

Министерство образования и науки РФ
ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет»
Физико-технический факультет
Кафедра прикладной физики
Направление 27.03.05 Инноватика
профиль: «Управление инновациями (по отраслям и сферам экономики)»

ВЫПУСКНАЯ РАБОТА БАКАЛАВРА

**Разработка способов подготовки порошковых материалов
для исследования методом атомно-силовой микроскопии**

Автор:
Виноградова Юлия
Константиновна

Научный руководитель:
к. ф.-м. н., Барабанова Е.В.

Допущена к защите:

31 мая 2018 г.

Руководитель ООП:

к.ф.-м.н., доцент Б.Б.Педько

Тверь, 2018

Содержание:

Введение.....	3
Глава 1. Литературный обзор.....	4
1.1. Сегнетоэлектрические материалы и их свойства.....	4
1.1.1. Понятие сегнетоэлектричества.....	4
1.1.2. Применение сегнетоэлектриков.....	10
1.2. Сканирующая зондовая микроскопия.....	11
1.2.1. Основные принципы силовой зондовой микроскопии.....	11
1.2.2. Атомно-силовая микроскопия.....	14
1.2.3. Силовая микроскопия пьезоотклика.....	16
Глава 2. Методы пробоподготовки порошкообразных материалов для АСМ исследований.....	20
Глава 3. Экспериментальная часть.....	26
Глава 4. Экономическая часть.....	34
4.1. Определение стоимости научно-исследовательской работы.....	34
4.2. Сравнительный экономический анализ методов.....	42
Заключение.....	44
Список литературы.....	45

Введение

Работа посвящена изучению методов подготовки образцов, позволяющих проводить исследования структуры и свойств микро и наноразмерных объектов. В частности сегнетоэлектрических порошков методами АСМ исследований. Данное исследование актуально и имеет важное практическое и теоретическое значение. Так как частицы размером от десятков нанометров до нескольких микрометров широко применяются в качестве наполнителей для композиционных материалов, то необходимо знать их истинные форму и размер, а так же свойства. С теоретической точки зрения представляет интерес исследование связи сегнетоэлектрических свойств, в частности размеров доменов и их количества, с размером исследуемого объекта. Так в литературе неоднократно отмечалось, что при уменьшении размеров материала с макро до нано меняются его физические свойства.

Целью настоящей работы являлась разработка метода пробоподготовки сегнетоэлектрических порошков для АСМ исследований их структуры и свойств.

Для выполнения указанной цели были поставлены следующие задачи:

- 1) анализ существующих методов пробоподготовки порошков для проведения АСМ исследований и формулировка требований предъявляемых к исследуемым образцам;
- 2) отработка методов пробоподготовки, подходящих для исследований электрофизических свойств методом АСМ;
- 3) определение стоимости научно-исследовательской работы и проведение сравнительного экономического анализа методов пробоподготовки.

Глава 1. Литературный обзор.

1.1. Сегнетоэлектрические материалы и их свойства.

1.1.1. Понятие сегнетоэлектричества.

Диэлектрик, помещенный в электрическое поле, поляризуется. Процесс поляризации заключается в смещении связанных зарядов под действием внешнего электрического поля. В результате этого по всему объему диэлектрика образуются системы, состоящие из пары зарядов, равных по величине и противоположных по знаку, которые находятся на определенном расстоянии друг от друга, – диполи. Диполь обладает электрическим моментом. Количественной характеристикой поляризованного состояния диэлектрика является вектор электрической поляризации. Поляризация \vec{P} – векторная величина, равная отношению суммы дипольных моментов атомов или молекул, заключенных в физически малом элементе диэлектрика ΔV , содержащем данную точку, к объему этого элемента:

$$\vec{P} = \sum_{\Delta V} \vec{p}_i / \Delta V, \quad (1)$$

где p_i – дипольный момент i -го атома (молекулы) [1].

При внесении во внешнее электрическое поле поляризуются все диэлектрики. После снятия поля поляризация исчезает. Такая поляризация получила название индуцированной. Однако в кристаллах 20 кристаллографических групп поляризация возникает при приложении механического напряжения или деформации кристалла. Данный эффект называется прямым пьезоэлектрическим эффектом, а кристаллы – пьезоэлектриками. Возникновение поверхностных электрических зарядов при деформации впервые наблюдал Пьер Кюри в 1880 г. на кристаллах кварца. Кроме прямого пьезоэффекта, в пьезоэлектриках реализуется также обратный пьезоэлектрический эффект, состоящий в возникновении механических напряжений или деформаций кристалла при приложении к нему внешнего электрического поля. Связь между величинами, характеризующими внешнее

воздействие на пьезоэлектрик, и величинами, характеризующими ответную реакцию, является линейной и описывается соответствующими уравнениями. Связывающие эти величины коэффициенты пропорциональности называются пьезоэлектрическими постоянными, пьезоэлектрическими коэффициентами или пьезомодулями (таблица 1). Абсолютные значения одноименных коэффициентов в уравнениях прямого и обратного пьезоэффекта совпадают, но размерность у них разная и определяется по виду эффекта.

Таблица 1. Уравнения пьезоэффекта.

Пьезоэлектрические постоянные	Прямой пьезоэффект	Обратный пьезоэффект
Пьезоэлектрический модуль d	$D = d\sigma$	$r = dE$
Пьезоэлектрический коэффициент напряжения g	$E = -g\sigma$	$r = gD$
Пьезоэлектрический коэффициент e	$D = er$	$\sigma = -eE$
Пьезоэлектрический коэффициент деформации h	$E = -hr$	$\sigma = -hD$

Вследствие анизотропии кристаллов ответная реакция на внешнее воздействие различна по различным направлениям. Таким образом, все представленные в таблице уравнения должны расписываться в тензорном виде. Т.е. $D = D_i$, $E = E_i$ – компоненты векторов электрического смещения (электрической индукции) и напряженности электрического поля; $r = r_{ij}$ – компоненты тензора второго ранга механических деформаций; $\sigma = \sigma_{ij}$ – компоненты тензора второго ранга механических напряжений; Пьезоэлектрический модуль d , связывающий электрическую индукцию D и механическое напряжение σ , является тензором третьего ранга и имеет 27 компонент. Тензорами третьего ранга являются все пьезоэлектрические постоянные. В силу соображений симметрии некоторые компоненты тензора равны друг другу ($d_{ijk}=d_{ikj}$), таким образом, число компонент уменьшается до 18.

Для кристаллов 10 точечных групп симметрии из 20 пьезоэлектрических поляризация отлична от нуля при отсутствии внешнего электрического поля и

механических воздействий. Такая поляризация называется спонтанной поляризацией, а кристаллы называются полярными. У данных кристаллов при изменении температуры происходит изменение спонтанной поляризации [1].

Изменение спонтанной поляризации диэлектрического кристалла при однородном изменении его температуры называется *пироэлектрическим эффектом*. Поэтому данные материалы также называют пироэлектриками.

Пироэлектрики делятся на два класса.

Первый – это *линейные* пироэлектрики, у которых поляризация линейно зависит от поля, а ее направление не может быть изменено внешним электрическим полем. Спонтанная поляризация в этих материалах существует во всем температурном интервале до температуры плавления.

Второй класс – это *сегнетоэлектрики*, материалы, у которых поляризация нелинейно зависит от поля и ее направление может быть изменено внешним электрическим полем. Свое название сегнетоэлектрики получили по названию минерала сегнетовой соли $\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ (двойной натриево-калиевой соли винной кислоты), у которой впервые были обнаружены особые свойства в 1921 году чешским ученым Дж. Валашеком.

У сегнетоэлектриков спонтанная поляризация существует только в определенном интервале температур, называемом сегнетоэлектрической фазой. Все сегнетоэлектрики в сегнетоэлектрической фазе обладают пироэффектом и пьезоэффектом. Таким образом, сегнетоэлектрики проявляют пироэлектрические и пьезоэлектрические свойства. При повышении температуры сегнетоэлектрик переходит в параэлектрическое состояние (неполярное), т.е. происходит фазовый переход. Температура, при которой происходит данный переход, называется температурой (точкой) Кюри. При фазовом переходе происходит изменение симметрии элементарной ячейки, поэтому такой переход называют структурным. Важным свойством является тот факт, что в окрестности точки Кюри на температурной зависимости всех параметров сегнетоэлектрика (диэлектрической проницаемости, пироэлектрических и пьезоэлектрических коэффициентов и т.д.) возникают

аномалии, в частности их величина может возрасть на несколько порядков [1].

Зависимость поляризации P в сегнетоэлектрике от напряженности электрического поля E нелинейна и имеет вид петли гистерезиса, аналогично кривой намагничивания в ферромагнитных материалах. Типичный вид петли гистерезиса P - E показан на рис. 1.

