ И ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ НИТРАТА АММОНИЯ	137
СД-1-4	
<u>Валеев Р.Г., Сурнин Д.В., Ветошкин В.М., Кривенцов В.В., Зубавичус Я.В., Мезенцев Н.А.</u> ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МАТРИЦ ПОРИСТОГО Al_2O_3 ДЛЯ СИНТЕЗА ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ НАНОСТРУКТУР Ge	138
СД-1-5	
<u>Кривенцов В.В., Бекк И.Э., Иванов Д.П., Якимчук Е.П., Новгородов Б.Н., Зайковский В.И., Бухтияров В.И.</u> ИЗУЧЕНИЕ ЛОКАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ НАНЕСЕННЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПАЛЛАДИЕВЫХ И ПЛАТИНОВЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ	139
СД-1-6	
<u>Дребушак И.В., Колесов Б.А., Козлова С.Г., Болдырева Е.В.</u> КВАНТОВО-ХИМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВОДОРОДНЫХ СВЯЗЕЙ В КРИСТАЛЛАХ АЛАНИНА И β -АЛАНИНА	140

СД-1-7	<u>Егорова С.Р., Наумкина Н.И., Ильичёва О.М., Катаев А.Н., Лыгина Т.З., Ламберов А.А.</u> РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ ФОРМИРОВАНИЯ ФАЗОВОГО СОСТАВА ГИДРОКСИДОВ И ОКСИДОВ АЛЮМИНИЯ, СИНТЕЗИРУЕМЫХ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОЙ ТЕРМО- И ГИДРОТЕРМАЛЬНОЙ ОБРАБОТКОЙ ГРАНУЛ ГИДРАРГИЛЛИТА.....	141
СД-1-8	<u>Жогова К.Б., Лакеева О.А., Трифонов С.А., Соснов Е.А.</u> ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МОДИФИЦИРОВАННОГО ПОЛИЭТИЛЕНОВОГО ПОКРЫТИЯ	142
СД-1-9	<u>Жогова К.Б., Орликова Е.Г., Золотухина Н.Л., Усенко С.И., Садчикова Л.М., Гожева О.Н., Карельская Т.В., Чудинова Н.Н., Егорушина Н.И., Лисовенко Н.А.</u> МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК РАЗЛИЧНЫХ СОСТАВОВ ОРТОСИЛИКАТА-ОРТОФОСФАТА ЛИТИЯ.....	143
СД-1-10	<u>Игуменов И.К., Кучумов Б.М., Корецкая Т.П., Трубин С.В., Кручинин В.Н., Рыхлицкий С.В., Швец В.А., Калинин А.В.</u> ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА, МОРФОЛОГИЯ И ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕДИ, ПОЛУЧЕННЫХ В ВУФ-СТИМУЛИРОВАННОМ МОСVD ПРОЦЕССЕ	144
СД-1-11	<u>Ильичёва О.М., Наумкина Н.И., Романова Т.А., Лыгина Т.З.</u> ИССЛЕДОВАНИЕ КРИСТАЛЛОХИМИЧЕСКИХ ОСОБЕННОСТЕЙ ТОНКОДИСПЕРСНОГО ПРИРОДНОГО ДИОКСИДА КРЕМНИЯ.....	145
СД-1-12	<u>Исмагилов З.Р., Подъячева О.Ю., Керженцев М.А., Чесалов Ю.А., Володин В.А., Барнаков Ч.Н.</u> ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ	146
СД-1-13	<u>Карпова Е.В., Шундрин И.К., Ваганова Т.А., Кусов С.З., Родионов В.И., Малыгин Е.В.</u> ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОСКОПИЯ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ДИНАМИКИ ОБРАЗОВАНИЯ ФТОРИРОВАННЫХ ПОЛИИМИДОВ.....	147
СД-1-14	<u>Колчина Е.В., Латкина Т.В.</u> ИССЛЕДОВАНИЕ ВЫДЕЛЕНИЯ ЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ В ПРОЦЕССЕ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ ЭПОКСИДНЫХ СМОЛ	148
СД-1-15	<u>Лейтес Е.А., Афанасьева А.С.</u> МОДИФИКАЦИЯ ОРГАНИЧЕСКИМИ СОЕДИНЕНИЯМИ ПОВЕРХНОСТЕЙ ТОКОПРОВОДЯЩИХ МАТЕРИАЛОВ (ЭЛЕКТРОДОВ).....	149
СД-1-16	<u>Линник Л.Н.</u> ОСОБЕННОСТИ ПАТЕНТОВАНИЯ СРЕДСТВ ДИАГНОСТИКИ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ.....	150
СД-1-17	<u>Пальчик Н.А., Мороз Т.Н., Григорьева Т.Н.</u> МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ВЕЩЕСТВА.....	151
СД-1-18	<u>Петерсон И.В., Соколенко В.А., Свирская Н.М., Рубайло А.И.</u> ЯМР-ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОДУКТОВ РЕАКЦИИ АДАМАНТИЛИРОВАНИЯ 1,7-ДИГИДРОКСИНАФТАЛИНА.....	152
СД-1-19	<u>Сайфутдинов Б.Р., Курбатова С.В., Юдашкин А.В.</u> ТОПОЛОГО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СЕРУ- И СЕЛЕНСОДЕРЖАЩИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ЛЮМИНОФОРОВ	153

СД-1-20	Стрекаловский В.Н., Курумчин Э.Х., Опарина Н.Л. АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИХ УСТРОЙСТВ НА ОСНОВЕ ОКСИДОВ	154
СД-1-21	Стрекаловский В.Н., Поротникова Н.М., Таусенев Д.С., Лёммле В., Хюбнер Т. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ЛАЗЕРНОЙ ДИФРАКЦИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМЕРОВ ЧАСТИЦ В ПОРОШКАХ	155
СД-1-22	Титов А.О., Титов О.П., Титов М.О. НОВЫЙ СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНОЙ АКТИВНОСТИ.....	156
СД-1-23	Хасанов О.Л., Шулепов И.А., Полисадова В.В., Качаев А.А., Бикбаева З.Г. ОЖЕ-СПЕКТРОМЕТРИЯ СУБМИКРОННЫХ ПОРОШКОВ ДИБОРИДА ЦИРКОНИЯ	157
СД-1-24	Шарков М.Д., Погребницкий К.Ю., Бойко М.Е., Конников С.Г. НОВАЯ МЕТОДИКА ОБРАБОТКИ СПЕКТРОВ EXAFS	158
СД-1-25	Шолкин С.Е., Юрков М.А. НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ МОДУЛЬ НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО КОМПЛЕКСА ФГУП ЦНИИ КМ «ПРОМЕТЕЙ» ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ НАНОПОРОШКОВ И НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ И ОПЕРАТИВНОГО КОНТРОЛЯ ИХ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ.....	159
СД-1-26	Шугуров А.Р., Панин А.В. ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕТОДОМ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ	160
СД-1-27	Яковлев Г.И., Фишер Х.-В., Керене Я. ПРОБЛЕМЫ АНАЛИЗА МИКРОСТРУКТУРЫ НАНОКОМПОЗИТОВ СТРОИТЕЛЬНОГО НАЗНАЧЕНИЯ.....	161
СД-1-28	Графутин В.И., Прокопьев Е.П., Тимошенко С.П., Фунтиков Ю.В. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАДИУСОВ НАНООБЪЕКТОВ В ПОРИСТЫХ СИСТЕМАХ МЕТОДОМ УРАФ.....	162
СД-1-29	Зверева Е.Е., Грязнова Т.П., Филатов М.Ю., Кацюба С.А., Карасик А.А., Спиридонова Ю.С., Синяшин О.Г. СТРОЕНИЕ И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА БИЯДЕРНЫХ КОМПЛЕКСОВ Ni и Cu С ДИАЗАДИФОСФАЦИКЛООКТАНАМИ ПО ДАННЫМ КОЛЕБАТЕЛЬНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ, КВАНТОВОЙ ХИМИИ И ИЗМЕРЕНИЙ МАГНИТНОЙ ВОСПРИИМЧИВОСТИ.....	163
СД-1-30	Зверева Е.Е., Кацюба С.А., Дайсон П.Дж. СВЯЗЬ МЕЖДУ КОЛЕБАТЕЛЬНЫМИ ХАРАКТЕРИСТИКАМИ, ТЕМПЕРАТУРАМИ ПЛАВЛЕНИЯ И ТЕПЛОЕМКОСТЯМИ ИОННЫХ ЖИДКОСТЕЙ	164
СД-1-31	Игнатьева Л.Н., Савченко Н.Н., Суворцев Н.В., Антохина Т.Ф., Полищук С.А., Марченко Ю.В., Бузник В.М. ОСОБЕННОСТИ СТРОЕНИЯ, ТЕРМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И КРИСТАЛЛИЗАЦИИ СТЕКОЛ В СИСТЕМЕ $MnNbOF_5-BaF_2-BiF_3$	165
СД-1-32	Колзунова Л.Г., Карпенко М.А. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ПОЛУПРОНИЦАЕМЫХ ПОЛИМЕРНЫХ ПЛЕНОК, ПОЛУЧАЕМЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОПОЛИМЕРИЗАЦИИ	166
СД-1-33	Курбатова С.В., Прокопов С.В. ИЗУЧЕНИЕ ВЗАИМОСВЯЗИ МЕЖДУ СТРУКТУРОЙ И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ ПОВЕДЕНИЕМ АДАМАНТИЛАМИДРАЗОНОВ В УСЛОВИЯХ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ	167

