

V. V. Kraev, G. G. Krushenko

## CALCULATING AND ANALYTICAL METHOD OF CHOOSING ENVELOPES OF METALL FOR PROCESSING POWER-GENERATING SET COMPONENTS BY STOCK REMOVAL

*The authors propose a calculating-analytical method of choosing the envelopes of metal for processing power-generating set components by stock removal, which allows to reduce material consumption and also to reduce the labor intensiveness in production of the components and to decrease wear of tools.*

*Keywords: processing by stock removal, steel components, envelopes of metal.*

© Краев В. В., Крушенко Г. Г., 2012

УДК 53.08:621.38

И. В. Немцев, А. В. Шабанов, О. В. Шабанова

## ИССЛЕДОВАНИЕ СФЕРИЧЕСКИХ ЧАСТИЦ ПОЛИМЕТИЛМЕТАКРИЛАТА И ИСКУССТВЕННЫХ ОПАЛОВ НА ИХ ОСНОВЕ МЕТОДОМ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

*Описывается получение сферических частиц полиметилметакрилата, осаждение этих частиц с образованием структуры опала, пропитка опалов прекурсором, отжиг с формированием структуры инверсного опала.*

*Ключевые слова: электронная микроскопия, полиметилметакрилат, искусственный и инверсный опалы.*

Электронная микроскопия – это метод, позволяющий решать ряд задач, связанных с исследованием объектов размером от нескольких нанометров до нескольких микрон. В растровой электронной микроскопии (РЭМ) сфокусированный пучок электронов отклоняют с помощью магнита и сканируют по поверхности образца, подобно пучку электронов, пробегающих строку за строкой на экране телевизионной трубки. При этом детектируются низкоэнергетические ( $< 100$  эВ, обычно 20–30 эВ) вторичные электроны, возникающие в результате взаимодействия сканирующего пучка с поверхностью твердого тела [1, с. 56].

Электронный микроскоп S5500 фирмы Hitachi (с помощью которого проводились настоящие исследования) имеет следующие основные характеристики: разрешение 0,4 нм (при ускоряющем напряжении 30 кВ); максимальное увеличение 2 000 000 $\times$ ; возможность изменять ускоряющее напряжение от 0,5 до 30 кВ с шагом 1 кВ и ток зонда от 1 до 10 нА.

Целью данной работы было исследование размеров и морфологии сферических частиц полиметилметакрилата (ПММА) и искусственных опалов, полученных на их основе.

Пробоподготовка для исследования сфер ПММА и изготовленных из них опалов с помощью РЭМ проводилась следующим образом. Низкоконцентрированная водная взвесь сфер наносилась на алюминиевый столик РЭМ и подвергалась сушке при температуре  $\sim 40$ – $50$  °С в течение 3–5 мин. В некоторых случаях на сферы и опалы напылялось золото, чтобы обеспечить сток заряда (ПММА – диэлектрик) и теплоотвод под электронным зондом, а также повысить контрастность изображения.

Затем с помощью РЭМ была получена серия электронных снимков сфер ПММА при различных увеличениях и оценены их размеры. Выяснилось, что под электронным зондом микроскопа сферы равномерно сжимаются, уменьшая свой диаметр на величину  $\sim 1/7$  от первоначального. Так при увеличении  $\times 10k$  (измерения проводились при ускоряющем напряжении 1 кВ и токе 10 нА, что соответствует 0,01 Вт подводимой мощности; таким образом, плотность потока энергии составила от 1 до 30 мВт на  $1\mu\text{m}^2$ ) размер сфер составил  $\sim 350$  нм; при увеличении  $\times 25k$  –  $\sim 315$  нм; при увеличении  $\times 50k$  –  $\sim 300$  нм; при увеличении  $\times 200k$  –  $\sim 280$  нм (рис. 1, 2).

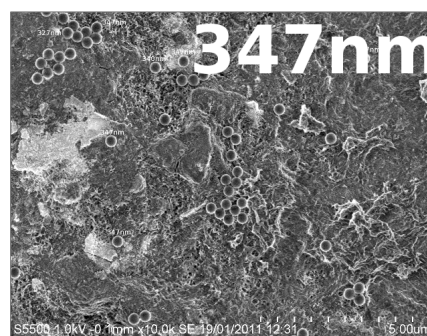


Рис. 1. Сферы ПММА при увеличении в 10 000 крат

Вероятно, сферы внутри пористые, поэтому происходит их усадка, так как при локальном нагреве электронным зондом поры «схлопываются», и сфера под действием сил поверхностного натяжения уменьшает площадь поверхности.

