



ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ В НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ И ОБРАЗОВАНИИ

Д.Гудилин / dug@list.ru

Национальный исследовательский технологический университет "МИСиС" (Москва), один из ведущих российских образовательных и научных центров, уже несколько десятилетий реализует исследовательские программы в области нанотехнологий и готовит специалистов, в том числе для nanoиндустрии. Неслучайно именно нанотехнологии и новые материалы обозначены как одна из приоритетных тематик в Программе развития университета на 2009–2017 годы, утвержденной Правительством РФ. Для успешного выполнения этой и других правительственных программ в НИТУ "МИСиС" большое внимание уделяется улучшению технического оснащения научной и учебной деятельности, в частности создаются новые лаборатории.

Ряд интересных проектов по созданию научных и учебных лабораторий в НИТУ "МИСиС" реализованы в сотрудничестве с компанией Токуо-Воэки, поставщиком в Россию измерительного и технологического оборудования JEOL, Sps, Yamato, Rigaku, Ulvac. Так, японские электронные микроскопы JEOL успешно используются в перспективных исследованиях неорганических наноматериалов, а также в учебном процессе.

ЛАБОРАТОРИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ НАНОМАТЕРИАЛОВ

В 2010 году правительство страны приняло постановление о мерах по привлечению ведущих ученых в российские вузы, согласно которому на конкурсной основе для проведения научных исследований выделяются гранты в размере до 150 млн. рублей каждый. Один из таких грантов был направлен на организацию в НИТУ "МИСиС" лаборатории по исследованию наноструктур нитрида бора под научным руководством одного из крупнейших в мире специалистов в данной области, директора центра нанотрубок Международного центра nanoархитектоники Национального института материаловедения, профессора университета Цукубы (Япония) Дмитрия Гольберга.

Наноструктуры нитрида бора характеризуются высокой прочностью и химической стабильностью. В отличие от углеродных нанотрубок, которые

ELECTRON MICROSCOPY IN RESEARCH AND EDUCATION

D.Gudilin / dug@list.ru

The National University of Science and Technology MISIS (Moscow) is one of the leading Russian educational and research centres. For several decades it implements research programs in nanotechnology and trains specialists, including, for the nanotechnology industry. It is no coincidence that nanotechnologies and new materials are designated as one of the priorities in the University Development Programme in 2009–2017 approved by the Russian government. For the successful fulfilment of the governmental programmes, MISIS puts greater focus on improving the technological infrastructure for the R&D and educational activities, in particular, new laboratories are established.

A number of remarkable projects to develop research and educational laboratories in MISIS were accomplished in partnership with Tokyo-Boeki, a supplier of the measurement and process equipment of JEOL, Sps, Yamato, Rigaku, Ulvac. Among their number, the Japanese JEOL electron microscopes have been used successfully in advanced research of inorganic nanomaterials as well as for the educational process.

INORGANIC NANOMATERIALS LABORATORY

In 2010, the government adopted a decree on measures to attract leading scientists to Russian universities, according to which on a competitive basis the grants of up to 150 million roubles each are appropriated for research. One of these grants was allocated for MISIS to set up a research laboratory to study boron nitride nanostructures under the supervision of one of the most prominent professionals in this field, director of the Nanotubes Group of the Center for Materials Nanoarchitectonics (MANA) of the National Institute for Materials Science (NIMS), Professor of the University of Tsukuba (Japan) Dmitry Golberg.

The nanostructures of boron nitride are characterized by a high chemical stability and durability. In contrast to carbon nanotubes, which begin to oxidise at 500–600°C, the boron nitride nanotubes can withstand heating up to 1100–1200°C, so they can be used at high



начинают окисляться при 500–600°C, нанотрубки нитрида бора выдерживают нагрев до 1100–1200°C, поэтому их можно использовать в условиях высоких температур. Дополнительные преимущества нанобъектов из нитрида бора, которые могут быть востребованы, например, в производстве электронных и оптических компонентов: электроизоляционные свойства, высокая теплопроводность, низкая оптическая плотность.

