Современное состояние приборостроения в области сканирующей зондовой микроскопии и спектроскопии

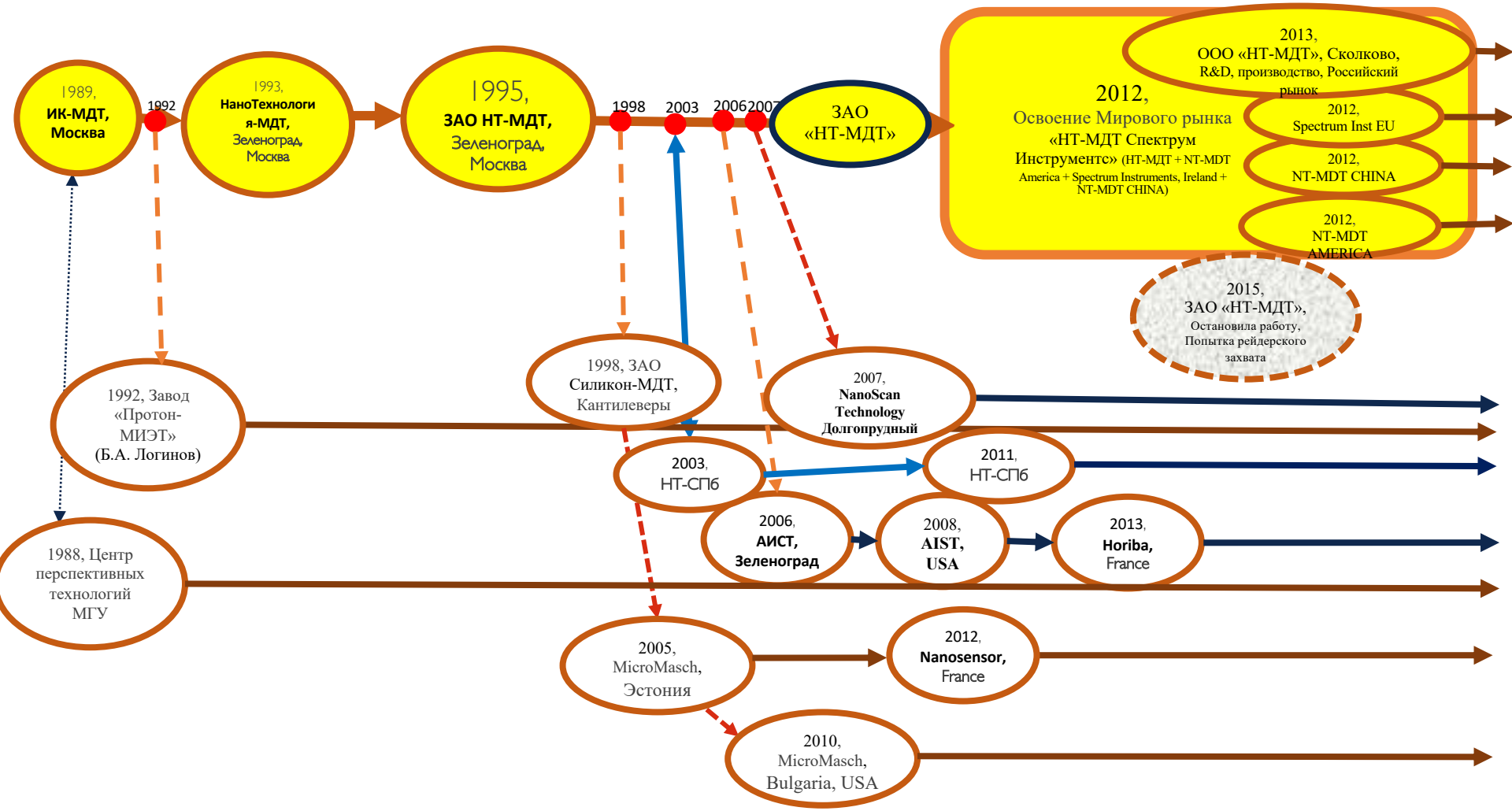
Виктор А. Быков [1,2], Юрий Бобров[1], Павел Винар[1], Андрей Груздев[1], Евгений Кузнецов[1], Вячеслав В. Поляков[1] , Сергей Тимофеев[1], Артем В. Шелаев[1]

[1] Группа компаний NT-MDT-Spectral Instruments

www.ntmdt-si.com, spm@ntmdt-si.ru

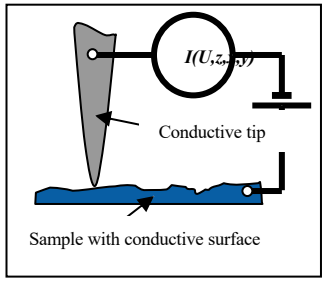
[2]Московский Физико-технический институт

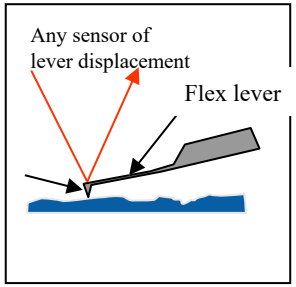
vbykov@ntmdt-si.ru

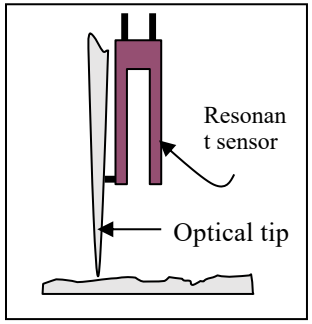

1989,
ИК-МДТ,
Москва
1992
1993,
НаноТехнологи
я-МДТ,
Зеленоград,
Москва
1995,
ЗАО НТ-МДТ,
Зеленоград,
Москва
1998
2003
2006
2007
ЗАО
«НТ-МДТ»
2012,
Освоение Мирового рынка
«НТ-МДТ Спектрум
Инструментс» (HT-МДТ + NT-MDT
America + Spectrum Instruments, Ireland +
NT-MDT CHINA)
2013,
ООО «НТ-МДТ», Сколково,
R&D, производство, Российский
рынок
2012,
Spectrum Inst EU
2012,
NT-MDT CHINA
2012,
NT-MDT
AMERICA
2015,
ЗАО «НТ-МДТ»,
Остановила работу,
Попытка рейдерского
захвата
1992, Завод
«Протон-
МИЭТ»
(Б.А. Логинов)
1998, ЗАО
Силикон-МДТ,
Кантилеверы
2007,
NanoScan
Technology
Долгопрудный
2003,
НТ-СПб
2011,
НТ-СПб
1988, Центр
перспективных
технологий
МГУ
2006,
АИСТ,
Зеленоград
2008,
AIST,
USA
2013,
Horiba,
France
2005,
MicroMasch,
Эстония
2012,
Nanosensor,
France
2010,
MicroMasch,
Bulgaria, USA

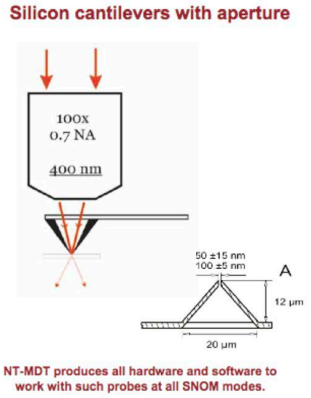
Коллектив разработчиков – самый опытный на мировом рынке – опыт работы с 1989 года

Сканирующая зондовая микроскопия





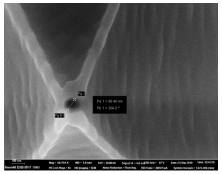




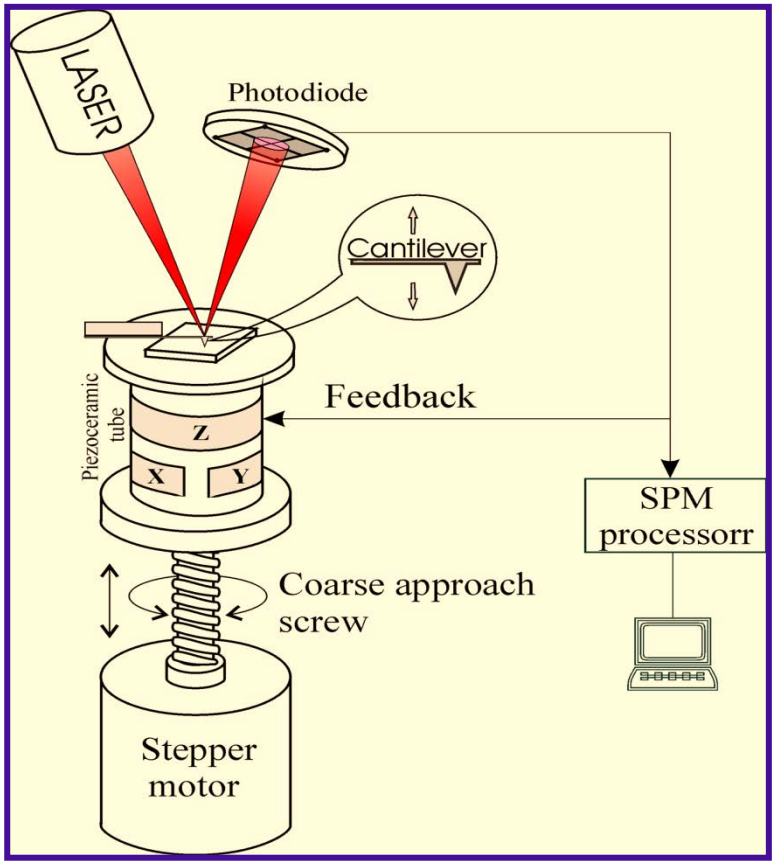
Scanning Tunneling Microscopy
Conductive sample

Atomic Force Microscopy
Any solid surfaces

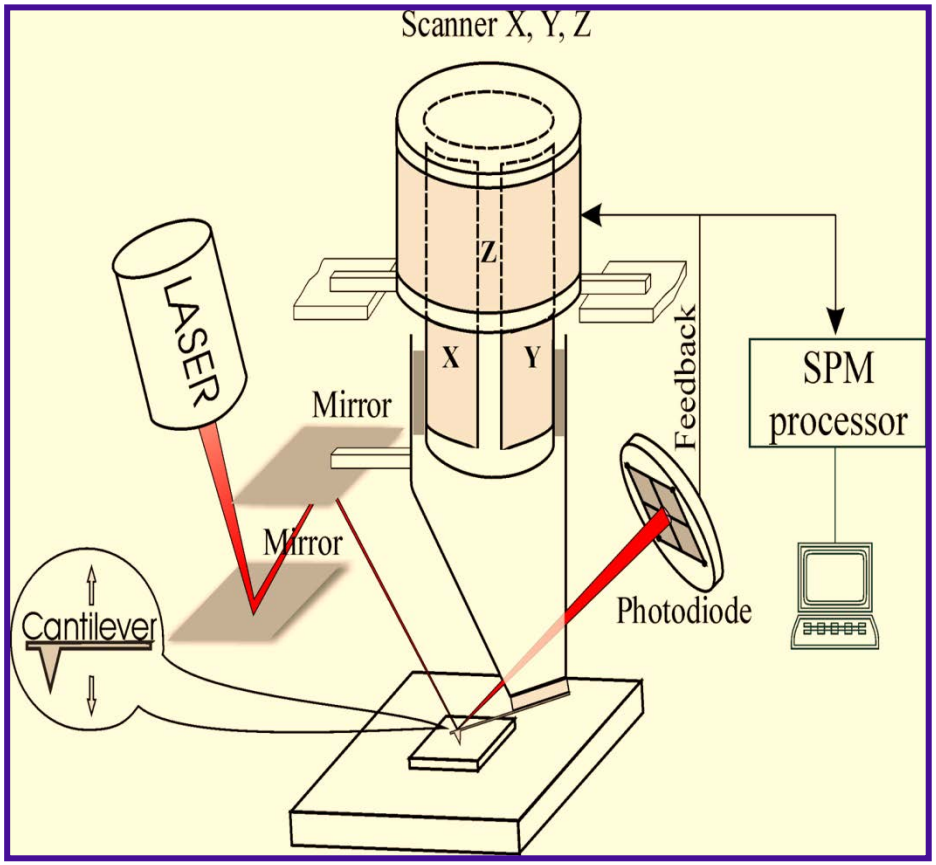
Scanning Near-Field Microscopy
Optical properties