СД-1-34	Литвинов С.Д., Габуда С.П., Петров А.К. ТЕМПЛАТНЫЙ СИНТЕЗ НАНОКРИСТАЛЛОВ ГИДРОКСОФОСФАТА КАЛЬЦИЯ НА БИОМАТРИЦАХ: КОМПОЗИТ «ЛИТАР» И ПЕРСПЕКТИВЫ ЕГО ПРИМЕНЕНИЯ КАК БИОИМПЛАНТАНТА.....	168
СД-1-35	Морозов Е.В., Каменский Е.С., Кузнецов П.Н., Фалалеев О.В. СРАВНИТЕЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ПРОНИКНОВЕНИЯ РАСТВОРИТЕЛЯ В БУРЫЙ УГОЛЬ МЕТОДАМИ НАБУХАНИЯ И ЯМР-МИКРОТОМОГРАФИИ.....	169
СД-1-36	Овчинникова Т.Н., Кисин А.В., Ахметьева Е.И. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУР СОПОЛИМЕРОВ П-ДИОКСАНОНА МЕТОДОМ ЯМР-СПЕКТРОСКОПИИ.....	170
СД-1-37	Рустамов М.И., Абад-заде Х.И., Алиев Б.М., Мухтарова Г.С., Гадиров Х.Г. ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРНЫХ ПАРАМЕТРОВ МЕТОДОМ ЯМР ¹ H ДИЗЕЛЬНЫХ ФРАКЦИЙ ПРОЦЕССА ГИДРОКРЕКИНГА СМЕСИ МАЗУТА С ПОЛИМЕРНЫМИ ОТХОДАМИ	171
СД-1-38	Дедов А.Г., Локтев А.С., Нипан Г.Д., Кецко В.А., Кольцова Т.Н., Тюняев А.А., Моисеев И.И. ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ НОВЫХ ВЫСОКОСЕЛЕКТИВНЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ ОКИСЛИТЕЛЬНОЙ КОНДЕНСАЦИИ МЕТАНА.....	172
СД-1-39	Ермалицкая К.Ф. ПОСЛОЙНЫЙ АНАЛИЗ ТОНКИХ ПОКРЫТИЙ СТАЛИ МЕТОДОМ ДВУХИМПУЛЬСНОЙ ЛАЗЕРНОЙ СПЕКТРОСКОПИИ	173
СД-1-40	Король Н.А., Полетаева Е.В. ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОК ПОЛИВИНИЛОВОГО СПИРТА, СОДЕРЖАЩИХ ОРГАНИЧЕСКИЕ КРАСИТЕЛИ КСАНТЕНОВОГО РЯДА.....	174
СД-1-41	Леонтьева А.А., Машин Н.И. НЕРАЗРУШАЮЩИЙ МЕТОД КОНТРОЛЯ СОСТАВА ЭКОЛОГИЧЕСКИ БЕЗОПАСНЫХ ТЕРМОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ (ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЕЙ) МОДУЛЕЙ	175
СД-1-42	Немов В.А. ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МАТЕРИАЛА ПОДЛОЖКИ НА ФОРМИРОВАНИЕ И СВОЙСТВА ИНДИКАТОРНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ В ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ (ИВ)	176
СД-1-43	Пен Е.Ф., Шаталов И.Г., Шелковников В.В. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ И МОДЕЛИРОВАНИЕ ГОЛОГРАФИЧЕСКИХ ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛОВ С ДЕФЕКТАМИ ПРОСТРАНСТВЕННОЙ И ЗОННОЙ СТРУКТУРЫ.....	177
СД-1-44	Середин П.В., Глотов А.В., Домашевская Э.П., Арсентьев И.Н., Винокуров Д.А., Тарасов И.С. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ И ОПТИЧЕСКИХ СВОЙСТВ АВТОЛЕГИРОВАННЫХ МОСVD ГЕТЕРОСТРУКТУР Al _x Ga _{1-x} As/GaAs(100).....	178
СЕКЦИЯ 2. Методы определения химического состава функциональных материалов.....		179
СД-2-1	Бейзель Н.Ф. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСНОВНЫХ КОМПОНЕНТОВ ТРОЙНЫХ МОЛИБДАТОВ МЕТОДАМИ АТОМНОГО СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА.....	181

СД-2-2	Белоцерковская В.Ю., Яковлева Е.Ю. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА «СТАРЕНИЯ» ПОЛИ(1-ТРИМЕТИЛСИЛИЛ-1-ПРОПИНА) МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.....	182
СД-2-3	Борисоглебская Е.И., Потапова Л.И., Маклаков Л.И., Чачков Д.В., Шокова Э.А., Вацуру И.М., Ковалев В.В., Коваленко В.И. ВОДОРОДНЫЕ СВЯЗИ И КОНФОРМАЦИОННОЕ СОСТОЯНИЕ МОЛЕКУЛ АДАМАНТИЛКАЛИКСАРЕНОВ ПО ДАННЫМ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ И КВАНТОВО-ХИМИЧЕСКИХ РАСЧЕТОВ	183
СД-2-4	Валишева Н.А., Терещенко О.Е., Просвирин И.П., Левцова Т.А., Бухтияров В.И. ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ПОВЕРХНОСТИ InAs (111)А ПАССИВИРОВАННОЙ АНОДНЫМ ОКИСЛОМ.....	184
СД-2-5	Вандюков А.Е., Лукашенко С.С., Кудрявцева Л.А.[†], Коваленко В.И. ДИНАМИКА ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДОВ В ЛИОТРОПНЫХ ЖИДКИХ КРИСТАЛЛАХ ПО ДАННЫМ ИК ФУРЬЕ-СПЕКТРОМИКРОСКОПИИ.....	185
СД-2-6	Власов А.А., Болдырева Н.Н., Довлитова Л.С., Малахов В.В. СТЕХИОГРАФ – УНИКАЛЬНЫЙ ПРИБОР ДЛЯ БЕЗЭТАЛОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФАЗОВОГО СОСТАВА МНОГОЭЛЕМЕНТНЫХ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ	186
СД-2-7	Герасимов И.Н., Акимов В.В., Михлин Ю.Л., Белозерова О.Ю., Артименко М.В. ФОРМЫ НАХОЖДЕНИЯ ЗОЛОТА В СУЛЬФИДНЫХ ПОВЕРХНОСТНЫХ ФАЗАХ.....	187
СД-2-8	Глазкина О.В., Черепанова И.В., Коломина Т.Н. РАЗРАБОТКА И АТТЕСТАЦИЯ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ В МЕДИ МАРКИ М1 АТОМНО-ЭМИССИОННЫМ МЕТОДОМ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ.....	188
СД-2-9	Глызина Т.С., Колпакова Н.А. ИЗУЧЕНИЕ ФАЗОВОЙ СТРУКТУРЫ И ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОГО ОСАДКА ЗОЛОТО-ВИСМУТ.....	189
СД-2-10	Головизина Т.С., Левченко Л.М., Митькин В.Н., Шелудякова Л.А. СОСТАВ КИСЛОРОДСОДЕРЖАЩИХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ГРУПП НА УГЛЕРОДНОЙ ПОВЕРХНОСТИ	190
СД-2-11	Довлитова Л.С., Болдырева Н.Н., Власов А.А., Малахов В.В. ОПРЕДЕЛЕНИЕ «МАЛЫХ» ФАЗ МЕТОДОМ ДИФФЕРЕНЦИРУЮЩЕГО РАСТВОРЕНИЯ.....	191
СД-2-12	Довлитова Л.С., Власов А.А., Малахов В.В. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФАЗ ПЕРЕМЕННОГО СОСТАВА В ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛАХ МЕТОДОМ ДИФФЕРЕНЦИРУЮЩЕГО РАСТВОРЕНИЯ	192
СД-2-13	Довлитова Л.С., Почтарь А.А., Болдырева Н.Н., Малахов В.В. МЕТОД ДИФФЕРЕНЦИРУЮЩЕГО РАСТВОРЕНИЯ В ИССЛЕДОВАНИИ СОСТАВА, СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ НАНЕСЕННЫХ ОКСИДНЫХ ВАНАДИЕВЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ	193
СД-2-14	Дорофеева Н.В., Водянкина О.В., Павлова О.С., Мамонтов Г.В. АНАЛИЗ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ, ФАЗОВОГО И ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА СМЕШАННЫХ ФОСФАТОВ ЦИРКОНИЯ И СЕРЕБРА.....	194
СД-2-15	Евдокимов И.И., Пименов В.Г. АНАЛИЗ ИЗОПРОПИЛАТА АЛЮМИНИЯ, НАНОПОРОШКОВ ОКСИДОВ ИТТРИЯ И НЕОДИМА МЕТОДОМ ИСП-АЭС	195