Лаборатория неорганических наноматериалов в НИТУ "МИСиС" начала работу в октябре 2012 года. По словам заведующего лабораторией профессора Дмитрия Штанского, основной комплекс работ связан с получением высокопрочных сверхлегких конструкционных материалов путем упрочнения сплавов алюминия наноструктурами нитрида бора. Синтез наноструктур выполняется по технологии химического газофазного осаждения (CVD – chemical vapor deposition) в реакторах, которые были специально спроектированы и изготовлены для лаборатории. В процессе синтезов получают наноструктуры различной морфологии – от нанотрубок, наносфер и графеноподобных пластин до сложных геометрических форм.

Образцы композиционных материалов изготавливают методами горячего прессования, импульсного плазменного спекания или литья из расплава. После получения образца изучается его структура и механические свойства. Уже первые опыты показали, что прочность армированных нанотрубками нитрида бора композиционных материалов значительно выше, чем у базового алюминиевого сплава. По мере совершенствования композитов их прочность достигла 350 МПа, что сопоставимо с прочностью малоуглеродистой стали, при этом материал оказывается в три раза легче. Но, по мнению сотрудников лаборатории, и это значение – далеко не предел возможного.

Новое направление исследований лаборатории – применение различных видов наноструктур нитрида бора в медицине и биологии. В частности, весьма перспективным считается использование наносфер с лекарственными препаратами для лечения онкологических заболеваний. Д.Штанский: "Проблема биологической совместимости нанобъектов из нитрида бора пока относительно мало изучена, но есть данные, что такой совместимости можно добиться. Важно, что наносферы из нитрида бора отвечают требованиям к размерам объектов, которые могут поглощаться раковыми клетками".

Особое направление работы лаборатории – разработка технологий синтеза наноструктур нитрида бора, которые позволили бы наладить их производство



Полевой эмиссионный растровый электронный микроскоп JEOL JSM 7600F

Field-emission scanning electron microscope JEOL JSM 7600F

temperatures. Some more advantages of the boron nitride nanostructures, which can be in demand, e.g. in the production of electronic and optical components are the electrical insulation properties, high thermal conductivity and low optical density.

The Inorganic Nanomaterials Laboratory in MISIS started operate in October 2012. According to the Laboratory Head Professor Dmitry Shtansky, the main scope of researches is related with obtaining high-strength ultralight structural materials by reinforcement of aluminium alloys by boron nitride nanostructures. A synthesis of nanostructures is performed by chemical vapour deposition techniques (CVD) in reactors specially designed and manufactured for the laboratory. During the synthesis, the nanostructures of different morphologies are obtained, from nanotubes, nanospheres and graphene-like plates to complex geometric shapes.

The samples of composite materials are produced by hot pressing, pulsed plasma sintering or casting from the melt. After obtaining a sample, its structure and mechanical properties will be studied. Already first



в больших объемах. Решение этой проблемы – одно из необходимых условий для начала широкого промышленного использования наноструктур нитрида бора в металлургии, медицине и других областях.

Лаборатория неорганических наноматериалов оснащена современным оборудованием для синтеза наноструктур, металлургическим, измерительным и аналитическим. Для морфологического анализа наноструктур и образцов композиционных материалов применяется растровый электронный микроскоп JEOL JSM 7600F. Прибор, оснащенный термоэмиссионной электронной пушкой, может работать с ускоряющим напряжением от 0,5 до 30 кВ и обеспечивает разрешение менее 1 нм (1,0 нм при ускоряющем напряжении 15 кВ). Приставка для энергодисперсионного микроанализа JED-2300F позволяет выполнять качественный и количественный анализ состава твердых тел.

"Лаборатории требовался электронный микроскоп, который бы обеспечивал быстрый скрининг большого числа объектов с высоким разрешением и большой глубиной резкости, – рассказывает Д. Штанский. – Практика показала, что мы сделали оптимальный выбор: благодаря высокой скорости анализа в JEOL JSM 7600F мы ежедневно контролируем результаты нескольких выполняемых в параллельном режиме синтезов. Базовые функции микроскопа освоили быстро – с прибором работают несколько операторов, которые постоянно обмениваются опытом друг с другом".

Исследования на электронном микроскопе нанобъектов из нитрида бора не требуют сложной пробоподготовки и эксклюзивных методик, вместе с тем рутинными их не назовешь: в частности, возникают проблемы, связанные с зарядкой поверхности. Последняя решается благодаря разработанной JEOL функции Gentle Beam, которая позволяет без уменьшения разрешения снижать ускоряющее напряжение до 0,5–2,0 кВ и минимизирует негативное влияние зарядки на качество изображения.

