

The background of the entire page is a scanning electron microscope (SEM) image showing a highly textured, cracked surface. The cracks form a complex, interconnected network across the entire field of view. The surface appears to be composed of many small, irregular fragments and ridges, giving it a rough, porous appearance. The lighting is directional, creating shadows that emphasize the three-dimensional nature of the cracks and the surface irregularities.

# Научно-исследовательская работа студентов в 5 семестре

Тезисы докладов на студенческой научной конференции

ФНМ МГУ  
Москва  
2013

Mag = 10.00 K X



EHT = 2.00 kV  
WD = 11 mm

Signal A = SE2  
Photo No. = 4825

Date : 8 Jan 2013  
Time : 18:00:25

Тезисы предоставлены студентами 3-го курса ФНМ МГУ (ФНМ-2010)

Тексты тезисов согласованы с научными руководителями студентов 3-го курса ФНМ МГУ (ФНМ 2010)

Сборник подготовила Сафронова Т.В., к.т.н., с.н.с., куратор 3-го курса ФНМ (ФНМ-2010)

На обложке микрофотография образца порошка струвита, синтезированного из хлорида магния и гидрофсфата аммония, подготовленного студенткой 2-го курса ФНМ МГУ Казаковой Г.К. (научный руководитель Сафронова Т.В.)

Микрофотография сделана аспиранткой 2-го года ФНМ МГУ Кукуевой Е.В. на электронном микроскопе LEO SUPRA (Carl Zeiss, Германия).

Фотографии, размещенные в сборнике, выполнены студенткой 3-го курса ФНМ Шлёнской Н.Н. и куратором 3-го курса ФНМ Сафроновой Т.В.



# Содержание

	Стр.
<b>Введение</b>	<b>3</b>
<b>Список студентов 3-го курса</b>	<b>5</b>
Берекчиян Михаил Вартанович - староста	6
Бурунова Наталья Алексеевна	9
Воробьев Артем Андреевич	11
Горбунов Даниил Валерьевич	13
Езепов Илья Сергеевич	15
Зуев Дмитрий Михайлович	18
Кошкодаев Дмитрий Сергеевич	21
Кузнецов Сергей Сергеевич	24
Куимов Александр Николаевич	27
Марчевский Андрей Викторович	30
Мешков Михаил Николаевич	33
Паньшина Дарья Дмитриевна	36
Подвысоцкий Александр Сергеевич	39
Подголина Дарья Константиновна	41
Тебеньков Павел Владимирович	44
Чумакова Валентина Тарасовна	46
Шароваров Дмитрий Игоревич	49
Шекунова Таисия Олеговна	51
Шлёнская Наталья Николаевна	53
<b>Немного об экзаменаторах</b>	<b>56</b>
<b>Рабочие моменты конференции</b>	<b>68</b>
<i>Дополнение от 12 февраля 2013 г</i>	<b>103</b>
Галицкий Владимир Алексеевич	<b>103</b>

## Введение

Научные конференции студентов на факультете наук о материалах Московского государственного университета имени М.В. Ломоносова (ФНМ МГУ) – являются многолетней традицией. В соответствии с учебным планом (специальность 020300 - «химия, физика и механика материалов») студенты с первого курса выполняют исследовательскую работу в действующих научных группах. Необходимым качеством для ученого является умение кратко изложить суть своей работы, умение обосновать целесообразность исследования, ярко и убедительно представить полученные данные.

В настоящем сборнике представлены тезисы докладов зимней научной студенческой конференции студентов 3-го курса ФНМ (ФНМ-2010), которая состоялась 25 января 2013 года. В докладах студенты представили результаты своей научно-исследовательской работы, которая была выполнена ими в течение 5-го семестра. Некоторые студенты в 5 семестре приступили к новым исследованиям, поменяв научную лабораторию, другие, и их большинство, продолжили исследования, начатые на первом курсе. С моей точки зрения, продолжение исследований, начатых на первом курсе, позволяют студенту более глубоко погрузиться в суть исследуемой проблемы. Тезисы докладов и сами доклады студентов на конференции свидетельствовали о серьезном и ответственном отношении к данному пункту учебного плана, как студентов, так и руководителей исследовательских работ студентов.

Непосредственно в научной сессии приняли участие 19 студентов группы ФНМ-2010. Настоящий сборник тезисов – своеобразный отчет студентов группы ФНМ-2010 о научно-исследовательской работе, выполненной в 5м семестре.

В состав комиссии, которая заслушивала доклады студентов 3 курса в 5м семестре, входили:

1. Сафронова Татьяна Викторовна, к.т.н., доц., с.н.с., куратор 3-го курса ФНМ с 2012 г., МГУ имени М.В.Ломоносова
2. Белоусов Юрий Александрович, инж. МГУ имени М.В.Ломоносова
3. Иткис Даниил Михайлович, к.х.н., н.с. МГУ имени М.В.Ломоносова
4. Климонский Сергей Олегович, к.ф.-м.н., с.н.с., МГУ имени М.В.Ломоносова
5. Колесник Ирина Валерьевна, к.х.н., асс., МГУ имени М.В.Ломоносова
6. Свентская Наталья Валерьевна, к.т.н., асс., кафедра технологии вяжущих и композиционных материалов, РХТУ им. Д.И.Менделеева
7. Шаталова Татьяна Борисовна, к.х.н., доц., МГУ имени М.В.Ломоносова
8. Тарасовский Вадим Павлович, к.т.н., зам. ген. директора по науке, ЗАО "НТЦ "Бакор"; член редколлегии журнала "Новые огнеупоры"
9. Фадеева Инна Вилоровна, к.х.н., в.н.с., лаборатория композиционных керамических материалов, ИМЕТ РАН
10. Фомин Александр Сергеевич, к.т.н., с.н.с., лаборатория композиционных керамических материалов, ИМЕТ РАН

Комиссия оценивала работу студентов и их доклады по следующим критериям: оформление доклада и тезисов; содержательность доклада и тезисов; краткость и информативность ответов на вопросы.

Комиссия, заслушавшая доклады студентов, признала высокий уровень и актуальность представленных исследований.

После подсчета баллов на первых трех позициях в списке группы оказались следующие студенты: Кузнецов Сергей Сергеевич (92,69), Берекчиян Михаил Варганович (92,50), Шлэнская Наталья Николаевна (92,03), Бурунова Наталья Алексеевна (91,00)

Настоящий сборник включает тезисы докладов (стр. 6-55 и дополнительно стр. 103-105) и фотоотчет о конференции (56-102).

Сафронова Т.В.  
Куратор 2 курса ФНМ (ФНМ-2010),  
к.т.н., доц., с.н.с.  
Химического факультета МГУ  
имени М.В. Ломоносова

## Список студентов 3-го курса ФНМ

- 1 Берекчиян Михаил Вартанович - староста
- 2 Бурунова Наталья Алексеевна
- 3 Воробьев Артем Андреевич
- 4 Галицкий Владимир Алексеевич
- 5 Горбунов Даниил Валерьевич
- 6 Езепов Илья Сергеевич
- 7 Зуев Дмитрий Михайлович
- 8 Кошкодаев Дмитрий Сергеевич
- 9 Кузнецов Сергей Сергеевич
- 10 Куимов Александр Николаевич
- 11 Марчевский Андрей Викторович
- 12 Мешков Михаил Николаевич
- 13 Паньшина Дарья Дмитриевна
- 14 Подвысоцкий Александр Сергеевич
- 15 Подголина Дарья Константиновна
- 16 Тебеньков Павел Владимирович
- 17 Чумакова Валентина Тарасовна
- 18 Шароваров Дмитрий Игоревич
- 19 Шекунова Таисия Олеговна
- 20 Шлёнская Наталья Николаевна

Берекчиян Михаил Варганович



Факультет наук о материалах  
МГУ им. М.В. Ломоносова  
Лаборатория неорганического материаловедения  
Химического факультета

**Контролируемое удаление  
барьерного слоя пленок анодного  
оксида алюминия**

Берекчиян Михаил Варганович

Научный руководитель:  
асп. 3 г/о ФНМ Петухов Д.И.

Москва, 2013

# Контролируемое удаление барьерного слоя пленок анодного оксида алюминия

*Берекчиян М.В.*

Руководитель: асп. 3 г/о ФНМ Петухов Д.И.

Благодаря своим уникальным свойствам, таким как низкая извилистость пор, узкое распределение пор по размеру, возможность контролировать параметры структуры в зависимости от условий анодирования, мембраны анодного оксида алюминия нашли широкое применение: от использования их для газоразделения и фильтрации до использования в качестве основы сенсоров и конденсаторов. В процессе окисления образуется оксидная пленка, состоящая из двух слоев (пористого и барьерного), поэтому для создания проницаемой мембраны необходимо удалять барьерный слой, закрывающий поры с одной стороны. Как известно, его толщина зависит от напряжения, при котором проводили анодирование. При растворении барьерного слоя, с одной стороны, важно полностью его удалить, а с другой стороны – не допустить излишнего травления стенок пор оксидной пленки. Поэтому важно знать время, необходимое и достаточное для полного удаления барьерного слоя.

В связи с этим целью данной работы было изучение зависимости продолжительности травления барьерного слоя от напряжения анодирования и влияния времени растворения на диаметр пор и, как следствие, на газопроницаемость мембран.

В рамках данной работы мембраны синтезировали окислением металлического алюминия по методике одностадийного анодирования: в 0,3М растворе  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  при температуре 1–2°C. Для получения зависимости синтезировали серию мембран при напряжениях 20 – 160В с шагом 20В. Окисление при напряжениях выше 80В проводили, увеличивая разность потенциалов со скоростью 0,5В/с во избежание диэлектрического пробоя оксидной плёнки. После анодирования проводили удаление металлической подложки в растворе  $\text{Br}_2$  в  $\text{CH}_3\text{OH}$ . Контролируемое травление барьерного слоя проводили в двухэлектродной электрохимической ячейке, в которой анод и катод разделены мембраной, при этом барьерный слой обращен к раствору 15 масс. %  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Зависимость диаметра пор от продолжительности травления изучили на примере мембран, синтезированных при 120В. Структуру мембран охарактеризовали методом растровой электронной микроскопии. Газопроницаемость образцов измерена по индивидуальным газам:  $\text{He}$ ,  $\text{N}_2$  и  $\text{Ar}$ .

Установили, что продолжительность растворения барьерного слоя линейно зависит от напряжения, при котором проводили анодирование:  $t = a \cdot U$ , где  $a = 1,0 \pm 0,1$  мин/В, скорость травления  $1,4 \pm 0,2$  нм/мин («мягкое» окисление) и  $a = 1,2 \pm 0,1$  мин/В, скорость травления  $1,2 \pm 0,2$  нм/мин («жесткое» окисление). Различие коэффициентов пропорциональности может быть связано с различным содержанием примесей в полученном оксиде. Определили, что после открытия пор их диаметр, на нижней стороне пленки, линейно зависит от продолжительности растворения барьерного слоя:

$d = a + b \cdot t$ , где  $a = -84 \pm 5$  нм,  $b = 58 \pm 2 \frac{\text{нм}}{\text{ч}}$ , при  $t > 2,3$  ч (для мембран, полученных при 120В).

Газопроницаемость мембран аппроксимировали функцией:

$F = a \cdot t + b \cdot t^2 + c \cdot t^3$ , где  $a = 304 \pm 68 \frac{\text{М}}{\text{атм} \cdot \text{ч}^2}$ ,  $b = -227 \pm 35 \frac{\text{М}}{\text{атм} \cdot \text{ч}^3}$ ,  $c = 42 \pm 4 \frac{\text{М}}{\text{атм} \cdot \text{ч}^4}$ , при  $t > 2,3$  ч.

Таким образом, в рамках данной работы исследован метод контролируемого удаления барьерного слоя. Установлена зависимость продолжительности травления барьерного слоя от напряжения анодирования. Показано, что длительность растворения зависит от

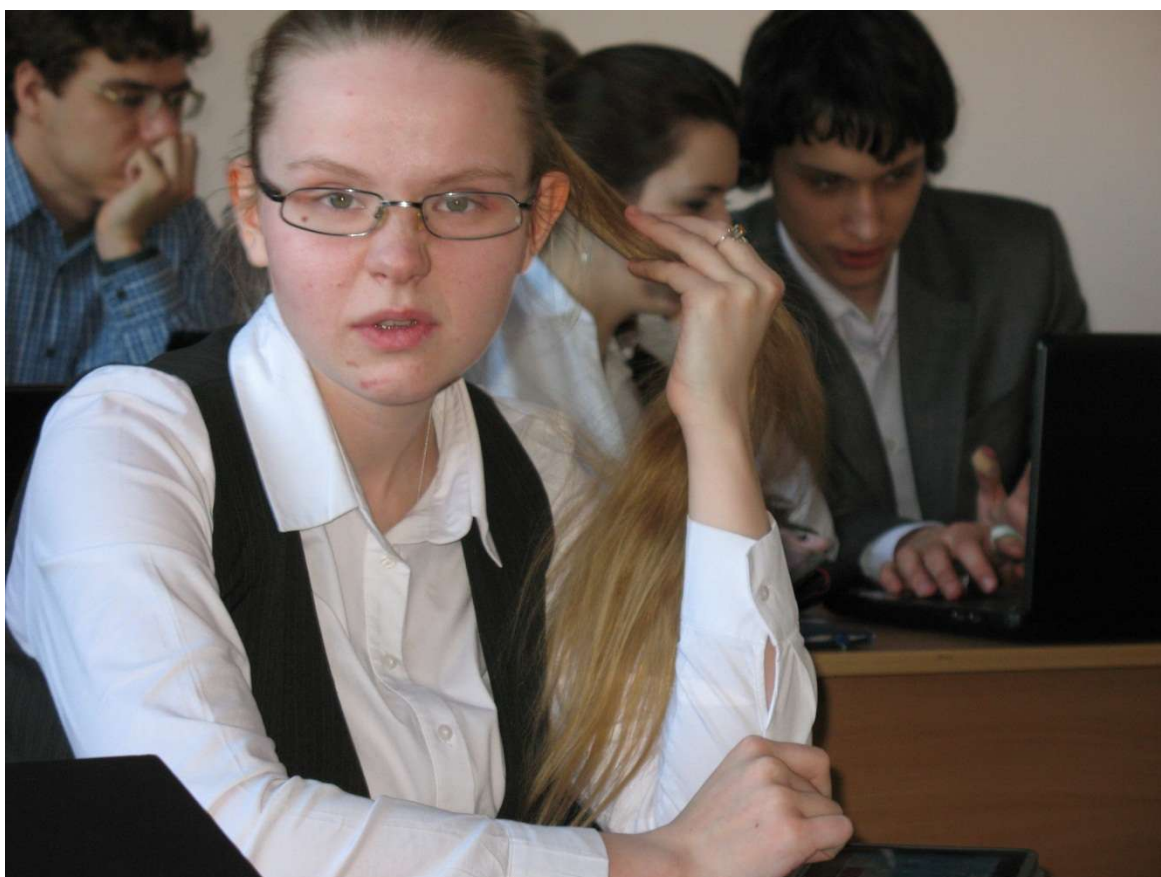


условий синтеза мембран. А также установлены зависимость диаметра пор и газопроницаемости мембраны от продолжительности травления барьерного слоя.

**Публикации студента:**

1. Берекчиян М.В., Петухов Д.И., *Влияние упорядоченности структуры на проницаемость мембран анодного оксида алюминия, полученных путем двухстадийного окисления* // **Тезисы докладов на XVIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов»**, 2012, с. 18, [http://lomonosov-msu.ru/archive/Lomonosov\\_2012/1931/Nanomaterials\\_all.pdf](http://lomonosov-msu.ru/archive/Lomonosov_2012/1931/Nanomaterials_all.pdf)
2. Берекчиян М.В., Петухов Д.И., *Влияние упорядоченности структуры на проницаемость мембран анодного оксида алюминия, полученных путем двухстадийного окисления* // **Тезисы докладов на XXII Менделеевском конкурсе студентов-химиков**, 2012, с. 45, [http://www.chemeco.ru/netcat\\_files/File/Thesis.pdf](http://www.chemeco.ru/netcat_files/File/Thesis.pdf)
3. Берекчиян М.В., *Влияние упорядоченности структуры на проницаемость мембран анодного оксида алюминия, полученных путем двухстадийного окисления* // **Тезисы докладов на VI Всероссийской конференции молодых учёных, аспирантов и студентов с международным участием по химии и наноматериалам «Менделеев 2012»**, 2012, с. 147, [http://mendeleev-spbu.org/Mendeleev2012\\_neorganicheskaya\\_himiya.pdf](http://mendeleev-spbu.org/Mendeleev2012_neorganicheskaya_himiya.pdf)
4. Берекчиян М.В., Петухов Д.И., *Контролируемое удаление барьерного слоя плёнок анодного оксида алюминия* // **Тезисы докладов на XII конференции молодых ученых «Актуальные проблемы неорганической химии: наноматериалы и материалы для энергетики»**, 2012, Сборник тезисов, с. 6
5. Берекчиян М.В., Петухов Д.И., *Влияние упорядоченности структуры на проницаемость мембран анодного оксида алюминия, полученных путем двухстадийного окисления* // **Тезисы докладов на научной студенческой конференции**, 2012, с. 3, [http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik\\_2\\_kurs\\_3\\_semestr\\_2012\\_final.pdf](http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik_2_kurs_3_semestr_2012_final.pdf)
6. Берекчиян М.В., Петухов Д.И., *Контролируемое удаление барьерного слоя пленок анодного оксида алюминия* // **Тезисы докладов на научной студенческой конференции**, 2012, с. 7, [http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi\\_273479.html](http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi_273479.html)

Бурунова Наталья Алексеевна



Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова  
Факультет Наук о Материалах

Лаборатория Химии Координационных Соединений  
«Синтез и исследование  
тонкопленочных мультиферроиков со  
структурой  $\text{LuFe}_2\text{O}_4$ »

*Бурунова Наталья Алексеевна*

*Научный руководитель  
к.х.н. Каменев А.А.*



# Синтез и исследование тонкопленочных мультиферроиков со структурой LuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

Бурунова Н.А.

Руководитель: к.х.н., вед. инж. Каменев А.А.

Соединение LuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> совмещает в себе магнитное и электронное упорядочение (сегнетоэлектрик, (T<sub>c</sub>=350 К) ферримагнетик (T<sub>c</sub>=240 К)), и является мультиферроиком. Благодаря этому данные соединения могут найти широкое применение в СВЧ, сенсорной технике и спинтронных устройствах хранения информации.