СД-2-16	Евдокимов И.И., Липатова М.М, Пименов В.Г. АТОМНО-ЭМИССИОННЫЙ АНАЛИЗ ВЫСОКОЧИСТЫХ ОКСИДОВ С КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ ПРИМЕСЕЙ ОТГОНКОЙ ПРИ ФТОРИРОВАНИИ ПРОБЫ В АВТОКЛАВЕ	196
СД-2-17	Ежевская Т.Б., Бубликов А.В. ВОЗМОЖНОСТИ СОВРЕМЕННОЙ ИНФРАКРАСНОЙ ФУРЬЕ-СПЕКТРОМЕТРИИ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ МИКРООБЪЕКТОВ И НАНОМАТЕРИАЛОВ	197
СД-2-18	Ковалев И.Д., Потапов А.М., Иванова Е.В. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОПРИМЕСЕЙ В АЛЮМОИТТРИЕВОЙ НАНОКЕРАМИКЕ МЕТОДАМИ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ	198
СД-2-19	Коковкин В.В., Кальный Д.Б., Лидер Е.В., Галкин П.С., Лавренова Л.Г. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТИ НОВЫХ КОМПЛЕКСОВ МЕДИ(II) С БИС(3,5-ДИМЕТИЛ-4-БРОМО(ИОДО)ПИРАЗОЛ-1-ИЛ)МЕТАНАМИ	199
СД-2-20	Кохановская О.А. МЕТОД ОЦЕНКИ СОДЕРЖАНИЯ ХИНОННЫХ ГРУПП НА ПОВЕРХНОСТИ ДИСПЕРСНОГО УГЛЕРОДА	200
СД-2-21	Кощеева О.С., Сапрыкин А.И. СНН-АНАЛИЗ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ИХ ПРЕКУРСОРОВ	201
СД-2-22	Макаров Д.Ф., Витус Е.Н. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ В МЕДНО-НИКЕЛЕВОМ ФАЙНШТЕЙНЕ	202
СД-2-23	Макаров Д.Ф., Муллагулов И.А., Ющук Н.Н., Базаркина Н.А., Ильин А.В. ПОДГОТОВКА ПРОБ МЕДНО-НИКЕЛЕВОГО ФАЙНШТЕЙНА К АНАЛИЗУ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДРАГОЦЕННЫХ МЕТАЛЛОВ	203
СД-2-24	Максимовский Е.А., Файнер Н.И., Румянцев Ю.М., Косинова М.Л., Аюпов Б.М. АНАЛИЗ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА ТОНКИХ ПЛЕНОК КАРБОНИТРИДА КРЕМНИЯ МЕТОДОМ ЭДС	204
СД-2-25	Малыхин Е.В., Шундрин И.К., Ваганова Т.А., Кусов С.З., Родионов В.И., Герасимова Ю.В., Коваль В.В. КОНТРОЛЬ ПРОЦЕССОВ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОФТОРИРОВАННЫХ АРОМАТИЧЕСКИХ ПОЛИИМИДОВ МЕТОДАМИ MALDI-TOF MS И ЯМР ¹⁹ F ...	205
СД-2-26	Мамонтов Г.В., Леонова Е.В., Изаак Т.И., Князев А.С., Водянкина О.В. МЕХАНИЗМ ФОРМИРОВАНИЯ АКТИВНОЙ ПОВЕРХНОСТИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ АГ КАТАЛИЗАТОРОВ	206
СД-2-27	Очертянова Л.И., Кискин М.А., Большакова Л.Д., Жижин К.Ю., Кузнецов Н.Т. ААС-МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОСТАВА НЕКОТОРЫХ НЕОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ И МАТЕРИАЛОВ	207
СД-2-28	Патрушев Ю.В., Бавыкина А.В., Сидельников В.Н. ИССЛЕДОВАНИЕ ХИРАЛЬНЫХ СВОЙСТВ ПЛЕНОК АЛКИЛИРОВАННОГО ЦИКЛОДЕКСТРИНА, РАСТВОРЕННОГО В ПОЛИМЕРАХ	208
СД-2-29	Патрушев Ю.В., Бекетова Д.И., Ковалев М.К., Сидельников В.Н. ИЗУЧЕНИЕ СОРБЦИОННОЙ СЕЛЕКТИВНОСТИ ГИБРИДНЫХ ОРГАНО- НЕОРГАНИЧЕСКИХ ПЛЕНОК НА ОСНОВЕ СТРУКТУРИРОВАННОГО SiO ₂ ...	209
СД-2-30	Самопляс В.Н., Гаврилюков Н.Н. УЧЕТ ВЛИЯНИЯ УГЛЕРОДА ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА В ФЕРРОМАРГАНЦЕ РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫМ МЕТОДОМ	210

СД-2-31	Сокольников Ю.В., Непомнящих А.И. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ В ВЫСОКОЧИСТОМ КВАРЦЕ И КРЕМНИИ МЕТОДОМ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ	211
СД-2-32	Стасюк А.Я., Ананьева Я.О., Тренихин М.В., Дроздов В.А., Доронин В.П. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ Ni И V В МЕТАЛЛОУСТОЙЧИВЫХ КАТАЛИЗАТОРАХ КРЕКИНГА	212
СД-2-33	Тарасова С.М., Павлова Л.А., Непомнящих А.И. ИССЛЕДОВАНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ В МУЛЬТИКРЕМНИИ ДЛЯ СОЛНЕЧНОЙ ЭНЕРГЕТИКИ МЕТОДОМ РСМА	213
СД-2-34	Тренихин М.В., Арбузов А.Б., Дроздов В.А. ИССЛЕДОВАНИЕ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ АЛЮМИНИЯ, АКТИВИРОВАННОГО СПЛАВОМ Ga-In	214
СД-2-35	Троицкая И.Б., Гаврилова Т.А., Покровский Л.Д., Атучин В.В., Васильева И.Г. МЕХАНИЗМ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОЛЕНТ α -MoO ₃ ПРИ ПРОКАЛКЕ ФОРМИАТА МОЛИБДЕНА	215
СД-2-36	Троицкая И.Б., Троицкий Д.Ю., Гаврилова Т.А., Покровский Л.Д., Громилов С.А., Атучин В.В. МОРФОЛОГИЧЕСКИЕ И СТРУКТУРНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МИКРОПЛАСТИН α -MoO ₃ (010)	216
СД-2-37	Троицкий Д.Ю., Сапрыкин А.И. АНАЛИЗ ПРИМЕСНОГО СОСТАВА МОНОКРИСТАЛЛОВ LiB ₂ O ₅ И CeLiB ₆ O ₁₀ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ МАСС-СПЕКТРОСКОПИИ	217
СД-2-38	Черепанова И.В., Глазкина О.В., Коломина Т.Н. РАЗРАБОТКА И АТТЕСТАЦИЯ МЕТОДИКИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЦИНКА В ЖЕЛЕЗОРУДНОМ СЫРЬЕ АТОМНО-ЭМИССИОННЫМ МЕТОДОМ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ	218
СД-2-39	Шакирова О.Г., Грюнерт М., Наумов Д.Ю., Гютлих Ф., Лавренова Л.Г. ИССЛЕДОВАНИЕ СПИНОВОГО ПЕРЕХОДА В ТЕРМОХРОМНЫХ РАЗНОЛИГАНДНЫХ КОМПЛЕКСАХ ГЕКСАФТОРСИЛИКАТА ЖЕЛЕЗА(II) С 1,2,4-ТРИАЗОЛАМИ	219
СД-2-40	Шацкая С.С., Глазырина Н.Ф., Деревягина И.А., Карагедов Г.Р., Ляхов Н.З. ОСОБЕННОСТИ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА В НАНОИЗМЕЛЬЧЁННОМ ОКСИДЕ АЛЮМИНИЯ	220
СД-2-41	Огибалова Т.А. АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ ПРИ ПРОМЫШЛЕННОМ ПОЛУЧЕНИИ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ	221
СД-2-42	Franck A.S. MATERIAL PROPERTIES AND EARTH EVOLUTION	222
СД-2-43	Бельская Л.В., Голованова О.А. ПРИМЕНЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКОЙ ФЛУОРЕСЦЕНЦИИ ДЛЯ ЭЛЕМЕНТНОГО АНАЛИЗА БИОГЕННЫХ АПАТИТОВ	223
СД-2-44	Солоненко А.П., Бельская Л.В., Голованова О.А., Лемешева С.А. ИК-СПЕКТРОСКОПИЯ КАК МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОСТАВА И КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СВОЙСТВ БИОГЕННЫХ АПАТИТОВ	224
СД-2-45	Грачек В.И., Марцынкевич Р.В., Исакович О.И., Шункевич А.А. ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ СТРУКТУРЫ ХЕЛАТНЫХ ИОНИТОВ ФИБАН НА СОРБЦИОННУЮ АКТИВНОСТЬ ПО МАРГАНЦУ	225