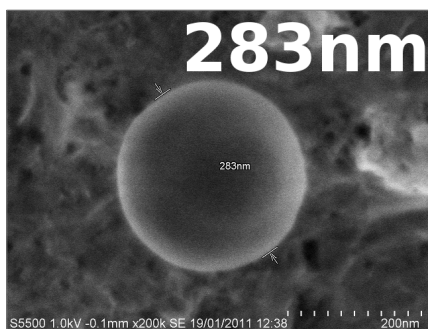


Рис. 2. Сферы ПММА при увеличении в 200 000 крат

Усадка сфер не может быть результатом какой-либо химической реакции (например, полимеризации), так как ПММА – это уже до конца прореагировавший полимер. Кроме того, через 1–2 мин непрерывного облучения сфера перестает менять геометрические размеры, это позволяет считать, что разложение органики под действием электронного пучка незначительно.

Так, в другом образце диаметр сфер ПММА уменьшился с 430 до 360 нм (рис. 3–5). Экспериментальным путем было установлено, что сферы сжимаются до определенных размеров, после чего сохраняют диаметр независимо от увеличения и времени выдержки под электронным пучком.

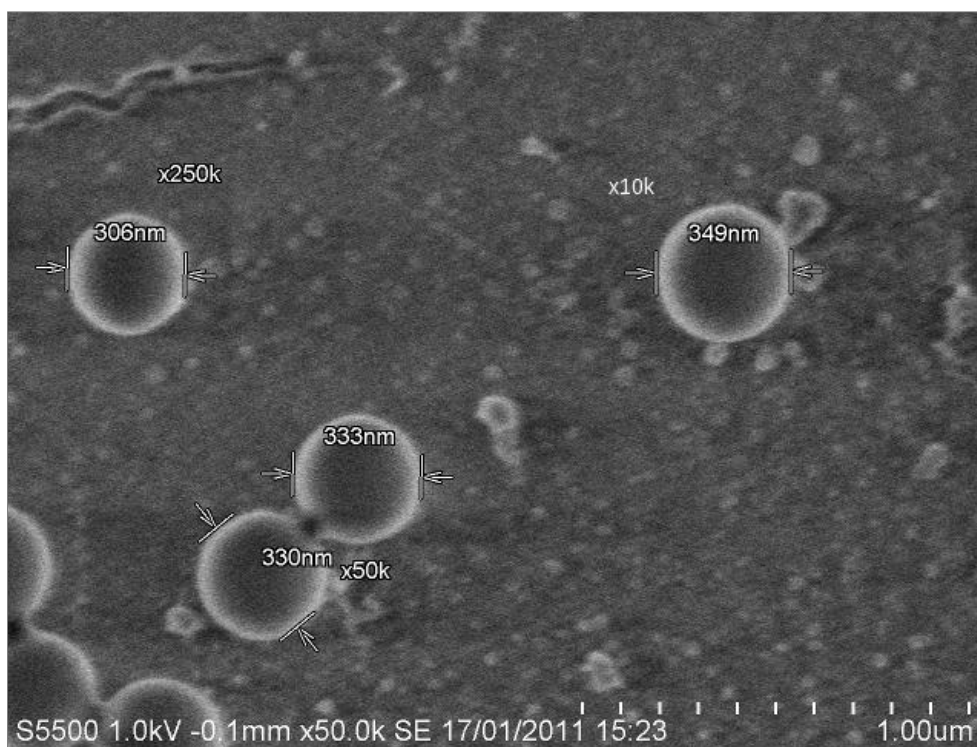


Рис. 3. Сравнительные размеры сфер ПММА после воздействия электронного луча с различными плотностями токов

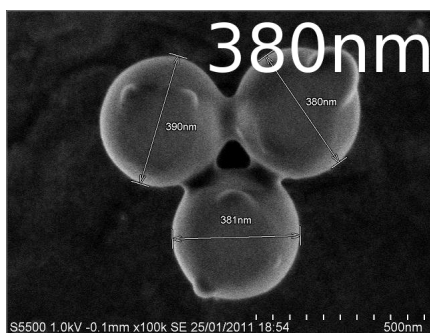


Рис. 4. Сферы ПММА при увеличении в 100 000 крат

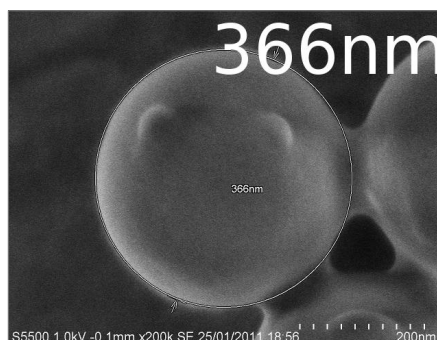


Рис. 5. Сферы ПММА при увеличении в 200 000 крат

Из водных суспензий сферических частиц ПММА путем осаждения была сформирована матрица искусственного опала.