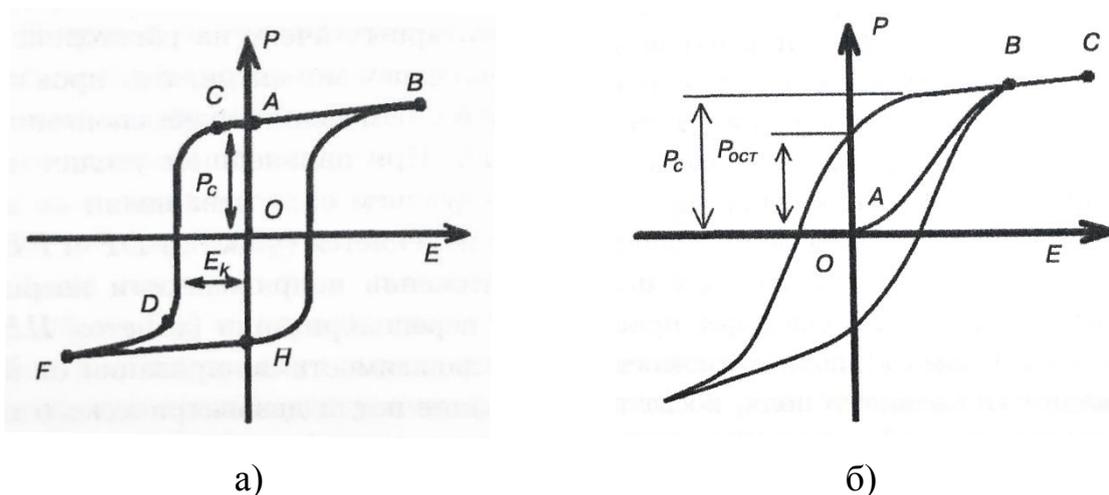


Рис.1. Петли диэлектрического гистерезиса:

а – монодоменного сегнетоэлектрика; б – полидоменного.

При напряженности поля, равной нулю, спонтанная поляризация выражается отрезком $OA=P_c$ (рис.1а). При увеличении напряженности поля поляризация будет расти за счет появления индуцированной поляризации (участок AB) до максимального значения (точка B). Если по всему объему спонтанная поляризация направлена одинакова, то этот вклад будет незначительным и участок AB будет параллелен оси напряженности. Если после этого уменьшать поле до нуля, то спонтанная поляризация вернется в исходное состояние (точка A). Далее при увеличении напряженности поля в противоположном направлении при некотором значении \vec{E}_k , называемым коэрцитивным полем, поляризация станет равной нулю и при дальнейшем увеличении поля поменяет знак на противоположный. Т.е. произойдет процесс переполяризации. На рисунке 1а этот процесс изображается участком AF . Максимальное значение поляризации (точка F) фактически равна поляризации при напряженности поля равной нулю (точка H). После смены знака

напряженности и увеличении ее значения снова происходит процесс переполяризации, проходящий через нулевое значение поляризации (участок НВ) По петлям гистерезиса можно определить величину спонтанной поляризации и коэрцитивное поле, необходимое для изменения знака поляризации.

Однако в кристаллах сегнетоэлектриков в отсутствие внешних механических и электрических воздействий не обнаруживается макроскопическая спонтанная поляризация. Отсутствие макроскопической поляризации объясняется наличием в сегнетоэлектриках областей с различным направлением спонтанной поляризации – доменов. В одном домене диполи ориентированы в одном направлении, отличном от их ориентации в соседних доменах. Таким образом, направления спонтанных поляризаций доменов различны. Домены отделены друг от друга доменными стенками – переходными областями, в которых электрические дипольные моменты изменяют свое направление, характерное для одного домена, на направление, характерное для другого. Вследствие разнонаправленности векторов спонтанной поляризации в доменах суммарная поляризация кристалла равна нулю. Такие кристаллы называются полидоменными. Только после приложения внешнего электрического поля возможно создание состояния с отличной от нуля макроскопической поляризацией. Разбиение на домены энергетически выгодно: в полидоменном кристалле существенно уменьшается электрическая энергия (рис.2). Так если бы сегнетоэлектрический кристалл представлял собой один большой домен (был полностью поляризован), то вследствие смещения зарядов в процессе поляризации он создавал бы сильное внешнее поле, называемое деполяризующим полем (рис.2а). Разделение сегнетоэлектрика на домены приводит к уменьшению деполяризующего поля (рис.2б,в).

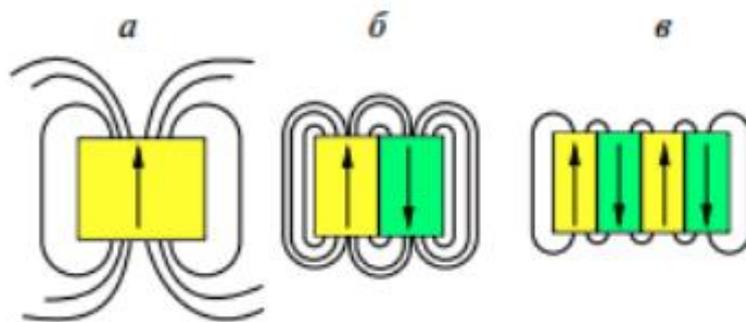


Рис. 2. Деполяризующее электрическое поле.

Для полидоменного кристалла вид зависимости спонтанной поляризации от напряженности внешнего электрического поля (рис.1б) отличается от вида этой кривой для монодоменного кристалла (рис.1а). В отсутствие внешнего электрического поля *макроскопическая спонтанная поляризация сегнетоэлектрика равна нулю*. При увеличении внешнего электрического поля поляризация вначале растет линейно как у обычных диэлектриков. При дальнейшем увеличении напряженности поля начинается реполяризация доменов. Зависимость становится нелинейной. Поляризация растет до некоторого максимального значения \vec{P}_c , соответствующего состоянию, когда все вектора поляризации в доменах будут ориентированы в одном направлении (точка В). При дальнейшем уменьшении поля кривая зависимости \vec{P} от \vec{E} не будет совпадать с первоначальной. Поляризация будет убывать под действием внутренних сил, возвращающих часть доменов в исходное состояние. При $\vec{E} = 0$ полидоменный сегнетоэлектрик будет иметь некоторую остаточную поляризацию $\vec{P}_{ост}$ меньшую, чем в полностью поляризованном состоянии (точка В). При изменении знака поля будет снова происходить процесс реполяризации, но в противоположном направлении. При напряженности поля, равной коэрцитивной, поляризация кристалла будет равна нулю. Это соответствует состоянию, когда все вектора поляризации разнонаправлены как в исходном состоянии. Далее с изменением напряженности внешнего поля зависимость поляризации от внешнего поля для полидоменного образца будет выражаться петлей гистерезиса.

1.1.2. Применение сегнетоэлектриков.

Сегнетоэлектрические материалы находят свое применение в самых разных отраслях промышленности. Это и радиоэлектроника, и медицина, и автомобилестроение и т.д. Они применяются при создании конденсаторов, микроактюаторов, разнообразных датчиков, принимающих и излучающих гидроакустических антенн. Они используются в устройствах энергонезависимой памяти, динамической памяти с произвольной выборкой, приемников инфракрасного излучения, оптических процессоров, волноводов и линий задержки, приборов на поверхностных акустических волнах, разнообразных акустооптических устройств, изменяющих заданным образом спектральный состав, амплитуду и направление распространения светового сигнала [2]. Пьезоэлектрические свойства керамических сегнетоэлектриков могут быть использованы в устройствах на поверхностных акустических волнах (ПАВ), используемых в качестве фильтров, фазовращателей и линий задержек фазы. Типичными пьезоэлектрическими материалами для ПАВ фильтров являются монокристаллические LiNbO_3 , LiTaO_3 , а также $(\text{PbLa})(\text{ZrTi})\text{O}_3$ (PLZT).

Пироэлектрические свойства сегнетоэлектриков обуславливают возможность их применения для регистрации тепловых потоков в широком спектральном интервале: от области далекого инфракрасного излучения до коротковолнового рентгеновского и γ -излучения. Характерными материалами здесь являются $(\text{PbLa})(\text{ZrTi})\text{O}_3$, $\text{K}(\text{TaNb})\text{O}_3$. При поглощении лучистой энергии температура полярного материала повышается, вследствие чего изменяется спонтанная поляризация, то есть происходит изменение заряда на гранях кристалла и, следовательно, напряжения, которое затем регистрируется электронной схемой. Отсюда ясно, что пироприемники позволяют измерять как интенсивность падающего на них излучения, так и весьма малые изменения температуры.

Электрооптические и акустооптические свойства ряда сегнетоэлектриков, например LiNbO_3 , LiTaO_3 , KH_2PO_4 , успешно используются для создания

оптических модуляторов и дефлекторов лазерного излучения. Более перспективными материалами считаются перовскитоподобные оксиды $(\text{PbLa})(\text{ZrTi})\text{O}_3$ (PLZT) и $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3 - \text{PbTiO}_3$ (PMN-PT), которые отличаются высоким электрооптическим эффектом, хорошей прозрачностью, прочностью и низкой стоимостью, что дает возможность их использовать в электрооптических устройствах [2].