СД-2-46	<u>Ивановская М.И., Котиков Д.А., Фролова Е.В., Садыков В.А.</u> ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДАМИ ЭПР И РФЭС СОСТОЯНИЯ АКТИВНОЙ ПОВЕРХНОСТИ В КАТАЛИЗАТОРЕ $CeO_2-ZrO_2-La_2O_3/Pt$	226
СД-2-47	<u>Ивановская М.И., Котиков Д.А., Паньков В.В.</u> ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ МАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ФЕРРИТОВ.....	227
СД-2-48	<u>Морозова М.В., Буянова Е.С., Емельянова Ю.В., Неудачина Л.К., Мазгалин С.В., Тришкина М.В.</u> АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ СВИНЦА И СУРЬМЫ В МЕДНЫХ КАТОДАХ.....	228
СД-2-49	<u>Морозова М.В., Емельянова Ю.В., Буянова Е.С.</u> ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА VIMEVOX МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ	229
СД-2-50	<u>Морозова М.В., Михайловская З.А., Величко Е.В., Емельянова Ю.В., Буянова Е.С., Петрова С.А.</u> ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ РЕНТГЕНОВСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ VIMEVOX (Me=Cr, Fe).....	230
СД-2-51	<u>Антонов А.Ю., Боева О.А., Ревина А.А.</u> ИЗУЧЕНИЕ СВОЙСТВ Pd И Pt НАНОЧАСТИЦ, НАНЕСЕННЫХ ИЗ ОБРАТНО МИЦЕЛЛЯРНЫХ РАСТВОРОВ, С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РЕАКЦИЙ ИЗОТОПНОГО ОБМЕНА ВОДОРОДА И ОРТО-ПАРА КОНВЕРСИИ ПРОТИЯ	231
СД-2-52	<u>Волченкова В.А., Казенас Е.К., Кряжков И.И., Андреева Н.А., Дегтярева А.П., Дергунова Н.Н., Овчинникова О.А., Пенкина Т.Н., Паунов А.К., Родионова С.К., Смирнова В.Б., Яшукова В.Н.</u> ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПРИМЕСЕЙ В НОВЫХ СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ.....	232
СД-2-53	<u>Досумов К., Умбеткалиев А.К., Бродский А.Р., Ергазиева Г.Е., Асилова Г.М.</u> ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ВАНАДИЙ-МОЛИБДЕНОВЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ СЕЛЕКТИВНОГО ОКИСЛЕНИЯ АРЕНОВ.....	233
СД-2-54	<u>Дякин П.В.</u> СТРУКТУРА И СВОЙСТВА МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ВКВС, МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ	234
СД-2-55	<u>Зарубина О.Н., Мокроусов Г.М.</u> КОМПЛЕКСНОЕ ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ТВЕРДОФАЗНОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ И КР-СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ КОНТРОЛЯ СОСТАВА ПОВЕРХНОСТИ GaAs	235
СД-2-56	<u>Курганова А.Е.</u> РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОСОСТАВА СТЕКЛОЛ СИСТЕМЫ As-Se.....	236
СД-2-57	<u>Микушкин В.М., Брызгалов В.В., Гордеев Ю.С., Никонов С.Ю., Солоницына А.П., Бржезинская М.М.</u> ХИМИЧЕСКИЕ СДВИГИ N1s УРОВНЯ В ДИАГНОСТИКЕ НИТРИДОВ GaAs....	237
СД-2-58	<u>Микушкин В.М., Брызгалов В.В., Гордеев Ю.С., Никонов С.Ю., Солоницына А.П., Бржезинская М.М.</u> ОБНАРУЖЕНИЕ ГАЗООБРАЗНОГО АЗОТА В GaAs, ИМПЛАНТИРОВАННОМ ИОНАМИ АЗОТА	238

СД-2-59	Михайличенко Т.В., Калинина Л.А., Фоминых Е.Г., Ушакова Ю.Н., Шиншин А.С. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ И ИССЛЕДОВАНИЯ СОСТАВА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ СУЛЬФИДНЫХ И ОКСИДНЫХ ФАЗ.....	239
СД-2-60	Мокроусов Г.М., Зарубина О.Н. ДИАГНОСТИКА СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТИ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ ВЕЩЕСТВ НА ОСНОВЕ МЕТОДОЛОГИИ ЕЕ ФОРМИРОВАНИЯ И ИЗМЕРЯЕМОЙ ВЕЛИЧИНЫ ЭЛЕКТРОДНОГО ПОТЕНЦИАЛА	240
СД-2-61	Рузимурадов О.Н. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕКСТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОРОШКООБРАЗНЫХ ПОЛИМЕР-ТЕМПЛАТИРОВАННЫХ SiO_2-TiO_2	241
СД-2-62	Солодовников А.О., Бойко А.Н., Андреев П.О. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СИСТЕМЫ $CaF_2 - DySF$	242
СД-2-63	Ульрих Д.В., Денисов С.Е. МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ИЗМЕНЕНИЯ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ СОРБЕНТА, НА ОСНОВЕ КРЕМНИЙСОДЕРЖАЩЕГО АЛЮМОСИЛИКАТА ГЛАУКОНИТ, В ПРОЦЕССЕ СОРБЦИИ МЕТАЛЛОВ МЕДИ И ЦИНКА ИЗ ВОДНОЙ СРЕДЫ.....	243
СД-2-64	Ульрих Д.В., Денисов С.Е., Николаенко Е.В., Харченко Т.М. ЭНЕРГИЯ АКТИВАЦИИ В ПРОЦЕССЕ СОРБЦИИ МЕТАЛЛОВ МЕДИ И ЦИНКА ГЛАУКОНИТОМ ГРАНУЛИРОВАННЫМ И MANGANESE GREENDSAND ИЗ ВОДНОЙ СРЕДЫ	244
СД-2-65	Шумар С.В., Гришаева А.А. РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ДИФФЕРЕНЦИРОВАННОГО ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО ТИТРОВАНИЯ ИОНОВ $Cu(II)$ и $Zn(II)$ ПРИ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ	245
СЕКЦИЯ 3. Методы определения параметров кристаллической структуры.....		247
СД-3-1	Ананьев М.В., Поротникова Н.М., Плаксин С.В., Курумчин Э.Х. ВЛИЯНИЕ СКАНДИЯ НА СТРУКТУРУ И ДИСПЕРСНОСТЬ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ $CaZr_{1-x}Sc_xO_{3-\delta}$	249
СД-3-2	Анчарова У.В., Ляхов Н.З., Немудрый А.П. СТРУКТУРНЫЕ И ТЕКСТУРНЫЕ ДИФРАКЦИОННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ФЕРРОЭЛАСТИЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ С ВЫСОКОЙ КИСЛОРОДНОЙ ПРОВОДИМОСТЬЮ.....	250
СД-3-3	Асанов И.П., Окотруб А.В., Булушева Л.Г., Галкин П.С., Чехова Г.Н., Куреня А.Г., Шубин Ю.В. ИЗУЧЕНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ В КОМПОЗИТЕ МЕЖДУ УГЛЕРОДНЫМИ НАНОТРУБКАМИ И ПОЛИАНИЛИНОМ.....	251
СД-3-4	Ворсина И.А., Григорьева Т.Ф., Барина А.П., Ляхов Н.З. ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОКОМПОЗИТОВ БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ НА ОСНОВЕ ПРИРОДНЫХ И СИНТЕТИЧЕСКИХ НОСИТЕЛЕЙ МЕТОДАМИ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ И РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА	252
СД-3-5	Гельфонд Н.В., Морозова Н.Б., Данилович В.С., Филатов Е.С., Шушарина Е.А., Игуменов И.К. СТРУКТУРА МОСVD Re-ПОКРЫТИЙ.....	253