Известно, что шарам математически выгодно упаковываться в плотнейшую гексагональную упаковку (коэффициент заполнения  $\sim 0,74$ ) [2]. Электронная микроскопия подтвердила теоретические расчеты касательно упаковки сфер в опале: она строго гексагональная (рис. 6).

Скомпонованные сферы подвергаются упрочнению с формированием инверсных опалов. Эта подготовка заключается в вакуумном проникновении в поры матрицы из сфер ПММА прекурсора (например,

алкозоля кремнезема, приготовленного из тетраэтоксисилана, раствора тетраэтокситана в диэтиловом эфире или этилата олова) [3] и удалении шаблона прокаливанием.

Полный цикл прокаливания (сушка, обжиг для удаления ПММА и органических компонентов прекурсора, а также медленное, чтобы избежать растрескивания образцов, охлаждение) требует около 48 ч.

Сферы ПММА выгорают, образуя пустоты, а ксерогель  $\text{SiO}_2$  образует стенки в инверсном опале. Полученная структура носит название «инверсный кварцевый опал» (рис. 7).

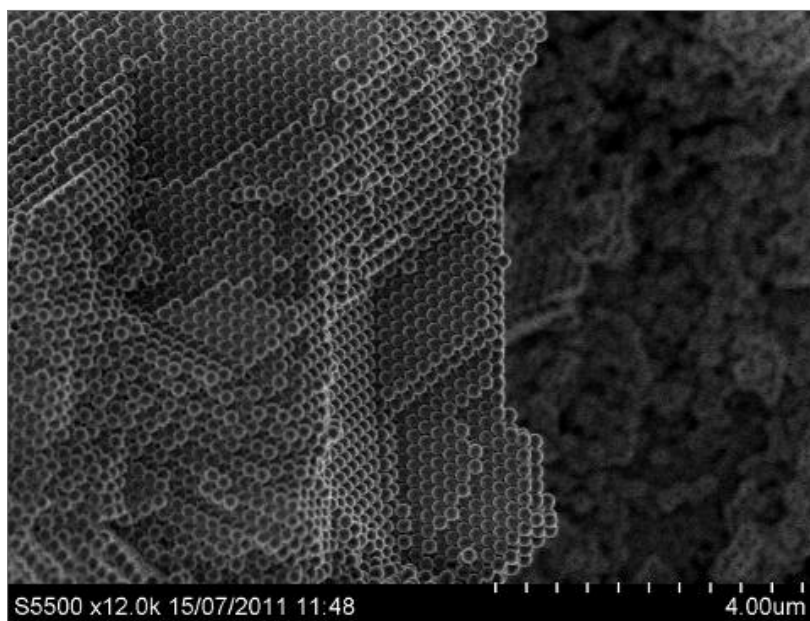


Рис. 6. Искусственный опал из ПММА при увеличении в 12 000 крат

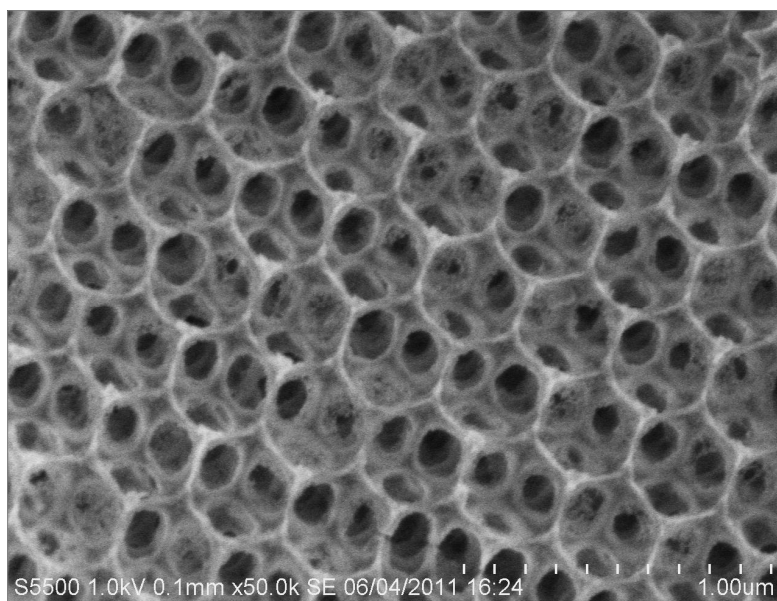


Рис. 7. Инверсный кварцевый опал (ускоряющее напряжение 1 кВ)