Сегнетоэлектрики находят применение при создании разных сверхвысокочастотных устройств (СВЧ) устройств. Это становится возможным вследствие значительной зависимости величины диэлектрической проницаемости от напряженности приложенного электрического поля. Используя это свойство, можно выполнить конденсатор с электрически управляемой емкостью, волновод или иную линию передачи с электрически управляемой фазовой скоростью, электрически перестраиваемые фильтры, переключатели, параметрические усилители. Основой приборов СВЧ в настоящее время являются тонкие сегнетоэлектрические пленки на подложке из диэлектрика [3].

В качестве таких материалов могут использоваться твердые растворы BST, поскольку их свойства могут значительно меняться при изменении состава пленки [4].

Стоит отметить, что сегнетоэлектрики в СВЧ диапазоне используются в той области температур, в которой они находятся в параэлектрической фазе, поскольку в этой области температур диэлектрические потери в материале существенно меньше, чем в сегнетоэлектрической, а зависимость диэлектрической проницаемости от поля достаточно велика.

1.2. Сканирующая зондовая микроскопия.

1.2.1. Основные принципы сканирующей зондовой микроскопии.

Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ) является особым методом микроскопии, основанным на взаимодействии зонда (консольного наконечника, игольчатого или оптического зонда) с поверхностью образца. СЗМ была создана в начале 1980-х с изобретением сканирующего туннельного

микроскопа и до сих пор используется в качестве точного инструмента для получения изображений поверхности и сведений об ее свойствах. Основными видами сканирующего зондового микроскопа являются: атомно-силовой микроскоп; сканирующий туннельный микроскоп; ближнепольный сканирующий оптический микроскоп и другие.

В сканирующих зондовых микроскопах исследование микрорельефа поверхности и ее локальных свойств проводится с помощью специальным образом подготовленных зондов. Часть зонда, непосредственно взаимодействующая с поверхностью образца в процессе сканирования (острие), имеет размеры порядка десяти нанометров. В зондовых микроскопах расстояние от острия до поверхности составляет 0,1-10 нм. В основе работы зондовых микроскопов лежат разные виды взаимодействия острия с исследуемой поверхностью. Например, в основе работы туннельного микроскопа лежит явление протекания туннельного тока между металлической иглой и электропроводящей поверхностью. В то время как работы атомно-силового, магнитно-силового и электросилового микроскопов основаны на силовом взаимодействии разных типов. Характерной особенностью современных микроскопов является возможность отображать несколько взаимодействий одновременно. Способ наблюдения взаимодействий для получения данных называется режимом. Некоторые режимы требуют использования многопроходных методов сканирования. В этом случае исследуемая область сканируется определенное количество раз.

Для всех методов сканирующей зондовой микроскопии существует ряд общих черт. Взаимодействие зонда с поверхностью характеризуется определенным параметром P , для которого существует достаточно резкая и взаимно однозначная зависимость от расстояния зонд-образец $P=P(z)$. В этом случае параметр P используется для организации системы обратной связи (ОС), которая контролирует расстояние между зондом и образцом. На рисунке 3 представлена схема организации системы обратной связи.

Система ОС помогает значению P оставаться постоянным, равным параметру P_0 , указываемому оператором. Изменение расстояния зонд-поверхность (например, его увеличение) приводит к изменению (увеличению) параметра P . В системе обратной связи вырабатывается разностный сигнал, соразмерный значению $\Delta P = P - P_0$, который усиливается до необходимого значения и подается на исполнительный элемент (ИЭ).

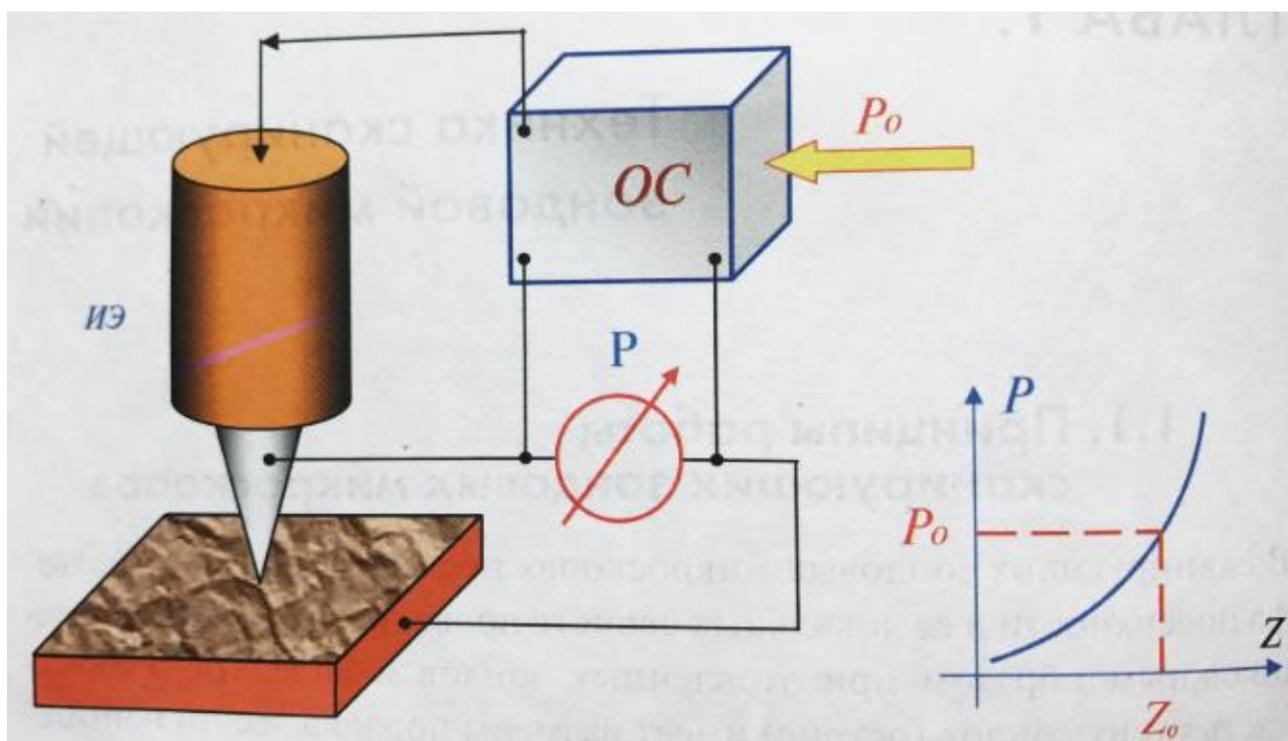


Рис.3. Схема организации системы обратной связи зондового микроскопа.

Исполнительный элемент обрабатывает данный разностный сигнал, приближая зонд к поверхности или отодвигая его до тех пор, пока разностный сигнал не станет равным нулю. Соответственно, возможно поддерживать расстояние зонд-образец с большой точностью ($\sim 0,01 \text{ \AA}$). При сканировании изменение рельефа поверхности приводит к изменению параметра P . Благодаря системе ОС изменения параметра P и сигнал на исполнительном элементе оказываются пропорциональным рельефу поверхности. Процесс сканирования происходит следующим образом: сначала зонд движется над поверхностью вдоль одной из осей (X или Y) - строчная развертка. При этом регистрируется сигнал на исполнительном элементе, пропорциональный рельефу поверхности.

Далее зонд возвращается в исходную точку и переходит на следующую строку сканирования (кадровая развертка) и так далее. Схема процесса сканирования показана на рисунке 4.

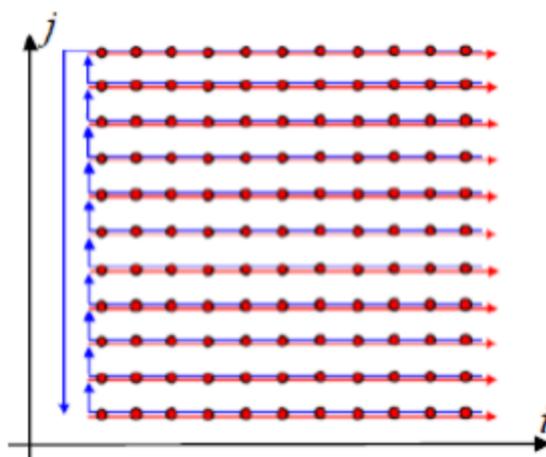


Рис.4. Схема процесса сканирования

Записанный сигнал обратной связи обрабатывается компьютером и с помощью программного обеспечения строится изображение рельефа поверхности. Кроме получения изображения с рельефом поверхности, возможно изучение различных свойств поверхности: механических, электрических, магнитных, оптических и других [5].

1.2.2. Атомно-силовая микроскопия

Атомно-силовая микроскопия (АСМ) или сканирующая силовая микроскопия (ССМ) является одним из видов сканирующей зондовой микроскопии. Атомно-силовой микроскоп был создан в 1982 году в Цюрихе (Швейцария), как модификация ранее изобретенного сканирующего туннельного микроскопа. Данные собираются путем зондирования поверхности специальным зондом, который крепится к кантилеверу. Кантилевер может изгибаться под действием различных сил, которые существуют между острием и поверхностью, например, силами Ван-дер-Ваальса, силами электрического и магнитного взаимодействий [6]. Эти силы однозначно зависят от расстояния зонд-образец. Таким образом, изменение рельефа приводит к изменению изгиба кантилевера, а при регистрации изгиба получается сигнал, который после обработки используется для построения изображения рельефа поверхности.