Соединения LuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> объемной фазе устойчивы в узком интервале температур и давлений кислорода, но, благодаря эффекту эпитаксиальной стабилизации, могут быть получены в виде тонких пленок, стабильных в значительно более широком PO<sub>2</sub>-Т интервале. Цель данной работы состоит в подборе оптимальных условий синтеза: выбор материала подложки, параметров нанесения пленок, температуры отжига пленок, выбор гетерогенной смеси для достижения нужных значений парциального давления кислорода. Синтез тонкопленочных образцов включая образцы с замещением части железа на Mn и дальнейшее изучение их физико-химических свойств.

Для достижения указанной цели в качестве основного метода синтеза образцов был выбран метод химического осаждения из паровой фазы (MOCVD). Синтез проводился в два этапа: на первом этапе происходило осаждение тонких пленок системы Fe-Lu-O с соотношением Fe:Lu = 2:1 при температуре 600°C. В ходе второго этапа, полученные пленки отжигали в условиях термодинамической стабильности LuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>: температура 800-900°C, P(O<sub>2</sub>) = 10<sup>-12</sup>-10<sup>-14</sup> атм. Давление кислорода при отжиге задавали, используя гетерогенную смесь Fe/FeO, нагретую до определенной (900°C) температуры. Фазовый состав контролировали методом рентгеновской дифракции, элементный состав — методом рентгено-локального спектрального микроанализа. С помощью электронной сканирующей микроскопии определена морфология поверхности пленок.

Благодаря эффекту эпитаксиальной стабилизации, удалось получить тонкие пленки состава LuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> на подложке ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (111), что было установлено методом рентгено-фазового анализа. Так же было установлено, что кристаллизация аморфных пленок происходит при температурах выше 800°C.

## Публикации студентки:

1. Бурунова Н.Н. Роль лимонной кислоты в пиролизе аэрозолей // **Материалы VIII международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов»**, г. Москва, 11 — 15 апреля 2011 года
1. Бурунова Н.Н. Новые материалы на основе перовскитных кобальтатов (III,IV) P3Э, Y и кальция с переходом металл-диэлектрик // **Материалы XIX международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов»**, г. Москва, 9 — 13 апреля 2012 года
2. Бурунова Н.Н. Новые материалы на основе перовскитных кобальтатов (III,IV) P3Э, Y и кальция с переходом металл-диэлектрик // **XII конференция молодых ученых «Актуальные проблемы неорганической химии: наноматериалы и материалы для энергетики»**, Звенигород, Россия, 2012, 9-11 ноября, с. 9

Воробьев Артем Андреевич



## كل رجل مصيره سميت

Исследование особенностей синтеза и магнитной структуры методом зондовой мессбауэровской спектроскопии  $\text{BiFeO}_3$



Выполнил: Воробьев А.А.  
Научный руководитель: доцент,  
к.х.н., Соколов А.В.

*кафедра радиохимии  
Химический факультет МГУ*

2013

# Исследование особенностей синтеза и локальной магнитной структуры методом мессбауэровской спектроскопии на ядрах $^{57}\text{Fe}$ феррита висмута $\text{BiFeO}_3$

*Воробьев А.А.*

Руководитель: к.х.н., доц. Соболев А.В.

Феррит висмута - соединение имеющее структуру перовскита с ромбоэдрическим искажением при нормальных условиях, является мультиферроиком первого рода, т.е. сегнетоэлектрическая компонента ( $T_C=653\text{ K}$ ) слабо коррелирует с магнитным (антиферромагнитным) упорядочением ( $T_N=1118\text{ K}$ ), такая особенность феррита висмута обусловлена наличием у катионов  $\text{Bi}^{3+}$  стехеометрически - активной неподеленной электронной пары, приводящей к поляризации центрального катиона. Магнитная же компонента целиком и полностью зависит от катионов  $\text{Fe}^{3+}$ .

На сегодняшний день существует большое количество работ, с применением различных спектроскопических методов, но тем не менее остается неразрешенным вопрос об эквивалентности позиций в магнитной подрешетке  $\text{Fe}^{3+}$ . Согласно данным нейтронографических методов, магнитные и кристаллографические позиции всех катионов трехвалентного железа эквивалентны, в то время, как в мессбауэровских спектрах на ядрах  $^{57}\text{Fe}$  и спектрах ЯМР присутствуют несколько магнитных компонент. Ни одна из предложенных гипотез, объясняющих подобное противоречие, не может дать точного и убедительного ответа.

Вопрос синтеза феррита  $\text{BiFeO}_3$  с примесными атомами так же является отдельной задачей. Поскольку в твердофазных реакциях это соединение имеет термодинамический максимум устойчивости ( $T=650^\circ\text{C}$ ), с параллельным протеканием реакции  $\text{BiFeO}_3 \Rightarrow \text{Bi}_2\text{Fe}_4\text{O}_9 + \text{Bi}_{25}\text{FeO}_{40}$ , т.о. получить чистый образец феррита висмута в равновесной реакции практически не удастся. Было проведено большое количество опытов с методом ступенчатого отжига, с выдержкой при разных температурах, где термодинамическая стабильность феррита висмута не поддается сомнению. Но большое количество примесей заставили отказаться от данных методик длительного отжига. Другим способом получения является коротковременной отжиг (в пределах 20 мин) удалось выяснить, что и кинетический максимум образования соединения соответствует  $t=17,5$  мин при  $T=925^\circ\text{C}$  при добавлении небольших количеств  $\text{KCl}$  (7% по массе), кинетический максимум сдвигается к 5 мин, при этом выход чистого феррита висмута повышается в 1,7 раза. При увеличении доли  $\text{KCl}$  (до 15% массю.), максимум сдвигается к  $t=3$  мин, а выход повышается в 2.2 раза относительно исходного образца. По этой причине была выбрана методика синтеза  $\text{BiFeO}_3$ , состоящая из двух этапов. На первом этапе готовили образцы  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  и последующим их прокаливанием на воздухе при  $800^\circ\text{C}$  12 ч. В основе второго этапа лежит отжиг механической смеси  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  с  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  и  $\text{KCl}$  (15% по массе) при  $T=925^\circ\text{C}$  мин, для достижения максимальной кинетической стабильности.

Мессбауэровский спектр на ядрах  $^{57}\text{Fe}$  подтвердил, что полученный образец имеет несколько различных магнитных компонент, что соответствует литературным данным.



**Особенности  
фазообразования W-  
гексаферритов в системе  
 $\text{SrO-NiO-CoO-Fe}_2\text{O}_3$**

**студент 3 курса ФНМ МГУ  
Горбунов Д.В.**  
Лаборатория неорганического материаловедения

**Руководитель:  
в.н.с. Шляхтин О.А.**



Москва 2013.

# Особенности фазообразования W-гексаферритов в системе SrO-NiO-CoO-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

*Горбунов Д.В.*

Руководитель: к.х.н., в.н.с., Шляхтин О.А.

Наряду с широко известными гексагональными ферритами М-типа, существуют также и их высшие гомологи – ферриты W-, Y-, Z- и X-типов, которые применяются в производстве постоянных магнитов и СВЧ-устройств.

Особый интерес в настоящее время проявляется к соединениям (Ba, Sr)Me<sub>2</sub>Fe<sub>16</sub>O<sub>27</sub> (Me<sup>2+</sup> = Mn, Co, Ni, Mg, Cu, Zn, Fe), имеющим W-тип кристаллографической гексагональной структуры. Их магнитные характеристики для различных двухвалентных катионов могут значительно отличаться. Например, BaZn<sub>2</sub>Fe<sub>16</sub>O<sub>27</sub> при комнатной температуре имеет значение намагниченности насыщения, равное 79 Гс×см<sup>3</sup>/г, что на 15 % выше этого показателя для феррита стронция или бария М-типа. В то же время известно, что фазообразование практически всех W-ферритов протекает с большими кинетическими затруднениями. В рамках этой работы исследовались особенности фазообразования двух W-гексаферритов, SrNi<sub>2</sub>Fe<sub>16</sub>O<sub>27</sub>, SrCo<sub>2</sub>Fe<sub>16</sub>O<sub>27</sub>.

При синтезе применялся твердофазный керамический метод. В качестве прекурсоров использовались SrCO<sub>3</sub>, NiO, Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, которые подвергались смешению и механической активации в планетарной шаровой мельнице (условия) Последующую термообработку таблетированных смесей проводили на воздухе при температурах 1000-1400 С, при скорости нагрева 10 С/мин.

При этом исследовалась зависимость температуры Кюри синтезированных образцов от их катионного и фазового состава, температуры отжига и скорости нагрева. Проведено также сопоставление условий образования гексаферритов указанного состава при их синтезе криохимическим и керамическим методами.

В результате работы установлено, что при криохимическом методе синтеза образование W-гексаферрита начинается при более низких температурах, чем при керамическом методе (1200°С и 1300°С, соответственно, для SrNi<sub>2</sub>Fe<sub>16</sub>O<sub>27</sub>). Вследствие кинетических затруднений увеличение содержания W-фазы при керамическом методе синтеза возможно лишь при измельчении, повторном прессовании и дополнительном отжиге образцов. Из-за неоднозначности интерпретации дифрактограмм, обусловленной структурным сходством гомологов и неполнотой соответствующего раздела базы дифракционных данных, термомагнитометрия в данном случае является более информативным методом анализа.

## **Публикации студента:**

1. Горбунов Д.В.. Криохимический синтез гексаферритов W-типа на основе феррита стронция.//**Научно-исследовательская работа студентов ФНМ МГУ в 3 семестре. Тезисы докладов на научной студенческой конференции**, г. Москва 2012 г., С.7 [http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik\\_2\\_kurs\\_3\\_semestr\\_2012\\_final.pdf](http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik_2_kurs_3_semestr_2012_final.pdf)
2. Горбунов Д.В. Процессы ферритообразования в системе SrO-NiO-CoO-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.// **Научно-исследовательская работа студентов ФНМ МГУ в 4 семестре. Тезисы докладов на студенческой научной конференции**, г.Москва 2012 г., С.10 [http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi\\_273479.html](http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi_273479.html)

Езепов Илья Сергеевич



Факультет Наук о Материалах МГУ им. М.В. Ломоносова  
Лаборатория неорганического материаловедения Химического факультета МГУ

## Пластифицированные фторполимеры как электролиты для литий-воздушных источников тока

*Езепов И.С., студент 3-го курса ФНМ МГУ*

*Научный руководитель:  
Семенов Д.А., аспирант 3-го г.о. ФНМ МГУ*



# Пластифицированные полимерные мембраны как электролиты для литий-воздушных химических источников тока

*Езенов И.С.*

Руководитель: асп. 3 г/о Семененко Д.А.

На настоящий момент технологии запасания электроэнергии развиты недостаточно для разрешения таких задач, как перевод общественного и личного транспорта с двигателей внутреннего сгорания, работающих на продуктах переработки нефти и имеющих КПД менее 40%, на значительно более производительные электродвигатели. Одним из возможных способов разрешения этой проблемы является создание циклируемого литий-воздушного аккумулятора, теоретическая емкость которого составляет порядка 4 А\*ч/г. Однако, на пути к реализации данной технологии лежит проблема выбора электролита, способного отвечать широкому списку требований. Целью этой работы стало создание полимерного пластифицированного материала пригодного для использования в литий-кислородном аккумуляторе. В качестве задач работы можно выделить выбор наилучшего для данного приложения полимера, выбор оптимальных массовых соотношений пластификатора, литиевой соли и полимерной матрицы. Для определения возможности использования полученных образцов в реальном устройстве проводилась серия электрохимических измерений.

В качестве полимерной матрицы были выбраны различные фторсополимеры. Использовались сополимеры, так как они обладают значительно меньшей степенью кристалличности. Известный полимер для электролитических материалов – полиэтиленоксид в данной работе не изучался, в силу его сильной гигроскопичности. Для получения тонкой пленки рассчитанное количество полимера и литиевой соли (трифторсульфонимид лития – LiTFSI или перхлората лития LiClO<sub>4</sub>) растворяли в летучем растворителе (ацетон, этилацетат). После полного растворения добавляли пластификатор. В настоящей работе в качестве пластификатора использовались Затем пленки сушили до полного удаления растворителя. Затем образцы подвергались вакуумной сушке и горячему прессованию, для достижения наилучших свойств.

Были изучены различные пластификаторы в комбинации с различными полимерными матрицами и литиевыми солями. Было установлено, что введение небольшого количества пластификатора (до 15% масс.) способствует существенному увеличению ионной проводимости. Кроме этого изучались такие важные электрохимические свойства: число переноса по ионам лития и окно электрохимической стабильности. Было установлено, что мембраны изготовленные в безводной атмосфере после некоторого времени на открытом воздухе набирают существенное количество влаги, что делает их непригодными для контакта с металлическим литиевым анодом. Тем не менее окно стабильности полученных полимерных мембран простирается до 5В относительно Li/Li<sup>+</sup>.

Была отработана методика получения тонких полимерных пленок толщиной порядка до 100 мкм с хорошими механическими свойствами. Ионная проводимость лучших образцов при комнатной температуре составила порядка 1 мСм/см, что находится на уровне коммерческих электролитов. Однако, сильная гигроскопичность мембран вызывает необходимость дальнейшей оптимизации методики.

**Публикации студента:**

1. Езепов И.С. *Литий-проводящие фторполимерные материалы как перспективные электролиты для литиевых химических источников тока*// **Научно-исследовательская работа студентов в 4 семестре 2012**, с.11  
[http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi\\_273479/PROP\\_FILE\\_files\\_1/Binder1.pdf](http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi_273479/PROP_FILE_files_1/Binder1.pdf)
2. Езепов И.С. *Литий-проводящие полимер-керамические материалы для литий-воздушных источников тока*//**Тезисы докладов на XXII Менделеевском конкурсе студентов-химиков 2012** году с.60, [http://www.chemeco.ru/netcat\\_files/File/Thesis.pdf](http://www.chemeco.ru/netcat_files/File/Thesis.pdf)
3. Езепов И.С. *Пластифицированные фторполимерные мембраны как электролиты для литий-воздушных источников тока*// **Научно-исследовательская работа студентов в 3 семестре 2012**, с.8,  
[http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik\\_2\\_kurs\\_3\\_semestr\\_2012\\_final.pdf](http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik_2_kurs_3_semestr_2012_final.pdf)

Зуев Дмитрий Михайлович



*Зуев Дмитрий Михайлович*

## ***Синтез слоёв наночастиц гексаферрита стронция***

*Научный руководитель:  
к.х.н. Кушнир С.Е.*

*Место выполнения работы:  
лаборатория неорганического материаловедения  
кафедры неорганической химии химического факультета МГУ  
группа магнитных материалов*

*Факультет наук о материалах МГУ*

## Синтез слоёв наночастиц гексаферрита стронция.

Зуев Д.М.

Руководитель: к.х.н. Кушнир С.Е.

Магнитотвёрдые наночастицы гексаферрита М-типа обладают уникальным набором свойств: пластинчатая форма, одна ось лёгкого намагничивания и высокая магнитокристаллическая анизотропия, которые приводят к сонаправленности магнитного момента с кристаллографической осью  $c$  частицы. Ферриты с гексагональной кристаллической структуры могут найти применение в СВЧ-устройствах с односторонним прохождением электромагнитной волны из-за высокой магнитокристаллической анизотропии, с помощью которой возможно смещение высокочастотного излучения в сверхвысокочастотную область, т.е. при ферримагнитном резонансе резко возрастает поглощение энергии электромагнитной волны, распространяющейся в волноводе в обратном направлении. Для волны прямого направления поглощение оказывается значительно меньшим, и в результате получается высокочастотный вентиль. Однако существует проблема создания текстур магнитотвёрдых частиц, которые в совокупности образуют макроскопический постоянный магнит с высокой коэрцитивной силой. Решение этой проблемы возможно при ориентированном осаждении частиц на твёрдую подложку.

Цель работы: синтез слоёв гексаферрита стронция из коллоидного раствора с различной ориентацией и исследование их морфологии.

Частицы гексаферрита стронция были получены стеклокерамическим методом синтеза из стекла состава  $14\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 12\text{B}_2\text{O}_3$ . Коллоидные растворы  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  (КРГС) получали путём обработки стеклокерамики в разбавленной уксусной кислоте ( $\omega \approx 10\%$ ) и дистиллированной воде. Для осаждения частиц на подложку использовали три метода. Первый - адсорбция  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  на поверхности пластинки в объёме коллоидного раствора за 5, 15, 30 сек. и 1, 2, 5, 10, 30, 60 мин. при варьировании различных параметров, таких как pH, использование ультразвуковой обработки коллоида, применение постоянного и переменного магнитного поля. Второй - выпаривание коллоидного раствора на подложке при параллельной и перпендикулярной ориентации приложенного магнитного поля ( $H = \text{const}$ ). И третий - осаждение частиц из коллоидного раствора методом электрофореза (0,5; 2,0 В) за 10 мин, с последующим напылением электропроводящего слоя (Au, Cr) и созданием многослойной структуры.

В первом методе при осаждении гексаферрита стронция эффективная толщина слоя имеет нелинейную зависимость от времени обработки: быстро растёт от 5 сек. до 30 мин., медленно – от 30 до 60 мин., т. е. достигается насыщение подложки частицами. Наибольшее значение эффективной толщины наблюдается у частиц гексаферрита модифицированного хромом с гидродинамическим диаметром равным  $50 \pm 5$  нм, она равна 1,9 нм в результате 30 мин. выдержки. При использовании частиц с диаметром 75 нм получаем максимум 0,3 нм, если включить  $H \neq \text{const}$ , то можно увеличить результат до 1,7 нм. Во втором и третьем методе по данным РЭМ можно судить о различном упорядочении частиц: согласно приложенному магнитному полю и напряжению, соответственно.

Выводы: на основе синтезированных наночастиц гексаферрита стронция были получены коллоидные растворы далее из них путём изменения условий осаждения возможно получение слоёв  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  с различной ориентацией наночастиц относительно твёрдой подложки.