Атомно-силовой микроскоп



Сканирование образцом

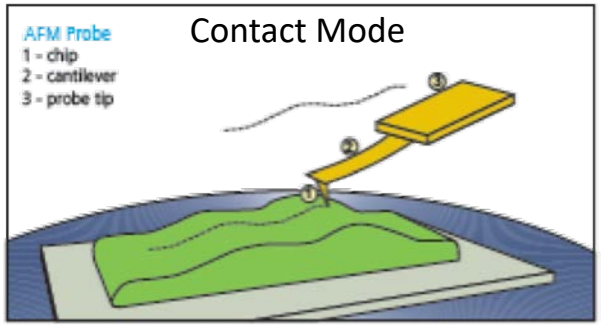


Сканирование зондом

АСМ для исследования рельефа

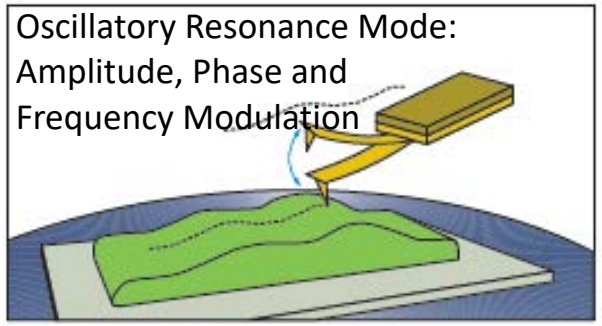
Контактная методика

Lateral force imaging, force modulation, contact resonance, PFM



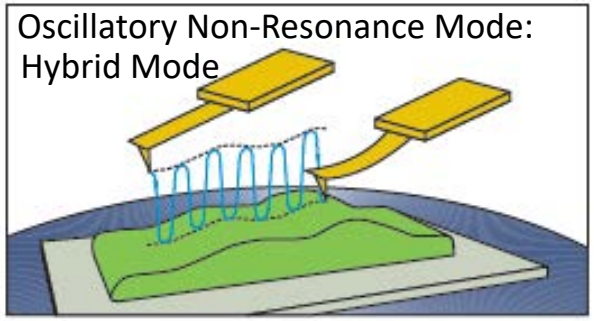
Осцилляционные резонансные методики

Amplitude modulation with phase and frequency imaging, frequency modulation, single- and double pass methods



Осцилляционные нерезонансные методики

Jumping mode, HybriD™ mode, etc



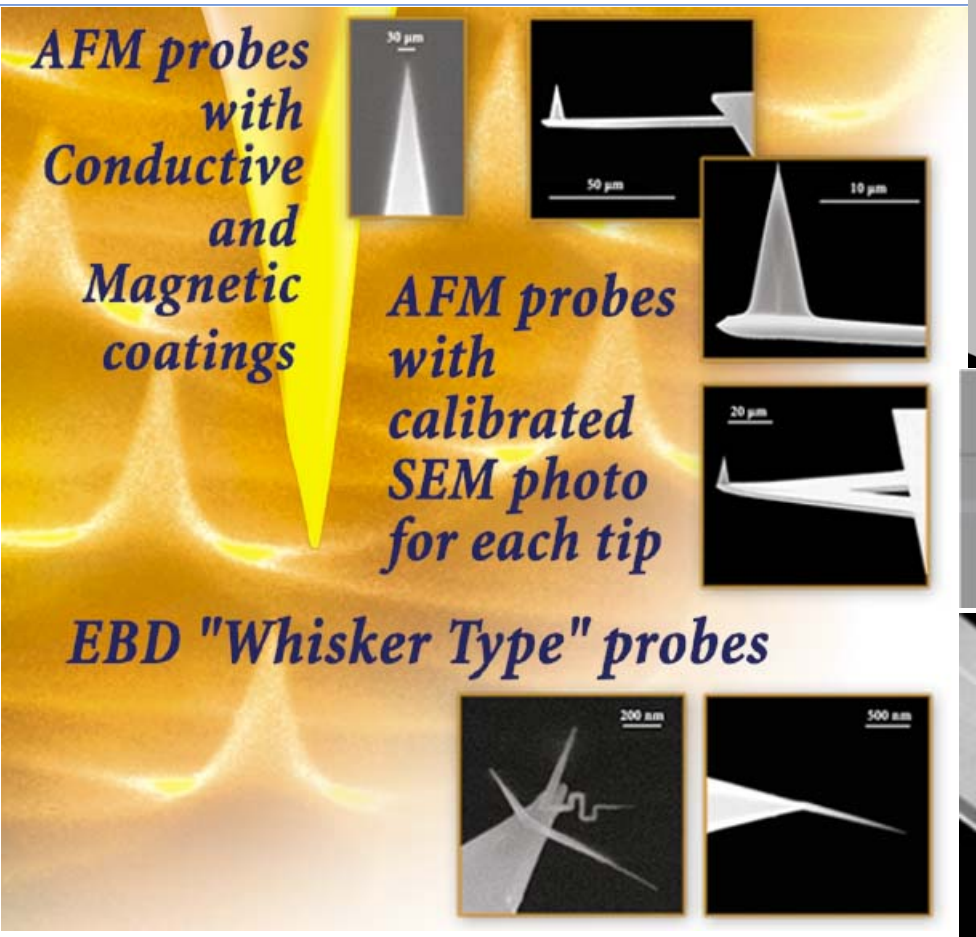
NT-MDT Spectrum Instruments

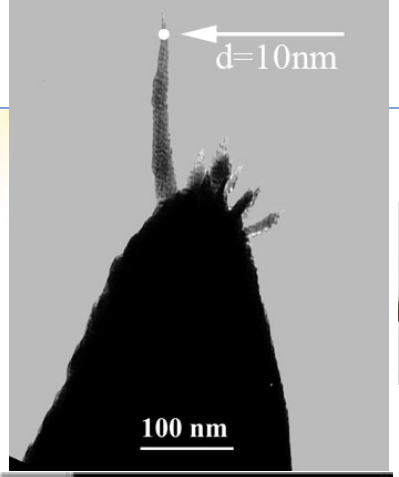
СЗМ – комплексный анализ поверхностных структур

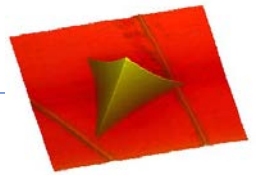
- Туннельная микроскопия и спектроскопия;
- Профиль поверхностных структур и его зависимость от давления прижима;
- Неоднородность силы трения в системе зонд – поверхность;
- Неоднородность адгезионных сил;
- Распределение поверхностного потенциала (Кельвин-мода);
- Распределение электрической емкости в системе кантилевер –поверхность;
- Распределение теплопроводности;
- Распределение модуля Юнга;
- Диагностика пределов упругой деформации;
- Распределение магнитных сил;
- Распределение пьезоэлектрических характеристик поверхностных структур;
- Распределение оптических свойств поверхности в видимой (спектроскопия комбинационного рассеяния с пространственным разрешением до 10 нм) и ИК области спектра с разрешением значительно превышающим дифракционные ограничения (ближнепольная беаппертурная оптическая микроскопия);
- Безапертурная ИК и терагерцовая спектроскопия с пространственным разрешением до 10 нм – качественный анализ поверхности;
- Возможность модификации поверхности с созданием и исследованием свойств наноструктур

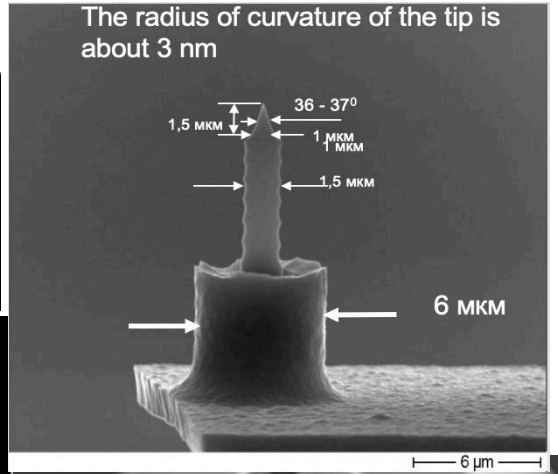
NT-MDT
Spectrum Instruments

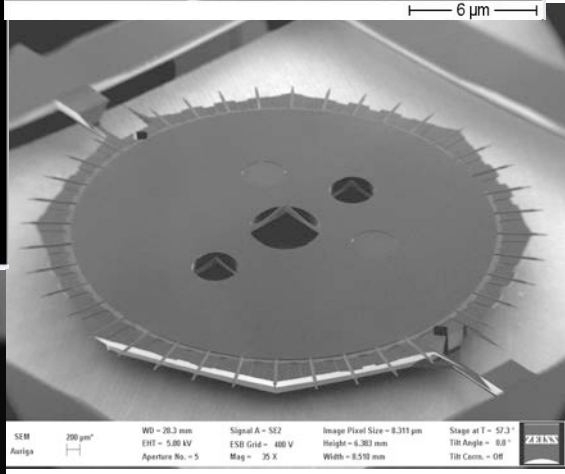
НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЩЕСТВО РОССИИ

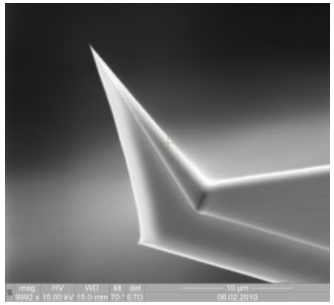


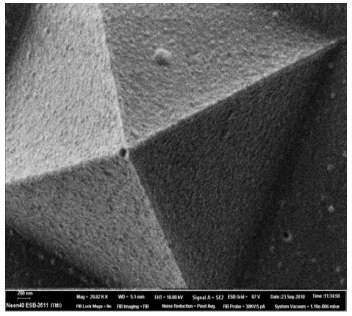


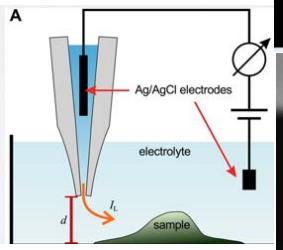


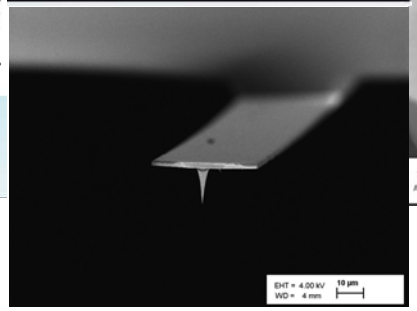


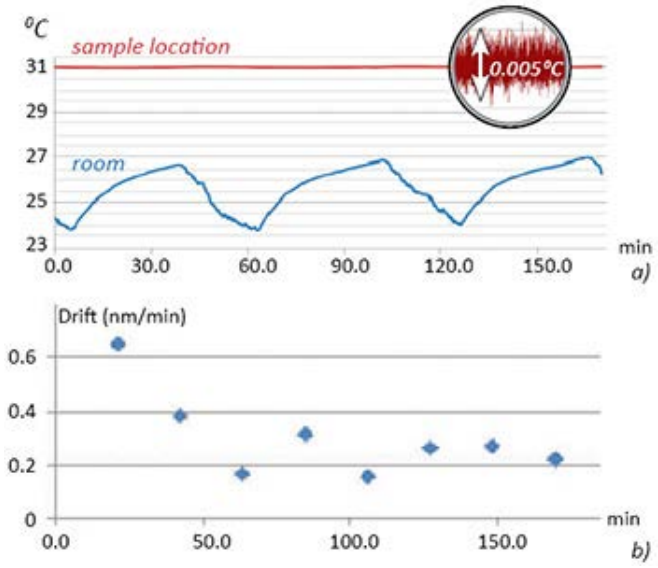












ULTRASTABLE THERMAL & ACCUSTIC PROTECT CABINET FOR NT-MDT SI MICROSCOPES

Обеспечивает x, y Дрейф менее 10 нм/час
В приборах линий ИНТЕГРА, НЕКСТ и возможность высокоэффективной работы в обычных лабораторных условиях