Величина вертикального перемещения измерительного зонда чаще всего находится в пределах 1-5 мкм.

В общем случае сила, действующая между зондом и образцом на больших расстояниях, является силой притяжения, а на коротких расстояниях превращается в отталкивающую силу [7, 8, 9]. Тогда взаимодействие между зондом и поверхностью может быть описано потенциалом Леннард-Джонса $U(r)$. Это приближение взаимодействия между двумя частицами, которые отталкиваются на малых расстояниях и притягиваются на дальних расстояниях. Уравнение может быть записано в следующем виде:

$$U(r) = 4\varepsilon[(\sigma/r)^{12} - (\sigma/r)^6], \quad (2)$$

где σ - это расстояние, на котором взаимодействие между частицами равно нулю, ε - глубина потенциальной ямы и r - расстояние между концом зонда и поверхностью образца. [10].

Оптическая система в атомно-силовом микроскопе служит для регистрации изгиба кантилевера. Лазерный луч, падающий на кантилевер, отражается от него и падает на фотоприемник. Сигнал с фотодетектора используется для построения изображения.

Все взаимодействия зонда с поверхностью можно свести к двум основным методам: контактные и бесконтактные или полуконтактные (колебательные). В режиме контакта взаимодействие является отталкивающим, а в бесконтактном режиме – притягивающим. В полуконтактном методе в кантилевере возбуждаются колебания на его резонансной частоте, амплитуда этих колебаний оценивается по амплитуде сигнала, поступающего с фотодиода. При приближении кантилевера к образцу за счет взаимодействия с поверхностью амплитуда колебаний уменьшается. В процессе сканирования обратная связь поддерживает постоянное отношение рабочей амплитуды к амплитуде колебаний в свободном состоянии. В контактных методах зонд все время находится в непосредственном контакте с поверхностью. Упругие силы кантилевера уравновешивают силы притяжения-отталкивания. При работе данными методами надо учитывать вероятность повреждения зонда и

поверхности в процессе сканирования и подбирать соответствующие зонды и параметры сканирования, чтобы минимизировать это воздействие. Поэтому для визуализации, например, биологических объектов или плохо зафиксированных чаще используют полуконтактный режим.

1.2.3. Силовая микроскопия пьезоотклика (СМП).

Пьезоэлектрическая силовая микроскопия (СМП) – режим, при котором можно получить важную информацию по электромеханическим характеристикам исследуемых материалов. Например, данный режим позволяет исследовать доменную структуру сегнетоэлектрических материалов.

В основе СМП лежит обратный пьезоэлектрический эффект. В этом случае соотношение между напряжённостью электрического поля E и механической деформацией r имеет вид:

$$\begin{pmatrix} r_1 \\ r_2 \\ r_3 \\ r_4 \\ r_5 \\ r_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} d_{11} & d_{21} & d_{31} \\ d_{12} & d_{22} & d_{32} \\ d_{13} & d_{23} & d_{33} \\ d_{14} & d_{24} & d_{34} \\ d_{15} & d_{25} & d_{35} \\ d_{16} & d_{26} & d_{36} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{pmatrix} \quad (3)$$

Коэффициенты d_{ij} тождественны прямому пьезоэлектрическому эффекту.

В режиме СМП между зондом и электродом (подложкой), на которой закреплен образец сегнетоэлектрика, прикладывается переменное напряжение. Амплитуда переменного напряжения выбирается значительно меньше напряжений переключения поляризации (коэрцитивного поля). Проводящий зонд входит в контакт с поверхностью изучаемого материала, таким образом создается электрическое поле в зоне контакта между зондом и образцом. Поскольку сегнетоэлектрики обычно имеют доменную структуру, то приложение одного и того же локального электрического поля к разным участкам поверхности будет приводить к различным результатам. Из-за обратного пьезоэлектрического эффекта исследуемых материалов, образец (область образца под зондом) локально расширяется или сжимается в

зависимости от направления внешнего электрического поля. Возникающие на частоте переменного возбуждения локальные колебания (пьезоотклик) двигают кончик зонда и приводят к изменению изгиба кантилевера. Колебания измеряются с помощью оптической системы регистрации отклонений кантилевера (рис.5).

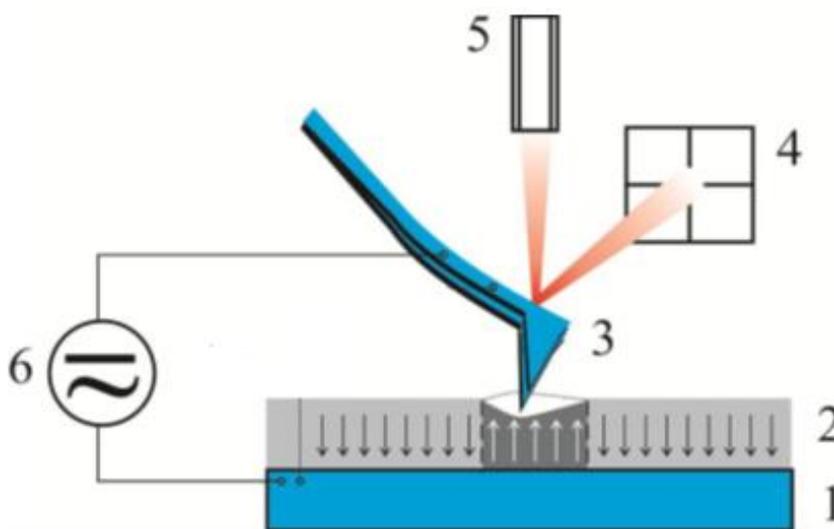


Рис. 5. Схема СЗМ эксперимента по исследованию структуры поляризационных доменов в сегнетоэлектрических материалах. 1 - проводящий электрод (подложка), 2 - сегнетоэлектрик, 3 - проводящий зонд, 4 - фотодатчик, 5 - лазер, 6 - источник переменного (или постоянного) напряжения.

Если направление поляризации в домене перпендикулярно поверхности образца, параллельно и совпадает по направлению с приложенным электрическим полем, домены будут испытывать вертикальное расширение. Поскольку зонд АСМ входит в контакт с поверхностью образца, это расширение доменов отклоняет вверх кантилевер. Результатом является увеличение отклонения кантилевера по сравнению с тем, которое существовало до приложения электрического поля. Это противоположно ситуации, когда при поляризации основной домен параллелен, но не совпадает с направлением внешнего электрического поля. В этом случае домен будет сжиматься, что приводит к уменьшению изгиба кантилевера (рис.6) [11]. Уменьшение или увеличение отклонения кантилевера в этих случаях пропорционально приложенному внешнему электрическому напряжению.

Таким образом, в СМП режиме при переменном модулированном напряжении вибрация поверхности образца приобретает вид $\Delta Z = \Delta Z_0 \cos(\omega t + \varphi)$, с амплитудой вибрации $\Delta Z_0 = d_{33} V_0$ и фазой φ . Здесь V_0 – это амплитуда прикладываемого напряжения, d_{33} – пьезомодуль. Знак ΔZ зависит от значения фазы, а значит от того, сонаправлены или противоположно направлены вектора напряженности и поляризации. Так $\varphi = 0$, если поляризация домена образца совпадает по направлению с внешним электрическим полем, и $\varphi = 180^\circ$, если она направлена противоположно внешнему электрическому полю. Подобные колебания доменов получают свое отражение в сигналах амплитуды и фазы зонда АСМ, регистрируемых оптической системой.

