

Сведения о ходе выполнения ПНИ по
Соглашению от 11 августа 2014 г. № 14.574.21.0093
по теме «Разработка и совершенствование ядерно-физических и рентгеновских методов
диагностики наноматериалов»

Научный руководитель работ д.ф.м.-н., проф. Э.П. Домашевская

В ходе выполнения ПНИ по Соглашению о предоставлении субсидии от 11 августа 2014 г. № 14.574.21.0093 с Минобрнауки России в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы» на этапе № 4 «Проведение экспериментальных исследований» в период с «01» января 2016 г. по «30» июня 2016 г. выполнялись следующие работы:

4.1 Разработана Методика диагностики электронного строения и фазового состава тонкопленочных кремниевых наноструктур с использованием метода УМРЭС.

4.2 Разработана Методика неразрушающего фазового анализа поверхностных и приповерхностных слоев экспериментальных образцов тонкопленочных кремниевых наноструктур.

4.3 Проведены дополнительные патентные исследования.

4.4 Проведен неразрушающий фазовый анализ поверхностных и приповерхностных слоев экспериментальных образцов тонкопленочных кремниевых наноструктур в распределении по глубинам методом УМРЭС.

4.5 Проведен анализ атомного и электронного строения ЭО тонкопленочных кремниевых наноструктур методом УМРЭС.

4.6 Проведен анализ поверхностных и приповерхностных слоев ЭО тонкопленочных кремниевых наноструктур в распределении по глубинам информативного слоя: 10, 30, 60 и 100 нм методом УМРЭС.

4.7 Проведены исследования фазового состава и структуры ЭО тонкопленочных кремниевых наноструктур методом ПЭМ.

4.8 Разработана Методика диагностики гибридных биологических нанообъектов (белков Dps) с использованием метода гамма-резонансной спектроскопии «Мессбауэровской спектроскопии».

4.9 Проведены исследования методом ядерной гамма-резонансной спектроскопии гибридных и биологических нанообъектов (белков Dps).

4.10 Разработана Программ и методика (ПМ) проведения диагностики ЭО тонкопленочных кремниевых наноструктур и гибридных биологических нанообъектов (белков Dps) в различных средах.

4.11 Проведены исследования по разработанной ПМ.

При этом были получены следующие результаты:

В результате выполнения этапа № 4 прикладных научных исследований по теме «Разработка и совершенствование ядерно-физических и рентгеновских методов диагностики наноматериалов», соглашение о предоставлении субсидии № 14.574.21.0093 от 11 августа 2014, были получены следующие результаты.

- Разработана Методика диагностики электронного строения и фазового состава тонкопленочных кремниевых наноструктур с использованием метода УМРЭС.

Метод УМРЭС является одним из информативных для проведения диагностики атомного и электронного строения твердых тел, пленок, покрытий и широкого ряда иных твердотельных материалов, включая ЭО тонкопленочных кремниевых наноструктур. Проведена разработка методики диагностики электронного строения и фазового состава тонкопленочных кремниевых наноструктур с использованием метода УМРЭС.

- Разработана Методика неразрушающего фазового анализа поверхностных и приповерхностных слоев ЭО тонкопленочных кремниевых наноструктур.

- В Методике приведено описание последовательности действий при проведении неразрушающего фазового анализа поверхностных и приповерхностных слоев экспериментальных образцов тонкопленочных кремниевых наноструктур с проведением обработки больших массивов данных, при оперативном приведении спектров и их подборок к единому общему виду, их моделировании.

- Разработанная методика, применимая для проведения неразрушающего фазового анализа поверхностных и приповерхностных слоев экспериментальных образцов тонкопленочных кремниевых наноструктур.

- Проведены дополнительные патентные исследования.

- Показана актуальность и перспективность разрабатываемых методов формирования пассивирующих покрытий на основе кремниевых наноструктур, которые должны быть предназначены для обеспечения стабильной работы кристаллов высоковольтных мощных полупроводниковых приборов;

- На основании исследования патентной чистоты сделан вывод о патентоспособности полученного в рамках ПНИ результата интеллектуальной деятельности: «Способ формирования контактных окон в слое защитного основания высоковольтного прибора»;

- Выработаны рекомендации по дальнейшей стратегии правовой охраны полученного РИД.

- Проведен неразрушающий фазовый анализ поверхностных и приповерхностных слоев ЭО тонкопленочных кремниевых наноструктур в распределении по глубинам методом УМРЭС.

Показана высокая чувствительность метода УМРЭС к сорту окружающих атомов, а также к беспорядку в расположении атомов, что является очень важным инструментом для проведения неразрушающего фазового анализа поверхностных и приповерхностных слоев ЭО тонкопленочных кремниевых наноструктур в распределении по глубинам.