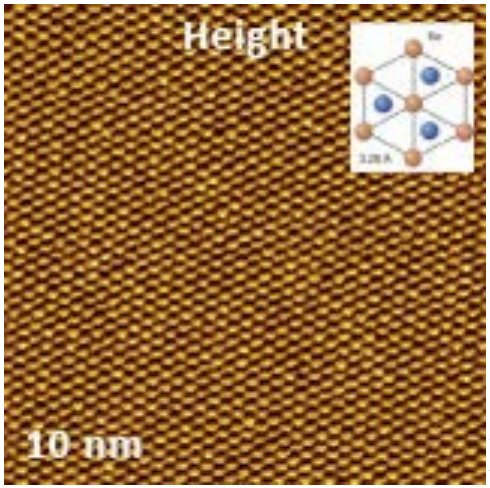
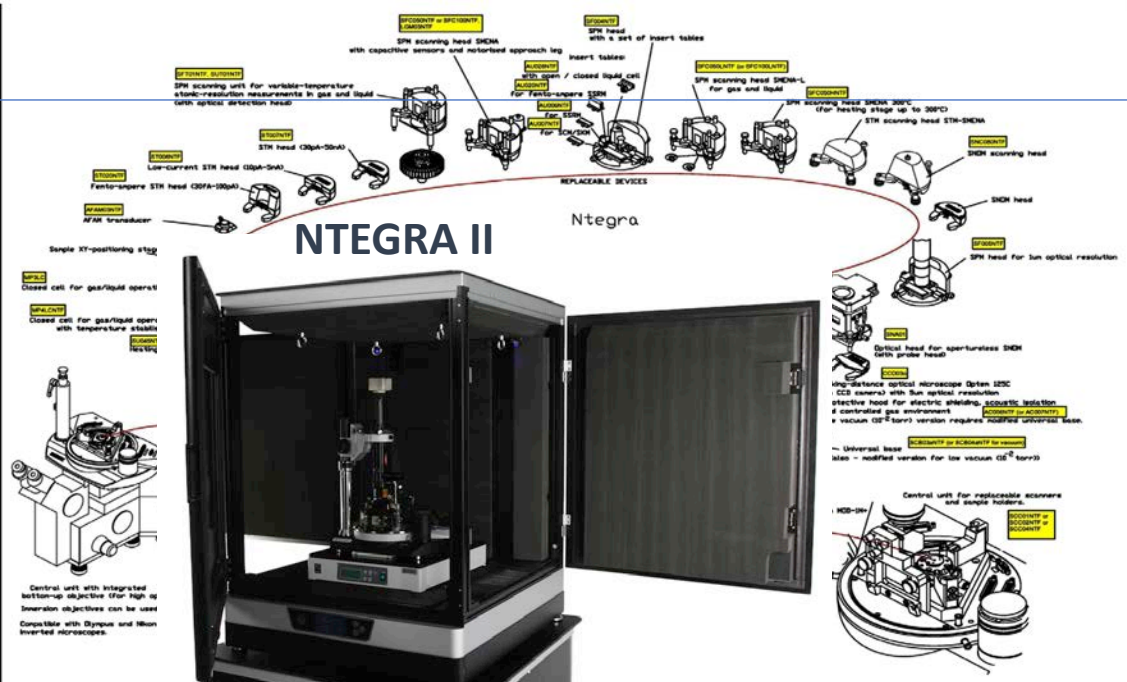
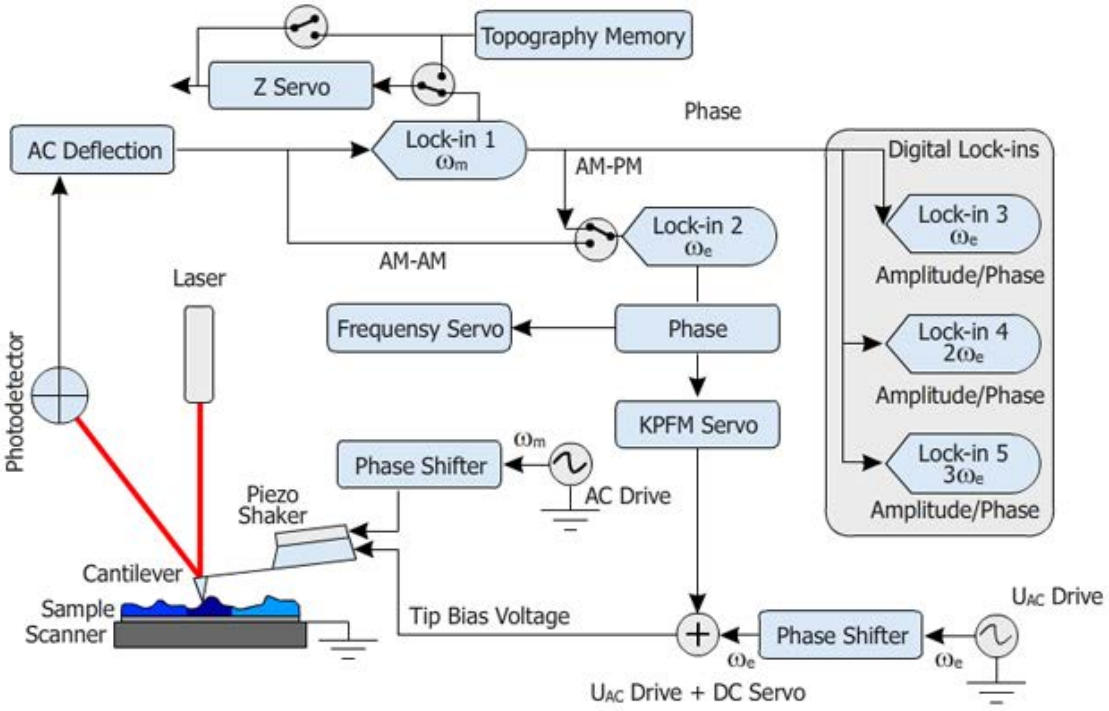


Image (512x512) of $MoSe_2$, scan rate - 1.5 Hz

NTEGRA II



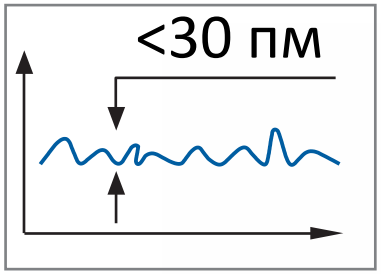
PX ULTRA CONTROLLER

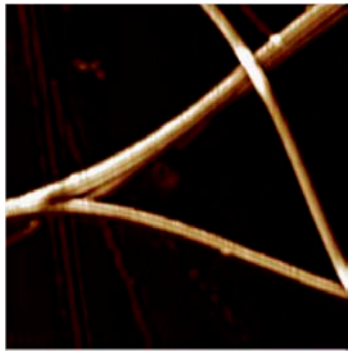


- Частотный диапазон до 5MHz
- 5 предусилителей
- ADC скорость отработки – 500kHz
- ADC разрешение – 18bit
- Шум фазы до – $0{,}01^0$

VEGA – АСМ для больших образцов.

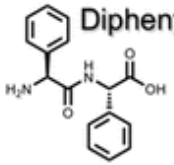
5x5 nm, HOPG





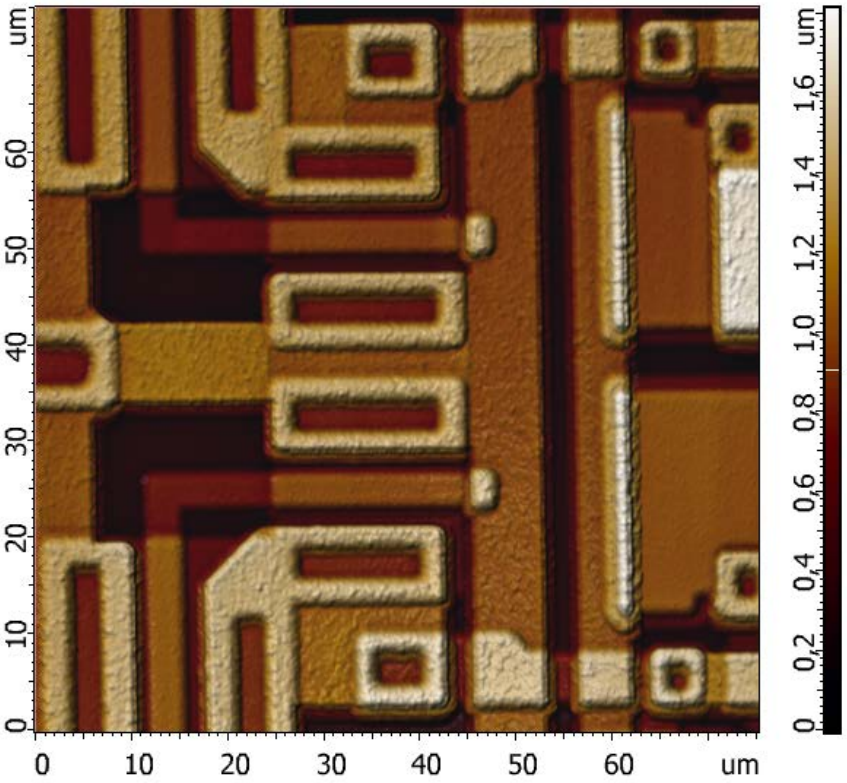
8×8 мкм

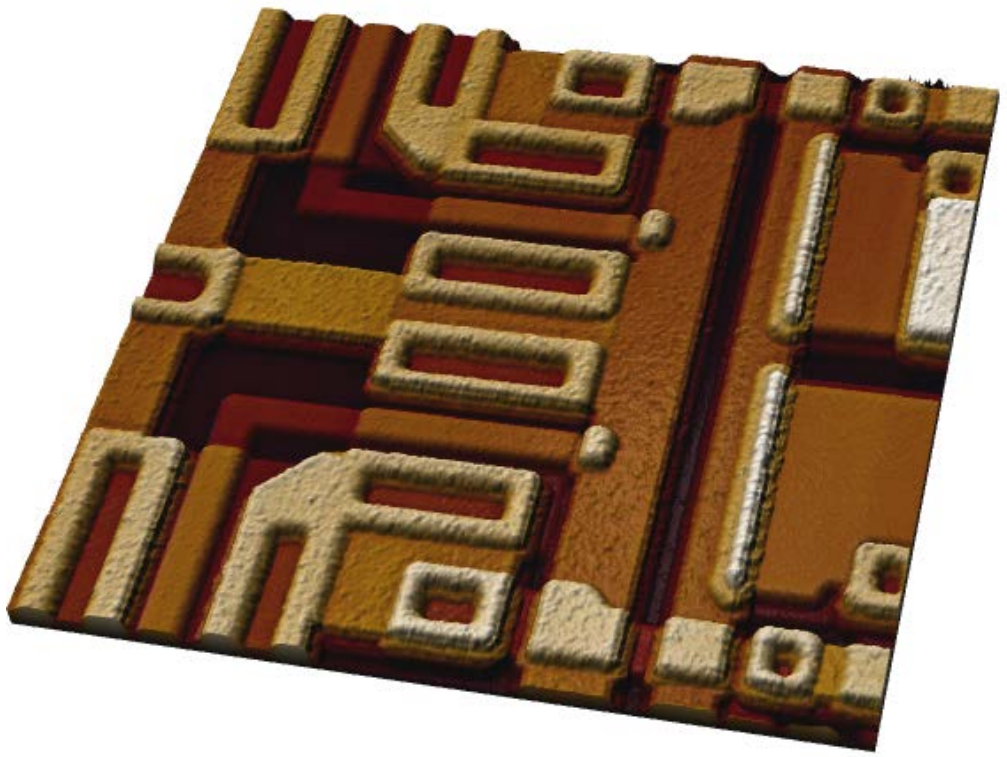
diphenylalanine peptide nanotubes



Пептидные нанотрубки дифенилаланина, 8×8 мкм. Распределение диэлектрической проницаемости

Специально разработанная оптическая схема обладает **самым низкого значения уровня спектральной плотности шума (25 фм/√Гц)** датчика оптической системы регистрации изгибов кантилевера **среди коммерческих АСМ для большеразмерных образцов.**





Фрагмент интегральной схемы, СЗМ «ВЕГА»

NT-MDT
Spectrum Instruments

Образовательный проект СТАРТ

15-03-1930 – 01-03-2019

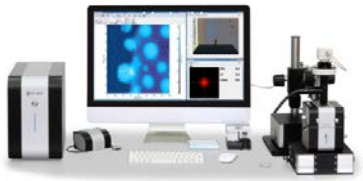
Инициатором проекта по использованию сканирующих зондовых микроскопов в школах, колледжах, высших учебных заведениях был лауреат Нобелевской премии по физике Жорес Иванович Алферов. Идея оказалась жизнеспособной и популярной.