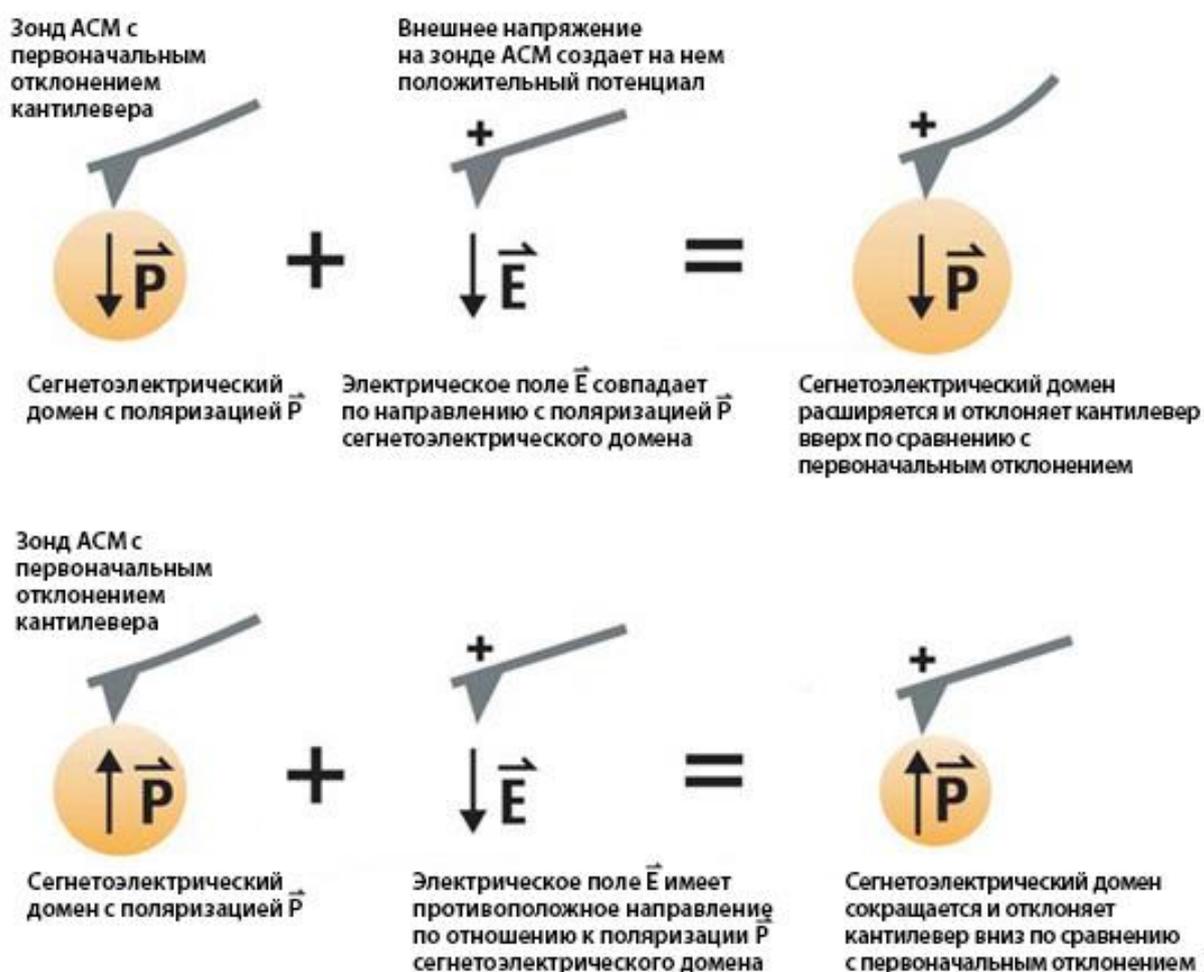


Рис.6. Отклонение кантилевера в режиме СМП.

В большинстве случаев изучаемый образец имеет не только домены, ориентированные перпендикулярно поверхности, но и лежащие параллельно ей или под некоторым углом. Для горизонтально ориентированных доменов

деформации поверхности будут не нормальными к поверхности, а латеральными. Соответственно, величина нормальных колебаний кантилевера будет равна нулю. Однако вследствие наличия трения между кончиком зонда и поверхностью образца будет происходить смещение положения кончика зонда и будет меняться его ориентация относительно поверхности. При этом так же, как и в случае нормальных колебаний, фаза латеральных колебаний будет зависеть от направления вектора поляризации в горизонтально ориентированном домене [12] (рис. 7).

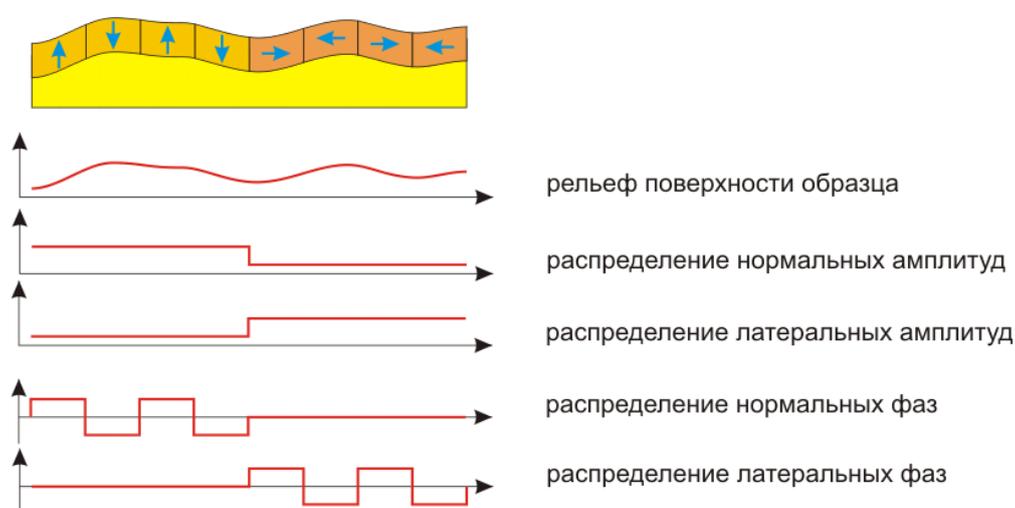


Рис.7. Соответствие сигналов фазы и амплитуды нормальных и латеральных колебаний доменной структуре сегнетоэлектрика.

Глава 2. Методы пробоподготовки.

порошкообразных материалов для АСМ исследований.

Для того чтобы исследовать структуру материалов методами АСМ, необходимо закрепить образец на столике микроскопа. Обычно для этого используют специально подобранную подложку или держатель, на которые макроскопический образец приклеивается на скотч или клей. Сложнее обстоит дело с порошками, т.е. микро и наноразмерными объектами. Анализ литературных источников позволяет выделить определенные группы способов, которые применяются для фиксации именно порошкообразных материалов.

1. Первая группа методов объединяет способы, при которых порошок в небольшом количестве насыпается на определенный клеящий слой, созданный на подложке. Самый простой способ – это использование проводящего скотча, как для макрообъектов.

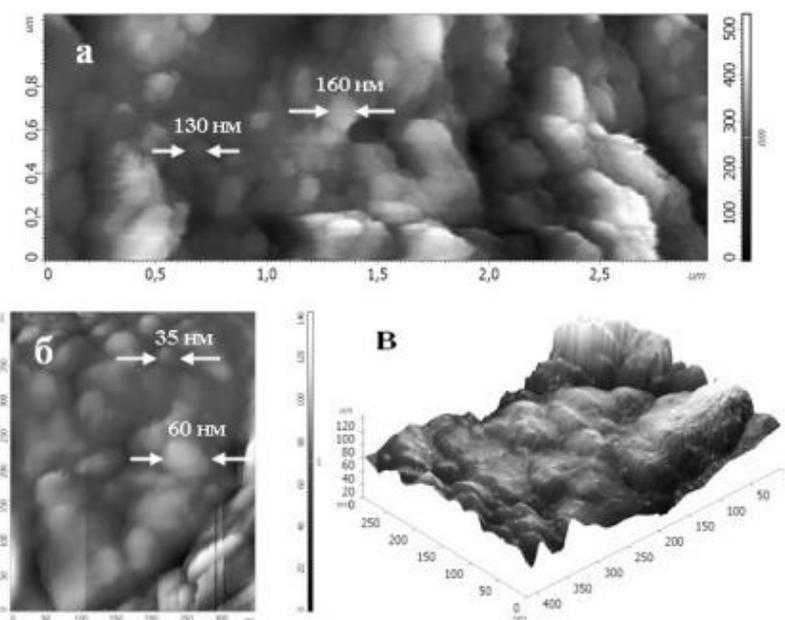


Рис.8. АСМ-изображения участка поверхности порошка тантала, полученные при различных размерах области сканирования (а, б), (в) -3D-изображение

Данным методом в работе [13] проводилось исследование порошка тантала. Для этого танталовый порошок насыпался тонким слоем на поверхность двухстороннего скотча, прикрепленного к металлическому столику прибора. АСМ-исследования строения танталового порошка

проводилось с использованием полуконтактной методики, зондов NSG01, а также малых скоростей (≤ 0.5 Гц) и областей сканирования (≤ 25 мкм²). Авторы статьи смогли выявить структурную иерархию порошка. Так, на АСМ-изображениях образцов порошка тантала наблюдаются объекты размером 300-800 нм, состоящие из фрагментов с размерами в диапазоне 130-160 нм (рис.8а). Более подробный анализ (рис.8б) позволил установить, что наблюдаемые фрагменты состоят из более мелких порошинок размером 30-60 нм.

В работе [14] предлагается нанести порошок на свежий срез из металлического индия. Для фиксации порошка его частицы вдавливаются в металл с помощью стальной полированной пластины. Плохо закрепленные частицы сдуваются сжатым воздухом. Но при закреплении в индии появляются сложности с интерпретацией изображений, т.к. поверхность индия имеет свою собственную хорошо развитую структуру.

Так же в этой работе рассматривается метод, когда порошок насыпается на электростатически заряженную подложку. Показано, что силы электростатического притяжения оказываются слабее сил взаимодействия зонд-частица даже при самых щадящих режимах съемки. Кроме того данным способом нельзя изучать свойства сегнетоэлектрических порошков методом СМП. Так как в этом случае между подложкой и зондом подается переменное напряжение и электростатический заряд подложки исчезает.