**Публикации студента:**

1. Зуев Д.М., Кушнир С.Е., *Синтез структурированных материалов и магнитных композитов на основе наночастиц гексаферрита стронция* // **Научно-исследовательская работа студентов в 3 семестре. Тезисы докладов на научной студенческой конференции**, 2012, с. 10.  
[http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik\\_2\\_kurs\\_3\\_semestr\\_2012\\_final.pdf](http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik_2_kurs_3_semestr_2012_final.pdf)
2. Зуев Д.М., Кушнир С.Е., *Синтез магнитотвёрдых наночастиц гексаферрита стронция из стекла состава  $14\text{SrO}-6\text{Fe}_2\text{O}_3-12\text{B}_2\text{O}_3$*  // **Научно-исследовательская работа студентов в 4 семестре. Тезисы докладов на научной студенческой конференции**, 2012, с. 12. [http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi\\_273479.html](http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi_273479.html)
3. Зуев Д.М., Кушнир С.Е., *Синтез магнитополимерных частиц на основе гексаферрита стронция* // **XVIII Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов-2011»**, 2011, с. 53.
4. Зуев Д.М., Кушнир С.Е., *Синтез композитов на основе магнитотвердых наночастиц  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$*  // **XIX Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов-2012»**, 2012, с. 53.  
[http://lomonosov-msu.ru/archive/Lomonosov\\_2012/1931/Nanomaterials\\_all.pdf](http://lomonosov-msu.ru/archive/Lomonosov_2012/1931/Nanomaterials_all.pdf)
5. Зуев Д.М., Кушнир С.Е., *Синтез текстурированных материалов и магнитных композитных частиц на основе гексаферрита стронция* // **XI Конференция молодых ученых «Актуальные проблемы неорганической химии: наноматериалы, их исследование и модификация при помощи синхротронного излучения»**, 2011, с. 16.
6. Кушнир С.Е., Кошкодаев Д.С., Зуев Д.М., Гаврилов А.И., Казин П.Е., Третьяков Ю.Д., *Синтез коллоидных растворов на основе пластинчатых частиц гексаферрита стронция, обладающих магнитозависящими оптическими свойствами*// **XI конференция молодых ученых «Актуальные проблемы неорганической химии: наноматериалы, их исследование и модификация при помощи синхротронного излучения»**, 2011, с. 31.
7. Зуев Д.М., Кушнир С.Е., *Синтез магнитотвёрдых наночастиц гексаферрита стронция из стекла состава  $14\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 12\text{B}_2\text{O}_3$*  // **XII конференция молодых ученых «Актуальные проблемы неорганической химии: наноматериалы и материалы для энергетики»**, 2012, с. 20.

Кошкодаев Дмитрий Сергеевич



Московский Государственный Университет им. М.В. Ломоносова  
Лаборатория неорганического материаловедения  
Группа наноматериалов

**Исследование упорядоченности  
пористой структуры  
анодного оксида алюминия**

Выполнил:  
Кошкодаев Д.С.  
Руководители:  
асп. 1 г/о Росляков И.В.  
н.с. к.х.н. Напольский К.С.

Москва, 2013

# Исследование упорядоченности пористой структуры анодного оксида алюминия

*Кошкодаев Д.С.*

Руководители: асп. 1 г/о Росляков И.В, н.с. к.х.н Напольский К.С.

Пленки анодного оксида алюминия являются одним из примеров самоорганизующихся структур, имеющих важное практическое значение в современной науке и технике. В настоящее время анодный  $Al_2O_3$  является основой для создания большого круга наноматериалов и высокотехнологичных устройств. Примером могут служить работы, посвященные синтезу нанонитей и нанотрубок, созданию мембран, катализаторов, сенсоров и других устройств на основе пористого  $Al_2O_3$ . Идеальная структура пленок анодного оксида алюминия может быть представлена как система упорядоченных каналов с плотнейшей гексагональной упаковкой, расположенных перпендикулярно подложке. Следует подчеркнуть, что движущая сила и механизм упорядочения пор до сих пор не ясны, что может быть связано с одновременным влиянием многих факторов на рост оксидной пленки, а также с отсутствием подходящих методов исследования для изучения процесса упорядочения на количественном уровне.

Необходимо отметить, что самоупорядочение пористой структуры наблюдается лишь в узком интервале условий эксперимента – при напряжениях анодирования 40 В и 140 В и использовании в качестве электролита 0,3 М щавелевой кислоты. Анодное окисление при больших или меньших значениях напряжения приводит к формированию структуры, характеризующейся отсутствием упорядоченных областей. Таким образом, целью настоящей работы исследование упорядоченности пористых пленок, полученных в различных условиях, и выявление причины формирования высокоупорядоченных структур лишь в узком интервале условий эксперимента.

В качестве исходного материала в настоящей работе был использован монокристаллический алюминий высокой чистоты. На первом этапе монокристалл был охарактеризован методом дифракции обратно рассеянных электронов и ориентирован плоскостью (111) параллельно поверхности образца. Угол отклонения от идеального монокристалла составил  $2,3^\circ$ . Далее было проведено двухстадийное окисление в 0,3 М щавелевой кислоте при разных значениях напряжения: внутри вышеупомянутого окна самоорганизации ( $U = 40$  В) и вне его ( $U = 60$  В).

Анализ степени упорядоченности полученных образцов показывает формирование плотнейшей гексагональной упаковки пор при напряжении 40 В. В данном случае, пористая структура характеризуется наличием как позиционного, так и ориентационного порядка в плоскости пленки. Напротив, в случае пористых пленок, полученных при напряжении 60 В, упорядоченные области практически отсутствуют. По данным атомно-силовой микроскопии, рельеф поверхности алюминия после селективного удаления оксидной пленки можно представить в виде двухмерной гексагональной сетки, состоящей из углублений сферической формы. В центре равностороннего треугольника, образованного центрами трёх соседних впадин, совпадающих с центрами пор, располагаются выступы в форме трёхгранной пирамиды. Количественный анализ угла наклона грани данных пирамид относительно поверхности образца в случае  $U = 40$  В приводит к значению  $52,7 \pm 1,9^\circ$ , что близко к величине  $54,7^\circ$  – углу между плоскостями (100) и (111) в кристаллографической структуре алюминия. Данный факт позволяет предположить, что грани пирамид образованы наиболее устойчивыми к травлению плоскостями элементарной ячейки металла. Это делает пористую структуру более стабильной и обуславливает наличие в ней дальнего порядка. В случае анодирования при напряжении 60 В величина аналогичного угла составляет  $66,1 \pm 6,4^\circ$ . Таким образом,

грани вышеупомянутых пирамид на границе металл/оксид образованы гранями низкой симметрии, что приводит к образованию неупорядоченной пористой структуры.

**Публикации студента:**

1. Кошкодаев Д.С., Кушнир С.Е., *Синтез наночастиц гексаферрита стронция различной морфологии методом кристаллизации стекла в системе SrO-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>* // **XVII Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов-2010»**, 2010, с.31.
2. Кошкодаев Д.С., Кушнир С.Е., *Синтез коллоидных растворов на основе пластинчатых частиц гексаферрита стронция, обладающих магнитозависимыми оптическими свойствами* // **«XXXVIII Звенигородская конференция»**, 2011, с.46.
3. Кошкодаев Д.С., Кушнир С.Е., *Planar structure hexaferrite nanoparticles on a solid surface* // **International Mendeleev Conference**, 2011, с.31.
4. Кошкодаев Д.С., Кушнир С.Е., *Получение планарных ориентированных структур наночастиц гексаферрита стронция из магнитной жидкости*// **XVII Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов-2012»**, 2012, с.15.
5. Кошкодаев Д.С., Кушнир С.Е., *Синтез наночастиц гексаферрита стронция и магнитных жидкостей на их основе* // **XXII Менделеевский конкурс студентов-химиков 2012**, с.31.
6. Кошкодаев Д.С., Кушнир С.Е., *Получение ориентированных структур наночастиц гексаферрита стронция методом вертикального осаждения из магнитной жидкости* // **«XXXIX Звенигородская конференция»**, 2012, с.58.





Получение сенсорных  
материалов на основе  
тетрафенилпорфина для  
обнаружения  
нитроароматических соединений

Студент 3 курса Кузнецов С. С.  
Научный руководитель инж. Белоусов Ю. А.

# Получение сенсорных материалов на основе тетрафенилпорфина для обнаружения нитроароматических соединений

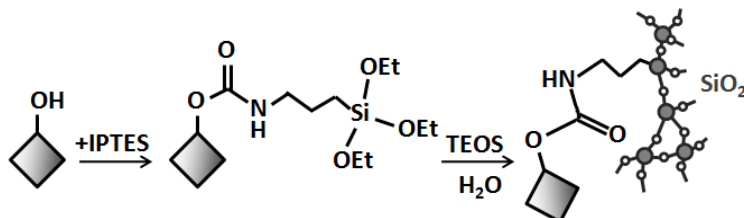
Кузнецов С.С.

Руководитель: инж. Белоусов Ю.А.

Террористическая ситуация в мире является сейчас довольно острой. Для обеспечения безопасности в местах, которые могут стать объектами терактов (например, в аэропортах) используются хромато-масс-спектрометры, обнаруживающие пары взрывчатых веществ в воздухе. Такие приборы, однако, обладают крайне высокой стоимостью, большими размерами и высоким энергопотреблением. Недорогой альтернативой таким приборам могут стать люминесцентные сенсорные системы. Группой Тао, Li, Zhu (J. Mater. Chem. 2006, 16, 4521—4528) было обнаружено тушение люминесценции тетрафенилпорфина ( $H_2TPP$ ) – соединения из класса порфиринов – в присутствии таких соединений, как нитробензол, динитротолуол, тринитротолуол.

В прошлой работе мы исследовали тушение люминесценции в растворе тетрафенилпорфина в зависимости от концентраций добавленного в раствор нитробензола, и показали селективность такого определения. Однако требуется определять нитроароматические соединения в воздухе, а не в растворе. Целью данной работы стало создание сенсорных материалов на основе  $SiO_2$ , модифицированного тетрафенилпорфином, для обнаружения паров нитроароматических соединений.

На первом этапе получали тетрафенилпорфин ( $H_2TPP$ ) и тетра(пара-гидроксифенил) порфин по реакции Ротемунда, затем получали тетрафенилпорфинаты цинка ( $ZnTPP$ ) и кадмия ( $CdTPP$ ), используя ацетилацетонаты соответствующих металлов. После очистки, соединения исследовались методом спектроскопии ядерного магнитного резонанса (ЯМР) и электронной спектроскопии поглощения (ЭСП). К тетра(пара-гидроксифенил)порфину присоединяли легко гидролизуемые кремнийсодержащие “якорные” группы, проводя реакцию между ним и изоцианопропилтриэтоксисиланом. Твердые материалы получали двумя способами – описанным в литературе методом совместного гидролиза тетраэтоксисилана (TEOS) с порфириновыми молекулами, содержащими “якорную” группу, а также упрощенным способом – гидролизом TEOS в сильноокислой среде в присутствии немодифицированного  $H_2TPP$ . Для изучения сенсорных свойств порошки материалов исследовали методом люминесцентной спектроскопии до и после экспозиции в насыщенном паре модельного нитроароматического соединения – нитробензола. Твердые образцы исследовали методом растровой электронной микроскопии (РЭМ)



Методом  $^1H$  ЯМР-спектроскопии подтвердили структуру  $H_2TPP$ . Для  $ZnTPP$  и  $CdTPP$  число полос в спектре поглощения в видимой области уменьшается до двух (для  $H_2TPP$  их четыре), что соответствует литературным данным. Для твердых материалов наблюдали тушение люминесценции после пребывания в насыщенном паре нитробензола.

Полученные материалы обладают сенсорными свойствами в отношении нитроароматических соединений, хотя отклик недостаточно быстрый для практического использования. Впервые показано, что материал, приготовленный по упрощенной методике гидролиза TEOS в присутствии молекул H<sub>2</sub>TRP (без ковалентных связей SiO<sub>2</sub> – порфирин), демонстрирует сенсорные свойства, как и гибридный материал с ковалентными связями.

**Публикации студента:**

1. Семененко Д.А., Белова А.И., Захарченко Т.К., Езепов И.С., Кузнецов С.С., Гудилин Е.А., Третьяков Ю.Д. "Электродные материалы для литий-воздушных аккумуляторов", **Наноструктурные материалы – 2010**, Киев, 19-22 октября 2010.
2. Кузнецов С.С. "Получение электрокатализаторов для литий-воздушных аккумуляторов на основе оксидов и макроциклических комплексов переходных металлов", **Тезисы докладов на научной студенческой конференции**, 2012, – Москва, 26 января 2012.  
[http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik\\_2\\_kurs\\_3\\_semestr\\_2012\\_final.pdf](http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik_2_kurs_3_semestr_2012_final.pdf)
3. Кузнецов С.С. "Тетрафенилпорфин и его комплекс с цинком как химический сенсор на нитроароматические соединения", **Тезисы докладов на научной студенческой конференции**, 2012, – Москва, 28 июня 2012.  
[http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi\\_273479.html](http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi_273479.html)

Куимов Александр Николаевич



МГУ имени М.В. Ломоносова  
Факультет наук о материалах,  
Химический факультет  
Кафедра органической химии



Лаборатория Координационных Металлоорганических Соединений

*Синтез и структура селеновых комплексов  
алюминия, перспективных катализаторов  
полимеризации циклических сложных эфиров.*

Куимов Александр Николаевич

Научный руководитель: к.х.н., н. сотр. Зайцев К. В.

2013, Москва

# Синтез и структура саленовых комплексов алюминия, перспективных катализаторов полимеризации циклических сложных эфиров.

Куимов А.Н.

Руководитель: к.х.н., н.с.. Зайцев К.В.

Биоразлагаемые и биосовместимые синтетические полимеры на основе алифатических сложных эфиров в последнее время находят широкое практическое применение, представляя собой достойную альтернативу полимерным материалам, получаемым на основе  $\alpha$ -олефинов. Основным методом синтеза полиэфиров является реакция полимеризации, протекающая с раскрытием цикла (ring-opening polymerization, ROP). В качестве катализаторов этого процесса могут выступать комплексы алюминия. Введение к атому алюминия остатка непредельного спирта позволит получать полимеры, содержащие эти остатки на конце полимерной цепи. Подобные соединения являются макрономерами и могут быть далее использованы для синтеза различных биоразлагаемых материалов. Поэтому весьма перспективным представляется разработка новых подходов к получению биоразлагаемых и биосовместимых материалов с улучшенными характеристиками.

Задача данного исследования состояла в проведении синтеза ряда новых комплексов алюминия на основе саленовых лигандов, функционализированных остатками различных непредельных спиртов.

В ходе настоящего исследования были проведены синтезы исходя из двух замещенных фенолов (**1**, **2**) и 2,4-диметилфенилацетата (**3**). Следуя схеме синтеза, см. приложение, получены три карбонильных соединения (**4(a-c)**), три саленовых лиганда (**5(a-c)**), четыре метильных комплекса алюминия (**6(a-c)**) и (**6d**) – исходя из соответствующего саленового лиганда, а также четыре комплекса, модифицированные остатками непредельных спиртов **A** и **B**: (**7(a-c)**), и (**8**), соответственно.

Строение соединений подтверждено методами спектроскопии ЯМР  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$  и  $^{27}\text{Al}$ . В дальнейшей работе планируется использовать комплексы (**7(a-c)**, **8**) в качестве катализаторов полимеризации *D,L*-лактида и  $\epsilon$ -капролактона и сравнить их каталитическую активность.

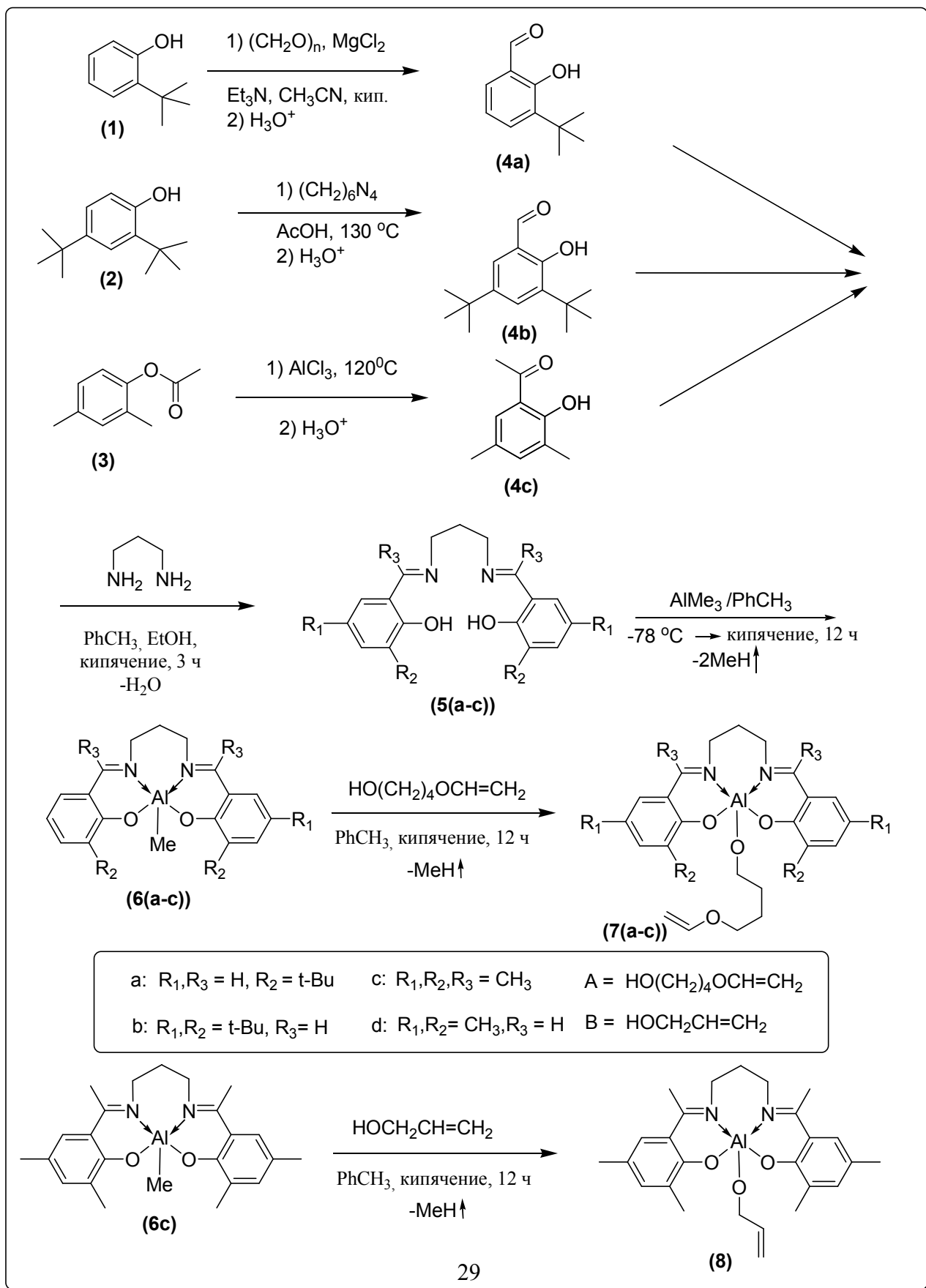
Таким образом, получены новые комплексы алюминия – перспективные катализаторы полимеризации циклических сложных эфиров.