Разработки приборов начались с 2002 года. Последовательно было выпущено три поколения приборов этого типа. Уже вторая версия приборов – НАНОЭДЬЮКАРОР-II вошла в сотню лучших мировых разработок.

Учебно-исследовательский лабораторный комплекс НАНОЭДЮКАТОР
установлен в более чем 80 ВУЗах, и 320 школах в России и за рубежом.

В настоящее время создан 3-й вариант этих приборов с мощным интеллектуальным наполнением на базе алгоритмов искусственного интеллекта, позволяющий сосредоточить внимание учащихся не на методике и приборе, а на предмете исследования исследования – биологических препаратах клеток, вирусов, молекул. На свойствах исследуемых материалов.

- 2003 году первые продажи НЭ I;
- в 2011 модернизация комплекса до НЭ II;
- В 2013 модернизация НЭ II функциональными модулями.
- В 2018 году модернизация контроллера и программного обеспечения – автоматизация настроек, программа ScanTronic



687 шт

733 шт

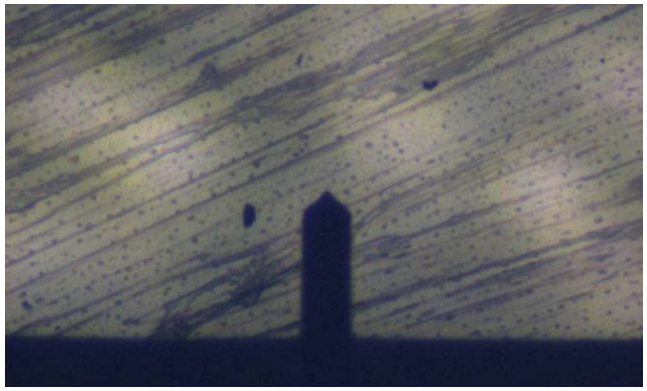
700
600
500
400
300
200
100
0

2002 2003 2004 2005 2006 2007 2008 2009 2010 2011 2012 2013 2018

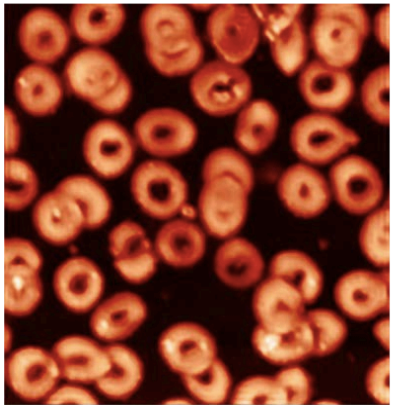
NT-MDT Spectrum Instruments

НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЩЕСТВО РОССИИ

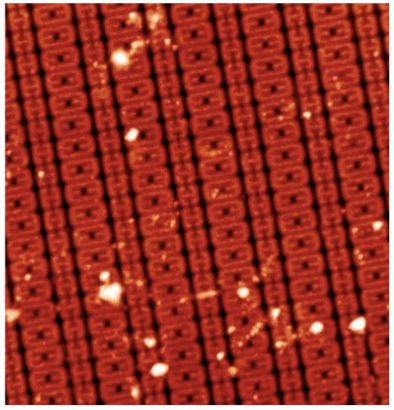
Солвер-НАНО – новая генерация НАНОЭДЬЮКАТОРА -Бюджетный сканирующий зондовый микроскоп с развитыми опциями туннельной и атомно-силовой микроскопии



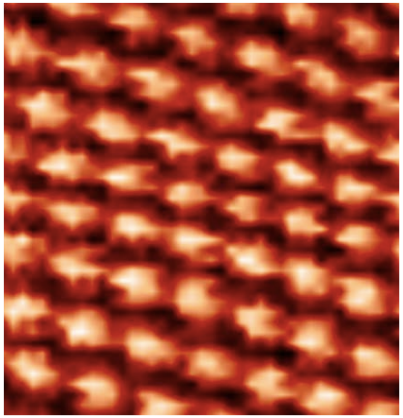
Оптика высокого разрешения (0,5 мкм).



Human erythrocytes, AFM
scan size 50×50 μm

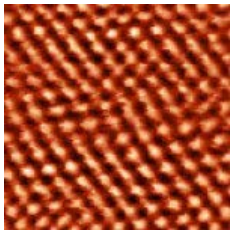


IC, AFM
scan size 30×30 μm

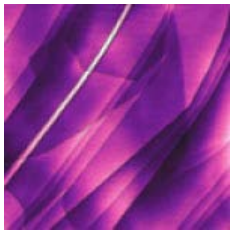


HOPG, atomic resolution, STM
scan size 2×2 nm

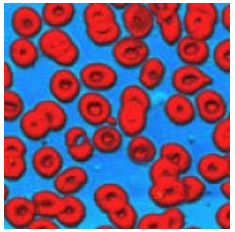
NT-MDT
Spectrum Instruments



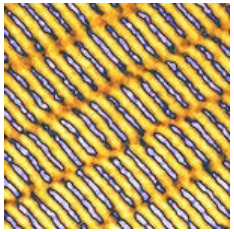
Атомная решетка ВОПГ.
Размер скана 4×4 нм.
Контактная латеральная АСМ



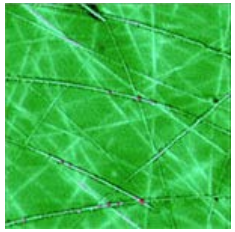
Атомные слои на графите.
Размер скана 1.8×1.8 мкм.
АМ АСМ



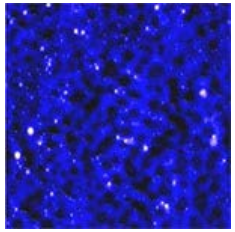
Клетки крови.
Размер скана 50×50 мкм.
АМ АСМ



Магнитные домены НЖМД.
Размер скана 30×30 мкм.
АМ МСМ

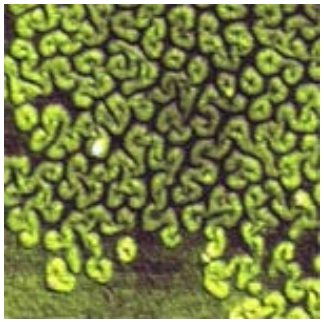


Серебряные проволоки.
Размер скана 4×4 мкм.
АМ АСМ

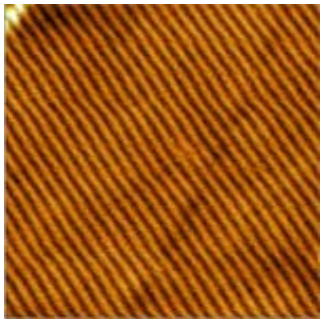


Смесь полистирен-полиэтилена.
Размер скана 20×20 мкм.
HybriD метод АСМ

Получено на приборах СОЛВЕР-НАНО



Флуороалканы.
Размер скана 500×500 нм.
АМ АСМ

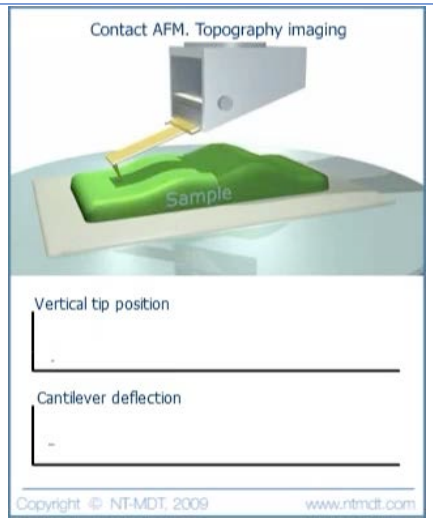


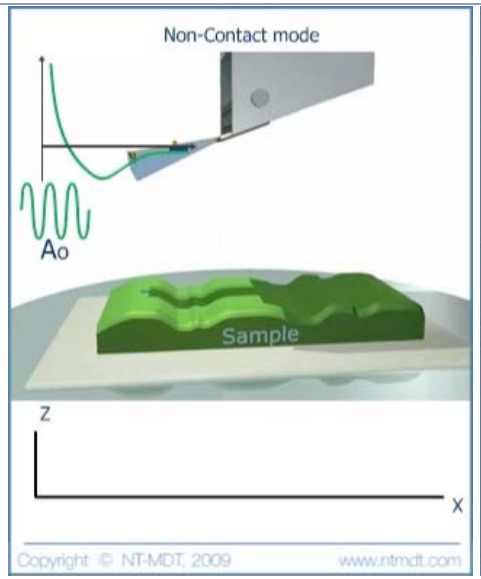
C60H122 на ВОПГ.
Размер скана 250×250 нм.
АМ АСМ

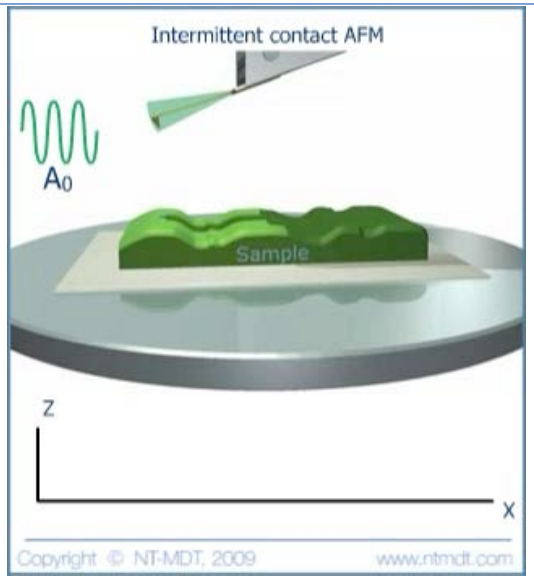
NT-MDT Spectrum Instruments

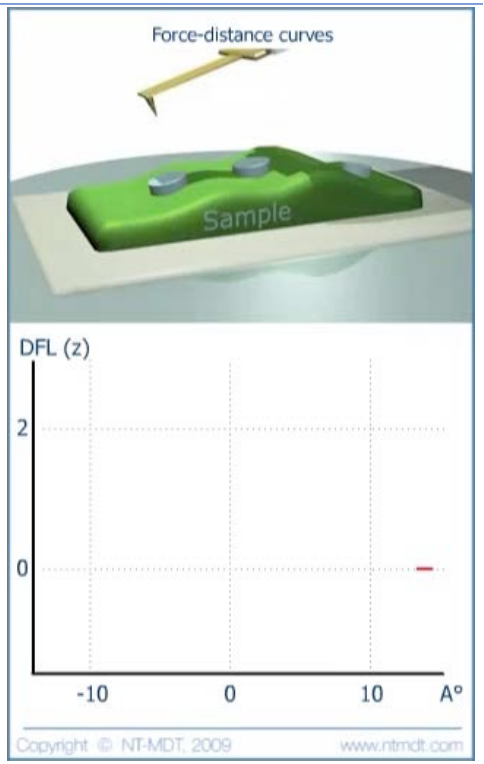
Tapping mode

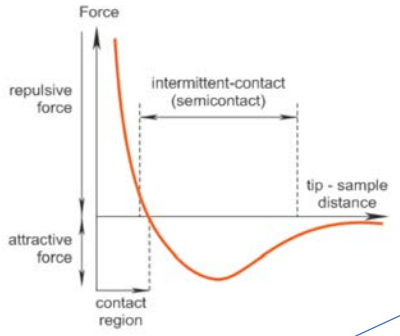
НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЩЕСТВО РОССИИ