2. Может быть рассмотрен вариант пробоподготовки, используемый при рентгенофазном анализе, – прессование в таблетки с использованием связующего или без. В этом случае порошок помещается в пресс-форму небольших размеров и прессуется под давлением примерно 10 т. Для повышения связующих свойств порошка (чтобы таблетка не крошилась) перед прессованием в порошок вводят связующее в количестве не более 5 массовых процентов. Для однородного смешения связующего с малым количеством порошка применяют ручной метод (ступка и пест). Таким образом, происходит дополнительное измельчение порошка, что далеко не всегда желательно.

3. Методы осаждения из суспензии.

В ряде работ, например [15], сцепление частиц с поверхностью подложки обеспечивают за счет капиллярных сил. Для этого получают суспензию путем тщательного перемешивания, возможно с использованием ультразвукового диспергирования, частиц порошка в жидкости. В качестве последней выбирают воду или 95% этиловый спирт. Каплю суспензии наносят на подложку и тщательно высушивают. Для исследования электромеханических свойств используют проводящую подложку. В работе [15] ее получают путем магнетронного распыления золота толщиной 40 нм на кремниевую подложку. Далее производилось исследование локальных свойств (пьезоотклика и переключения поляризации) наночастиц титаната бария. Этим способом были выявлены наночастицы размером 10-70 нм и получены петли гистерезиса для частиц больше определенного размера.

В работе [16] методами АСМ проводились исследования металлических наночастиц Pd на воздухе, при нормальных условиях и комнатной температуре. В качестве подложки для АСМ исследования, использовался высокоориентированный пиролитический графит (ВПГ) на который осаждались частицы. В работе применялись контактные кремниевые кантилеверы серии frC10 жесткостью 0.1 Н/м и бесконтактные серии frN10S жесткостью 11.5 Н/м с частотой 255 кГц. Максимальная область сканирования на АСМ по X, Y составляет – 10x10 мкм², по Z – 1 мкм.

Исследования проводились в контактном и полуконтактном режимах. В результате сравнения полученных результатов, установлено, что при контактном методе появляются шумы на изображении в результате сдвига незакрепленных частиц на подложке при взаимодействии острия кантилевера с частицами. Полуконтактный метод оказался более информативным. Для частиц Pd получено, что размер крупной фракции составляют 100 нм, мелкой – 10-20 нм. Форма крупных и мелких металлических частиц Pd является сферической (рис. 9).

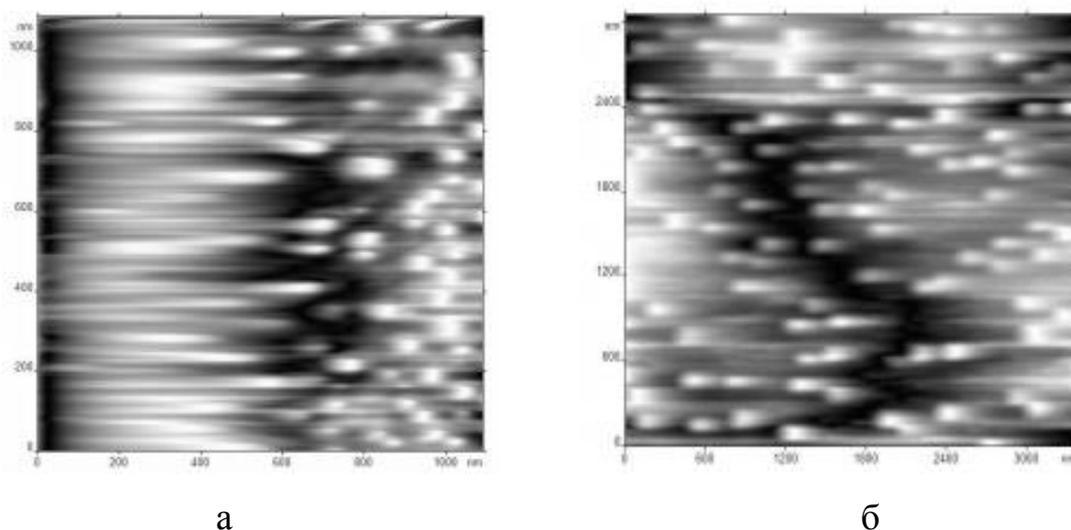


Рис.9. АСМ – изображение частиц Pd, полученных в режиме топографии контактным методом (а) и полуконтактным методом (б)

4. Методы фиксации частиц в полимерных матрицах.

Более надежным способом фиксации частиц микро и нано размера, обеспечивающим лучшее сцепление с подложкой, является способ, при котором они вводятся в полимерную матрицу. Полученная смесь наносится на подложку. Таким образом, формируется пленка. Простой разновидностью этого метода является нанесение порошка на подложку, предварительно опущенную в растворы различных полимеров (клеев). Но в этом случае наблюдается обволакивание частиц полимерной пленкой, что затрудняет изучение рельефа поверхности частиц и локальных свойств частиц.

Для решения этой проблемы предлагается несколько способов. Во-первых, изучение поверхности среза полимерной пленки, содержащей изучаемые частицы [17]. Срез можно подготовить как простой полировкой поверхности пленки, так и полировкой бокового среза. В этом случае на АСМ можно наблюдать не саму частицу целиком, а ее разрез, когда большая ее часть утоплена в пленке. Это затрудняет оценку размера и формы исследуемых порошков.

В патенте [18] предлагается модернизированный способ, основанный на описанном выше. Сначала готовят гладкую поверхность пленки механическим способом (срез, шлифование, прессование). Далее исследуемую пленку

помещают в установку плазмохимического травления и проводят обработку низкотемпературной плазмой. Как правило, известен какой наполнитель введен в полимер и, соответственно, известны размеры его агломератов. Глубина травления в этом случае определяется ожидаемым размером наиболее крупных частиц и должна составлять величину порядка половины их диаметра. Если информация о размере частиц отсутствует, производят поочередное травление и измерение перепада высот, пока не остановится увеличение размеров агломератов в плоскости сканирования. Глубина травления регулируется временем травления и плотностью тока на поверхности образца. Подготовленные таким образом частицы хорошо закреплены и могут быть исследованы как полуконтактным, так и контактными методами.

Еще один вариант фиксации частиц заключается в непосредственном создании пленок на подложке. Например, в работах [14, 19] подложка опускалась в расплав полистирола и высушивалась. Затем на нее насыпался порошок железа, предварительно обработанный поверхностно-активными веществами (ПАВ), и выдерживался 5 мин при $T=100^{\circ}\text{C}$. Незакрепленные частицы сдувались сжатым воздухом. После этого образец 20 мин выдерживали под ультрафиолетовым облучением (УФ). Проходящие под действием УФ-облучения химические реакции между молекулами ПАВ и полистирола приводят к образованию между ними прочного межфазного слоя, который надежно закрепляет частицы на подложке. АСМ исследования проводились на сканирующем зондовом микроскопе P4-SPM-MDT фирмы НТ-МДТ. При АСМ исследованиях использовались кремниевые кантилеверы с радиусом кривизны иглы меньше 10 нм. Измерения выполнены на воздухе. Используя данный метод, авторам удалось установить, что частицы имеют неправильную вытянутую форму с характерными размерами: длина – 350 нм, ширина – 250 нм, высота – 50 нм (рис. 10).

Главным недостатком всех этих методов является то, что они не позволяют изучать электрические свойства частиц. Причина состоит в том, что

полимерные матрицы являются диэлектриками. И таким образом частицы не контактируют с нижним электродом, т.е. с подложкой.

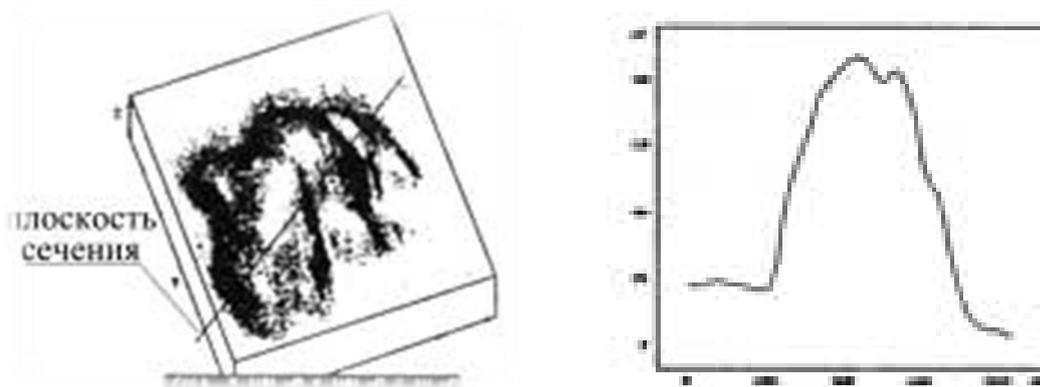


Рис.10. АСМ-изображения частицы вещества [19].

а) топография частицы

б) профиль частицы

Глава 3. Экспериментальная часть.