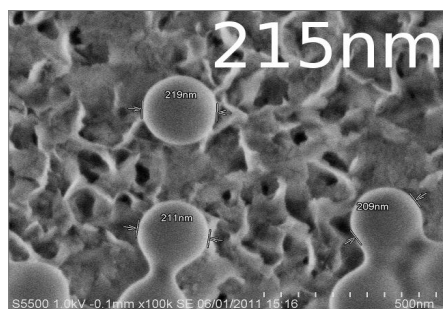


Рис. 8. Сферы ПММА

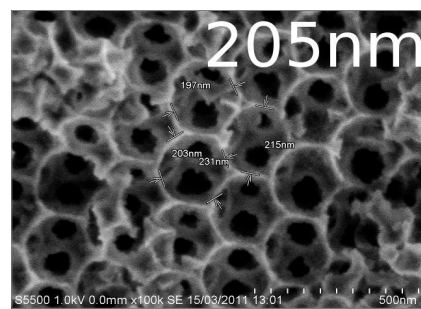


Рис. 9. Инверсный кварцевый опал, полученный из сфер ПММА

На рис. 8, 9 приведены электронные снимки сфер ПММА и полученного из них инверсного опала. Видно, что диаметр пор меньше диаметра осажденных сфер из-за усадки при отжиге.

В результате проведенного исследования представленных сфер ПММА и искусственных опалов на их основе с помощью растрового электронного микроскопа были получены следующие результаты:

- выявлено изменение размеров сфер под действием электронного пучка;
- исследована структура искусственных и инверсных кварцевых опалов;

– экспериментальным путем доказано, что упаковка сфер в опале – плотнейшая гексагональная.

#### Библиографические ссылки

1. Шабанова Н. А. Химия и технология нанодисперсных оксидов : учеб. пособие. М. : Академкнига, 2001.
2. Китайгородский А. И. Молекулярные кристаллы. М. : Наука, 1971.
3. Суйковская Н. В. Химические методы изучения тонких прозрачных пленок / отв. ред. Е. А. Подгорная. Л. : Химия, 1971.

I. V. Nemtsev, A. V. Shabanov, O. V. Shabanova

#### ELECTRON MICROSCOPY INVESTIGATION OF POLYMETHYLMETHACRYLATE SPHERICAL PARTICLES & ARTIFICIAL OPALS BASED ON IT

*The authors describe production of spheric particles of polymethylmethacrylate by means of their sedimentation and following generation of solid opal-like structures, with following annealing and formation of inverse structure opal.*

*Keywords: field emission electron microscopy, polymethylmethacrylate, artificial and inverse opals.*

© Немцев И. В., Шабанов А. В., Шабанова О. В., 2012

УДК 621.315.592

О. И. Подкопаев, А. Ф. Шиманский, П. С. Бычков, В. В. Вахрин

#### ВЛИЯНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОПТИЧЕСКИ АКТИВНОГО КИСЛОРОДА НА ДЕФЕКТНУЮ СТРУКТУРУ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ГЕРМАНИЯ

*Методом ИК-Фурье-спектроскопии определено содержание оптически активного кислорода в монокристаллах полупроводникового германия различных марок. Установлена взаимосвязь концентрации кислорода и плотности дислокаций.*

*Ключевые слова: германий, монокристаллы, плотность дислокаций, ИК-Фурье-спектроскопия, содержание кислорода.*

Монокристаллы германия с минимальным содержанием дефектов, прежде всего дислокаций, имеют колоссальную перспективу в связи с развитием полупроводниковых нанотехнологий. Такие кристаллы востребованы в фотоэлектронике в качестве подложек

для эпитаксиальных  $A^{III}-B^V$  оптико-электронных структур, которые используются для изготовления солнечных элементов на основе систем GaInP/GaInAs/Ge, являющихся эффективными фотопреобразователями, имеющими КПД выше 39 %. Бездислокационный