## Публикации студента:

1. Куимов А.Н. Комплексы алюминия на основе иминофенолов: синтез, структура// **Научно-исследовательская работа студентов в 3 семестре. Тезисы докладов на научной студенческой конференции**, г. Москва 2012 г., С. 13, [http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik\\_2\\_kurs\\_3\\_semestr\\_2012\\_final.pdf](http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik_2_kurs_3_semestr_2012_final.pdf)
2. Куимов А.Н. Синтез и структура комплексов алюминия на основе иминофенолов, перспективных катализаторов полимеризации циклических сложных эфиров// **Научно-исследовательская работа студентов в 4 семестре. Тезисы докладов на студенческой научной конференции**, г. Москва 2012 г., С. 15-16, [http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi\\_273479.html](http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi_273479.html)

## Приложение

Схема синтеза комплексов алюминия на основе salenовых лигандов,  
функционализированных остатком непредельного спирта.



Марчевский Андрей Викторович



Институт общей и  
неорганической химии  
им. Н.С. Курнакова РАН

Лаборатория  
химической синергетики

Московский Государственный  
Университет  
им. М.В. Ломоносова

Факультет Наук о Материалах

Синтез водных зольей  $\text{Ce}_{1-x}\text{Gd}_x\text{O}_{2-\delta}$ ,  
стабилизированных мальтодекстрином

Выполнил: студент  
III курса ФНМ  
Марчевский А.В.

Научный руководитель:  
с.н.с., к.х.н. Иванова О.С.

Москва, 2013 год

# Синтез водных золей $Ce_{1-x}Gd_xO_{2-\delta}$ , стабилизированных мальтодекстрином

*Марчевский А.В.*

Руководитель: к.х.н., с.н.с. Иванова О.С.

Диоксид церия является перспективным наноматериалом, находящим широкое применение в высокотехнологичных областях промышленности. Одной из наиболее важных особенностей нанокристаллического  $CeO_{2-\delta}$  является кислородная нестехиометрия, которая, согласно существующим представлениям, обуславливает его высокую биологическую активность. Считается, что биоактивность  $CeO_{2-\delta}$  определяется способностью этого материала связывать активные формы кислорода и свободные радикалы, губительные для живых систем, т.е. обеспечивать защиту последних от окислительного стресса. Дополнительного увеличения нестехиометричности, т.е. концентрации кислородных вакансий в диоксиде церия, можно достичь за счёт допирования последнего элементами другой валентности, например, лантанидами.

В данной работе в качестве допирующего агента был взят гадолиний, так как ион  $Gd^{3+}$  обладает исключительно высоким магнитным моментом, что позволяет использовать гадолинийсодержащие соединения в качестве контрастирующих агентов в магнитно-резонансной томографии. Таким образом, допирование диоксида церия ионами  $Gd^{3+}$  позволит не только повысить его кислородную нестехиометрию и, следовательно, увеличить антиоксидантную активность, но и обеспечит возможность визуализации распределения наночастиц  $Ce_{1-x}Gd_xO_{2-\delta}$  в организме.

Для применения препаратов на основе наночастиц  $Ce_{1-x}Gd_xO_{2-\delta}$  в биологии и медицине требуются соответствующие агрегативно-устойчивые золи. В связи с этим их необходимо стабилизировать с использованием биосовместимых веществ, в качестве которых в настоящей работе был взят мальтодекстрин.

В ходе работы была разработана методика синтеза золей  $Ce_{1-x}Gd_xO_{2-\delta}$ , состоящая в том, что к исходному раствору мальтодекстрина и солей Ce и Gd постепенно добавляли раствор аммиака до достижения  $pH=8$ . Получаемый коллоидный раствор выдерживали в течение 2 часов, после чего доводили  $pH$  до 11, снова выдерживали в течение 2 часов, затем добавляли изопропанол, промывали образующийся осадок и редицергировали его в воду. Были получены образцы золей  $Ce_{1-x}Gd_xO_{2-\delta}$  с долей гадолия  $x=0,20$  с различным относительным содержанием мальтодекстрина (мольные отношения 1:1, 1:2 и 1:4).

Согласно результатам рентгенофазового анализа, все полученные образцы являются однофазными и обладают кристаллической структурой флюорита. Дифракционные максимумы, отвечающие оксо- или гидроксосоединениям церия и гадолия, на дифрактограммах отсутствуют. Параметр элементарной ячейки при увеличении содержания мальтодекстрина увеличивается, что может свидетельствовать о более полном вхождении гадолия в кристаллическую решётку диоксида церия.

Образцы были проанализированы методом УФ-видимой спектроскопии, которая не выявила заметных отличий между образцами.

Из данных динамического светорассеяния установлено, что при увеличении содержания мальтодекстрина гидродинамический размер частиц уменьшается, что говорит об уменьшении степени агрегации частиц. Для образцов с отношениями 1:2 и 1:4 распределение частиц по размерам оставалось неизменным в течение месяца, тогда как средний размер частиц образца с отношением 1:1 за месяц возрос, что говорит о недостаточной стабилизации наночастиц (со временем они агрегируются).



В дальнейшем планируется расширить список методов синтеза и исследования образцов (в частности, использовать энергодисперсионную рентгеновскую спектроскопию, рамановскую спектроскопию, биологическое тестирование).

**Публикации студента:**

1. Марчевский А.В., Иванов В.К., *Физико-химические свойства нанокристаллического диоксида церия, получаемого из смешанных растворов солей Ce(III) и Ce(IV)* // **VI Всероссийская конференция «Менделеев-2012»**, 2012, с. 256, [http://mendeleev-spbu.org/Mendeleev2012\\_neorganicheskaya\\_himiya.pdf](http://mendeleev-spbu.org/Mendeleev2012_neorganicheskaya_himiya.pdf)
2. Марчевский А.В., Иванов В.К., *Исследование физико-химических свойств нанокристаллического диоксида церия, формирующегося при осаждении из растворов солей Ce(III) и Ce(IV)* // **Третья Всероссийская молодёжная конференция «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества»**, 2012, с. 398, [http://func.imetran.ru/files/abstracts\\_2012.pdf](http://func.imetran.ru/files/abstracts_2012.pdf)
3. Марчевский А.В., Иванов В.К., *Синтез водных золь  $Ce_{1-x}Gd_xO_{2-\delta}$ , стабилизированных цитрат-ионом и мальтодекстрином* // **Научно-исследовательская работа студентов в 4 семестре**, 2012, с. 17, [http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi\\_273479.html](http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi_273479.html)
4. Марчевский А.В., Иванов В.К., *Исследование физико-химических свойств нанокристаллического диоксида церия, формирующегося при осаждении из растворов солей Ce(III) и Ce(IV)* // **Научно-исследовательская работа студентов в 3 семестре**, 2012, с. 14, [http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik\\_2\\_kurs\\_3\\_semestr\\_2012\\_final.pdf](http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik_2_kurs_3_semestr_2012_final.pdf)

**Мешков Михаил Николаевич**



**Исследование полиядерных комплексов  
на основе  $\beta$ -дикетонатов  
переходных и щелочных металлов**

**Мешков Михаил Николаевич**

Лаборатория химии координационных соединений  
кафедры неорганической химии  
химического факультета МГУ имени М.В.Ломоносова

Научный руководитель:  
к.х.н., м.н.с. Цымбаренко Д.М.

# Исследование полиядерных комплексов на основе $\beta$ -дикетонатов переходных и щелочных металлов

Мешков М.Н.

Руководитель: к.х.н., м.н.с. Цымбаренко Д.М.

Квантово-химические расчеты в настоящее время приобретают все большее значение для современной химии, поскольку, с одной стороны, позволяют получить необходимые данные в обход трудоемких и затратных синтетических методов, а с другой стороны, позволяют получить гораздо более обширную информацию, зачастую недоступную для экспериментальных измерений.

Поскольку целью настоящей работы является создание функциональных материалов на основе смешанно-металлических полиядерных (в том числе полимерных)  $\beta$ -дикетонатных комплексов переходных и щелочных металлов, решено было изучить возможности применения квантово-химических расчетов в данной области. Задачей данного этапа работы стало изучение возможностей различных методов расчетов на примере взятой из литературных источников структуры вещества  $\text{Na}_2\text{Co}_2\text{hfa}_4\text{piv}_2(\text{Me}_2\text{CO})_4$ .

Расчеты проведены программным пакетом Firefly v8.0.0 на вычислительных мощностях суперкомпьютера СКИФ МГУ «Чебышев». Обработка результатов произведена в программном пакете Chemcraft v1.7. Для вычислений использованы базисный набор 6-31G\* (для H, C, O, F, Na, K) и псевдопотенциальный базис Lanl2dz (для Co, Cu). В качестве функционала выбран b3lyp.

Поскольку  $\beta$ -дикетонаты относятся к лигандам среднего поля, однозначно определить конфигурацию спина по структуре из литературных данных нельзя. С целью решения этой проблемы была проведена квантово-химическая оптимизация для заданных значений мультиплетности 3 и 7. Результаты вычислений показали, что высокоспиновая конфигурация является более энергетически выгодной, чем низкоспиновая. Это также подтверждается сравнением расстояний Co-O для двух рассчитанных конфигураций и полученной экспериментально. Кроме того, показано, что в случае низкоспинового комплекса наблюдается Ян-Теллеровское искажение, и, фактически, атом Co имеет КЧ=4+2. Результат анализа спиновой плотности позволяет ожидать наличия магнитного обмена между атомами Co через карбоксильные мостики, что дополнительно подтверждает наличие ферромагнитного упорядочения в системе.

В ближайшее время будет завершён расчет структуры с антиферромагнитным упорядочением (случай спина  $\pm 1/2$  и  $\pm 3/2$ , мультиплетность 1). С целью изучения свойств и сравнения их с таковыми для имеющихся соединений проводятся расчеты конфигураций соединений состава  $\text{K}_2\text{Co}_2\text{hfa}_4\text{piv}_2(\text{Me}_2\text{CO})_4$ ,  $\text{Na}_2\text{Cu}_2\text{hfa}_4\text{piv}_2(\text{Me}_2\text{CO})_4$ ,  $\text{Cu(II)}_2\text{Cu(I)}_2\text{hfa}_4\text{piv}_2$  (в последнем катион щелочного металла заменен диамагнитным катионом Cu(I)). В данный момент решаются проблемы с программным обеспечением, не позволяющие производить полноценный анализ локализованных молекулярных орбиталей и рассчитывать заряды на атомах, что позволит значительно оптимизировать применяемые методы работы с данными.

## Публикации студента:

1. Мешков М.Н., *Синтез и исследование координационных полимеров на основе  $\beta$ -дикетонатов меди* // XIX Международная конференция студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов», Москва, Россия, 2012, с.83
2. Мешков М.Н., *Смешанно-металлические координационные соединения на основе гексафторацетилацетонатов меди* // XII конференция молодых ученых «Актуальные

- проблемы неорганической химии: наноматериалы и материалы для энергетики»,**  
Звенигород, Россия, 2012, 9-11 ноября, с.38
3. Мешков М.Н., *Синтез и исследование координационных полимеров на основе  $\beta$ -дикетонатов меди* // «Тезисы докладов на научной студенческой конференции», <http://www.fnm.msu.ru>, Москва, Россия, 2012
4. Мешков М.Н., *Синтез и исследование новых  $\beta$ -дикетонатов одновалентной меди с кислород- и азот-донорными лигандами* // **XVIII Международная конференция студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов»**, Москва, Россия, 2011

## Паньшина Дарья Дмитриевна



# Нековалентная иммобилизация фермента на наночастицах магнетита

**Паньшина Д.Д.**  
Научный руководитель:  
профессор, д.х.н. Клячко Н.Л..

# Нековалентная иммобилизация фермента на наночастицах магнетита

*Паньшина Д.Д.*

Руководитель: д.х.н., проф. Клячко Н.Л

Одной из актуальных задач современной медицины является разработка систем доставки лекарственных средств, в том числе на основе ферментов. Управление свойствами ферментов является практически значимой задачей. Исследования, проведенные в нашей лаборатории, показали, что активность ферментов в ковалентно связанных конъюгатах с магнитными частицами может регулироваться путем приложения магнитного поля. Данный способ манипулирования свойствами ферментов представляется перспективным и в случае комплексов, связанных электростатически. Образование комплексов магнитных частиц с ферментами с помощью нековалентного взаимодействия меньше искажает структуру фермента и позволит получить пробы, более чувствительные к изменению магнитного поля. В качестве магнитных наночастиц используются частицы  $Fe_3O_4$  (магнетит), которые благодаря сильной намагниченности и простоте модификации поверхности нашли широкое применение в клинических исследованиях, например, для магнитно-резонансной томографии и магнитной гипертермии. Для биомедицинских применений магнитные частицы должны быть функционализированы веществами, которые делают их биodeградируемыми и биосовместимыми в физиологической среде.

Цель нашей работы – получение комплекса нековалентным присоединением химотрипсина к магнитным наночастицам магнетита, покрытым полиаспарагиновой кислотой. Задачи, стоящие перед нами – приготовление растворов модифицированных наносuspензий магнитных частиц и химотрипсина, получение комплексов на их основе и изучение свойств полученных комплексов, а именно, измерение размеров частиц и их  $\zeta$ -потенциала.

Магнитная наносuspензия была получена при комнатной температуре путем добавления 2 мг магнитных наночастиц магнетита, покрытых полиаспарагиновой кислотой, в 1 мл цитратного буфера при  $pH=6,3$ . Полученная наносuspензия была центрифугирована в пробирке с мембраной 100 кДа в течение 21 минуты со скоростью 4173 оборотов/мин. После этого была приготовлена серия растворов магнитной суспензии с раствором  $\alpha$ -химотрипсина в исходной концентрации 10 мг/мл в соотношении 0,2 мл к 0,006, 0,06, 0,6 мл соответственно. Полученные растворы фильтровали через мембраны с размером пор 0,45 мкм. После фильтрации были исследованы размеры частиц образцов и измерен  $\zeta$ -потенциал с помощью DLS.

Исследования методом DLS показали наличие основного пика районе 100 нм при концентрациях химотрипсина 0,33 и 0,6 мг/мл в комплексе с магнитными наночастицами. Изменение  $\zeta$ -потенциала в сторону положительных значений при добавлении химотрипсина к модифицированным магнитным частицам свидетельствует об образовании комплекса.

Проведенные исследования показали, что оптимальные концентрации химотрипсина для образования нековалентных комплексов с наночастицами магнетита лежат в пределах от 0,33 до 0,6 мг/мл. В дальнейшие планы работы входит подбор оптимальных характеристик магнитного поля (интенсивность, частота) для управления активностью химотрипсина и получение более чувствительных к магнитному полю пробы.

### **Публикации студента:**

1. Паньшина Д.Д., *Изучение влияния технологических параметров на механические свойства и микроструктуру непрерывных базальтовых волокон*// **Тезисы докладов на студенческой научной конференции в 2012 году, с. 17**, [http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik\\_2\\_kurs\\_3\\_semestr\\_2012\\_final.pdf](http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik_2_kurs_3_semestr_2012_final.pdf)
2. Паньшина Д.Д., *Изучение взаимодействия тетракальций фосфата с полимерами*// **Тезисы докладов на студенческой научной конференции в 2012 году, с. 19**, [http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi\\_273479.html](http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi_273479.html)

Подвысоцкий Александр Сергеевич



Подвысоцкий Александр Сергеевич

**Изменение кинетических характеристик  $\alpha$ -  
химотрипсина при образовании нековалентного  
комплекса с магнетитом.**

Научный руководитель:  
проф., д.х.н., Клячко Н.Л.

Место выполнения работы:  
лаборатория химического дизайна биоматериалов  
кафедры энзимологии  
химического факультета МГУ  
Факультет наук о материалах



# **Изменение кинетических характеристик $\alpha$ -химотрипсина при образовании нековалентного комплекса с магнетитом.**

*Подвысоцкий А.С.*

*Руководитель: д.х.н., проф. Клячко Н.Л., химический факультет.*

В настоящее время одним из наиболее перспективных направлений в области медицины является направленная доставка лекарственных средств. В связи с этим встает вопрос о создании материалов, которые будут одновременно удовлетворять следующим параметрам: 1) биосовместимость; 2) химическая и физиологическая инертность; 3) низкая токсичность; 4) возможность контролировать местоположение внешними воздействиями и так далее. В качестве подобных материалов перспективно использовать комплексы, включающие в себя связанные белок и магнитные частицы. В этой связи встает задача получения и изучения всего многообразия данных систем. Анализ литературных источников показал, что данные системы мало изучены.

Целью настоящей работы является получение нековалентного комплекса  $\alpha$ -химотрипсина с магнетитом, стабилизированным полиглутаминовой кислотой, с последующим изучением кинетических характеристик фермента.

В литературе описаны различные методы синтеза магнетита. Среди них чаще всего используются: 1) диспергирование; 2) конденсация. Для стабилизации полученных частиц применяют: полиамиды; поликислоты; полиспирты; белки; различные блок-сополимеры, содержащие несколько функциональных групп. В нашем случае модификация поверхности частиц магнетита проводилась путем лигандного обмена (олеиновая кислота заменялась на полиглутаминовую).


Исходя из литературных данных, наиболее удобным и точным методом проверки получения данного комплекса при сливании растворов магнетита, стабилизированного поликислотой, и фермента является метод динамического светорассеяния. Величина, которая будет отражать наличие нужного комплекса, будет зета-потенциала, меняться в сторону положительных значений по отношению к потенциалу полиглутаминовой кислоты (-30 мВ - -20 мВ).


Для определения кинетических характеристик данного нековалентного комплекса используется свойство фермента катализировать химические реакции. Для  $\alpha$ -химотрипсина, катализирующего гидролиз BTNA, удобно использовать спектрофотометрическую детекцию образования продукта реакции (пара-нитроанилина, 1 продукт реакции) или титрометрическую детекцию (N-бензиол-L-тирозин, 2 продукт). Среди них наибольшей простотой и точностью определения отличается спектрофотометрический метод, поэтому при исследовании данных свойств мы будем применять его.

В литературе описано влияние магнитного поля на  $\alpha$ -химотрипсин (меняет свою конформацию). В связи с этим встает вопрос: какое влияние будет оказывать магнитное воздействие на данный комплекс? Для исследования данного вопроса будет использоваться установка с «переменным» вращательным магнитным полем. В зависимости от конформации фермента после действия поля кинетические характеристики могут меняться (в зависимости от параметров поля (интенсивность, частота) может происходить изменение конформации белка, что приведет к изменению его активности).

Подголина Дарья Константиновна



 МГУ имени М.В.Ломоносова  
Факультет наук о материалах




«Сенсорные свойства ферритов  
состава  $\text{Ni}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$  »

Подголина Дарья

Научный руководитель:  
д.х.н., доцент Румянцева М.Н.,  
аспирант Казин А.П.