**МАТЕРИАЛ ЯВЛЯЕТСЯ НОВЫМ И МОЖЕТ ИСПОЛЬЗОВАТЬСЯ
ДЛЯ ПОДГОТОВКИ ПУБЛИКАЦИИ.**

Глава 4. Экономическая часть.

4.1. Определение стоимости научно-исследовательской работы.

Научно-исследовательская работа (НИР) заключалась в усовершенствовании способа пробоподготовки порошковых сегнетоэлектрических материалов для исследования методами атомно-силовой микроскопии, в частности СМП. Первым этапом НИР было получение порошка сегнетоэлектрика. Далее, исходя из литературных данных, были выбраны и испытаны 4 метода пробоподготовки порошкообразных сегнетоэлектриков, подходящие для исследований методом СМП. Каждый раз после фиксации частиц на подложку проводилась апробация используемого метода на АСМ. Данная работа проводилась при помощи оборудования Центра коллективного пользования ТвГУ.

Сметная стоимость выполнения НИР определяется по следующим расходным статьям:

- Затраты на материалы;
- Затраты на заработную плату;
- Затраты на электроэнергию;
- Затраты на амортизацию.

1. Расчет затрат на материалы.

К данной расходной статье относятся затраты на приобретение материалов, необходимых для выполнения НИР. Расчет затрат определяется по формуле:

$$ЗМ = \sum Q_{mi} \cdot Ц_{mi} , \quad (4)$$

где Q_{mi} – норма расхода i материала,

$Ц_{mi}$ – цена i материала, руб.

Расчет производился исходя из реально использованного количества материала (шт, гр, мм, мл). В качестве примера возьмем алмазную пасту АСМ 1/0 НОМ. Она выпускается в упаковке по 50 гр, стоимостью 150 рублей. На полировку было затрачено 10 гр. Следовательно, норма расхода на данную

алмазную пасту составляет 10 гр/50 гр=0.2, а итоговые затраты на используемое количество материала – 30 рублей.

Аналогичным образом были подсчитаны затраты на остальные необходимые материалы, использованные в работе. Перечень материалов и сумма затрат представлены в таблице 2. Общая сумма затрат на материалы составляет 6 660 рублей.

Таблица 2. Смета затрат на материалы.

	Название материала/минимальное продаваемое количество	Стоимость, руб.	Необходимое количество	Итоговая цена, руб.
1	Алмазная паста АСМ 1/0 НОМ, 50гр	150	10гр	30
2	Алмазная паста АСМ 0,5/0 НОМ, 50гр	150	20гр	60
3	Шлифовальная бумага Р1200, 230*280 мм	60	1шт	60
4	Полировочная бумага Р2500, 230*280 мм	60	1шт	60
5	Углеродная двусторонняя клеящая лента, 7мм*20м	2 000	10см	10
6	Хлопчатобумажная ткань (батист), 1м	120	1м	120
7	Спирт хч, 0,5л	200	100мл	40
8	Ацетон хч, 0,5л	130	100мл	26
9	Керамика ЦТС, 15гр	285	15гр	285
10	ПАВ, 100гр	4 000	5гр	200
11	Золотая проволока, 1гр	3 000	1гр	3 000
12	Платиновая проволока, 1гр	2 500	1гр	2 500
13	Трансформаторная сталь, 0,5кг	90	20гр	3,6
14	Закаленная листовая сталь, 1*1250*2500мм	1 312	10см ²	0,4
15	Поликоровая подложка, 60*48*0,5мм	530	14,4см ²	265
ИТОГО:				6 660

2. Расчет затрат на заработную плату.

Затраты на оплату труда рассчитывались с учетом того, что все время научно-исследовательской работы эксперименты выполнял один старший научный сотрудник. Объем затраченного времени на НИР составляет 50 часов. Размер ставки почасовой оплаты труда сотрудника определялся в соответствии с приказом ректора и Коллективным договором ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет» на 2016-2018 г.г. и составил 160 рублей в час. Исходя из этих данных, заработная плата сотрудника равняется 8000 рублей. В расходы на оплату труда обязательно входят отчисления в страховые и

пенсионные фонды, осуществляемые работодателем. Они составляют 30,2% от заработной платы [20]. Таким образом, расходы на оплату труда сотрудника составили 10 416 рублей (табл.3).

Таблица 3. Смета затрат на оплату труда

Должность	Время работы, ч	Размер почасовой оплаты, руб.	Заработная плата, руб.	Страхов. взносы, руб	Итого, руб
Старший научный сотрудник	50	160	8 000	2 416	10 416

3. Расчет затрат на амортизацию.

Амортизация представляет собой денежное выражение износа основных фондов (средств) в процессе их использования. К основному фонду относят материальные ценности, используемые в качестве средств труда при производстве продукции, выполнении работ или оказании услуг в течение периода, превышающего 12 месяцев их полезного использования, и стоимостью более 40 000 рублей. Срок полезного использования – период, в течение которого использование объекта основных средств призвано приносить доход организации или служить для выполнения целей деятельности организации.

Существует 4 метода начисления амортизации по основным средствам:

- Линейный метод;
- Метод уменьшаемого остатка;
- Метод списания стоимости по сумме чисел лет срока полезного использования;
- Метод списания стоимости пропорционально объему выпущенной продукции (работ).

Из существующих 4 методов начисления амортизации можно использовать любой метод. В работе использовался *линейный метод* расчета амортизации. *Линейным методом* амортизация начисляется равномерно исходя

из первоначальной или восстановительной стоимости объекта основных фондов и нормы амортизации, исчисляемой исходя из срока полезного использования оборудования.

При применении линейного метода норма амортизации по каждому объекту амортизируемого имущества определяется по формуле:

$$K = \frac{1}{n} \cdot 100 \%, \quad (5)$$

где K – норма амортизации в процентах к первоначальной или восстановительной стоимости объекта;

n – срок полезного использования оборудования данного объекта.

В качестве примера расчета амортизации рассмотрим научно-учебный программно-аппаратный комплекс NanoEducator2, первоначальная цена которого 6 250 000 рублей. Срок полезного использования сканирующего зондового микроскопа 10 лет.

Для начала необходимо рассчитать годовую норму амортизации (K), выраженную в процентах. Для этого необходимо 100% разделить на срок полезного использования данного объекта амортизируемого имущества.

$$K = 100\% / 10 = 10 \% \quad (6)$$

Далее, необходимо узнать норму амортизации в месяц. Для этого полученную годовую норму амортизации делим на 12 месяцев.

$$K / 12 = 0,8 \% \quad (7)$$

Для того, чтобы рассчитать сумму амортизации в месяц необходимо первоначальную стоимость оборудования умножить на норму амортизации в месяц и разделить на 100.

$$\text{Сумма амортизации в месяц} = (6\,250\,000 \times 0,8) / 100 = 50\,000 \text{ руб.} \quad (8)$$

Далее, необходимо рассчитать норму амортизации в час. Для этого необходимо сначала часы работы оборудования в неделю умножить на число недель в месяце. При восьмичасовом рабочем дне и пятидневной рабочей неделе число часов в месяц составит:

$$\text{ч}_{\text{мес.}} = 8 \cdot 5 \cdot 4 = 160 \text{ ч} \quad (9)$$

Для расчета суммы амортизации в час полученную сумму амортизации в месяц делим на число часов в месяц:

$$\text{Сумма амортизации в час} = 50\,000/160=312,5 \text{ руб.} \quad (10)$$

Время работы на данном оборудовании составило 10 часов.

Следовательно, сумма амортизации за 10 часов рассчитывается перемножением суммы амортизации в час и времени работы на оборудовании.

$$\text{Сумма амортизации за 10ч} = 312,5 \cdot 10=3\,125 \text{ руб.} \quad (11)$$

Аналогичным способом производился расчет по каждому оборудованию, которое использовалось в НИР.

Оборудование, которое участвует при производстве той или иной продукции или при оказании услуг и стоимость которого менее 40 000 рублей относят к оборотному капиталу. Оборотный капитал – это средства, обслуживающие процесс хозяйственной деятельности, участвующие одновременно и в процессе производства, и в процессе реализации продукции. Амортизация на такое оборудование не начисляется. В нашем случае это пресс настольный, ступка с пестиком и лабораторная посуда.

Так же амортизация на основное средство не начисляется и не отражается в балансе, если данное оборудование самортизировало срок полезного использования. Для решения вопроса дальнейшего использования самортизированного средства собирается комиссия. По результатам осмотра комиссии следует определиться, как поступить с данным оборудованием: ликвидировать, продать, отремонтировать или модернизировать. В ТвГУ таким основным средством является ВУП-3. После осмотра комиссией было принято решение, что моральный и физический износ объекта невелик. Стоимость ВУП-3 после переоценки составила 55 178 рублей 46 копеек.

Сумма амортизации оборудования, используемого при выполнении НИР, за все время эксперимента составила 4 725 рублей 44 копейки (табл.4).

Таблица 4. Смета затрат на оборудование и амортизацию.