СД-3-6	<u>Громилов С.А., Задесенец А.В., Шушарина Е.А.</u> ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ Pt_xRe_{1-x} ПО ДАННЫМ РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ	254
СД-3-7	<u>Захарченко Н.И., Середенко В.В.</u> СОСТАВ, СТРУКТУРА И СВОЙСТВА КАТАЛИЗАТОРОВ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОКИСЛЕНИЯ АММИАКА СИСТЕМ $Fe_2O_3 - MeO$, ГДЕ $Me - Zn, Cd, Co, Ni, Mn$	255
СД-3-8	<u>Кабин Е.В., Емельянов В.А., Байдина И.А., Недосейкина Т.И., Воробьев В.А.</u> ИССЛЕДОВАНИЕ СТРОЕНИЯ НИТРАТОАМИНОКОМПЛЕКСОВ НИТРОЗОРУТЕНИЯ МЕТОДАМИ РСА И EXAFS	256
СД-3-9	<u>Кидяров Б.И., Атучин В.В., Первухина Н.В.</u> ВЗАИМОСВЯЗЬ «СТРУКТУРА-СВОЙСТВО» КРИСТАЛЛОВ КАК ФАКТОР УТОЧНЕНИЯ СТРУКТУРНО-ФИЗИЧЕСКИХ ДАННЫХ	257
СД-3-10	<u>Котельников Г.Р., Степанов Е.Г., Качалов Д.В., Васильев С.В., Луговкин С.Н.</u> ИЗУЧЕНИЕ СИНТЕЗА, СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ФЕРРИТОВ ЩЕЛОЧНЫХ МЕТАЛЛОВ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА, МЕССБАУЭРОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ И ТЕРМОГРАВИМЕТРИИ	258
СД-3-11	<u>Мелкозёров С.А., Липунова Г.Н., Барачевский В.А., Первова И.Г., Липунов И.Н., Резинских З.Г.</u> ИССЛЕДОВАНИЕ СПЕКТРАЛЬНО-КИНЕТИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ГЕТАРИЛГИДРАЗОНОВ	259
СД-3-12	<u>Мячина Г.Ф., Коржова С.А., Конькова Т.В., Ермакова Т.Г., Поздняков А.С., Сапожников А.Н., Пройдакова О.А., Сухов Б.Г., Трофимов Б.А.</u> МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРУКТУРЫ НАНОКОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ В МАТРИЦЕ ПОЛИ-1-ВИНИЛ-1,2,4-ТРИАЗОЛА	260
СД-3-13	<u>Слободюк А.Б., Кавун В.Я., Диденко Н.А., Гончарук В.К.</u> ИССЛЕДОВАНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ И АМОРФНЫХ ФТОРЦИРКОНАТОВ МЕТОДОМ ЯМР ВМУ ^{19}F	261
СД-3-14	<u>Францева Н.В., Мартынова Ю.П., Верещагин В.И.</u> МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ КАТАЛИЗАТОРОВ, ИСПОЛЪЗУЕМЫХ В ПРОЦЕССЕ ЭПОКСИДИРОВАНИЯ ПРОПИЛЕНА	262
СД-3-15	<u>Якимов Я.И., Семенкин Е.С., Якимов И.С.</u> ДВУХУРОВНЕВЫЙ ГЕНЕТИЧЕСКИЙ АЛГОРИТМ ДЛЯ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА ПОЛИКРИСТАЛЛОВ	263
СД-3-16	<u>Яценко Д.А., Цыбуля С.В.</u> МОДЕЛИРОВАНИЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ДИФРАКЦИОННЫХ КАРТИН ДЛЯ АНСАМБЛЯ НАНОРАЗМЕРНЫХ ХАОТИЧЕСКИ РАЗОРИЕНТИРОВАННЫХ ЧАСТИЦ	264
СД-3-17	<u>Зарубин И.А., Власенко В.Г., Шуваев А.Т.</u> СИНТЕЗ И СВОЙСТВА СЛОИСТОЙ КЕРАМИКИ $Bi_{6-x}Sr_xTi_{2-x}Nb_{2+x}O_{18}$ ($x=0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0$)	265
СД-3-18	<u>Зарубин И.А., Власенко В.Г., Шуваев А.Т.</u> СИНТЕЗ И СВОЙСТВА СЛОИСТОЙ СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ КЕРАМИКИ $Bi_7Ti_{4+x}W_xNb_{1-2x}O_{21}$ ($x= 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5$)	266
СД-3-19	<u>Алиева Н.А., Исаев А.Б., Алиев З.М.</u> ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ НАНОДИСПЕРСНЫХ ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ ($\alpha-Fe_2O_3, Cu_2O$) И РАЗРАБОТКА НАУЧНЫХ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕШЕНИЙ ПО ИХ СИНТЕЗУ	267

СД-3-20	<u>Бабанлы М.Б., Ильяслы Т.М., Алиев З.С., Велиева Г.М., Мурадова Г.В.</u> ИЗУЧЕНИЕ ОБЛАСТЕЙ СТЕКЛООБРАЗОВАНИЯ И ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СТЕКОЛ В СИСТЕМАХ Ag(Tl)-As-Se МЕТОДОМ ЭДС.....	268
СД-3-21	<u>Бусурин С.М., Бусурина М.Л.</u> ИЗУЧЕНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА, СТРУКТУРЫ И МОРФОЛОГИИ ПОРОШКОВ ФЕРРИТОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ СВС	269
СД-3-22	<u>Верин И.А., Алексеева О.А., Сорокина Н.И., Красильникова А.Е., Воронкова В.И.</u> КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА МЕТАСТАБИЛЬНОЙ КУБИЧЕСКОЙ ФАЗЫ МОНОКРИСТАЛЛА $La_2Mo_2O_9$ при $T=33K$	270
СД-3-23	<u>Имамов Р.М., Субботин И.А.</u> РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИАГНОСТИКА ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ СТРУКТУР	271
СД-3-24	<u>Ковалёва Е.С., Шабанов М.П., Филиппов Я.Ю., Путляев В.И.</u> ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ И КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА КАРБОНАТГИДРОКСИАПАТИТА.....	272
СД-3-25	<u>Кузнецов Б.Н., Чесноков Н.В., Микова Н.М., Шендрик Т.Г., Дроздов В.А., Зайковский В.И.</u> ВЛИЯНИЕ ПРИРОДЫ УГЛЕРОДНЫХ ПОДЛОЖЕК НА СТРУКТУРУ НАНЕСЕННЫХ НАНОЧАСТИЦ ПАЛЛАДИЯ.....	273
СД-3-26	<u>Лакиза Н.В., Неудачина Л.К., Редькина Т.А.</u> ИССЛЕДОВАНИЕ ФУНКЦИОНИЗИРОВАННЫХ ПОЛИСИЛОКСАНОВ МЕТОДОМ ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОСКОПИИ.....	274
СД-3-27	<u>Марков О.И., Хрипунов Ю.В.</u> ДИАГНОСТИКА СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТИ, ПОЛУЧЕННОЙ ПРИ ЭЛЕКТРОИСКРОВОЙ РЕЗКЕ МОНОКРИСТАЛЛОВ ВИСМУТА	275
СД-3-28	<u>Наумкина Н.И., Михайлов О.В.</u> УТОЧНЕНИЕ СТРУКТУРНЫХ ПАРАМЕТРОВ СЕРЕБРА, ВЫДЕЛЕННОГО ИЗ Ag-ЖЕЛАТИН-ИММОБИЛИЗОВАННОЙ МАТРИЦЫ	276
СД-3-29	<u>Новикова Н.Е., Верин И.А., Сорокина Н.И.</u> ПРЕЦИЗИОННЫЕ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ $KTiOAsO_4$	277
СД-3-30	<u>Сакипова З.Б., Тулегенова А.У., Кабденова А.Т., Еспенбетов А.А.</u> ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ И РЕНТГЕНОВСКОЙ ПОРОШКОВОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ В АНАЛИЗЕ ГЛИНИСТЫХ МИНЕРАЛОВ КАЗАХСТАНА.....	278
СД-3-31	<u>Усманов Х.Л., Кадырова З.Р.</u> РЕНТГЕНОФАЗОВЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ СОФ НА ТВЕРДОФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ	279
СД-3-32	<u>Шапкин Н.П., Гардионов С.В.</u> ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ МОЛИБДЕНСИЛОКСАНОВ МЕТОДОМ ПОРОШКОВОЙ ДИФРАКЦИИ	280
СД-3-33	<u>Шиц Е.Ю., Семенова Е.С., Корякина В.В.</u> ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ КОМПОЗИЦИОННОГО АЛМАЗОСОДЕРЖАЩЕГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ СВМПЭ	281
СД-3-34	<u>Аббасов Я.А., Гусейнова Э.А., Мартынова Г.С., Аджамов К.Ю., Исмаилов Э.Г.</u> IN SITU EMR/GC/TGA ИССЛЕДОВАНИЯ АКТИВНЫХ ЦЕНТРОВ В СИСТЕМЕ Ni / КИЗЕЛЬГУР В РЕАКЦИИ ПРЕВРАЩЕНИЯ ИЗОПРОПИЛОВОГО СПИРТА В АЦЕТОН.....	282