Лаборатория химии и физики полупроводниковых и сенсорных  
материалов  
кафедра неорганической химии  
химический факультет



# Сенсорные свойства ферритов состава $Ni_xFe_{3-x}O_4$

Подголина Д.К.

Руководители: д.х.н., доц., Румянцева М.Н., асп. Казин А.П.

Ферриты являются хорошо изученной группой материалов, которые в основном применяются в электромагнитных устройствах. Но также ферриты имеют преимущества использования в резистивных газовых сенсорах по сравнению с традиционными сенсорными материалами на основе полупроводниковых оксидов металлов. Основным преимуществом является возможность регулировать их зонную структуру и природу активных центров на поверхности, изменяя катионный состав. Изменение соотношения железа и никеля в ферритах приводит к увеличению количества и изменению природы кислотных и основных центров на поверхности, что влияет на проводимость образцов при экспозиции в газовой смеси. В свою очередь, увеличение проводимости является преимуществом для практического применения материала в качестве резистивных газовых сенсоров.

Данная работа посвящена детальному анализу влияния физико-химических свойств ферритов  $Ni_xFe_{3-x}O_4$ , где ( $x = 0.5 ; 0.6 ; 0.8 ; 0.9 ; 1 ; 1.05 ; 1.1$ ), полученных методом пиролиза аэрозоля, на их сенсорные свойства.

Исследование выполняли методами рентгенофлуоресцентной спектроскопии (РФ), сканирующей электронной микроскопии, рентгеновской дифракции, низкотемпературной адсорбции азота, термопрограммируемой десорбции аммиака и мессбауровской спектроскопии. Провели исследование сенсорных свойств ферритов по отношению к  $NH_3$ ,  $CO$  и  $H_2S$  методом измерения электропроводности при различных температурах и концентрациях аммиака, угарного газа и сероводорода.

В продолжении наших исследования синтезированных нанокристаллических порошков ферритов  $Ni_xFe_{3-x}O_4$ , ( $x = 0.5; 0.6; 0.8; 1; 1.05; 1.1$ ) с размерами сферических агломератов 500-800 нм, размерами кристаллитов фазы со структурой шпинели 3-17 нм и величиной удельной поверхности порядка  $20 \text{ м}^2/\text{г}$  мы изучили сенсорную активность линейки никелевых ферритов состава  $Ni_xFe_{3-x}O_4$  по отношению к  $H_2S$  при различных концентрациях: 0,056 ppm, 2 ppm, 4 ppm, 7 ppm.

Анализ мессбауровских спектров показал, что в образцах с избыточным содержанием железа присутствует две фазы – обращенная шпинель никеля состава  $Ni_xFe_{3-x}O_4$  и фаза  $Fe_2O_3$ , в то время как в образцах с недостатком железа и в стехиометричном образце – только фаза шпинели.

Мы обнаружили, что сенсорный сигнал на  $H_2S$  четко подчиняется концентрационной зависимости для всего ряда образцов. Так же как и в случае с  $NH_3$  наибольшее отклонение, как в положительную, так и в отрицательную сторону, состава от стехиометрии по железу приводит к увеличению сенсорного сигнала относительно стехиометричного образца при детектировании сероводорода. В то время как промежуточные составы демонстрируют значительно меньший сенсорный отклик. Оптимальный отклик при всех концентрациях наблюдается при температурах в диапазоне 250-350 °С. Но также стоит отметить, что для сероводорода несколько понизилась нижняя температурная граница регистрирования сенсорного сигнала: для некоторых образцов сигнал регистрировался уже при 50 °С.

## Публикации студентки:

1. Подголина Д.К. Синтез ферритов состава  $Ni_xFe_{2+y}O_4$  для газовых сенсоров // Сборник тезисов конференции "Ломоносов - 2012", г. Москва, 9-13 апреля 2012 г.

2. Подголина Д.К. Синтез ферритов состава  $Ni_xFe_{2+y}O_4$  для газовых сенсоров// Тезисы докладов на студенческой научной конференции в 2011 г., стр. 18, [http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik\\_2\\_kurs\\_3\\_semestr\\_2012\\_final.pdf](http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik_2_kurs_3_semestr_2012_final.pdf)
3. Подголина Д.К. Кислотно-основные свойства ферритов состава  $Ni_xFe_{2+y}O_4$  для газовых сенсоров// Тезисы докладов на студенческой научной конференции в 2011 г., стр. 21-22, [http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi\\_273479.html](http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi_273479.html)

**Тебеньков Павел Владимирович**



**Тебеньков Павел Владимирович**

**Влияние модификаторов на свойства  
катодных материалов на основе  $\text{Li}_{1+x}\text{V}_3\text{O}_8$**

**Научный преподаватель:  
доцент, к.х.н. Брылев О.А.**

**Место выполнения работы:  
Лаборатория неорганического материаловедения  
кафедры неорганической химии химического факультета  
МГУ, факультет наук о материалах МГУ**

# Влияние модификаторов на свойства катодных материалов на основе $\text{Li}_{1+x}\text{V}_3\text{O}_8$

Тебеньков П.В.

**Руководитель:** к.х.н., доц. Брылев О.А.

Особое место среди катодных материалов для литий-ионных аккумуляторов занимают литий-ванадиевые бронзы состава  $\text{Li}_{1+x}\text{V}_3\text{O}_8$ , структура которых устойчива в широком интервале концентраций лития. Данные материалы могут быть получены твердофазным методом, а также с использованием методов «мягкой» химии.

Известно, что размер частиц непосредственно влияет на электрохимические характеристики катодных материалов, а использование криохимического синтеза позволяет получить катодные материалы с улучшенными электрохимическими характеристиками. До настоящего времени для получения литий - ванадиевых бронз этот метод практически не использовался. Поэтому целью данной работы является синтез литий - ванадиевых бронз состава  $\text{Li}_{1+x}\text{V}_3\text{O}_8$  с использованием криохимического метода. Также, при синтезе, в качестве модификаторов при синтезе использовали полиэтиленгликоль (ПЭГ) с различной молекулярной массой и  $\text{ZnCl}_2$ . Последний был добавлен в готовые образцы литий-ванадиевых бронз с помощью метода криопротитки.

Для приготовления криохимических прекурсоров варьировали рН исходного раствора (3,4,8), а также массовое содержание модификаторов. Термообработка материалов проведена при 450-550°C. Полученные материалы исследованы методами рентгеновской дифрактометрии, растровой электронной микроскопии, термического анализа и гальваностатического циклирования.

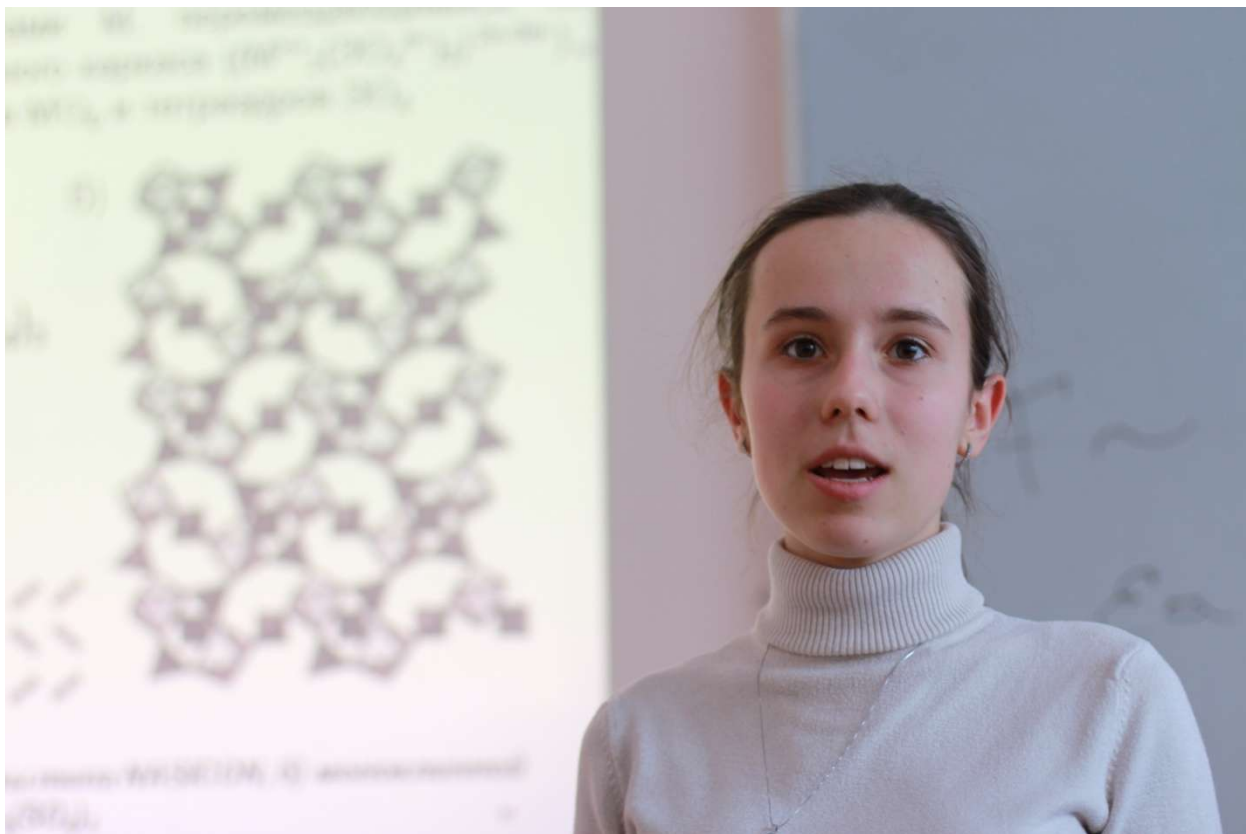
По данным РФА наиболее однофазные образцы были получены при рН=8. По данным растровой электронной микроскопии, с увеличением рН размер частиц уменьшается. При введении полиэтиленгликоля в качестве темплата наименьший размер частиц наблюдается при содержании 2% ПЭГ(2000г/моль) ( $\approx 450\text{нм} \times 200\text{нм}$  для образца, полученного при рН8 и отжиге 550°C). Исследования методом гальваностатического циклирования показали, что при добавлении полиэтиленгликоля увеличивается начальная разрядная емкость (258 мАч/г для образца 2% ПЭГ(2000г/моль) и 163 мАч/г для образца без ПЭГ), но ухудшается стабильность материала при циклировании (148 мАч/г для образца 2% ПЭГ(2000г/моль) и 165 мАч/г для образца без ПЭГ после 10 циклов). Это, по-видимому, связано с различной морфологией полученных материалов.

В случае добавления  $\text{ZnCl}_2$  размер частиц увеличивается по сравнению с исходным материалом ( $\approx 700\text{нм} \times 250\text{нм}$  и  $\approx 4\text{мкм} \times 900\text{нм}$  для образцов, полученного при рН8, без  $\text{ZnCl}_2$  и добавлении 10%  $\text{ZnCl}_2$ , соответственно). В дальнейшем планируется провести анализ электрохимических характеристик образцов, полученных при добавлении  $\text{ZnCl}_2$ .

## Публикации студента:

1. Тебеньков П.В. Криохимический синтез катодных материалов на основе  $\text{Li}_{1+x}\text{V}_3\text{O}_8$  для литий-ионных аккумуляторов // **Научно-исследовательская работа студентов ФНМ МГУ в 3 семестре. Тезисы докладов на научной студенческой конференции**, г. Москва 2012 г., С.19  
[http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik\\_2\\_kurs\\_3\\_semestr\\_2012\\_final.pdf](http://www.fnm.msu.ru/documents/8/Sbornik_2_kurs_3_semestr_2012_final.pdf)
2. Тебеньков П.В. Влияние полиэтиленгликоля на свойства катодных материалов на основе  $\text{Li}_{1+x}\text{V}_3\text{O}_8$  // **Научно-исследовательская работа студентов ФНМ МГУ в 4 семестре. Тезисы докладов на студенческой научной конференции**, г.Москва 2012 г., С.22 [http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi\\_273479.html](http://www.nanometer.ru/2012/07/11/tezisi_273479.html)

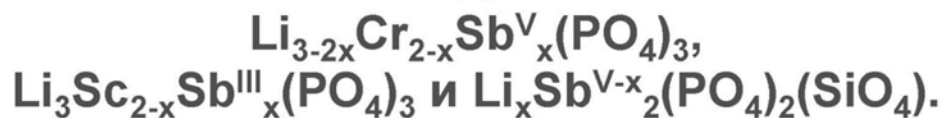
**Чумакова Валентина Тарасовна**



*Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова  
Факультет наук о материалах  
Химический факультет  
Кафедра неорганической химии  
Лаборатория химии и физики полупроводниковых и сенсорных  
материалов*

**Чумакова Валентина Тарасовна**

**Синтез и исследование твёрдых  
растворов замещения на основе  
сложных фосфатов лития-хрома  
и лития-скандия составов**



**Научные руководители:**

*проф. д.х.н. Комиссарова Л.Н.,  
аспирант 3 г. о. ФНМ Соловьёв О.И.*

**Синтез и исследование твёрдых растворов замещения на основе  
сложных фосфатов лития-хрома и лития-скандия составов  
 $\text{Li}_{3-2x}\text{Cr}_{2-x}\text{Sb}^{\text{V}}_x(\text{PO}_4)_3$ ,  $\text{Li}_3\text{Sc}_{2-x}\text{Sb}^{\text{III}}_x(\text{PO}_4)_3$  и  $\text{Li}_x\text{Sb}^{\text{V-x}}_2(\text{PO}_4)_2(\text{SiO}_4)$ .**

*Чумакова В.Т.*

Руководители: д.х.н., проф. Комиссарова Л.Н., асп. ФНМ Зг/о Соловьёв О.И.

Сложные фосфаты с каркасными структурами представляют значительный интерес в качестве катион-проводящих твёрдых электролитов, в частности для использования в качестве аккумуляторных и сенсорных материалов, а также катализаторов. Среди соединений такого типа наиболее интересны фазы со структурой типа NASICON. В этой структуре катионы  $\text{M}^+$  перемещаются по частично заселённым позициям внутри трехмерного каркаса  $\{(\text{M}^{\text{n}+}_2(\text{EO}_4^{\text{m}-})_3)^{2\text{n}-3\text{m}}\}_\infty$  ( $\text{n}=2-5$ ,  $\text{m}=2-4$ ), состоящего из октаэдров  $\text{M}'\text{O}_6$  и тетраэдров  $\text{EO}_4$ . Электрофизические свойства исследуемых фаз можно улучшить в результате изо- и гетеровалентного замещения как в катионной, так и в анионной части.

Настоящая работа была посвящена решению следующих задач: 1) исследование возможности получения твердых растворов различных составов:  $\text{Li}_{3-2x}\text{Cr}_{2-x}\text{Sb}^{\text{V}}_x(\text{PO}_4)_3$ ,  $\text{Li}_3\text{Sc}_{2-x}\text{Sb}^{\text{III}}_x(\text{PO}_4)_3$  и  $\text{Li}_x\text{Sb}^{\text{V}}_2(\text{PO}_4)_2(\text{SiO}_4)$ , 2) синтез однофазных образцов, 3) изготовление плотной керамики, 4) исследование электрофизических свойств.

Объекты исследования получали твердофазным методом. В качестве исходных реактивов использовали  $\text{Li}_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ,  $\text{Sb}_2\text{O}_5$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ,  $\text{SiO}_2$  квалификации не ниже ч.д.а. Стехиометрические смеси реагентов перетирали под слоем ацетона, затем высушивали на воздухе при температуре 50-60°C. Отжиг проводили на воздухе в фарфоровых, алундовых или платиновых тиглях при медленном повышении температуры в электрических печах.

По результатам рентгенофазового анализа все образцы состава  $\text{Li}_{3-2x}\text{Sc}_{2-x}\text{Sb}^{+\text{5}}_x(\text{PO}_4)_3$  (отжиг при) 400-700°C и  $\text{Li}_{3-2x}\text{Cr}_{2-x}\text{Sb}^{+\text{5}}_x(\text{PO}_4)_3$  (отжиг при) 400-500°C рентгеноаморфны. Образцы  $\text{Li}_{3-2x}\text{Cr}_{2-x}\text{Sb}^{+\text{5}}_x(\text{PO}_4)_3$ , полученные при температуре 600°C, плохо закристаллизованы и содержат примеси. На их рентгенограммах прослеживается целевая фаза, сходная с соединением  $\text{TiSb}(\text{PO}_4)_3$  [25-981], которое имеет структуру NASICON. Образцы такого состава, отожженные при 700-900°C помимо целевой фазы содержат примеси простых фосфатов. Образцы  $\text{Li}_{3-2x}\text{Sc}_{2-x}\text{Sb}^{+\text{5}}_x(\text{PO}_4)_3$  (отжиг при 800°C) неоднородны. В них присутствует целевая фаза, установленная сравнением рентгенограмм образцов и двойного фосфата лития-скандия [78-1157]. Образцы такого состава, полученные при температурах отжига 900-1000°C, представляют собой целевую фазу, содержащую небольшие количества примесей. Однофазные образцы были получены при 1200°C. Образцы состава  $\text{Li}_x\text{Sb}^{\text{V-x}}_2(\text{PO}_4)_2(\text{SiO}_4)$ , отожженные при 600°C, аморфны. При повышении температуры до 700-900°C они неоднородны, в них присутствует целевая фаза. Она была установлена сравнением рентгенограмм образцов и двойного фосфата лития-сурьмы.

Полностью однофазным и пригодным для измерения функциональных свойств можно считать только образец  $\text{Li}_3\text{Sc}_{1,5}\text{Sb}_{0,5}(\text{PO}_4)_3$ , полученный при температуре отжига 1200°C. Для получения керамического образца исходную смесь прессовали в стальной пресс-форме без использования органических связующих, затем отжигали при температуре синтеза. Полученная «таблетка» имеет плотность порядка 95% от рентгенографической. Проводимость образца при комнатной температуре составляет  $1,7 \cdot 10^{-7}$  См/см, что на 2 порядка выше по сравнению с исходной фазой.



### **Публикации студентки:**

1. Чумакова В.Т., Саполетова Н.А., Получение инвертированных опалов из полипиррола// **XVIII Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов-2011»**, 2011, с.129.
2. Чумакова В.Т., Соловьёв О.И., Исследование возможности стабилизации различных степеней окисления Mn, Co, Ni в структурах сложных фосфатов типа NASICON// **XIX Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов-2012»**, 2012, с.262.
3. Чумакова В.Т., Исследование возможности стабилизации различных степеней окисления Mn, Co, Ni в структурах сложных фосфатов типа NASICON// **Тезисы докладов на научной студенческой конференции Научно-исследовательская работа студентов в 3 семестре**, ФНМ МГУ, 2012, с. 20.
4. Чумакова В.Т., Исследование возможности получения новых сложных фосфатов  $\text{Li}_y\text{Cr}_{2-x}\text{M}^{n+}_x(\text{PO}_4)_3$  (M = Mn, Co, Ni) и  $\text{Li}_{3-2x}\text{M}^{\text{III}}_{2-x}\text{Sb}^{\text{V}}_x(\text{PO}_4)_3$  (M=Cr, Sc, Sb) типа NASICON// **Тезисы докладов на научной студенческой конференции Научно-исследовательская работа студентов в 4 семестре**, ФНМ МГУ, 2012, с. 23.