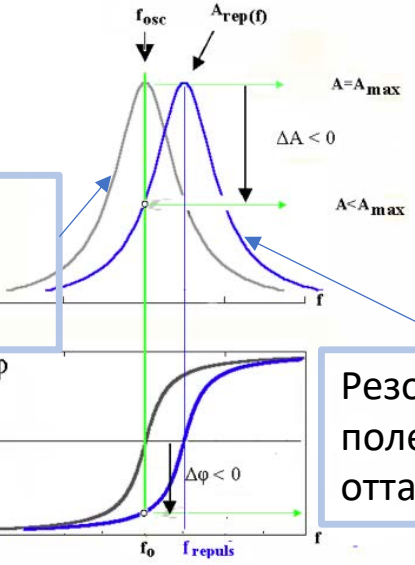












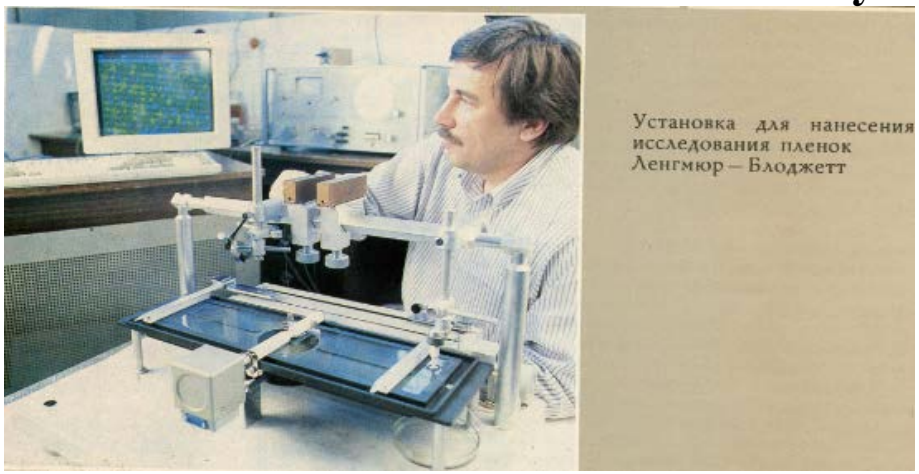
Резонанс свободных колебаний

Резонанс в поле сил притяжения

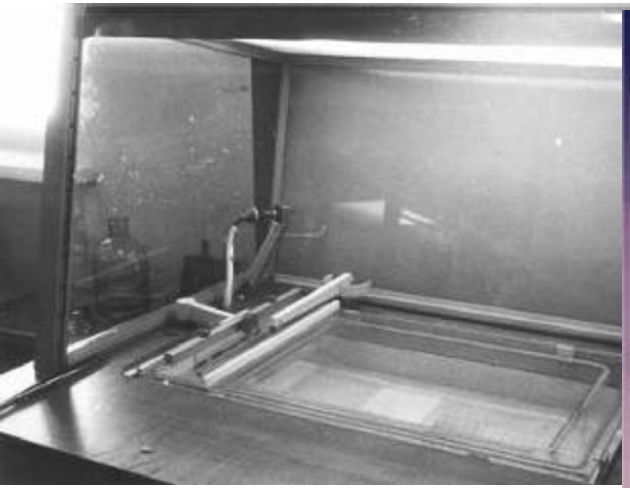
Резонанс в поле сил отталкивания

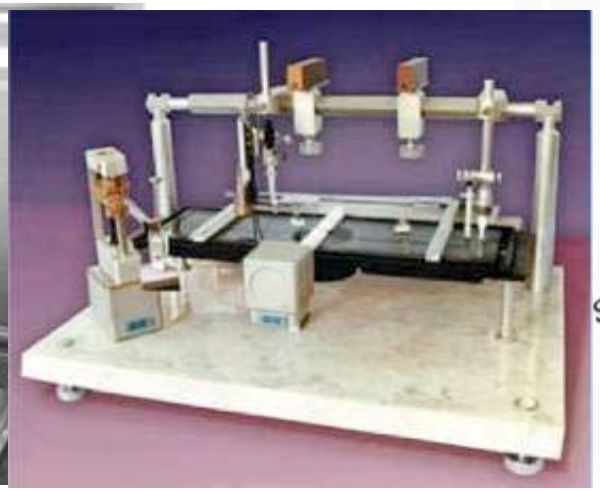
Сдвиг фаз

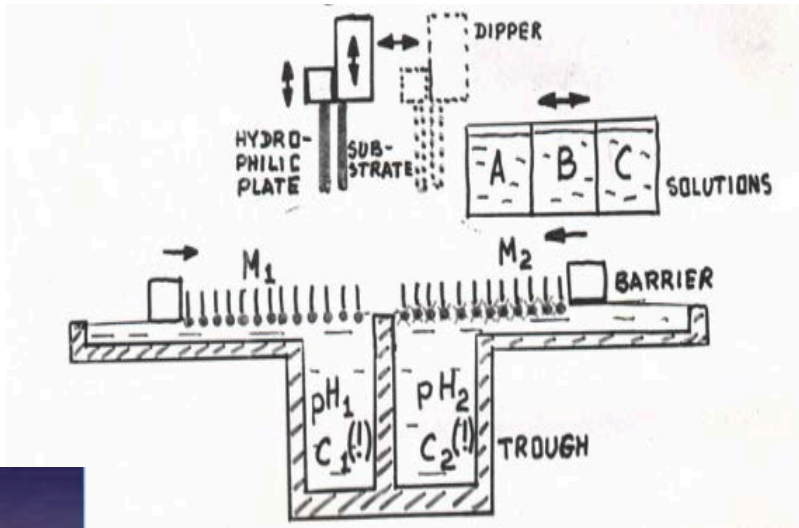
1973 - 1997 годы: Предполагалось, что пленки и технология Ленгмюра-Блоджетт могут быть основой молекулярной электроники

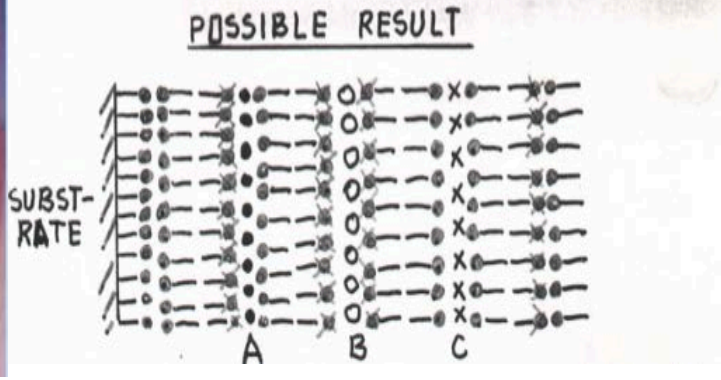


Установка для нанесения исследования пленок Ленгмюр – Блоджетт

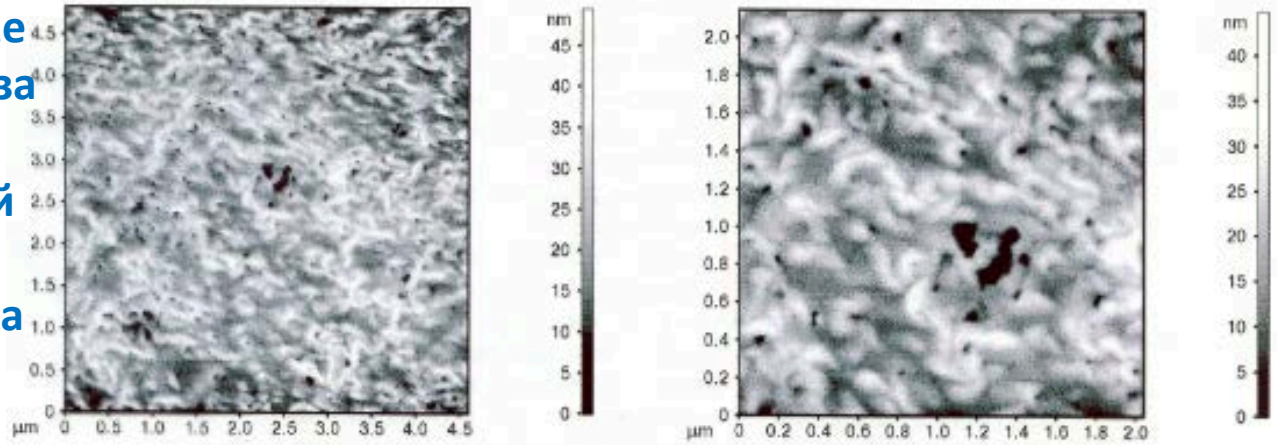


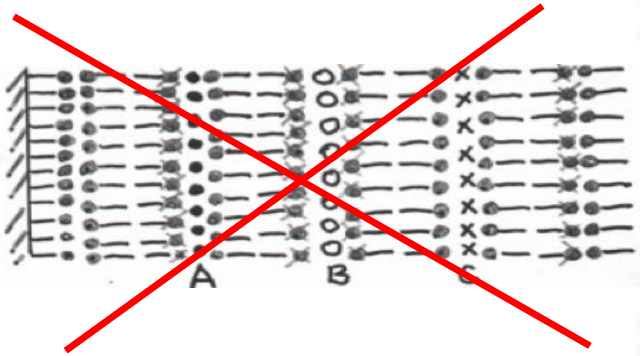




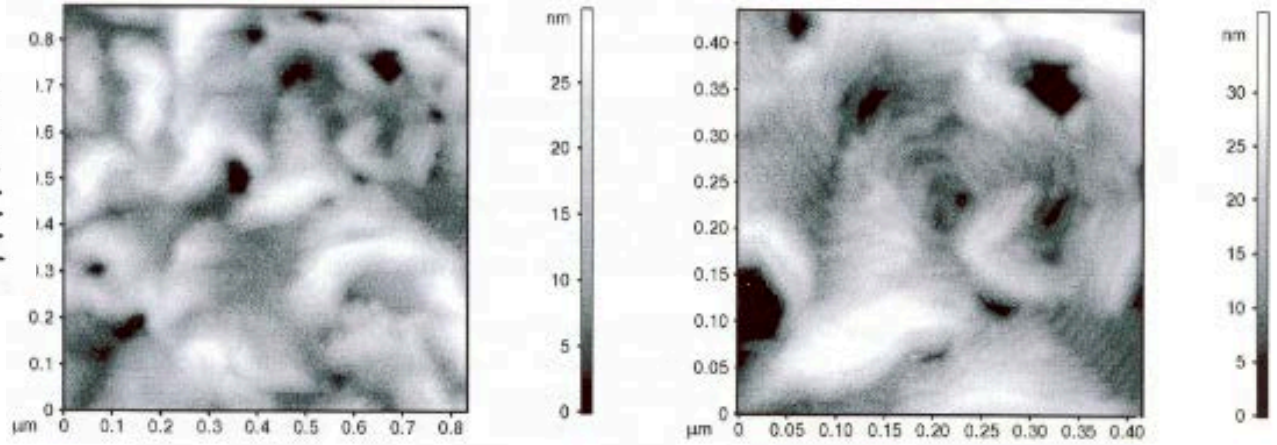


АСМ исследования в режиме TAPPING MODE открыли глаза на строение ЛБ-пленок, как значительно более сложный объект, чем о них думали и без методов АСМ разработка функциональных систем на их основе невозможна





Модель структуры ЛБ-пленок, жившая в умах более 50 лет не верна!!!