Для изготовления образцов нанокompозитов также используется оборудование, установленное в других лабораториях университета, например система искрового плазменного спекания (Spark Plasma Sintering) Labox 650 производства японской компании Sinter Land. Искровое плазменное спекание проводится в вакууме под давлением до 6 тонн путем пропускания тока большой силы (5000А). Также имеется возможность использования инертного газа, а рабочая температура может достигать 2400°C. Установка обеспечивает равномерное спекание однородных и разнородных материалов с выпариванием примесей при минимальном росте зерна.



Профессор Дмитрий Штанский, заведующий лабораторией "Неорганические наноматериалы"

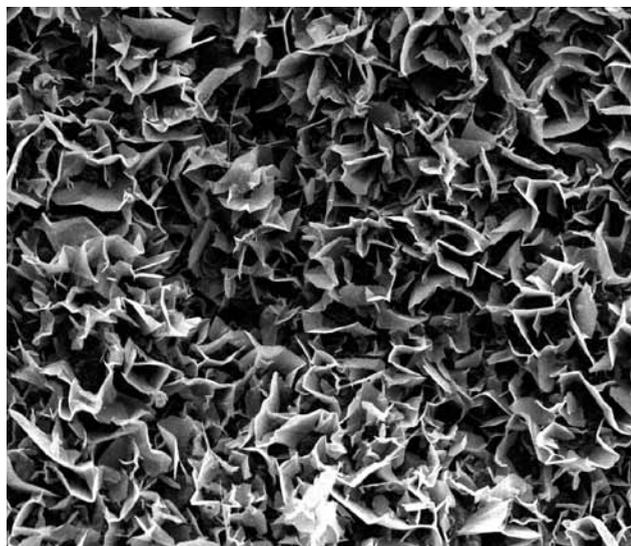
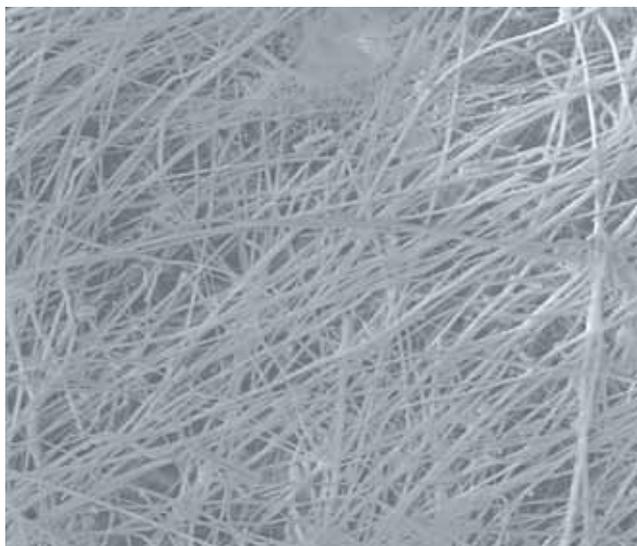
Professor Dmitry Shtansky, Head of the Inorganic nanomaterials laboratory

experiments showed that the strength of the composite materials reinforced by boron nitride nanotubes is considerably higher than the strength of the base aluminium alloy. With the improvement of composites, their strength reached 350 MPa, which is comparable to the strength of the low-carbon steel, at the same time the new material is three times lighter. But, according to the laboratory staff, this value can be significantly improved.

A new area of researches of the laboratory is the use of different types of boron nitride nanostructures in life science. In particular, it is considered very promising to use nanospheres with the medicines for the treatment of cancer. D.Shtansky: "The problem of biocompatibility of boron nitride nanostructures is still relatively poorly researched but there is evidence that such compatibility can be achieved. It is important that boron nitride nanospheres meet the requirements in respect of size of the objects that can be absorbed by the cancer cells".

The laboratory puts special emphasis on developing technologies for the synthesis of boron nitride nanostructures, which would ensure their production in large quantities. A solution to this problem is one of the necessary pre-conditions for the widespread industrial use of boron nitride nanostructures in metallurgy, medicine and other fields.