- Проведен анализ атомного и электронного строения ЭО тонкопленочных кремниевых наноструктур методом УМРЭС.

Исследованы особенности атомного и электронного строения этих структур на глубинах информативного слоя от 10 до 120 нм. Большая часть ЭО имеет особенности тонкой структуры ультрамягких рентгеновских эмиссионных L_{2,3} спектров кремния

соответствующих различной степени разупорядочения в структурной сетке атомов кремния изученных нанослоев поверхности.

- Проведен анализ поверхностных и приповерхностных слоев ЭО тонкопленочных кремниевых наноструктур в распределении по глубинам информативного слоя: 10, 30, 60 и 100 нм методом УМРЭС.

- Показано что добавление закиси азота в состав газовой среды реактора приводит к образованию аморфного кремния. Послойный фазовый анализ методом УМРЭС поверхностных слоев ЭО тонкопленочных кремниевых наноструктур до глубины 120 нм без разрушения образцов указывает на присутствие оксидных фаз в самых поверхностных слоях образцов толщиной около 10 нм;

- Полуколичественные оценки суммарного содержания оксидных фаз в слоях до 120 нм ЭО тонкопленочных кремниевых наноструктур согласуются с интегральными данными микроанализа, показывающими на содержание в образцах кислорода от 3 до 25%;

- По-видимому, некоторым условным порогом кристаллизации аморфных слоев SIPOS можно считать содержание в них несвязанного и связанного кислорода ниже ~10%. Сопоставление с данными метода рентгеновской дифракции показывает, что в условиях малого содержания кислорода в образцах, в том числе полученных при отсутствии закиси азота в газовой среде реактора, вырастает нанокристаллический кремний со средними размерами кристаллов около 60- 70 нм.

- Проведены исследования фазового состава и структуры ЭО тонкопленочных кремниевых наноструктур методом ПЭМ.

- Увеличение доли N₂O в процессе синтеза гетероструктуры ПКЛК / SiO₂ / Si вызывает увеличение дисперсности зеренной структуры образцов поликремния легированного кислородом; вместе с тем, доля кристаллической фазы в ПКЛК снижается. Кристаллы кремния в аморфной матрице произвольно ориентированы и морфологически изотропны;

- Изотермический отжиг образцов (в N₂ при 900 °С в течение 30 мин) стимулирует увеличение среднего размера кристаллов кремния вследствие собирательной рекристаллизации;

- Сравнительные исследования образцов различных серий(лабораторные образцы ПКЛК / SiO₂ / Si, ПКЛК / Si и образцы поликремния серийного производства) показали высокую воспроизводимость лабораторных технологий, их корреляцию с серийным производством и достоверность результатов с использованием разработанной методики пробоподготовки и анализа гетероструктур поликремния методом ПЭМ.

- Разработана Методика диагностики гибридных биологических нанообъектов (белков Dps) с использованием метода гамма-резонансной спектроскопии «Мессбауэровской спектроскопии».

Разработанная методика позволяет провести эксперименты с требуемым порогом чувствительности прибора к образцу и адекватным уровнем достоверности набираемых сигналов спектрометра.

- Проведены исследования методом ядерной гамма-резонансной спектроскопии гибридных и биологических нанобъектов (белков Dps).

Полученные результаты свидетельствуют об изменении характера регистрируемых спектров, в зависимости от состава среды. Скорее всего это связано с условиями заморозки образцов, и, вероятно, влиянием среды на поверхностный заряд молекулы ЭО белка Dps.

- Разработана Программа и методика (ПМ) проведения диагностики ЭО тонкопленочных кремниевых наноструктур и гибридных биологических нанобъектов (белков Dps) в различных средах.

Разработанная ПМ проведения диагностики ЭО гибридных биологических нанобъектов (белков Dps) в различных средах позволяет всесторонне оценить структурно-функциональное состояние ЭО белков Dps в жидкой и сухой среде.

- Проведены исследования по разработанной ПМ.

Полученные образцы ЭО белков Dps не имеют значительных конформационных отличий в зависимости от среды, а его размеры соответствуют литературным данным.

За счет внебюджетных средств выполнено следующее.

- Проведено материально-техническое обеспечение работ.
- Проведена пробоподготовка экспериментальных образцов тонкопленочных кремниевых наноструктур для исследований методами УМРЭС и ПЭМ.
- Проведен анализ Оже-спектров экспериментальных образцов тонкопленочных кремниевых наноструктур.

Этап № 4 выполнен надлежащим образом, в соответствии с техническим заданием на выполнение ПНИ. Разработанная отчетная документация представлена согласно утверждённым Минобрнауки России «Методическим указаниям по оформлению отчётной документации».

Отчет и отчетная документация выставлены на сайт <https://sstp.ru>.