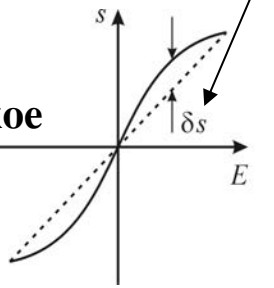
На СЗМ Солвер-Р47 было показано, что атомно-силовое изображение ЛБ-пленок арахидата кадмия не имеет никакого отношения к модельным представлениям о структуре ЛБ-пленок доменные структуры

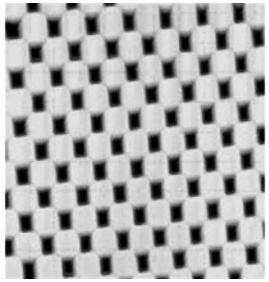
Инструментальные артефакты, связанные с конструкцией сканера

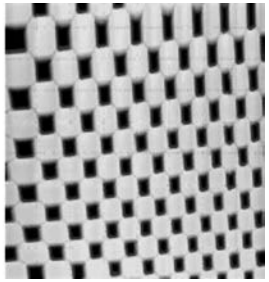
Собственная нелинейность сканера

Относительное удлинение

Электрическое поле

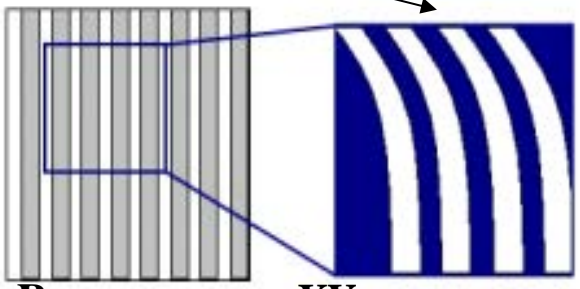






искажения

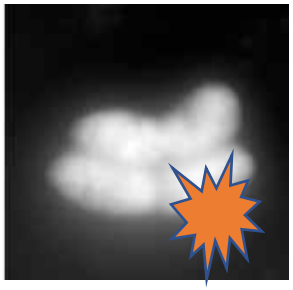
Крип



В плоскости *XY* собственная нелинейность проявляется в неравномерности шага сканирования. В *Z* направлении собственная нелинейность будет приводить к погрешностям при измерении высоты микрорельефа поверхности.

В плоскости *XY* крип проявляется при перемещении или масштабировании области сканирования.

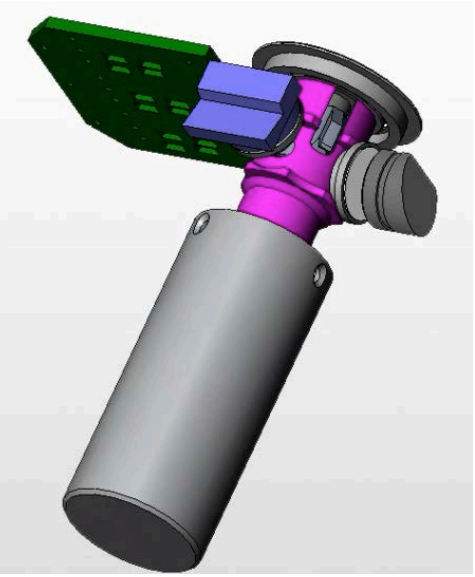
Термический дрейф компонентов АСМ



http://afmhelp.com/

Искажение АСМ-изображения бактерии из-за дрейфа

Сканеры с низко шумящими емкостными датчиками

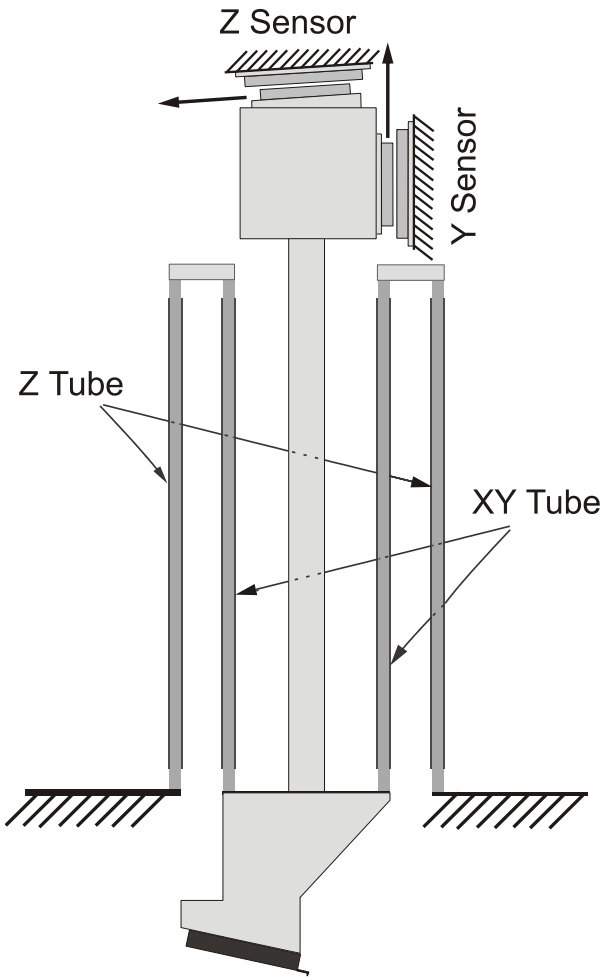


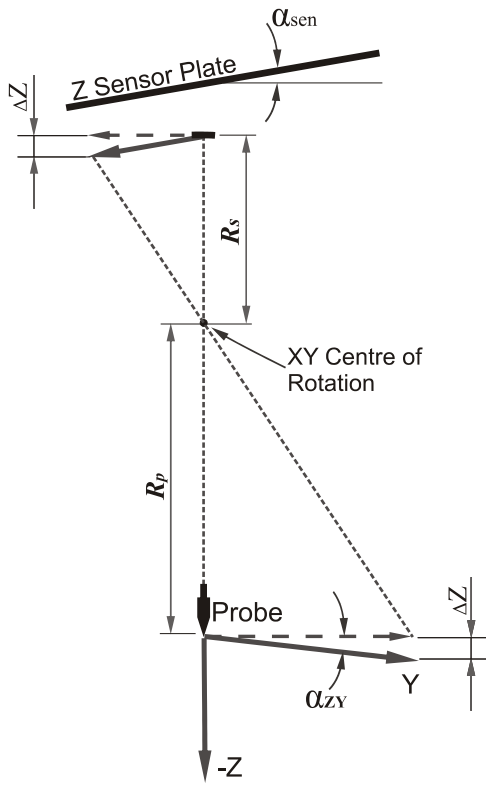
Сканирование образцом

Сканирование зондом

Нелинейность, XY (с датчиками обратной связи)		≤0.1%	≤0.15%
Уровень шума, Z (СКВ в полосе 1000 Гц)	С датчиками	0.04 нм (типично), 0.06 нм	0.06 нм (типично), 0.07 нм
	Без датчиков	0.03 нм	0.05 нм

Конструкция 3D сканера с емкостными датчиками





Токовая нанолитография, СЗМ Интегра-Прима

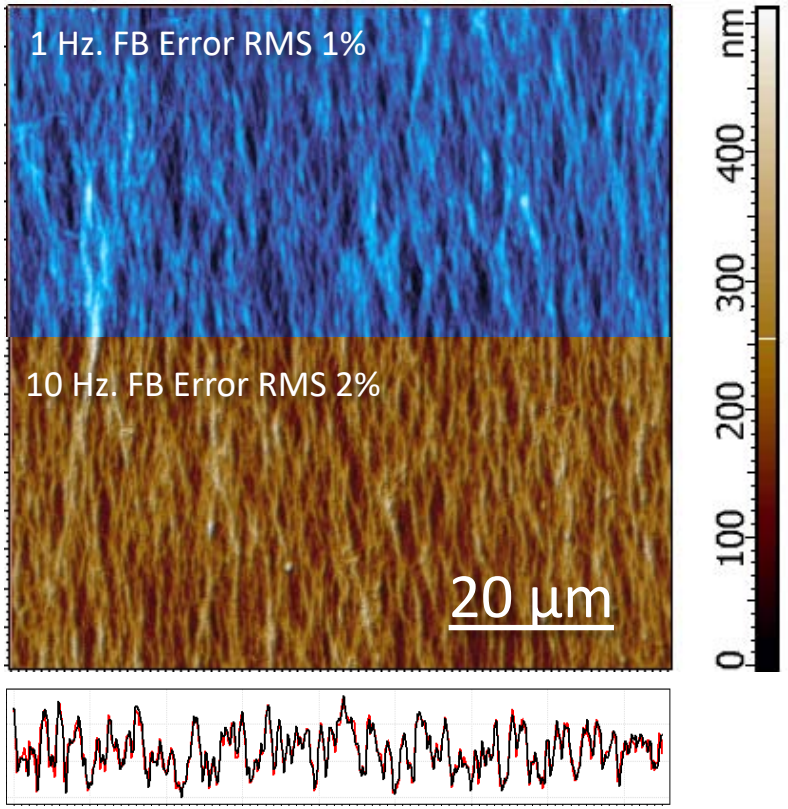
Датчики отключены, размер скана 1,9x1,9 мкм

Датчики включены, размер скана 1,9x1,9 мкм

Быстрый сканер.

Самый быстрый сканер.

Рабочее поле XY/Z, μm: 90×90×4 ±10%. Скорость: 2 мм/сек



АСМ-изображение коллагеновых волокон.
Размер скана 90*90*0,5μм

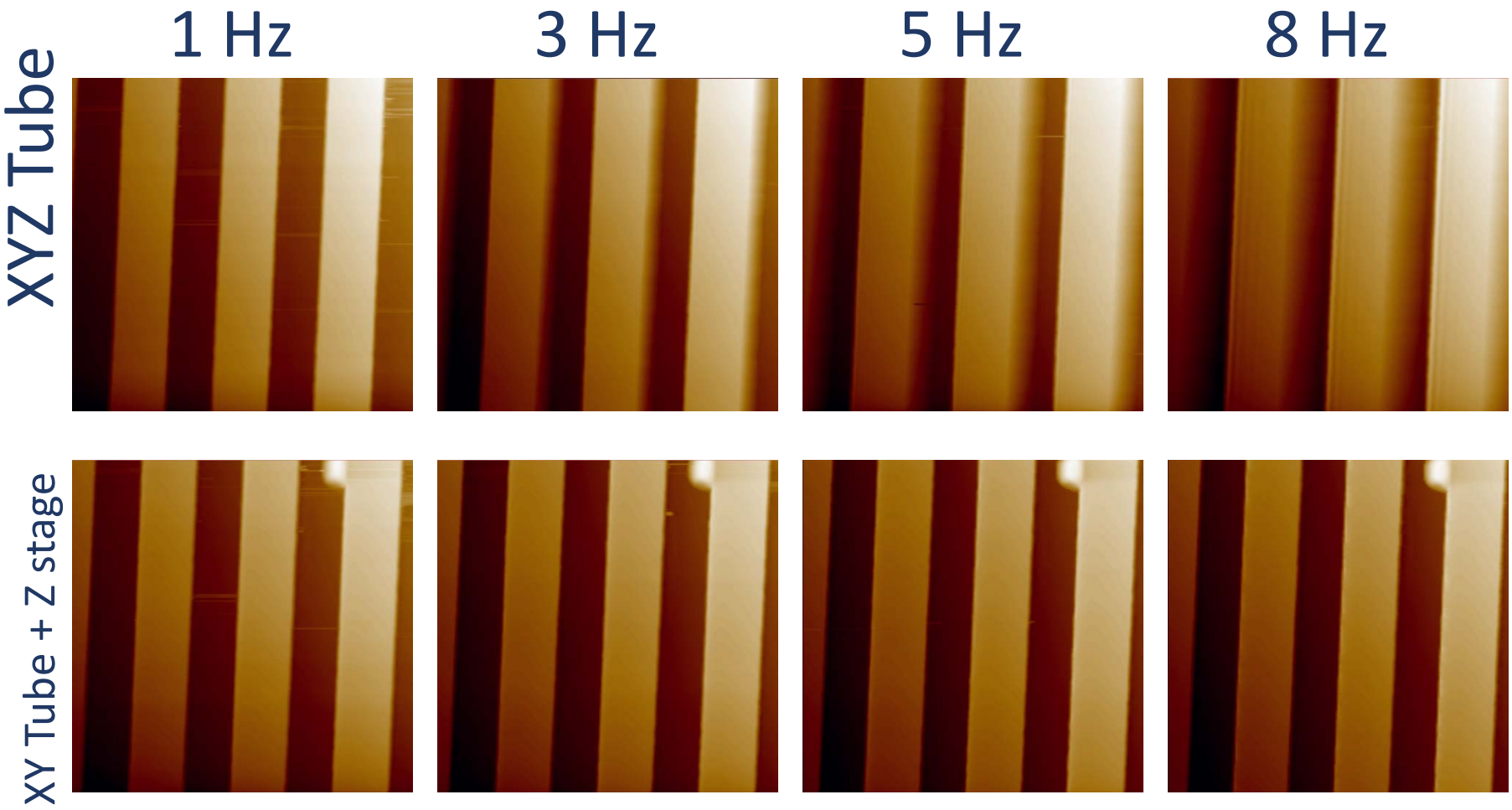
Технические характеристики

Параметр	Значение
Диапазон перемещений (XY/Z), мкм	90×90×4 ±10%
Датчики обратной связи (XYZ)	Емкостные
Размер образца, ⌀ mm	15
Уровень шума по Z, пм	30
XY шум (Замкнутая ОС), нм	0,1
Нелинейность, %	0,1
Резонансная частота (XY/Z), кГц	0,8/12
Активное подавление резонанса	Автоматически настраиваемый цифровой режекторный фильтр 4-го порядка с бесконечной импульсной характеристикой