Шароваров Дмитрий Игоревич



Московский Государственный  
Университет

Факультет наук о материалах

Шароваров Дмитрий Игоревич  
Студент 3 курса ФНМ

**Получение тонких пленок сверхпроводников  
состава**

**$\text{Nd}_{1-x}\text{Ca}_x\text{BaCu}_3\text{O}_7$  методом MOCVD**

Научный руководитель:  
с.н.с. ОИВТ РАН,  
к.х.н. Самойленков С.В.

Москва  
2013

# Получение тонких пленок сверхпроводников состава $\text{Nd}_{1-x}\text{Ca}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ методом МOCVD

*Шароваров Д.И.*

Руководитель: с.н.с. ОИВТ РАН, к.х.н. Самойленков С.В.

Тонкие пленки высокотемпературных сверхпроводников (ВТСП), благодаря своим исключительным токонесущим характеристикам при температуре жидкого азота (77К), являются перспективными материалами для применения в различных областях современной электроэнергетики и электроники. Наиболее исследованными из ВТСП-пленочных материалов являются пленки  $\text{R}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ , где R – редкоземельный элемент. При этом хорошо известно, что гетеровалентное допирование сверхпроводников  $\text{R}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  приводит к существенному изменению сверхпроводящих свойств из-за изменения концентрации носителей заряда.

Целью настоящей работы было изучение возможности управления некоторыми практически важными сверхпроводящими характеристиками ВТСП-пленок посредством гетеровалентного допирования. Для этого был синтезирован новый летучий комплекс кальция состава  $\text{Ca}(\text{thd})_2 \cdot \text{TMEDA}$  ( $\text{thd} = 2,2,6,6$ -тетраметилгептандион-3,5, TMEDA - тетраметилэтилендиамин) и исследована его структура. С его использованием получены и исследованы тонкие пленки состава  $\text{Nd}_{1-x}\text{Ca}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ . (Исходя из литературных данных и ионных радиусов, мы предполагали, что замещение кальцием происходит преимущественно в позицию неодима.)

Для получения кристаллов  $\text{Ca}(\text{thd})_2 \cdot \text{TMEDA}$ , синтезированный комплекс растворяли в смеси бензола с гексаном. Мы использовали смесь растворителей, так как в чистых бензоле и гексане  $\text{Ca}(\text{thd})_2 \cdot \text{TMEDA}$  очень хорошо растворим, что затрудняет рост кристаллов. Далее растворитель медленно удалялся в атмосферу из приоткрытой пробирки в течение нескольких недель. Таким образом были получены кристаллы  $\text{Ca}(\text{thd})_2 \cdot \text{TMEDA}$  с размерами порядка мм. Для получения тонких пленок состава  $\text{Nd}_{1-x}\text{Ca}_x\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  ( $x = 0.03, 0.05$ ) смешивали рассчитанное количество летучих  $\beta$ -дикетонатов неодима, кальция, бария и меди. Значения  $x$  рассчитывались для исходных прекурсоров. Для бария использовала разнолигандный комплекс с орто-фенантролином. Смесь тщательно перетирали в ступке и переносили в дозирующее устройство лабораторной установки химического осаждения из паровой фазы (МOCVD). В качестве подложки для роста тонких пленок использовали ленты из никелевого сплава с нанесенными буферными слоями. Сублимацию прекурсоров проводили при температуре  $250^\circ\text{C}$ , а осаждение пленки – при температуре  $830^\circ\text{C}$  и давлении 5 мбар. После осаждения образец остывал в условиях осаждения до  $500^\circ\text{C}$ , а затем охлаждался в атмосфере чистого кислорода до комнатной температуры со скоростью  $100^\circ\text{C}/\text{час}$ . Медленное охлаждение в кислороде было необходимо для обеспечения полного окисления пленки ВТСП.

Элементный и фазовый состав синтезированного комплекса был исследован с помощью С,N,H– и рентгенофазового анализа. Сделан вывод о том, что полученный продукт имеет состав  $\text{Ca}(\text{thd})_2 \cdot \text{TMEDA}$  и не содержит примесей. Рентгеноструктурный анализ монокристалла показал, что нейтральный лиганд TMEDA входит в координационную сферу кальция, и что  $\text{Ca}(\text{thd})_2 \cdot \text{TMEDA}$  является молекулярным соединением. Полученные пленки сверхпроводника исследовали методами рентгенофазового анализа. В результате проделанной работы осаждены сверхпроводящие пленки составов  $\text{Nd}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ ,  $\text{Nd}_{0,97}\text{Ca}_{0,03}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  и  $\text{Nd}_{0,95}\text{Ca}_{0,05}\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ , получены и обработаны результаты рентгенофазового анализа. А так же обработаны результаты рентгенофазового анализа и рентгеноструктурного анализа для нового летучего соединения кальция  $\text{Ca}(\text{thd})_2 \cdot \text{TMEDA}$ .



## Исследование фотокаталитической активности зольей $\text{CeO}_{2-\gamma}$ и $\text{Ce}_{1-x}\text{Gd}_x\text{O}_{2-\delta}$ , стабилизированных цитратом аммония

*Шекунова Таисия Олеговна*

Научный руководитель:  
к.х.н. Иванова О.С.

Работа выполнена:  
Лаборатория химической синергетики,  
Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН

# Исследование фотокаталитической активности золей $\text{CeO}_{2-\gamma}$ и $\text{Ce}_{1-x}\text{Gd}_x\text{O}_{2-\delta}$ , стабилизированных цитратом аммония

Шекунова Т.О.

Руководитель: к.х.н., н.с. Иванова О.С.

Диоксид церия и материалы на его основе находят широкое применение в высокотехнологических отраслях промышленности. В частности, будучи широкозонным полупроводником,  $\text{CeO}_2$  может быть использован в качестве компонента, поглощающего УФ-излучение в солнцезащитной косметике. Однако к настоящему времени данные о фотокаталитической активности нанокристаллического диоксида церия и твердых растворов на его основе являются крайне фрагментарными.

В связи с этим целью нашей работы явилось изучение фотокаталитической активности золей  $\text{CeO}_{2-\gamma}$  и  $\text{Ce}_{1-x}\text{Gd}_x\text{O}_{2-\delta}$ , стабилизированных цитратом аммония. Были поставлены следующие задачи: 1) синтезировать золи диоксида церия и  $\text{Ce}_{1-x}\text{Gd}_x\text{O}_{2-\delta}$  ( $x=0.1; 0.15; 0.2$ ), стабилизированные цитратом аммония; 2) исследовать полученные золи различными физико-химическими методами; 3) изучить фотокаталитическую активность золей  $\text{CeO}_{2-\gamma}$  и  $\text{Ce}_{1-x}\text{Gd}_x\text{O}_{2-\delta}$ .

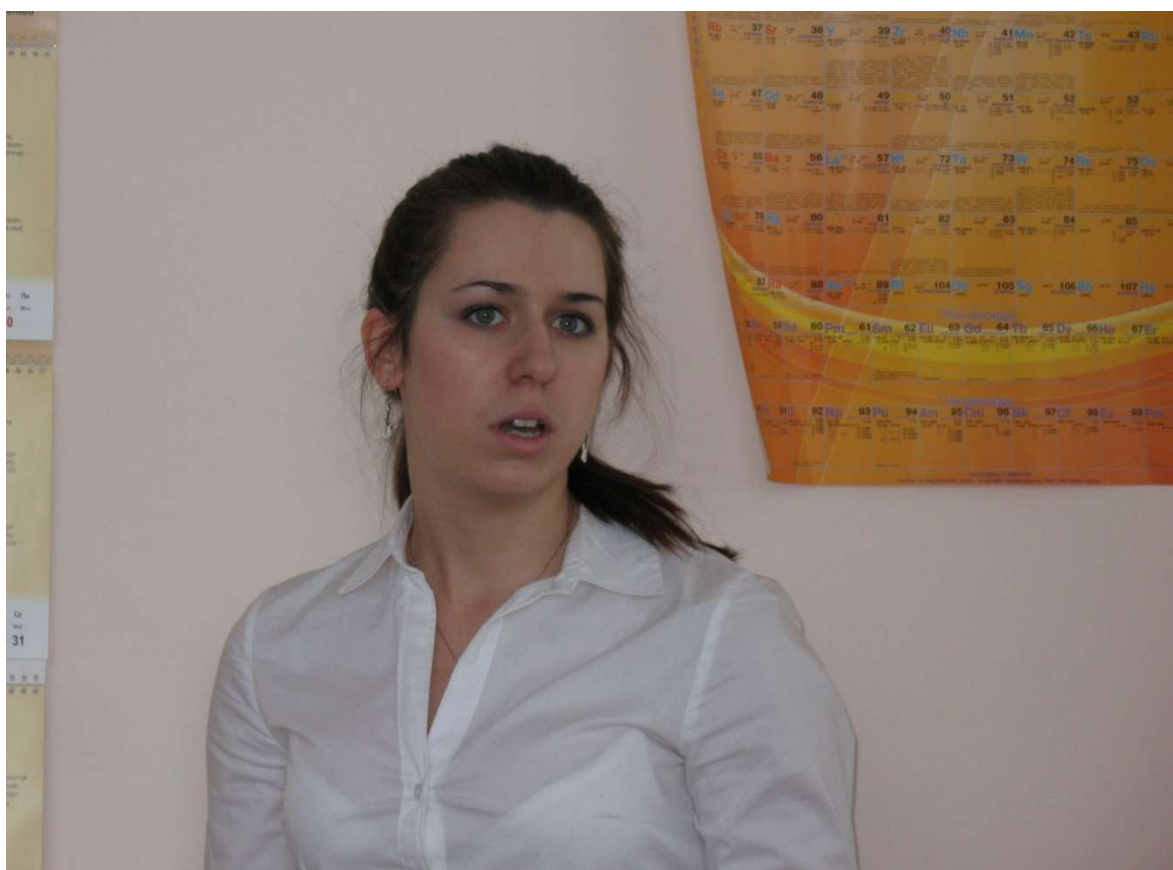
Золь диоксида церия был синтезирован осаждением водным раствором аммиака (3М) из смешанного раствора нитрата церия (III) и лимонной кислоты с концентрацией 0.1М, и мольным соотношении исходных реагентов 1:1. Золи  $\text{Ce}_{1-x}\text{Gd}_x\text{O}_{2-\delta}$  ( $x=0.1; 0.15; 0.2$ ) получали аналогичным методом, однако вместо  $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$  использовали раствор  $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$  с  $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3$  с общей концентрацией 0.05М. Для проведения экспериментов по определению фотокаталитической активности полученные золи промывали и редиспергировали. Синтезированные золи были проанализированы методами УФ-видимой спектроскопии, РФА, ПЭМ и КР-спектроскопии.

С помощью метода УФ-видимой спектроскопии регистрировали полосу поглощения диоксида церия. ШЗЗ для  $\text{CeO}_{2-\gamma}$  составила  $\sim 3.7$  эВ а для  $\text{Ce}_{1-x}\text{Gd}_x\text{O}_{2-\delta}$  – 3.6 эВ, что свидетельствует о малом размере частиц. Согласно данным РФА, все образцы являются однофазными и обладают кристаллической структурой флюорита. Размер областей когерентного рассеяния (ОКР)  $\text{CeO}_{2-\gamma}$  равен 3.3 нм,  $\text{Ce}_{0.8}\text{Gd}_{0.2}\text{O}_{2-\delta}$  – 2.6 нм. По данным ПЭМ видно, что золь  $\text{CeO}_{2-\gamma}$  состоит из слабоагрегированных частиц со средним размером 2.8 нм. Прямое подтверждение факта образования твердых растворов было получено на основании анализа данных КР-спектроскопии. На рамановских спектрах всех образцов  $\text{Ce}_{1-x}\text{Gd}_x\text{O}_{2-\delta}$  ( $x=0.1; 0.15; 0.2$ ) помимо основного пика с максимумом в области  $452\text{--}456\text{ см}^{-1}$ , соответствующего симметричным колебаниям связи  $\text{Ce}\text{--}\text{O}(8)$ , наблюдаются также уширенные пики в области  $550$  и  $610\text{ см}^{-1}$ , соответствующие образованию кислородных вакансий в диоксиде церия при допировании элементами другой валентности и кислородной нестехиометрии.

В ходе экспериментальной работы были изучены зависимости скорости фотодегradации кристаллического фиолетового от концентрации промытого золя диоксида церия (0.002, 0.005, 0.02М) и температуры (27, 37, 47<sup>0</sup>С). На основании полученных данных было установлено, что скорость фотодеструкции красителя в золях  $\text{CeO}_{2-\gamma}$  достаточно мала (0.02-0.18 %/мин) и примерно на порядок меньше, чем в присутствии контрольного образца  $\text{TiO}_2$ . Скорость фотодеструкции кристаллического фиолетового в золях  $\text{Ce}_{1-x}\text{Gd}_x\text{O}_{2-\delta}$  ( $x=0.1; 0.15; 0.2$ ) также незначительна и составляет  $\sim 0.03$  %/мин.

Таким образом, по результатам проделанной работы можно сделать вывод о низкой фотокаталитической активности золей  $\text{CeO}_{2-\gamma}$  и  $\text{Ce}_{1-x}\text{Gd}_x\text{O}_{2-\delta}$ , стабилизированных цитратом аммония, по сравнению с  $\text{TiO}_2$ .

Шлёнская Наталья Николаевна



# Иммобилизация и свойства квазидвумерных наночастиц дисульфида молибдена

Шлёнская Наталья Николаевна

Научный руководитель:  
к.х.н., доцент Васильев Р. Б.

Место выполнения работы:  
Лаборатория химии и физики полупроводниковых и сенсорных  
материалов химического факультета МГУ  
Факультет наук о материалах МГУ

Thursday, January 24, 13

# Исследование влияния стабилизаторов на формирование и рост двумерных частиц SnS<sub>2</sub>

*Шлёнская Н.Н.*

Руководитель: к.х.н., доцент Васильев Р.Б., ФНМ

После открытия графена, обладающего уникальными оптоэлектронными свойствами [1], интерес к двумерным наносистемам резко возрос. Это объясняется в первую очередь перспективами применения в фото-, электро- и магнитных устройствах. Но, несмотря на это, в настоящее время очень мало работ посвящено растворному синтезу графеноподобных частиц в органической среде. Поэтому целью данной работы был синтез двумерных наночастиц дисульфида олова, а также исследование возможности их стабилизации в неполярных органических растворителях. Выбор SnS<sub>2</sub> был обоснован слоистой природой этого соединения, что предполагает возможность роста частиц с двумерной морфологией. С другой стороны, SnS<sub>2</sub> представляет интерес как широкозонный полупроводник с шириной запрещенной зоны порядка 2.17 эВ [2].

Синтез проводили в высококипящем некоординирующем растворителе 1-октадецене, исходя из олеата олова (IV) и серы. Олеат был предварительно получен в том же растворителе из безводного ацетата олова (IV) и олеиновой кислоты путем нагревания смеси при температуре ~ 150°C до полной отгонки уксусной кислоты. Серу, растворенную в 1-октадецене, инжектировали в нагретый до ~ 220°C раствор олеата олова. Время роста наночастиц SnS<sub>2</sub> составило 5 мин.

В работе было систематически изучено влияние различных аминов на формирование и стабилизацию наночастиц. В качестве стабилизаторов были выбраны следующие амины: первичный – додециламин (ДДА), вторичные – метилстеариламин (МСА) и гексаметилсилиламин (ГМСА), третичные – триоктиламин (ТОА) и нонаметилсилиламин (НМСА). В результате было выявлено, что третичные амины способствуют формированию графеноподобных частиц, в то время как первичные и вторичные амины приводят к аморфным неструктурированным частицам. Это может быть объяснено комплексообразованием первичных и вторичных аминов с оловом (IV), что существенно замедляет реакцию образования SnS<sub>2</sub>.

С помощью просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии была изучена морфология частиц. Было выявлено, что частицы имеют размеры в пределах 100-500 нм и толщину ~ 5 нм. На основе исследований ПЭМ был выбран лучший образец, который дополнительно был изучен методом рамановской спектроскопии и рентгеновской дифракции. На основе этих данных был подтвержден фазовый состав частиц – 2Т модификация SnS<sub>2</sub>. Также был исследован состав стабилизатора методом инфракрасной спектроскопии, которая показала, что поверхность частиц покрыта длинноцепочечными молекулами (олеиновая кислота) и молекулами стабилизатора (НМСА). Методом оптической спектроскопии поглощения было доказано, что частицы имеют полупроводниковую природу с шириной запрещенной зоны ~ 2.8 эВ, что несколько больше литературных данных для объемных кристаллов SnS<sub>2</sub>.

Таким образом, можно утверждать, что нами была успешно предложена методика синтеза и стабилизации двумерных наночастиц дисульфида олова в неполярной органической среде.

## Список литературы

1. Novoselov K.S., Geim A.K., Morosov S.V., Electric field effect in atomically thin carbon films, Science, 2004, vol. 306, 666-669

2. Дубровский Г.Б., Шелых А.И., Фотоэлектрические свойства дисульфида олова, Физика твердого тела, 1998, том 40, №8, с. 1426

**Публикации студентки:**

1. Шлёнская Н.Н. Синтез наночастиц SnS<sub>2</sub> в коллоидном растворе// Сборник тезисов зимней конференции студентов 2 курса ФНМ МГУ, г. Москва, январь 2012 г.
2. Шлёнская Н.Н. Синтез и исследование наночастиц SnS<sub>2</sub> в коллоидном растворе// Сборник тезисов конференции «Ломоносов-2012», г. Москва, апрель 2012 г.