The inorganic nanomaterial laboratory has the state-of-the-art metallurgical, measuring and analytical equipment for the synthesis of nanostructures. For a



Наноструктуры нитрида бора
Boron nitride nanostructures

МЕЖДУНАРОДНАЯ ШКОЛА МИКРОСКОПИИ

Учебно-научный центр "Международная школа микроскопии" (УНЦМ) был создан в 2011 году НИТУ "МИСиС" в партнерстве с Токуо-Воеки. Центр является базой для проведения научно-исследовательских работ, обучения студентов университета, а также организует коммерческие курсы профессиональной подготовки для работы на электронных и атомно-силовых микроскопах.

"Идея создания центра появилась в 2008 году, – рассказывает директор УНЦМ Дмитрий Жуков. – Дефицит специалистов, владеющих современными методами исследований на электронных и атомно-силовых микроскопах, очевиден, поэтому мы разработали обучающие курсы, которые позволяют за несколько дней овладеть и теоретическими знаниями, и навыками работы. В настоящее время предлагаются три курса: базовые по растровой и просвечивающей электронной микроскопии и расширенный по растровой электронной микроскопии. Также заканчивается подготовка курса по атомно-силовой микроскопии. Обучаем всех желающих, в том числе с нуля. После прохождения интенсивной подготовки по базовым курсам операторы могут самостоятельно работать на приборе, то есть умеют получать изображения и интерпретировать их".

В УНЦМ работают пятеро сотрудников, трое из них – преподаватели. Курсы рассчитаны на 40 академических часов занятий, в которых теория сочетается с практикой, плюс 10 часов

morphological analysis of nanostructures and composites samples is used the Field Emission Scanning Electron Microscope JEOL JSM 7600F. The device can be operated with an accelerating voltage of 0.5 kV to 30 kV and provides a resolution of less than 1 nm (1.0 nm at an accelerating voltage of 15 kV). The attachment for energy-dispersion microanalysis JED-2300F allows carrying out a qualitative and quantitative analysis of the solid-state structures.

"The laboratory needed an electron microscope that would provide rapid screening of a large number of objects with high resolution and depth of field", says Dmitry Shtansky. "Practice has shown that we have made the best choice. Thanks to the high speed of analysis in JEOL JSM 7600F, we daily control the results of several syntheses, that run in parallel. We have quickly mastered the basic functions of the microscope; the instrument is run by several operators who constantly exchange experiences with each other".

A study of boron nitride nanoobjects with an electron microscope do not require any complicated sample preparation procedures or techniques. However, they can not be called routine, in particular, problems with surface charging arise. The latter are resolved by the Gentle Beam mode, which improved the resolution at an extremely low accelerating voltage.

For manufacturing of nanocomposites samples is also used equipment installed in other laboratories of the University, e.g. the spark plasma sintering system Labox 650 produced by the Japanese company Sinter Land. Spark plasma sintering occurs in vacuum at a pressure of up to 6 tons by passing high currents (5000A). There is also a



самоподготовки и четырехчасовой экзамен. Выпускники получают удостоверение о повышении квалификации нового образца и сертификат оператора, подписанный НИТУ "МИСиС" и Токио-Воэки.

Основное оборудование центра - просвечивающий электронный микроскоп JEOL JEM 1400, растровый электронный микроскоп JEOL JSM 6610LV и атомно-силовой микроскоп AIST-NT Smart SPM 1000. "Мы исходили из того, что, с одной стороны, возможности приборов должны позволять выполнять научные исследования, с другой стороны, их конструкция должна быть наглядной для проведения обучения, - рассказывает о выборе оборудования Д. Жуков. - При выборе поставщика учитывался большой положительный опыт использования оборудования JEOL и партнерские отношения с компанией Токио-Воэки, которая работает в нашей стране с 1959 года".

Просвечивающий электронный микроскоп JEM 1400 имеет разрешение по точкам 0,38 нм и по линиям 0,2 нм при максимальном ускоряющем напряжении 120 кВ. Минимальный диаметр электронного пучка составляет 50 нм, что позволяет в микролучевом режиме получить дифракционную картину с области примерно такого же диаметра.

Растровый электронный микроскоп JSM 6610LV укомплектован полностью автоматизированной электронной пушкой с W или LaB6 катодами. Благодаря уникальной конденсорной линзе с переменным фокусным расстоянием, разработанной фирмой JEOL, фокусировка и положение поля



Просвечивающий электронный микроскоп JEOL JEM 1400
Transmission electron microscope JEOL JEM 1400



Система искрового плазменного спекания Labox 650
Spark plasma sintering system Labox 650

possibility of using an inert gas, and the operational temperature can reach 2400°C. The system provides sintering of similar and dissimilar materials with evaporation of impurities and a minimal grain growth.