NT-MDT Spectrum Instruments

«Быстрое» сканирование: Гибридный сканер

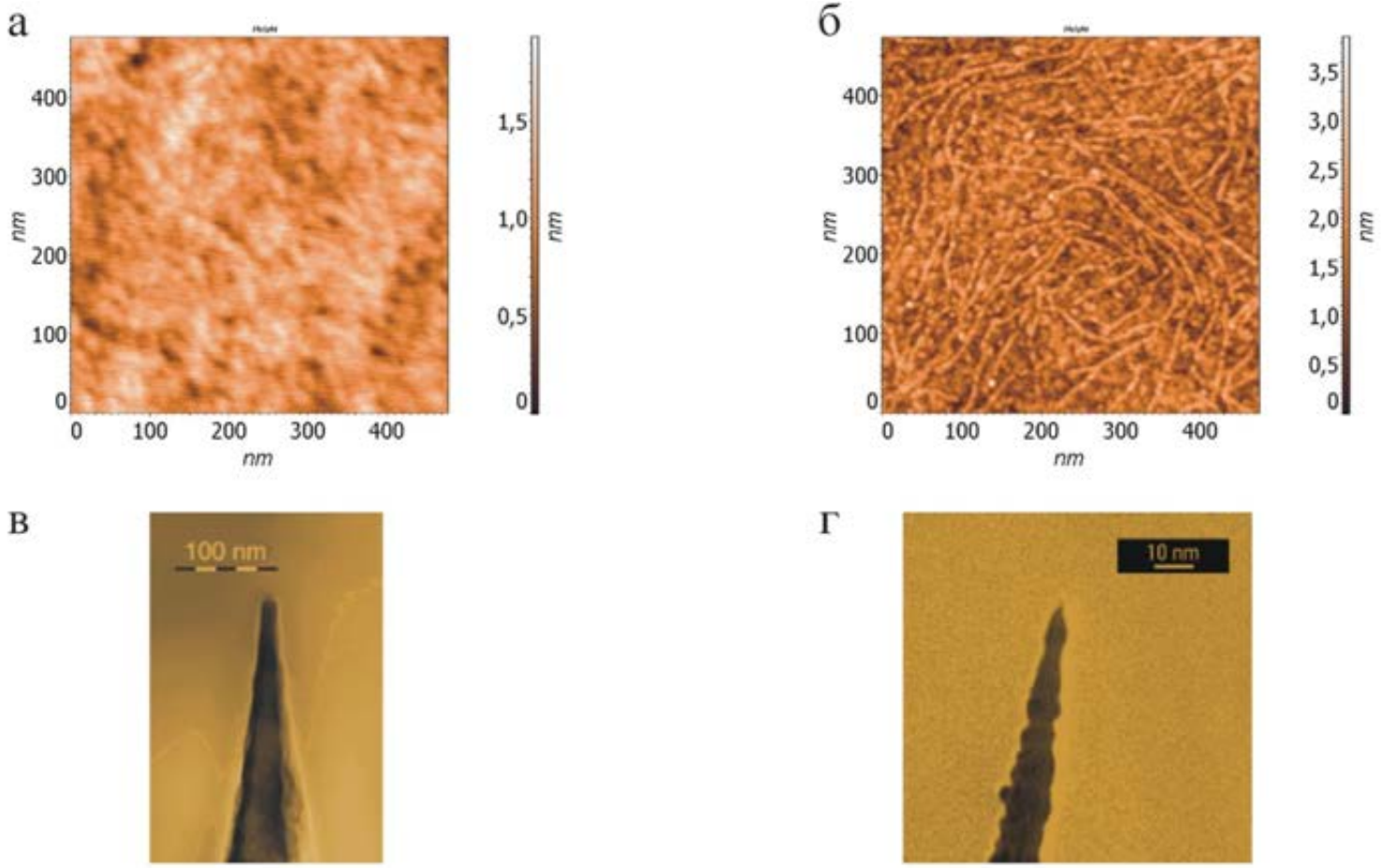
НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЩЕСТВО РОССИИ



Калибровочная решетка TGZ2 (период 3 мкм, высота 108 нм)

Данные получены с одним и тем же кантилевером и при одной и той же рабочей точке.

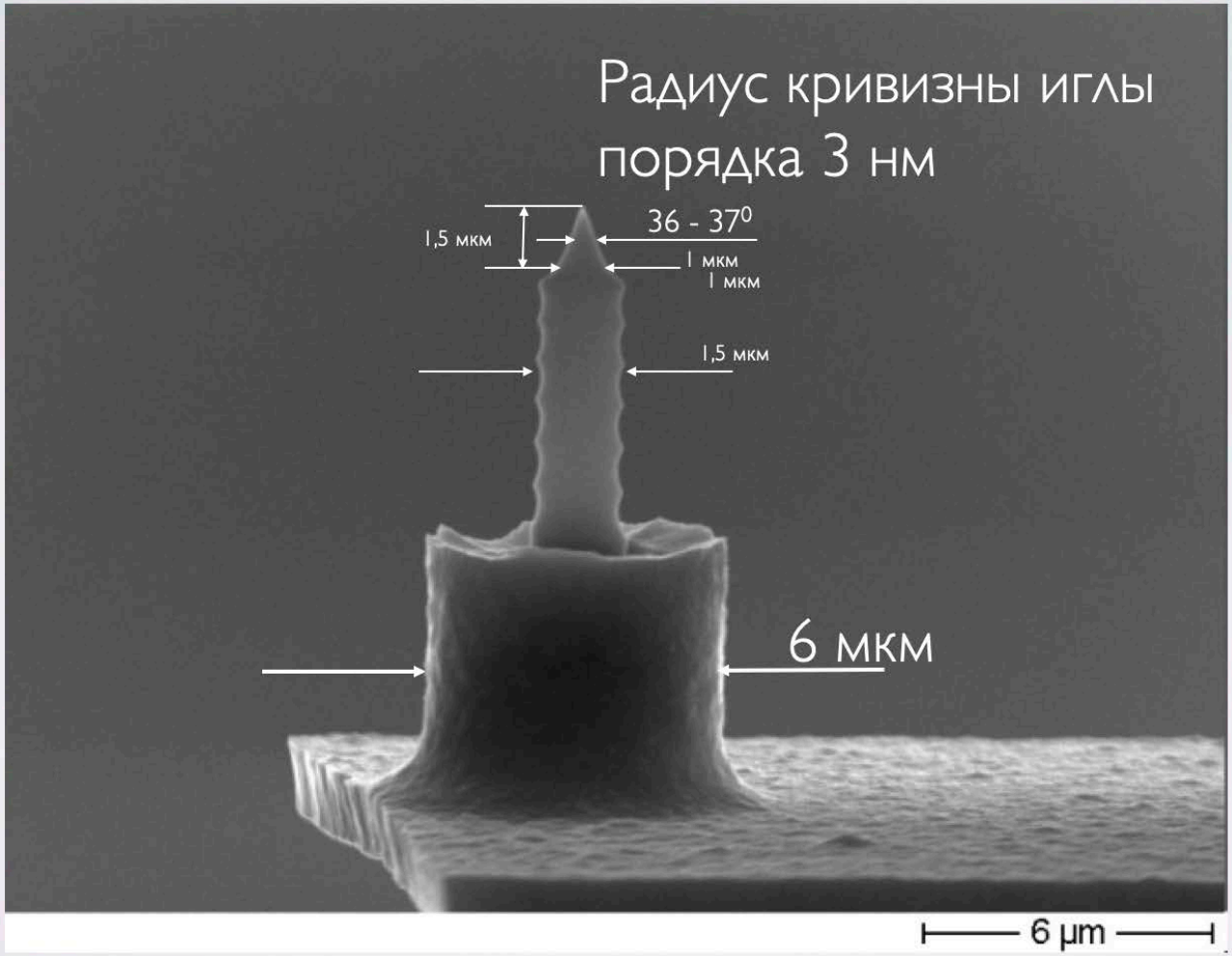
Влияние радиуса закругления зонда на качество изображения



АСМ-изображения образца полианилина, синтезированного в присутствии мицелл натриевой соли ДБСК, полученные с использованием Si-зонда марки NSC11 с R≤ 10 нм (а) и зонда Hi'RES-C марки NSC15 с R≤ 2 нм (б).

Соответствующие РЭМ-изображения зондов (в), (г)

Кантилеверы нового типа – поликристаллическая балка и монокристаллическая игла, разброс резонансных частот – 5%

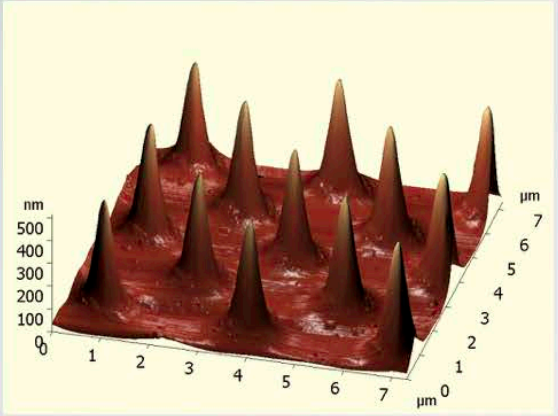


NT-MDT Spectrum Instruments

Калибровочные решетки

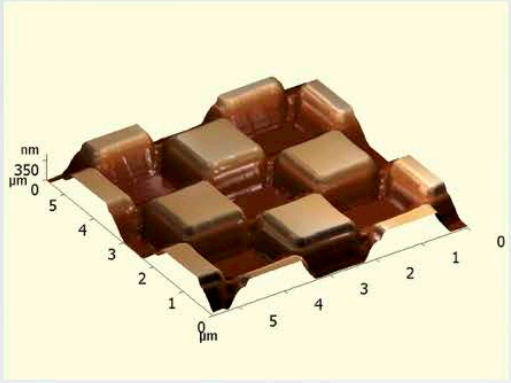
НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЩЕСТВО РОССИИ