СЕКЦИЯ 4. Методы определения электронных характеристик вещества.....	283
СД-4-1 Асанов И.П., Шубин Ю.В., Митькин В.Н., Предеин А.Ю. КОРРЕЛЯЦИИ РЕНТГЕНОЭЛЕКТРОННЫХ И ИК-СПЕКТРОВ С ДИФРАКЦИОННЫМИ ДАННЫМИ И ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТЬЮ УГЛЕРОД-ФТОРУГЛЕРОДНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ	285
СД-4-2 Бадмаева И.А. ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ИК-СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ТОНКИХ ПЛЕНОК ЛЕНГМЮРА-БЛОДЖЕТТ	286
СД-4-3 Борозновская Н.Н., Годнева М.М. РЕНТГЕНОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ ФТОРИСТЫХ СОЕДИНЕНИЙ ЦИРКОНИЯ, ДОПИРОВАННЫХ Ag(I) ИЛИ Ce (III).....	287
СД-4-4 Киселева Е.А., Муромцев И.В., Кан В.Е., Раздьяконова Г.И. ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРЫ ЧАСТИЦ НАНОДИСПЕРСНОГО УГЛЕРОДА МЕТОДАМИ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ И РЕНТГЕНОВСКОГО ПОГЛОЩЕНИЯ	288
СД-4-5 Лавская Ю.В., Булушева Л.Г., Окотруб А.В., Коротеев В.О., Юданов Н.Ф., Felten A., Flahaut E. ИССЛЕДОВАНИЯ ЭЛЕКТРОННОЙ СТРУКТУРЫ ФТОРИРОВАННЫХ ДВУХСЛОЙНЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ.....	289
СД-4-6 Митькин В.Н., Предеин А.Ю., Вертелецкая Н.Ю., Тлустая Э.Н. КОРРЕЛЯЦИИ ТЕКСТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОРИСТЫХ УГЛЕРОД-ФТОРУГЛЕРОДНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ С ИХ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИМИ СВОЙСТВАМИ	290
СД-4-7 Митькин В.Н., Предеин А.Ю., Вертелецкая Н.Ю. МЕХАНОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СТРОЕНИЯ УГЛЕРОД-ФТОРУГЛЕРОДНЫХ ПОРИСТЫХ ЭЛЕКТРОПРОВОДНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ.....	291
СД-4-8 Мостовщиков А.В., Толбанова Л.О., Ильин А.П. ТЕСТИРОВАНИЕ НАНОПОРОШКОВ МЕДИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА И ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ.....	292
СД-4-9 Надолинный В.А., Ильинчик Е.А., Юрьева О.П., Антонова О.В., Рядун А.А. ТРИПЛЕТНЫЕ ЭКСИТОННЫЕ СОСТОЯНИЯ В КРИСТАЛЛАХ ТЕТРАФЕНИЛ БОРАТ АММОНИЯ	293
СД-4-10 Подъячева О.Ю., Исмагилов З.Р., Романенко А.И., Аникеева О.Б., Буряков Т.И., Ткачев Е.Н. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ АЗОТСОДЕРЖАЩИХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОВОЛОКОН.....	294
СД-4-11 Предеин А.Ю., Романенко А.И., Митькин В.Н., Аникеева О.Б., Буряков Т.И., Вертелецкая Н.Ю., Ткачев Е.Н. ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА УГЛЕРОД-ФТОРУГЛЕРОДНЫХ РЕЗИСТИВНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ	295
СД-4-12 Расторгуев А.А., Снытников В.Н., Сорокин А.М., Каичев В.В. СПЕКТРО-ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ТОНКОПЛЁНОЧНЫХ ОКСИДОВ НА МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНОМ ЛАБОРАТОРНОМ СТЕНДЕ УФ-ВИДИМОГО ДИАПАЗОНА	296
СД-4-13 Семёнова М.А., Егранов А.В., Ивашечкин В.Ф. ИССЛЕДОВАНИЕ СИММЕТРИИ КРИСТАЛЛОВ SrF ₂ , BaF ₂ , CaF ₂ , АКТИВИРОВАННЫХ Cd И Zn, МЕТОДОМ ЭПР	297

СД-4-14	Сидоров Н.В., Чуфырев П.Г., Яничев А.А., Палатников М.Н., Маврин Б.Н. НАВЕДЕННЫЕ ЛАЗЕРНЫМ ИЗЛУЧЕНИЕМ МИКРО- И НАНОСТРУКТУРЫ В ФОТОРЕФРАКТИВНОМ МОНОКРИСТАЛЛЕ НИОБАТА ЛИТИЯ	298
СД-4-15	Стояновский В.О. ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ОБЪЕМНЫХ ПРИМЕСНЫХ ЛЮМИНЕСЦЕНТНЫХ ЦЕНТРОВ Rh ³⁺ и Cr ³⁺ ДЛЯ ХАРАКТЕРИЗАЦИИ ОКСИДНЫХ Rh/Al ₂ O ₃ КАТАЛИЗАТОРОВ	299
СД-4-16	Стояновский В.О., Снытников В.Н. ЛАЗЕРНО-ИНДУЦИРОВАННАЯ ЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ Al ₂ O ₃ , СВЯЗАННАЯ С ПОВЕРХНОСТНЫМИ ГИДРОКСИЛЬНЫМИ ГРУППАМИ	300
СД-4-17	Ткаченко И.А., Земскова Л.А., Курявый В.Г., Кавун В.Я., Сергиенко В.И. СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ ОКСИД НИКЕЛЯ/УГЛЕРОДНОЕ ВОЛОКНО	301
СД-4-18	Ткаченко И.А., Слободюк А.Б., Габуда С.П., Кавун В.Я. ЯМР СПЕКТРОСКОПИЯ ОКСОФТОРИДОВ ТИТАНА И НИОБИЯ: ФАЗОВЫЕ ПЕРЕХОДЫ, СТРОЕНИЕ И ИОННАЯ ПОДВИЖНОСТЬ	302
СД-4-19	Шарафутдинова Д.Р., Ефремов Ю.Я.[†], Ризванов И.Х., Фазлеева Г.М., Бережная Л.Х., Губская В.П., Нуретдинов И.А. ИССЛЕДОВАНИЕ Фуллереновых производных СТАБИЛЬНЫХ НИТРОКСИЛЬНЫХ БИРАДИКАЛОВ МЕТОДАМИ МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ	303
СД-4-20	Шелудякова Л.А., Шакирова О.Г., Бушуев М.Б., Варнек В.А., Лавренова Л.Г. ИК-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СПИНОВОГО ПЕРЕХОДА В КОМПЛЕКСАХ ЖЕЛЕЗА(II) С 1,2,4-ТРИАЗОЛАМИ	304
СД-4-21	Шелудякова Л.А., Левченко Л.М., Митькин В.Н. ДИАГНОСТИКА ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ГРУПП КОМПОЗИЦИОННЫХ УГЛЕРОД- И УГЛЕРОД-ФТОРУГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ.....	305
СД-4-22	Бабанлы Н.Б., Машадиева Л.Ф., Мирзоева Р.Дж., Шыхыев Ю.М., Бабанлы М.Б. ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ЭДС С ТВЕРДЫМ ЭЛЕКТРОЛИТОМ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОСТАВА И ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТРОЙНЫХ ХАЛЬКОГЕНИДОВ МЕДИ И СЕРЕБРА.....	306
СД-4-23	Голуб А.Я., Неудачина Л.К., Ятлук Ю.Г., Корякова О.В. ИК-СПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ КОМПЛЕКСООБРАЗОВАНИЯ В ПРОЦЕССЕ СОРБЦИИ ПЛАТИНЫ ТИОКАРБОМОИЛИРОВАННЫМ ПОЛИСИЛОКСАНОМ	307
СД-4-24	Зайченко Н.А., Васильева В.И., Григорчук О.В., Гречкина М.В. ЭЛЕКТРОННАЯ И АТОМНО–СИЛОВАЯ МИКРОСКОПИЯ В ИССЛЕДОВАНИИ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ИОНООБМЕННЫХ МЕМБРАН	308
СД-4-25	Крылова И.В. ЭКЗОЭМИССИЯ – МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ ЭЛЕКТРОННЫХ СВОЙСТВ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ.....	309
СД-4-26	Омарова Р.А., Бошкаева А.К. ГЕОМЕТРИЧЕСКИЕ И ЭЛЕКТРОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ 6-АМИНОПЕНИЦИЛЛАНОВОЙ КИСЛОТЫ И ЕЁ АЦЕТИЛПРОИЗВОДНОГО	310
СД-4-27	Салкин Д.А., Зюзин А.М. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ЛЮМИНОФОРОВ МЕТОДОМ ЭПР	311