INTERNATIONAL SCHOOL OF MICROSCOPY

Scientific Research Center "International School of Microscopy" (SRCM) was established in 2011 by MISIS in collaboration with Tokyo-Boeki. The Center is a base for scientific research, teaching of University students, and commercial courses on electron and atomic force microscopy.

"The idea of establishing the center appeared in 2008", says the director of the SRCM Dmitry Zhukov. "Deficiency of specialists in electronic and atomic-force microscopy is apparent; so we have developed training courses that allow for mastering both theoretical knowledge and practical skills for a few days. Currently three courses are offered: basics of the scanning and transmission electron microscopy and an advanced course in the scanning



Дмитрий Жуков, директор УНЦМ, около растрового электронного микроскопа JEOL JSM 6610LV
Dmitry Zhukov, Director of the SRCM, near scanning electron microscope JEOL JSM 6610LV

зрения даже на очень больших увеличениях поддерживаются неизменными. Микроскоп обеспечивает пространственное разрешение до 3 нм. Работа ведется при ускоряющих напряжениях от 0,3 до 30 кВ. Установленный в УНЦМ микроскоп укомплектован энергодисперсионной приставкой-микроанализатором INCA SDD X-MAX производства Oxford Instruments и программным обеспечением INCA Energy для проведения микроанализа, построения профилей состава, карт распределения элементов.

Учебный класс УНЦМ оснащен интерактивной доской, на которую выводится та же информация, которую видит оператор расположенных в соседних помещениях приборов. Системы управления приборами интегрированы в сеть, поэтому к ним возможен удаленный доступ из любой точки мира.

"Курсы, подобные нашим, в России - редкость, - констатирует Д. Жуков. - Сочетание теоретических и практических занятий обеспечивает высокую эффективность обучения, и мы рады пригласить в наш в центр желающих стать специалистами в области электронной микроскопии". ■

electron microscopy. Also almost ready is the course in atomic force microscopy. We educate everyone including those from scratch. After passing intensive basic training courses, operators can work independently on the device meaning that they can obtain and interpret images".

The SRCM has five employees, three of them are trainers. Courses are designed for 40 academic hours of study combining theory and practice, plus 10 hours of self-training and a four-hour exam. Graduates receive a certificate of professional development and the operator's certificate signed by MISIS and Tokyo-Boeki.

The Center's key equipment includes the transmission electron microscope JEOL JEM 1400, scanning electron microscope JEOL JSM 6610LV and atomic-force microscope AIST-NT Smart SPM 1000. "We proceeded from the fact that, on the one hand, the devices should allow to perform research, on the other hand, their design should be intelligible for training", D. Zhukov explains the choice of equipment. "When choosing a supplier, the positive experience in using of JEOL equipment and the partner relationships with Tokyo-Boeki, which had worked in our country since 1959, was taken into account".

The transmission electron microscope JEM 1400 allow to work with accelerating voltage up to 120 kV and high resolution (point image of 0.38 nm and lattice image of 0.2 nm). The minimum diameter of the electron beam is 50 nm, which allows obtaining in the microbeam mode a diffraction pattern from an area of approximately the same diameter.

The scanning electron microscope JSM 6610LV is equipped with electron gun with W or LaB6 cathodes. Due to the unique condenser lens with a variable focal length developed by JEOL, the focus and position of the visual field even at very high magnifications are kept unchanged. The microscope provides a spatial resolution of up to 3 nm. The unit for energy-dispersion microanalysis INCA SDD X-MAX produced by Oxford Instruments and INCA Energy software extends the capabilities of the microscope.

A classroom of the SRCM is equipped with an interactive whiteboard, which displays the same information as the operator sees on the devices in neighbouring premises. Instrument control systems are integrated into a network thus making it possible for the operator to have remote access from anywhere in the world.

"The courses like ours in Russia are rare", says D. Zhukov. "The combination of the theoretical and practical lessons ensures a high efficiency of our courses, and we are pleased to invite to our center all those wishing to become experts in the field of electron microscopy". ■