



рис.1. Спектры пропускания а-С:Н пленок на Ge и чистой подложки в диапазоне 2,5 – 16,7 мкм. B1 – спектр образца твердостью 14,5 ГПа и толщиной 450 нм. B2 – спектр образца твердостью 19 ГПа и толщиной 600 нм. Обе пленки (B1 и B2) напылялись в режиме В и обладают хорошей адгезией.

Нами установлено, что формирование адгезионного подслоя ионным пучком из СЗН8 с относительно высокой энергией – 3 кэВ способствует увеличению адгезионной прочности напыляемого покрытия. Наилучшая твердость покрытия – 19 ГПа, достигнута при двухэтапном напылении в режиме В. Таким образом, адгезионный слой способствует повышению качества защитного покрытия. Пропускание германия с односторонним защитным просветляющим покрытием а-С:Н достигает 65-67 % в диапазоне длин волн 4,5 – 6 мкм.

Работа выполнена при поддержке Проекта НГУ: Стратегические академические единицы (САЕ) «Нелинейная фотоника и квантовые технологии 2016 – 2017».

Список публикаций:

- [1] S. Peng, H. Ming, Z. Feng, et al // Chin. Phys. B. 2015 Vol. 24. P. 067803.
- [2] K. Suschke, R. Hübner, P. P. Murmu, et al // Coat. 2015. Vol. 5. P. 326.

Зависимость размеров наночастиц палладия от условий синтеза

Скорынина Алина Александровна

Исаева Ашура Нураслановна, Терещенко Андрей Александрович, Усольцев Олег Андреевич,
Доронкина Станислава Валерьевна, Камышова Елизавета Геннадиевна

Южный федеральный университет

Бугаев Арам Лусегенович

alinaskorynina@rambler.ru

Наночастицы палладия широко применяются в каталитических реакциях гидрирования ненасыщенных углеводородов. Для достижения наибольшей производительности катализаторов нужно учитывать многие параметры, влияющие на высокую проводимость каталитического слоя, стабильность и удельную активность катализатора. На последнее, в частности, наибольшее влияние оказывает размер наночастиц, а также их форма, поэтому наибольший практический интерес представляют размеры получаемых в результате синтеза наночастиц. Цель данного исследования заключается в определении зависимости размеров наночастиц палладия от условий синтеза. В частности, были использованы две методики синтеза: восстановление палладия тетрагидроборатом натрия NaBH_4 и восстановление в парах гидразина $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Синтез наночастиц палладия проводился на подложке, в качестве которой использовался пористый оксид кремния SiO_2 , а в качестве прекурсора был взят дихлорид палладия PdCl_2 , растворенный в соляной кислоте HCl . Полученный раствор был разделен на две части, после чего проводился независимый синтез по двум названным выше методикам.

Первая часть палладия была восстановлена тетрагидроборатом натрия. Для этого высушенную смесь соли палладия, смешанной с подложкой, растворили в 60 мл водного раствора этиленгликоля $\text{C}_2\text{H}_4(\text{OH})_2$ и поместили раствор в ультразвуковую ванну на 5 минут, в ходе чего он приобретал черный цвет. Затем раствор перенесли на магнитную мешалку, разогретую до 50 °С, и смешали с двукратным избытком одномолярного раствора тетрагидробората натрия NaBH_4 ; восстановление длилось 40 минут при температуре 50 °С. Полученная смесь отстоялась, выпал осадок, который был отделен от жидкой фазы пипеткой Пастера.

Вторая часть палладия была восстановлена в парах гидразина. Для этого сухая смесь палладия на кремниевой подложке была приклеена на предметное стекло в одном случае с помощью этилового спирта

C₂H₅OH, а в другом случае с помощью аммиака NH₄. Предметное стекло с нанесенной на него высушенной смесью помещалось над испаряющимся при 80 °С гидразином в течение 9-15 минут. После чего образец был счищен с предметного стекла в отдельную емкость.

На заключительном этапе синтеза все полученные образцы были трижды промыты дистиллированной водой в центрифуге (12 000 обр/мин, 15 минут).

Полученные образцы были охарактеризованы методом порошковой рентгеновской дифракции на лабораторном дифрактометре Bruker D2 Phaser и с помощью просвечивающего электронного микроскопа Tecnai G2 Spirit Bic TWIN.

Наличие на дифрактограмме ярко выраженных пиков, соответствующих (111), (200) и (220) отражениям палладия, указывает на формирование наночастиц палладия с гранецентрированной кубической решеткой, аналогичной массивным образцам. Анализ размеров наночастиц был произведен методом Вильямсона-Холла. Для обоих методик синтеза средний размер частиц не превышает 10 нм. Наименьшим размером обладают наночастицы, синтезированные путем восстановления тетрагидроборатом натрия. Аналогичный результат дает построенная по данным электронного микроскопа гистограмма.

Исследование LiMn₂O₄ методом низкочастотной микроскопии электрохимических деформаций

Слаутин Борис Николаевич

Романюк Константин Николаевич, Холкин Андрей Леонидович

Уральский федеральный университет

Аликин Денис Олегович

boris.slautin@urfu.ru

Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) – один из быстро развивающихся методов, позволяющий исследовать широкий класс функциональных материалов, включающий сегнетоэлектрики, ферромагнетики, мультиферроики, материалы для различных электрохимических устройств, в том числе литий-ионные батарей и твердооксидных топливных элементов [1]. Методика микроскопии электрохимических деформаций (МЭД), возникшая в процессе развития методов силовой микроскопии пьезоэлектрического отклика и микроскопии зонда Кельвина, позволяет исследовать подвижность ионов в материалах химических источников тока локально с субмикронным разрешением. В основе метода лежит регистрация деформации поверхности в области под зондом СЗМ, возникающая за счёт локального изменения концентрации носителей зарядов под действием приложенного к зонду переменного напряжения. Возникновение деформации поверхности обусловлено эффектом Вегарда и по ряду признаков может быть отделено от других механизмов электромеханических деформаций. Для количественного определения локального коэффициента диффузии ионов и вариации концентрации подвижных ионов в зёрнах LiMn₂O₄ (LMO) была предложена методика временной спектроскопии, в которой измеряется релаксация деформации поверхности после импульса постоянного электрического поля. Однако проведение таких измерений затруднено из-за малой величины смещения (несколько пикометров), а также возникновением дополнительных паразитных вкладов в электромеханический сигнал от инжекции электрического заряда в материал.

В нашей работе предложен альтернативный способ определения локальных электрохимических характеристик катодных материалов для литий-ионных аккумуляторов (LiMn₂O₄), основанный на измерении амплитудно-частотных характеристик (АЧХ) электрохимического отклика. В основе данного подхода лежит модель линейной диффузии, описывающая изменение плотности ионного потока под действием электрического поля в области под зондом сканирующего микроскопа. Считая остриё зонда заряженной сферой, а область возбуждения под зондом – ограниченной его радиусом, было получено выражение АЧХ электрохимического отклика:

$$u_3 \approx \frac{1+\nu}{\pi} \beta C R_0 \left(\sqrt[3]{1 + 3 \frac{D}{f R_0^2} \frac{eU}{k_B T}} - 1 \right), \quad (1)$$

где β – эффективный коэффициент Вегарда, ν – коэффициент Пуассона, f – частота, R_0 – радиус острия зонда, U – прикладываемое напряжение.