СД-4-28	Стукалова А.С. О СПЕКТРАХ ПОГЛОЩЕНИЯ ПЛЕНОК ПОЛИВИНИЛОВОГО СПИРТА В ИНФРАКРАСНОЙ ОБЛАСТИ СПЕКТРА	312
СД-4-29	Фараджев Ч.Р., Масимов Э.А., Исмаилов Э.Г. ЭМР, ИК ИССЛЕДОВАНИЯ ПЛЕНОК ПОЛИЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ С НАНОЧАСТИЦАМИ МАГНЕТИТА	313
СЕКЦИЯ 5. Методы определения дисперсности и текстурных характеристик		315
СД-5-1	Адеева Л.Н., Коваленко Т.А., Кривонос О.И., Плаксин Г.В. ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА И ПОРИСТОЙ СТРУКТУРЫ САПРОПЕЛЕВЫХ СОРБЕНТОВ.....	317
СД-5-2	Бадмаева И.А., Алиев В.Ш. ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ЭФФЕКТА ПЕРЕКЛЮЧЕНИЯ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ В Рb ФТАЛОЦИАНИНЕ.....	318
СД-5-3	Головизин В.С., Левченко Л.М. ТЕКСТУРНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НАНОПОРИСТЫХ УГЛЕРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ	319
СД-5-4	Исмаилов Э.Г., Мартынова Г.С., Ахвердиев Р.Б., Аббасов Я.А., Магеррамов М.Дж., Зарбалиев Р.Р., Абад-заде А.Г., Рустамов М.И. ИССЛЕДОВАНИЯ ЗАКОКСОВАННЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ ГИДРОКРЕКИНГА МАЗУТА.....	320
СД-5-5	Малков В.Б., Пушин В.Г., Стрекаловский В.Н., Малков А.В., Малков О.В. СИММЕТРИЯ РЕАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ НАНОТОНКИХ КРИСТАЛЛОВ СЕЛЕНА И СИММЕТРИЯ ИЗГИБНЫХ ЭКСТИНКЦИОННЫХ КОНТУРОВ.....	321
СД-5-6	Малков В.Б., Пушин В.Г., Стрекаловский В.Н., Малков А.В., Малков О.В. ОБНАРУЖЕНИЕ ЭФФЕКТА ИЗМЕНЕНИЯ ЗНАКА ВЕКТОРА РАЗОРИЕНТИРОВКИ ПО ПОРЯДКУ ЧЕРЕДОВАНИЯ ИЗГИБНЫХ КОНТУРОВ НА ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОМ ИЗОБРАЖЕНИИ НАНОТОНКОГО КРИСТАЛЛА	322
СД-5-7	Могильников К.П., Семенова О.И. ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ АДСОРБЦИИ В ТОНКИХ ПОРИСТЫХ СЛОЯХ	323
СД-5-8	Николаева О.А., Патрушев Ю.В., Сидельников В.Н. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРИСТЫХ ПЛЕНОК НА ОСНОВЕ СОПОЛИМЕРА ДИВИНИЛБЕНЗОЛ-СТИРОЛ.....	324
СД-5-9	Саланов А.Н., Супрун Е.А., Никулин В.В. ПРИМЕНЕНИЕ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА И МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ КАТАЛИЗАТОРОВ НА МИКРО- И НАНОУРОВНЕ.....	325
СД-5-10	Седельникова О.В., Булушева Л.Г., Гаврилов Н.Н., Окотруб А.В. МОДЕЛИРОВАНИЕ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ УЛС	326
СД-5-11	Сидельникова О.Н., Саланов А.Н., Серкова А.Н. МОРФОЛОГИЯ ПОВЕРХНОСТИ И ГРАНИЦЫ ОТРЫВА НАНОСЛОЙНОГО ПОКРЫТИЯ ЗОЛОТА ОТ СТЕКЛЯННОГО СУБСТРАТА	327

СД-5-12	<u>Сидельникова О.Н., Саланов А.Н., Серкова А.Н.</u> ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ УГЛЕРОДНЫХ НАНОВОЛОКОН, ВОЗНИКАЮЩИХ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ ПРИ ОТРЫВЕ НАНОСЛОЙНОГО ПОКРЫТИЯ ЗОЛОТА ОТ СТЕКЛЯННОГО СУБСТРАТА.....	328
СД-5-13	<u>Соколова М.Д., Давыдова М.Л., Шадрин Н.В.</u> СТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИМЕР – ЭЛАСТОМЕРНОГО КОМПОЗИТА.....	329
СД-5-14	<u>Соснов Е.А., Малыгин А.А.</u> ПРИМЕНЕНИЕ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ АНАЛИЗА МОРФОЛОГИИ ДИСПЕРСНЫХ И ВЫСОКОПОРИСТЫХ НАНОМАТЕРИАЛОВ.....	330
СД-5-15	<u>Спицын Б.В., Алексенко А.Е.</u> МОДИФИЦИРОВАНИЕ ПОРОШКОВ ДЕТОНАЦИОННОГО НАНОАЛМАЗА С ЦЕЛЬЮ УНИФИКАЦИИ ЕГО СВОЙСТВ И ПОСЛЕДУЮЩЕЙ СТАНДАРТИЗАЦИИ.....	331
СД-5-16	<u>Титов С.С., Павленко А.А., Кудряшова О.Б., Архипов В.А.</u> ОПТИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДИСПЕРСНОСТИ СУБМИКРОННЫХ АЭРОЗОЛЕЙ.....	332
СД-5-17	<u>Трофимова А.С., Мартынова И.А.</u> ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИСПЕРСНЫХ И ТЕКСТУРНЫХ СВОЙСТВ МИНЕРАЛЬНЫХ НАПОЛНИТЕЛЕЙ ПОЛИПРОПИЛЕНА.....	333
СД-5-18	<u>Филиппьева А.А., Раздьяконова Г.И.</u> ОЦЕНКА ХАРАКТЕРИСТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ СУСПЕНЗИЙ ДИСПЕРСНОГО УГЛЕРОДА.....	334
СД-5-19	<u>Шарафутдинова Д.Р., Ефремов Ю.Я.[†], Ризванов И.Х., Коньгин Г.Н., Рыбин Д.С., Стрелков Н.С.</u> ИЗУЧЕНИЕ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ГЛЮКОНАТА КАЛЬЦИЯ И ЕГО МЕХАНОАКТИВИРОВАННОЙ (НАНОДИСПЕРСНОЙ) ФОРМЫ.....	335
СД-5-20	<u>Абраменко Е.А., Минакова Н.Н.</u> ПРИМЕНЕНИЕ ТЕКСТУРНОГО АНАЛИЗА ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ СТРУКТУРЫ НАПОЛНЕННОГО ПОЛИЭТИЛЕНА.....	336
СД-5-21	<u>Аннагиев М.Х., Мамедов У.А., Иманова Н.А., Мамедова С.Г.</u> ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕКСТУРЫ БЕНТОНИТОВ МЕСТОРОЖДЕНИЯ ГЫЗЫЛ-ДАРЕ АЗЕРБАЙДЖАНСКОЙ РЕСПУБЛИКИ.....	337
СД-5-22	<u>Болатбаев К.Н., Луговицкая Т.Н., Дюйсенбаева А.О.</u> КОМПЬЮТЕРНО-МИКРООПТИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК ДИСПЕРСНОЙ ФАЗЫ В СУСПЕНЗИЯХ.....	338
СД-5-23	<u>Григоренко А.В., Школьников Е.И., Сидорова Е.В.</u> ИССЛЕДОВАНИЕ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОПОРИСТОЙ СТРУКТУРЫ ПРОДУКТОВ РЕАКЦИИ ОКИСЛЕНИЯ АЛЮМИНИЯ ВОДОЙ.....	339
СД-5-24	<u>Громов О.Г., Усманов Р.М., Куншина Г.Б., Беляевский А.Т., Локшин Э.П.</u> ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗМЕРА И МОРФОЛОГИИ ЧАСТИЦ НАНОРАЗМЕРНЫХ ПОРОШКОВ ZnO.....	340
СД-5-25	<u>Жерновой А. И., Рудаков Ю.Р.</u> ПОЛУЧЕНИЕ КРИВОЙ НАМАГНИЧИВАНИЯ ДИСПЕРСИИ НАНОЧАСТИЦ МАГНЕТИТА МЕТОДОМ ЯМР.....	341
СД-5-26	<u>Захарова Э.А., Носкова Г.Н.</u> ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИЗУЧЕНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ЭЛЕКТРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ: ЗОЛОТЫЕ МИКРОАНСАМБЛИ.....	342