## *Немного об экзаменаторах...*



Куратор 3го курса ФНМ – к.т.н. Сафронова Татьяна Викторовна



к.ф.-м.н. Климонский Сергей Олегович



к.х.н. Шаталова Татьяна Борисовна



Справа: к.т.н. Тарасовский Вадим Павлович



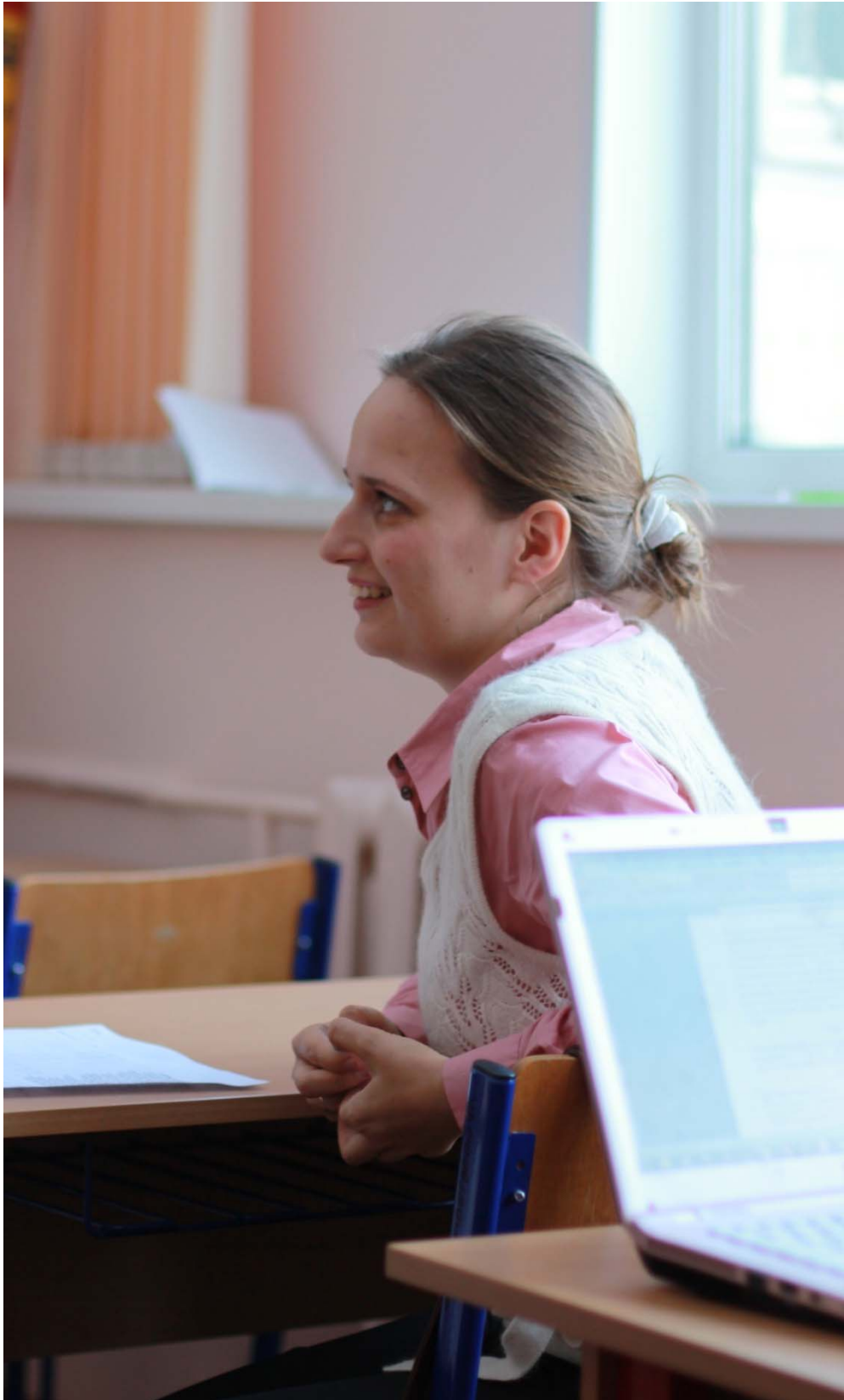
Справа: инженер Белоусов Юрий Александрович



к.х.н. Фадеева Инна Вилоровна задает вопрос



к.т.н. Фомин Александр Сергеевич



к.х.н. Колесник Ирина Валерьевна



к.т.н. Свентская Наталья Валерьевна



к.х.н. Иткис Данила Михайлович: “Уточните, пожалуйста, по поводу двойного электрического слоя...”



к.ф.-м.н. Климонский Сергей Олегович просматривает тезисы





Внимание



Энергия и опыт



Доброжелательность



Понимание



Заинтересованность



Наука, производство, образование



Целеполагание



Объективность

## ***Рабочие моменты конференции***



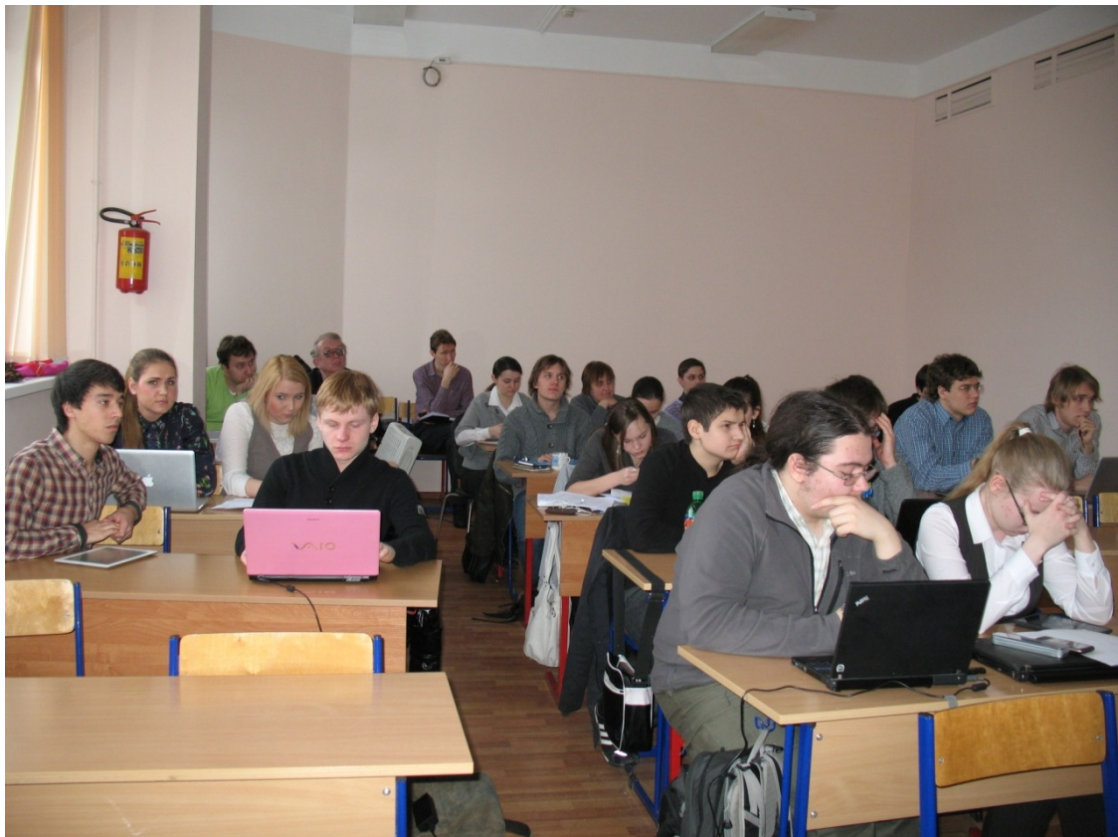
Вопрос по сути.



Не потерять ни минуты.



Мы все в одной лодке (аудитории).

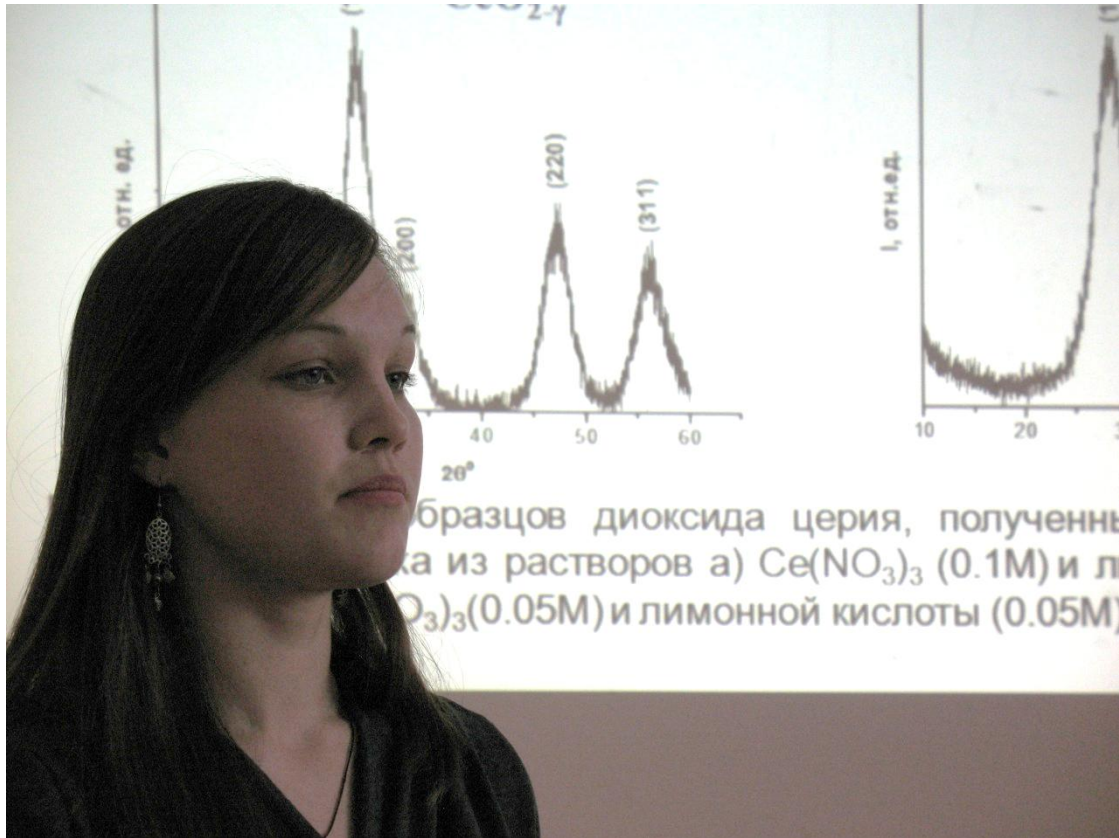




Слушаем, готовимся, сопереживаем



Сосредоточенность



Целеустремленность



Сколько там до моего доклада...





Кошкодаев в последнем ряду.



Выбор



Интересно



Понятно



Поточнее, пожалуйста...

Эффективная толщина слоя  $SrFe_{12}O_{19}$  нм:

Состав стекла	pH	Воздействие	Эффективная толщина (время выдержки 30 мин.), нм
$14SrO \cdot 6Fe_2O_3 \cdot 12B_2O_3$ (G)	3,9	Ультразвук	0,7
		$H \neq const$ (5 Гц)	1,4
		$H = const$ (3 кЭ)	0,8
	3,5	без воздействий	0,3
3,0	0,7		
G + $Cr_2O_3$	2,2		0,3
			1,9

ТОЛЩИНА, нм

$G + Cr_2O_3$  ( $\omega = 1\%$ )

t, МИН

5

Наглядно



Обаяние





Безупречный доклад



Краткость и красноречие

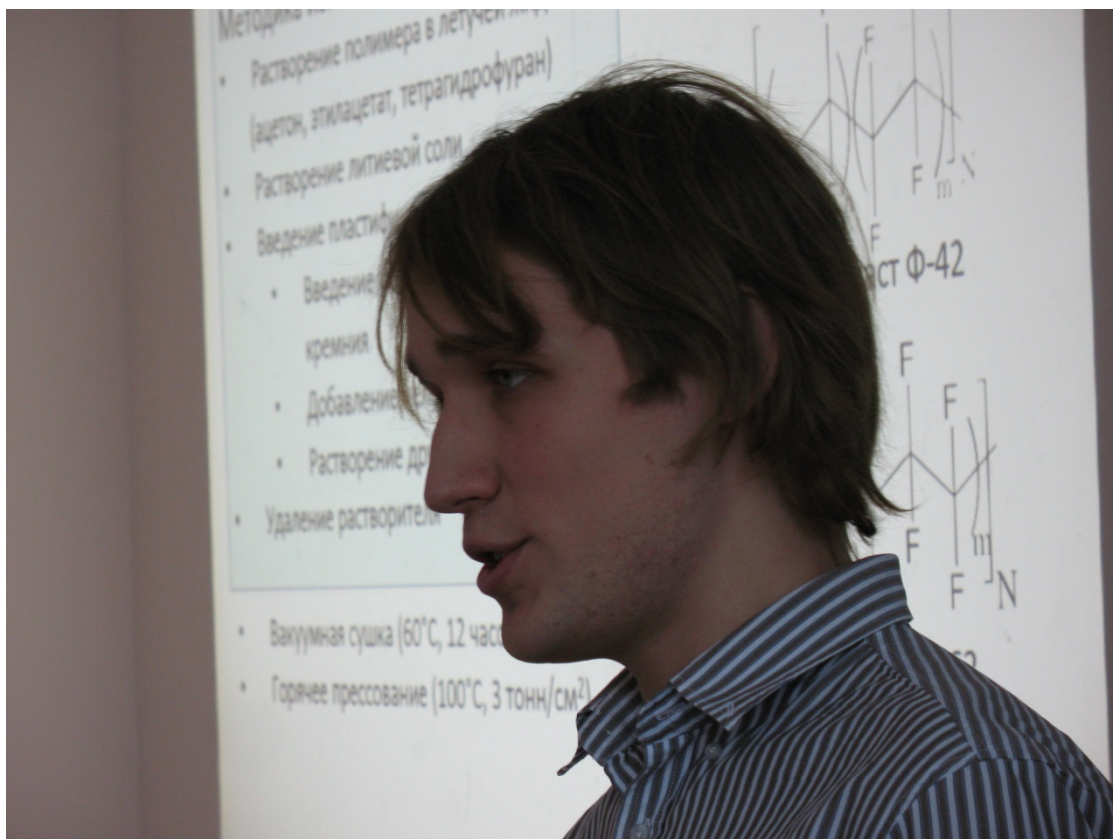


Спокойствие и тревожность

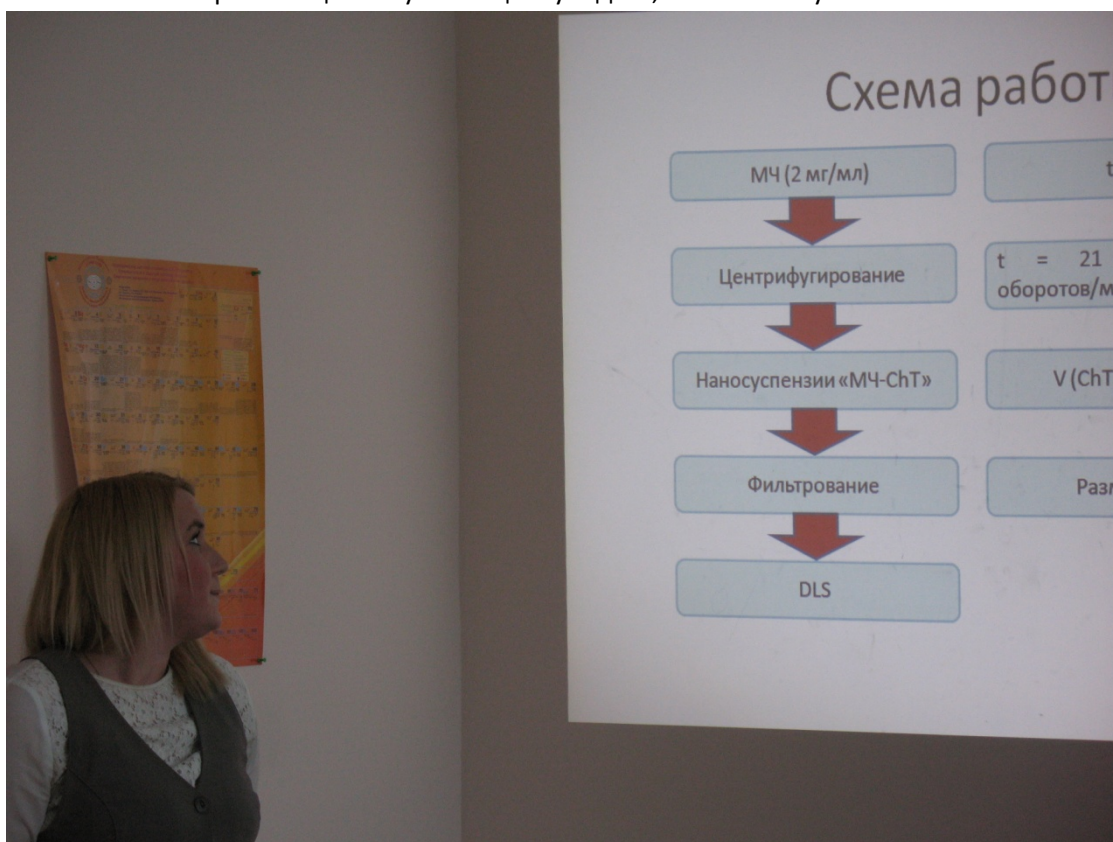




Я знаю пароль, я вижу ориентир...



О презентациях: Лучше еще и увидеть, чем только услышать...