Наименование прибора, оборудования	Кол-во, шт	Цена, руб.	Срок полезного использования, лет	Норма амортизации за (год), %	Норма амортизации в (месяц), %	Сумма амортизации, руб.
Научно-учебный программно-аппаратный комплекс для микроанализа и морфологического анализа поверхности и для подготовки кадров по основам нанотехнологии NanoEducator2	1	6 250 000,00	10	10	0,8	3 125
Электронный микроскоп JEOL JSM-6610LV	1	22 000 000,00	7	14	1,16	1 595
Мойка ультразвуковая	1	78 000,00	10	10	0,8	0,98
Весы ВЛ-120	1	138 000,00	7	14	1,16	1,70
ВУП-3	1	55 178,46	10	10	0,8	2,76
Гидравлический пресс настольный, 10т	1	12 800,00				
Ступка «Mercury», МС-6840+пестик	1	735,00				
Лабораторная посуда	1	470,00				
ИТОГО:						4 725,44

3. Расчет затрат на электроэнергию.

При подсчете затрат на НИР необходимо учитывать затраты на потребляемую электроэнергию. Расчет производится исходя из тарифа на электроэнергию, мощности и количества используемого оборудования и времени его работы по формуле:

$$\mathcal{E} = T \cdot M \cdot V \cdot K, \quad (12)$$

где \mathcal{E} – стоимость электроэнергии; T – тариф, установленный для той или иной организации; M – мощность оборудования; V – время использования оборудования, K – количество оборудования [21].

Расчет затрат на электроэнергию производился для каждой отдельной установки по времени ее работы, при этом использовался тариф для университета по городу Твери, который в среднем составляет 4 рубля за 1кВт-час.

В качестве примера так же рассмотрим NanoEducator2. При проведении эксперимента сканирующий зондовый микроскоп используется в единственном экземпляре. Его мощность равна 0,26 кВт и время работы 10 часов.

$$\text{Стоимость электроэнергии } (\mathcal{E}) = 1 \cdot 4 \cdot 0,26 \cdot 10 = 10,4 \text{ руб.} \quad (13)$$

Расчет стоимости электроэнергии для остального оборудования и освещения производится аналогичным образом.

Общая стоимость затрат на потребляемую электроэнергию составляет 214 рублей 91 копейку. Затраты на электроэнергию приведены в таблице 5.

Таблица 5. Смета затрат на электроэнергию.

Процесс	Оборудование	Кол-во, Шт	Потребляемая мощность, кВт	Тариф за 1 кВт-час, руб.	Часы работы, ч	Стоимость электроэнергии, руб.
Взвешивание	Весы ВЛ-120	1	0,008	4	0,17	0,01
Ультразвуковое диспергирование	Ультразвуковая мойка	1	0,5	4	0,25	0,50
Исследование структуры и свойств сегнетоэлектрических порошков	Научно-учебный программно-аппаратный комплекс для микроанализа и морфологического анализа поверхности и для подготовки кадров по основам нанотехнологии NanoEducator2	1	0,26	4	10	10,40
Определение размера частиц порошка	Электронный микроскоп JEOL JSM-6610LV	1	2	4	1	8,00
Напыление металлического покрытия	ВУП-3	1	1	4	1	4,00
Освещение	Лампы	16	0,06	4	50	192,00
					ИТОГО:	214,91

После расчета затрат по основным расходным статьям была рассчитана сметная стоимость выполнения НИР (табл.6), в которую входили затраты на материалы, амортизацию, электроэнергию и заработную плату. Стоимость выполнения научно-исследовательской работы составила 22 016 рублей 35 копеек.

Таблица 6. Сводная смета затрат.

Наименование статей затрат	Всего, руб.
Затраты на материалы	6 660,00
Затраты на заработную плату	10 416,00
Затраты на амортизацию	4 725,44
Затраты на электроэнергию	214,91
ИТОГО:	22 016,35

4.2. Сравнительный экономический анализ методов.

**МАТЕРИАЛ ЯВЛЯЕТСЯ НОВЫМ И МОЖЕТ ИСПОЛЬЗОВАТЬСЯ
ДЛЯ ПОДГОТОВКИ ПУБЛИКАЦИИ.**

Заключение

В ходе выполнения выпускной квалификационной работы была проведена научно-исследовательская работа по усовершенствованию методов пробоподготовки сегнетоэлектрических порошковых материалов. Первым этапом НИР был анализ литературных источников, на основании которого были выбраны методы, подходящие для исследования электрофизических свойств порошков методами атомно-силовой микроскопии. Данные методы были практически реализованы. В ходе сравнения результатов эксперимента были выбраны наиболее оптимальные методы, основанные на осаждении частиц порошка из суспензии. На их основе был разработан более доступный и экономически выгодный метод пробоподготовки.

Таким образом, по результатам выполнения работы были сделаны следующие выводы:

- наилучшие результаты для изучения свойств и структуры сегнетоэлектрических частиц дают методы пробоподготовки, основанные на осаждении частиц из суспензии;
- разработан режим полировки металлической подложки, позволяющий проводить исследования методом СМП с хорошим разрешением;
- определена стоимость проводимой научно-исследовательской работы и проведен сравнительный экономический анализ методов пробоподготовки;
- на основе сравнительного экономического анализа и проведенных исследований, показано, что предлагаемый метод пробоподготовки дает качественный экспериментальный результат и является экономически более выгодным для проведения систематических исследовательских работ.

Список литературы:

1. В. Головнин, И. Каплунов, О. Малышкина, Б. Педько, А. Мовчинова. Физические основы, методы исследования и практическое применение пьезоматериалов – Москва, 2013, с11, 12
2. Сигов А.С. Сегнетоэлектрические тонкие пленки в микроэлектронике // Соросовский образовательный журнал. 1996, вып. №10
3. Сегнетоэлектрики в технике СВЧ / под ред. О.Г. Вендика М. Сов. Радио, 1979. 272 с.
4. Ferroelectric Materials for Microwave Tunable Applications / A.K. Tagantsev, V.O. Sherman, K.F. Astafiev etc // J. Electroceramics. 2003, V. №11. P. 5-66
5. В. Миронов, Основы сканирующей зондовой микроскопии – Москва, 2009, с13-15
6. Веб-сайт научно-технических новостей, :// phys. org / news/2016-04- chemists - battery - technology - off - the - charts - capacity.html
7. Garret Moddel and Sachit Grover, Rectenna solar cells, Berlin: Springer, 2013.
8. Zhong Lin Wang et al., Piezoelectric Nanogenerators for SelfPowered Nanodevices// PERVASIVE computing, 2008, 7, pp1325- 1347.
9. G. Binnig et al., Atomic Force Microscope// Phys. Rev. Lett.,1986, 9, pp 123-157.
10. Мошников В.А., Спивак Ю.М., Атомно-силовая микроскопия для нанотехнологии и диагностики, СПб: изд. СПбГЭТУ, 2009.
11. <https://www.czl.ru/applications/piezoelectric-force-microscopy-pfm/>
12. Сканирующий Зондовый Микроскоп Солвер НЕКСТ. Руководство по эксплуатации, «НТ-МДТ». 2011 г.
13. А.Н. Кокатев, А.А. Гилев, В.М. Орлов, М.В. Крыжанов. Применение атомно-силовой микроскопии к изучению морфологии поверхности магнетермических танталовых порошков // Труды Кольского научного центра РАН, 2015, с. 372-375.
14. В.И. Повстугар, С.Г. Быстров, С.Ф. Ломаева, С.С. Михайлова. Способы фиксации высокодисперсных частиц для АСМ -исследований. Материалы

всероссийского совещания "Зондовая микроскопия - 2000". Нижний Новгород, 28 февраля - 2 марта 2000г, ИФН РАН, с. 337-341.

15. Емельянов Н.А. Структура и диэлектрические свойства наночастиц BaTiO₃ с модифицированной поверхностью и композитных материалов на их основе // диссертация к.ф.-м.н. Курс, 2014.

16. Т.А. Ларичев, Ф.В.Титов, К.А. Бодак, Д.В. Дягилев, А.А. Владимиров. Атомно-силовая микроскопия в исследовании наноразмерных частиц // ПОЛЗУНОВСКИЙ ВЕСТНИК N3, 2010, с.77-80.

17. Alshuth T., Schuster R.H., Kammer S. Characterization of carbon black morphology and dispersion of elastomers by non - contact mode // Kautschuk Gummi Kunststoffe. 1994. - Bd.47. - 10. -P.702-708

18. Быков В.А., Заикин А.Е., Бикмулин Р.С. Способ определения концентрации и качества распределения высокодисперсных наполнителей в полимерных композициях // патент РФ

19. С.Ф.Ломаева, В.И.Повстугар, С.Г.Быстров, С.С.Михайлова. Возможности АСМ-исследований высокодисперсных нанокристаллических порошков железа // Микросистемная техника. 2001. № 3. С. 6.

20. Коллективный договор ФГБОУ «ТвГУ» на 2016-2018г.г. Тверь, 2016.

21. Дерябина Е.В., Технико-экономическое обоснование инженерных решений в дипломных проектах (работах). Методическое указание. Томск, 2008