СД-5-27	<u>Кадирбеков К.А.,</u> Конуспаев С.Р., Нурбаева Р.К., Сарсекова А.Т., Нурлыбаев И.Т., Зайковский В.И., Саланов А.Н. ИССЛЕДОВАНИЕ КАТАЛИЗАТОРОВ КРЕКИНГА ГЕТЕРОПОЛИКИСЛОТА/ПРИРОДНЫЙ ЦЕОЛИТ МЕТОДАМИ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ	343
СД-5-28	<u>Колосов В.Ю.,</u> Шалаева Е.В., Швамм К.Л. ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ МИКРОКРИСТАЛЛОВ, ФОРМИРУЕМЫХ В ТОНКИХ ПЛЁНКАХ Ta-O	344
СД-5-29	<u>Кондратьева И.А.,</u> Горбушина А.А., Микушев В.М., Бахтиаров А.В., Галафутник Л.Г., Белоусова О.Л. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ БИОПОВРЕЖДЕНИЙ ЦЕМЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ	345
СД-5-30	<u>Николаева Л.А.,</u> Давыдова Н.Н. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИСПЕРСНОСТИ И ТЕКСТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ОЗЕРНЫХ САПРОПЕЛЕЙ И ПРИРОДНЫХ ЦЕОЛИТОВ	346
СД-5-31	<u>Петренко О.С.,</u> Лозинская Е.Ф. СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМЕРА НАНОЧАСТИЦ СУЛЬФИДА КАДМИЯ.....	347
СД-5-32	<u>Русских О.В.,</u> Колосов В.Ю., <u>Остроушко А.А.</u> SEM и TEM НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ СЛОЖНООКСИДНЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ	348
СД-5-33	<u>Широкова А.Г.,</u> Пасечник Л.А., Яценко С.П., Борисов С.В., Григоров И.Г. ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ СИНТЕЗИРОВАННЫХ МИКРОКАПСУЛИРОВАННЫХ ЭКСТРАГЕНТОВ МЕТОДАМИ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ И ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ	349
СЕКЦИЯ 6. Термоаналитические методы		351
СД-6-1	<u>Кидяров Б.И.,</u> Николаев И.В. ИЗМЕРЕНИЕ ТЕМПЕРАТУР «ПЛАВЛЕНИЯ-КРИСТАЛЛИЗАЦИИ» AgGaS ₂ МЕТОДОМ СТАТИСТИЧЕСКОГО ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА	353
СД-6-2	<u>Кидяров Б.И.,</u> Николаев И.В. ИЗУЧЕНИЕ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ РАСПЛАВА ТЕЛЛУРА МЕТОДОМ РАДИАЦИОННОГО И ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА.....	354
СД-6-3	<u>Клюев В.А.,</u> Киселев М.Р., Малкин А.И., Топоров Ю.П. СОВМЕСТНОЕ ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДОВ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНО- СКАНИРУЮЩЕЙ КАЛОРИМЕТРИИ И ТЕРМОСТИМУЛИРОВАННЫХ ТОКОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИМЕРОВ	355
СД-6-4	<u>Гуляева Р.И.,</u> Быков В.А., Ведмидь Л.Б., <u>Селиванов Е.Н.</u> ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА И МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ДЛЯ КОМПЛЕКСНОГО ИЗУЧЕНИЯ МАТЕРИАЛОВ	356
СД-6-5	<u>Серебренникова О.В.,</u> Курина И.С. ПРИМЕНЕНИЕ ДТА ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ СВОЙСТВ ОСАДКОВ ПОЛИУРАНАТА АММОНИЯ, ПОРОШКОВ И ТАБЛЕТОК UO ₂ , ПОЛУЧЕННЫХ ПО НАНО- И ШТАТНОЙ ТЕХНОЛОГИЯМ.....	357
СД-6-6	<u>Александрова Г.П.,</u> Лесничая М.В., Мячина Г.Ф., Сухов Б.Г., Трофимов Б.А. ОСОБЕННОСТИ ТЕРМОДЕСТРУКЦИИ МЕМБРАНОТРОПНЫХ ПОЛИСАХАРИДНЫХ МАТРИЦ ДЛЯ НАНОБИОКОМПЗИТОВ.....	358

СД-6-7	<u>Алиева Р.В.</u>, Азизов А.Г., Исмаилов Э.Г., Мартынова Г.С., Магеррамов М.Дж., Ахвердиев Р.Б. ЭПР, ДСК, ТГА ИССЛЕДОВАНИЯ МЕТАЛЛ-ПОЛИМЕРНЫХ НАНОКОМПОЗИТОВ	359
СД-6-8	<u>Губайдуллина А.М.</u>, Исламова Г.Г., Вассерман Д.В., Трофимов Л.В. ТЕРМОАНАЛИТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ЖЕЛЕЗОКСИДНЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ ДЕГИДРИРОВАНИЯ.....	360
СД-6-9	<u>Игнатъева Т.И.</u>, Семёнова В.Н., Баринов Ю.Н. ОСОБЕННОСТИ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ТУГОПЛАВКИХ СОЕДИНЕНИЙ, ПОЛУЧАЕМЫХ ПО ТЕХНОЛОГИИ СВС	361
СД-6-10	<u>Мансурова А.Н.</u>, Гуляева Р.И., Чумарев В.М. СОСТАВ И СТРУКТУРА КЕРМЕТА NiO-Fe ₂ O ₃ -Cu ₂ O-Cu	362
СД-6-11	<u>Полежаева Н.И.</u>, Тарасова Л.С., <u>Полежаева И.В.</u> ТЕРМИЧЕСКАЯ ДЕСТРУКЦИЯ БРОМИДА ДИЭТИЛДИБЕНЗИЛАММОНИЯ	363
СД-6-12	<u>Чигорина Т.М.</u>, Бестаев М.В., Арутюнянц А.А., Райцев А.В. ПРИМЕНЕНИЕ ТЕРМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА ПРИ РАЗРАБОТКЕ НОВЫХ ГЕРМЕТИЗИРУЮЩИХ СОСТАВОВ	364
СД-6-13	<u>Филоненко Г.А.</u>, Хасин А.А. ТЕРМОАНАЛИТИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ ВОССТАНОВЛЕНИЯ КАТИОНОВ МЕДИ ИЗ СОВМЕСТНЫХ ОКСИДНЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ	365
	РЕКЛАМА.....	367
	СПИСОК УЧАСТНИКОВ	374
	АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ	396
	СОДЕРЖАНИЕ	400

**1-я Всероссийская научная конференция
«Методы исследования состава и структуры
функциональных материалов»**

**Сборник тезисов докладов
Под общей редакцией д.х.н. В.В. Малахова**

Тезисы подвергнуты мягкой редакторской правке, ответственность за
содержание тезисов остается за авторами

Составители:	Т.В. Замулина Н.С. Крылова
Компьютерная обработка:	Н.В. Цыганкова
Обложка:	Н.Ф. Потеряева
Компакт-диск:	А.А. Спиридонов

Подписано в печать 21.09.09
Печ.л. 26,6

Заказ № 79

Формат 60×84/16
Тираж 380

Отпечатано на полиграфическом участке издательского отдела
Института катализа им. Г.К. Борескова СО РАН
630090, Новосибирск, пр. Академика Лаврентьева, 5