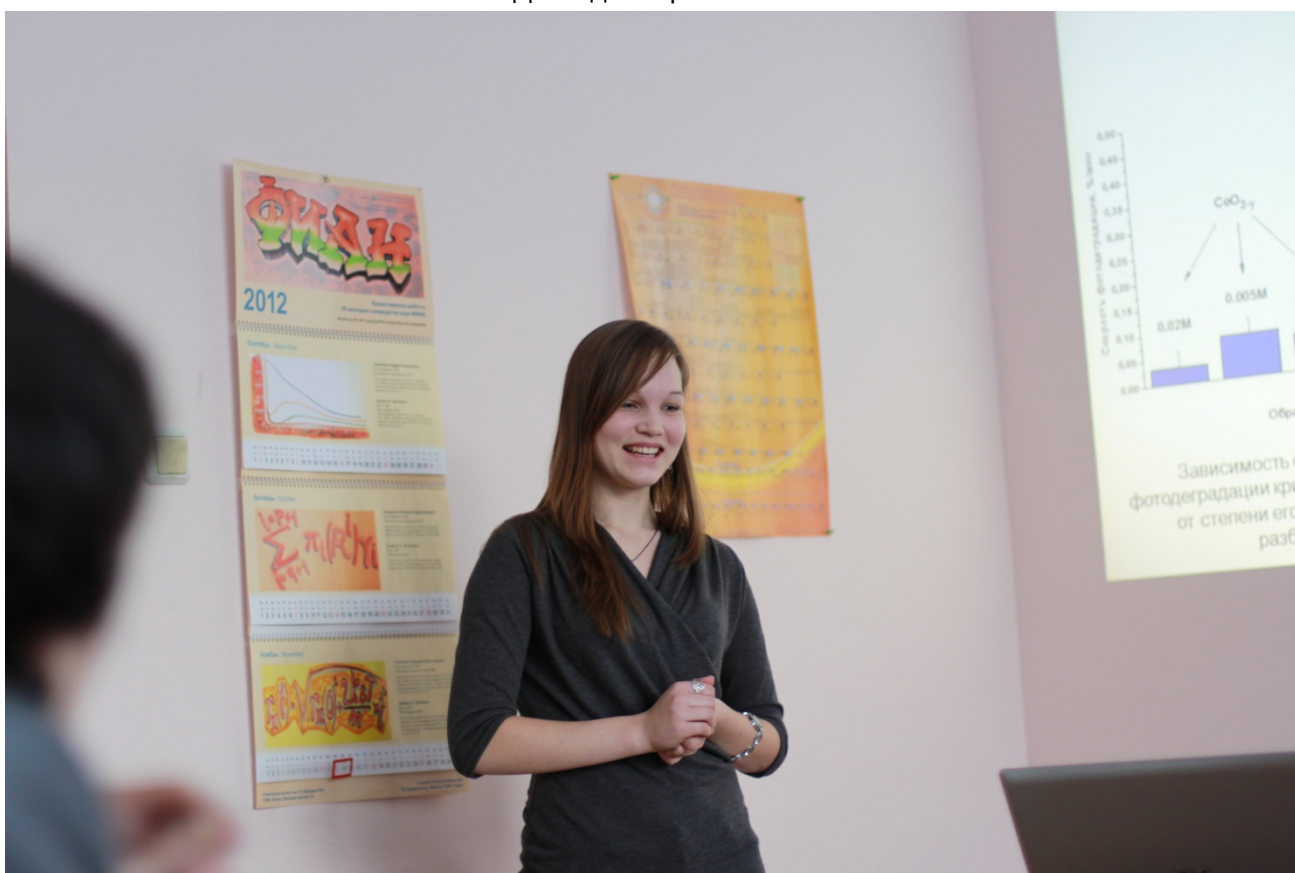




Объясняю детали.



Доклад завораживает.



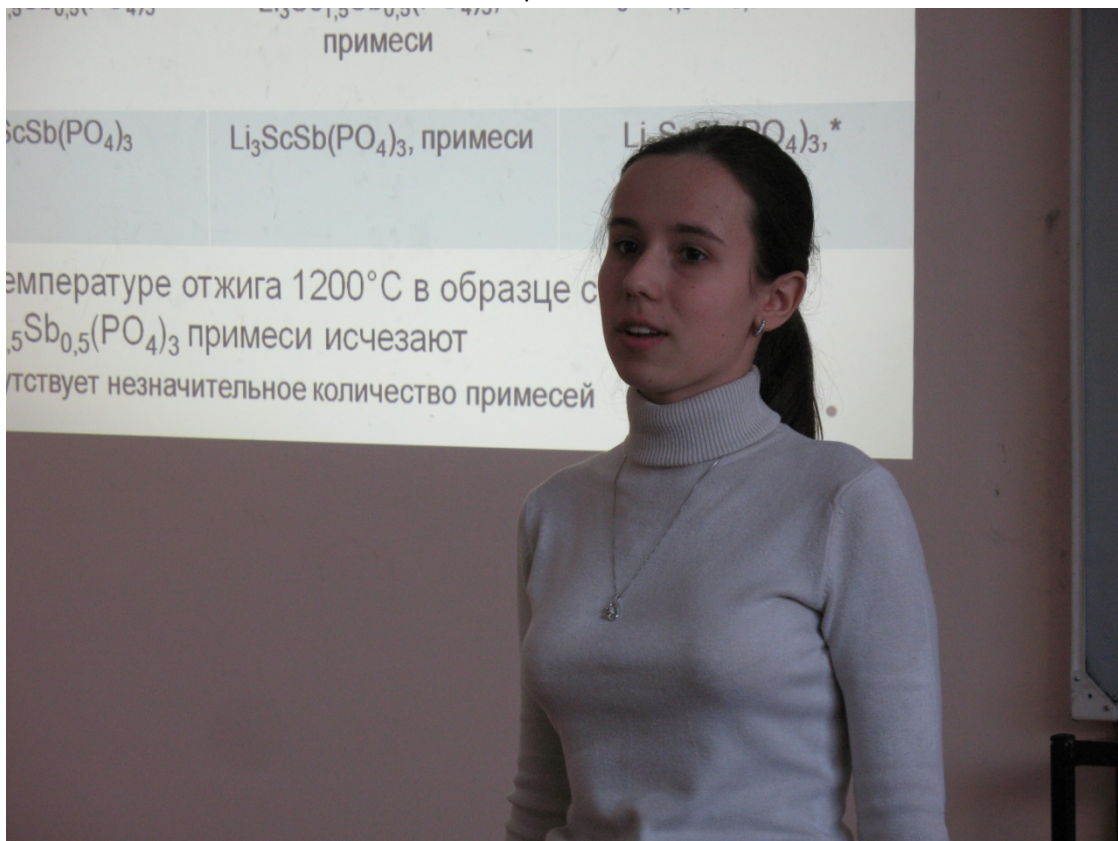
Как приятно, когда все понятно.



Романтика



Сопереживание



Борьба



Уверенность



ОСНОВЫ





У Михаила вопрос к однокурснику.



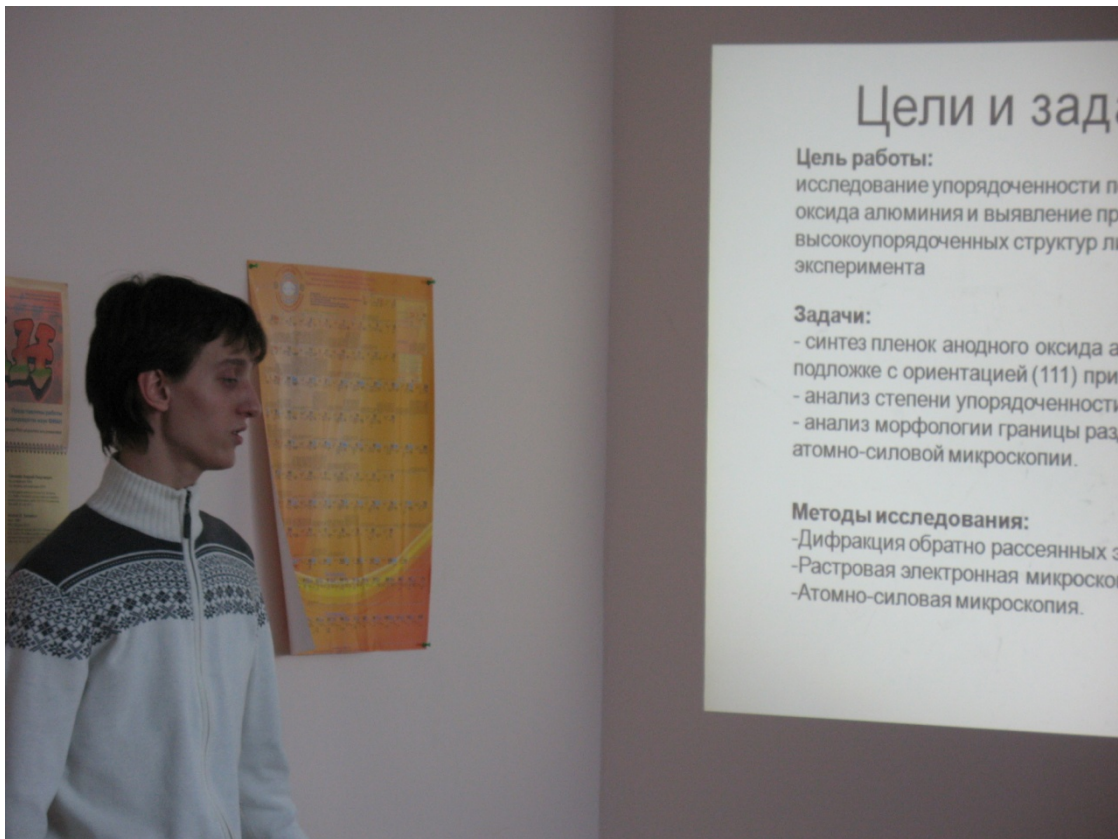
Находчивость



Кто у нас далее по списку...



Росляков И.В.: “Руководство предполагает контроль...”



Упорядоченность...



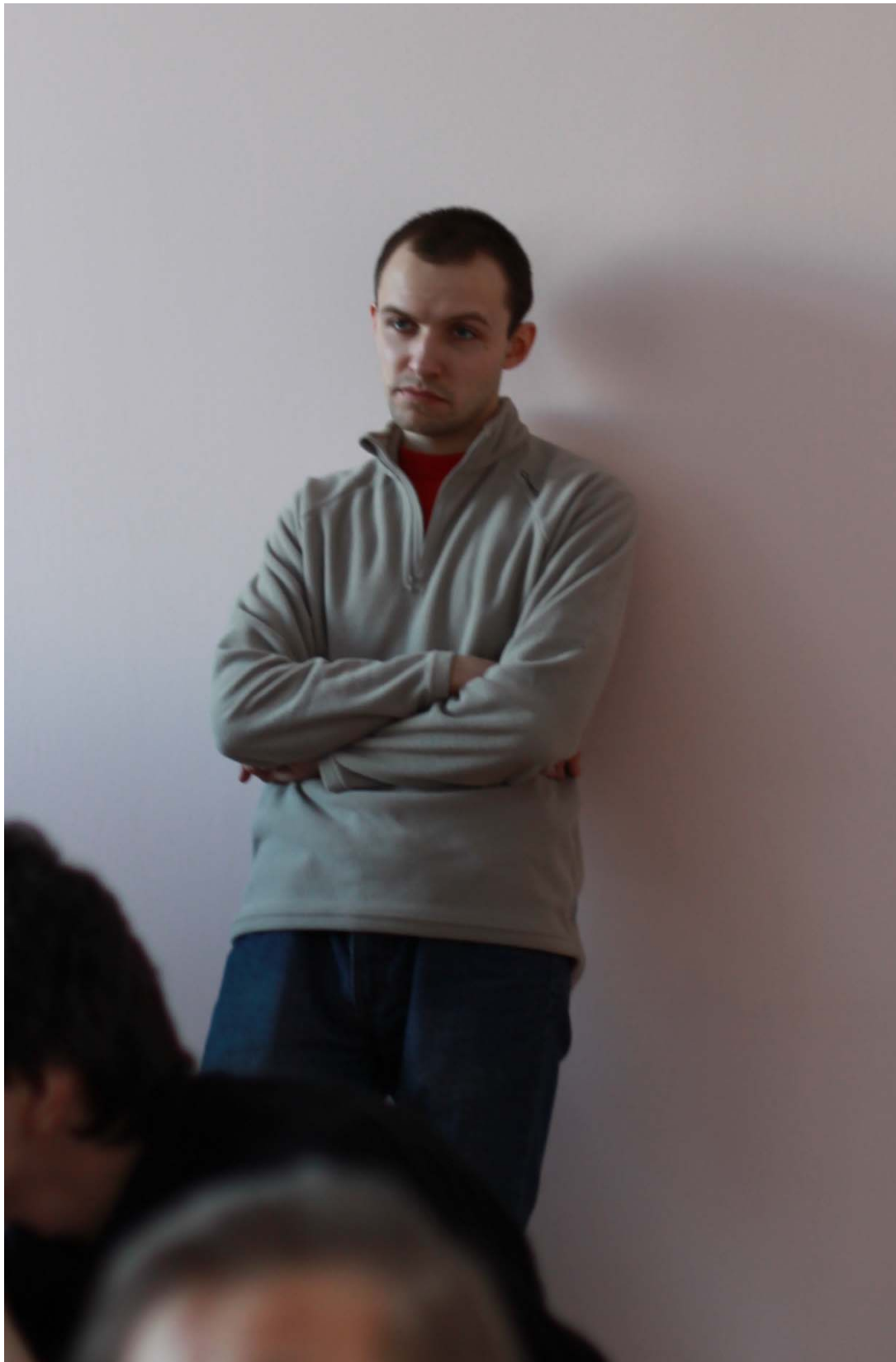
Петухов Д.И.: “Я могу гордиться Берекчияном”



Это были очень заинтересованные слушатели



Ответы на вопросы



Росляков И.В.: “Руководство предполагает контроль... и разбор полетов.”



Фосфаты кальция, биополимеры, энзимология. Все логично.



Поддержка друзей.



Похоже, что вопросов многовато.



Но и ответы есть.





Найти причину.



Усталость? Нет. Выносливость.



Доже бой... Може бой... Боже мой...



Надежда



Преодоление



Про керамику хотелось бы доклад. Или про стекло. Или про авиационные материалы.



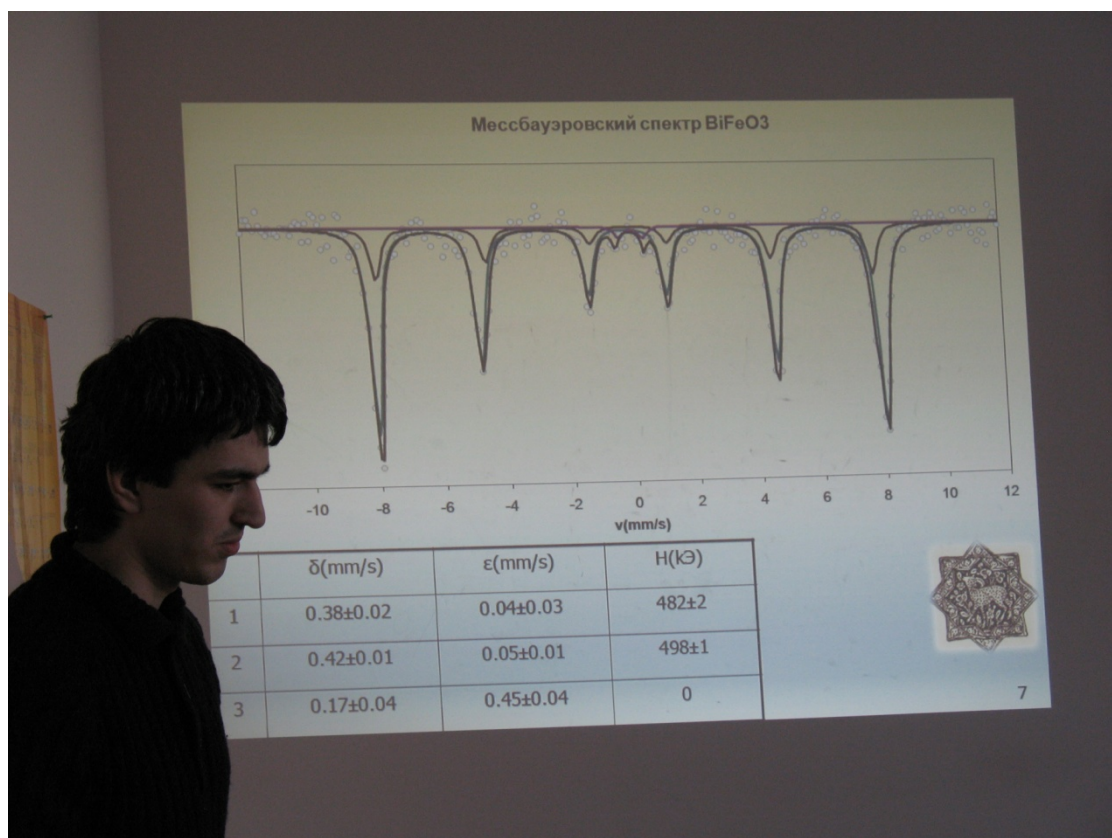
В этом зале нет пустого места.



Сколько же процентов из 100 дать за выступление, а за ответы?



Устойчивость и развитие.



Где наши корни?



Огромная благодарность Шленской Наталье Николаевне.  
Многие удачные фото в этом фотоотчете принадлежат ей.

**Галицкий Владимир Алексеевич**



Московский Государственный Университет имени М.В. Ломоносова  
Факультет Наук о Материалах  
Лаборатория углеродных материалов кафедры хим. технологии химического факультета

**Получение и изучение свойств материалов  
повышенной теплоемкостью на основе графита**

литературный обзор

★ ★ ★ ★

★ ★ ★ ★

Работу выполнил:

Галицкий Владимир, 3 курс

Научный руководитель:

Филимонов Станислав, аспирант 3 г/о

Зима 2013



# Получение и изучение свойств материалов повышенной теплоемкостью на основе графита

*Галицкий В.А.<sup>1</sup>*

Руководитель: асп. 3 г/о Филимонов С.В.

Актуальной проблемой современного неорганического материаловедения является разработка теплопроводных материалов. Несмотря на непрекращающееся развитие микроэлектроники эта проблема все еще не решена.

Одним из направлений разработки таких материалов являются производные графита. Однако, он имеет существенную проблему: его теплоемкость сложно контролировать и она может находиться в интервале от 500 до 2500 Вт/м\*К в зависимости от упаковки отдельных монослоев, и температуры. Согласно последним работам ученых, теплопроводность монослоя графита - графена - или углеродных нанотрубок может достигать совершенно фантастических значений в 5 или даже 6000 Вт/м\*К. Соответственно целью настоящей работы является получение материалов на основе графита, емкость которых будет составлять более 2000 Вт/м\*К. В соответствии с целью были поставлены такие задачи, как синтез графена, разработка механизма модификации графита (или приготовления собственного графита) с помощью графена или УНТ.

Следует отметить, что в литературе данная проблема освещается довольно часто, статьи по разработке теплопроводных производных углерода публикуются с 90х годов, однако до сих пор не разработана итоговая вещь - применимый в электронике материал.

Графен будет производиться химическим способом путем окисления с последующим расслаиванием и выжиганием. Таким образом при варьировании начальных условий планируется варьировать толщину и размер получаемых графеновых листов. В дальнейшей части работы будут создаваться полноразмерные материалы и будут проводиться их испытания. (дописать про изготовление нанотрубок)

Полученные материалы будут исследоваться методами электронной микроскопии (для уточнения структуры полученных соединений), РФА, теплопроводность будет измеряться калориметрическим методом.

Таким образом, подытоживая проведенный обзор литературы, следует сказать, что данная тема является актуальной и представляет собой огромное поле для научных исследований, что послужит фундаментом для дальнейшего написания бакалаврского диплома.

---

<sup>1</sup> По уважительной причине Галицкий Владимир предоставил материалы для сборника тезисов с небольшим опозданием, поэтому его страницы завершают сборник тезисов. Мы поздравляем Владимира с публикацией его первого сборника стихов (обложка сборника на стр.105).