TGT1



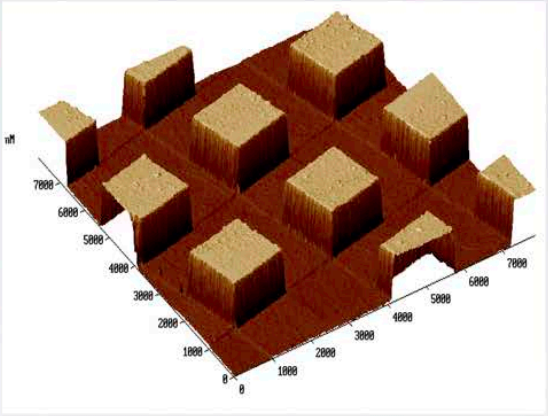
Для определения формы иглы

TGX1



Для X,Y калибровки, шаг 3 мкм

TGQ1



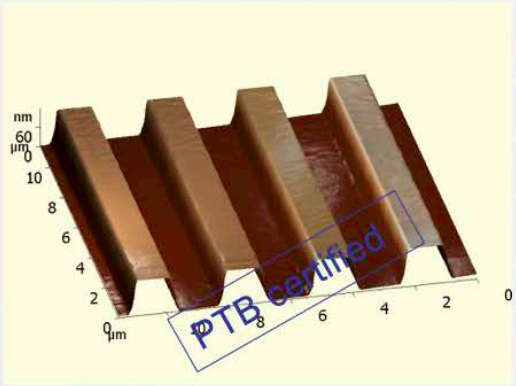
Для X,Y,Z калибровки (шаг по X,Y – 3mkm, Z mkm)

TGG1

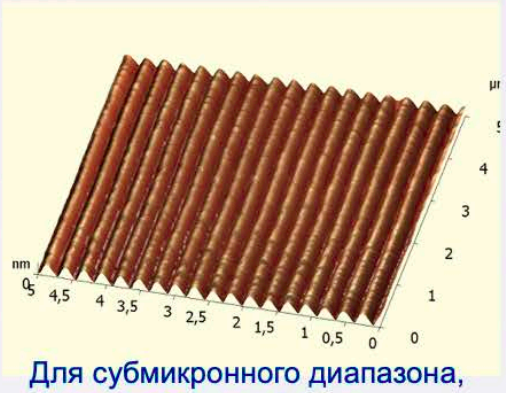
Для определения линейности по Z

TGS1

3 набора высот -20, 100, 500nm
для Z-калибровки

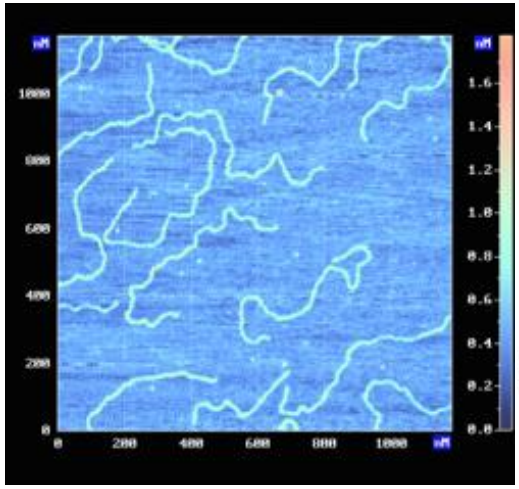


TDG01

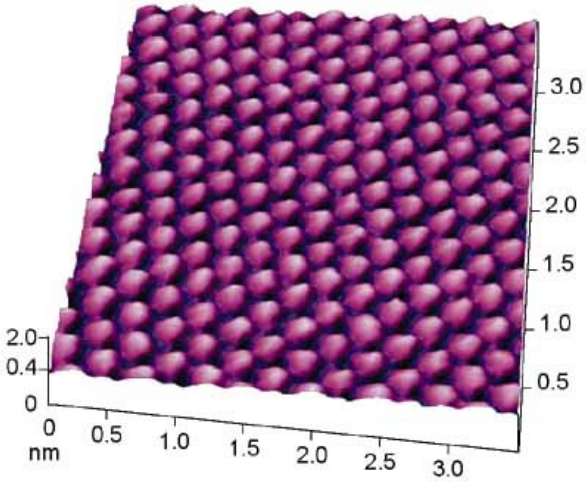


Для субмикронного диапазона,
(Период 278 нм +/-1 нм,
3600 штрихов на мм)

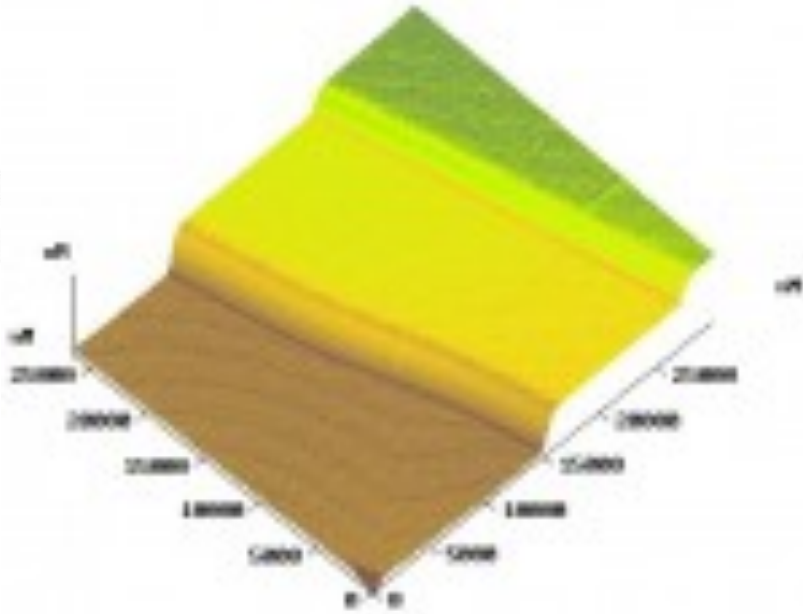
Природные АСМ стандарты



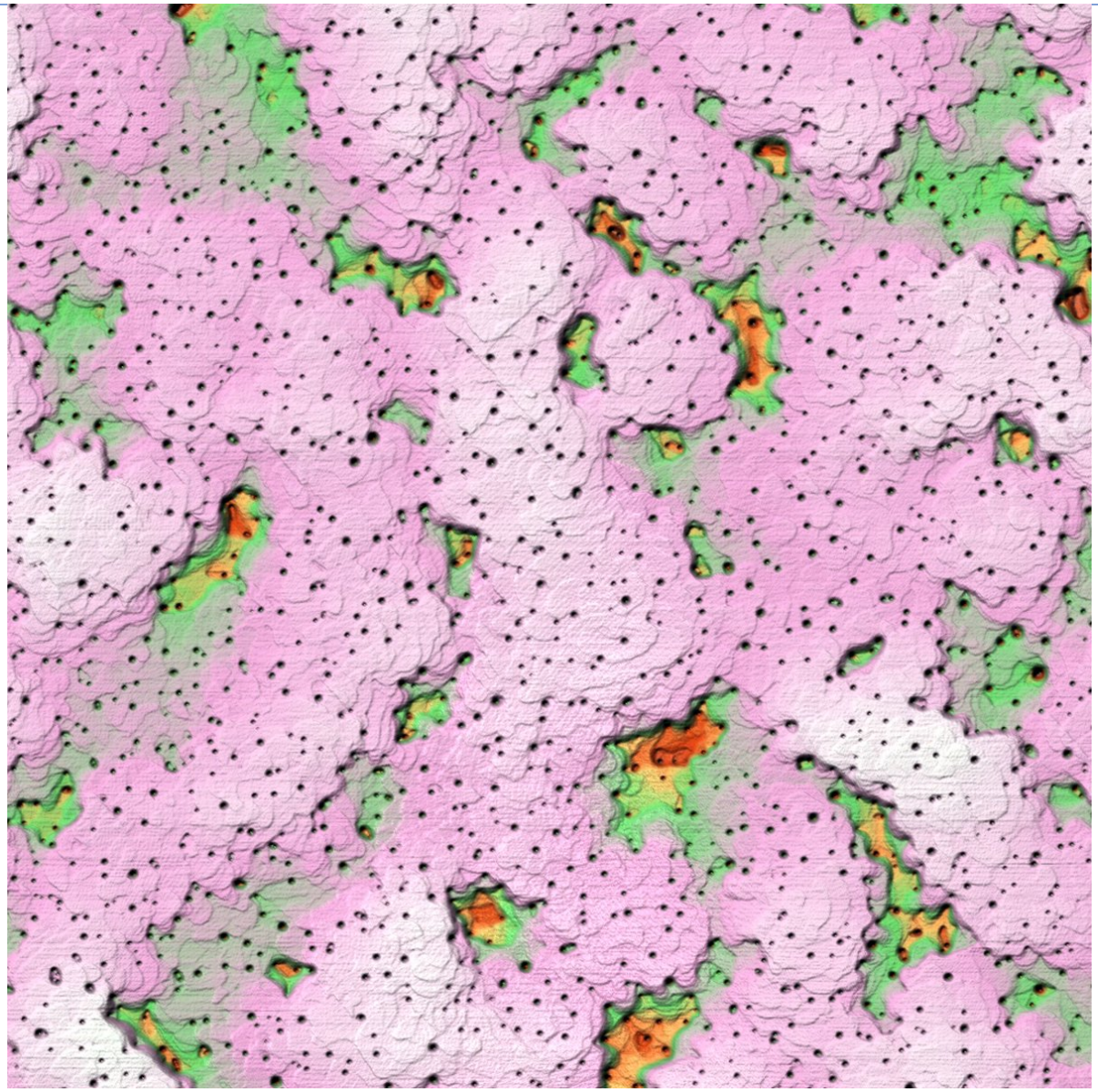
Плазмиды ДНК,
Высота и ширина 1 нм



HOPG

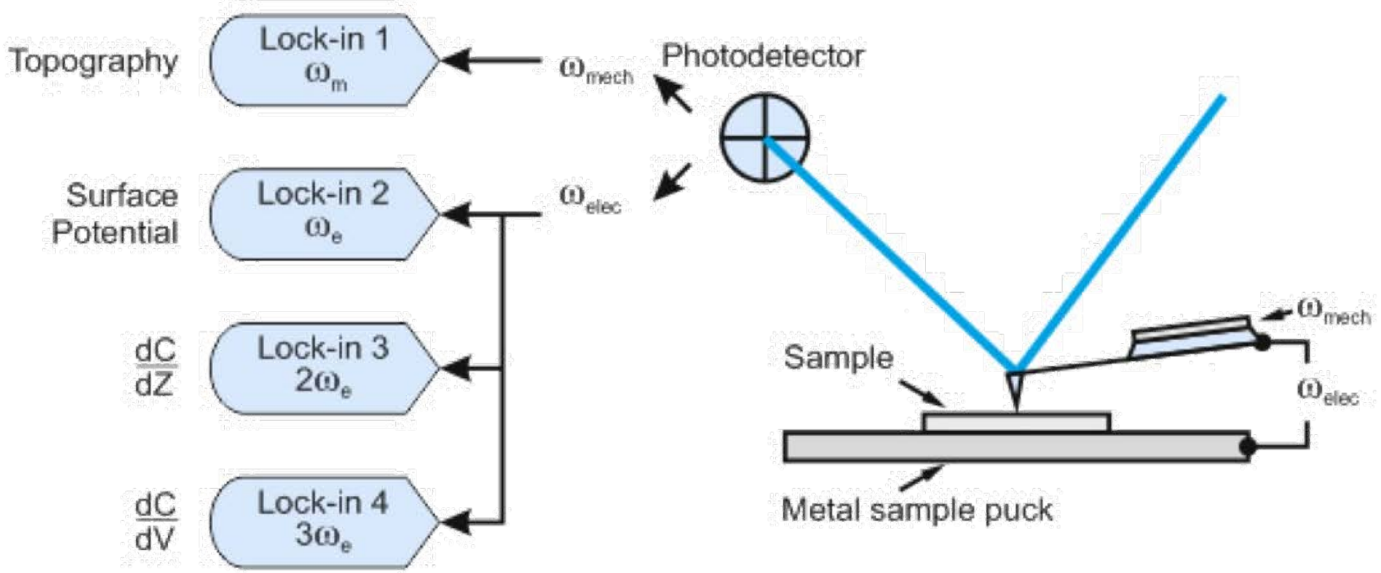


Моно атомные ступеньки на Si(111)
Высота 0,314нм



Tapping mode, MBE growing 300nm Ge on Si(001)
Scan size 13x13 mkm (NTEGRA, Artem Shelaev)

Распределение поверхностного потенциала (Кельвин-мода)



Electrostatic interaction between probe and sample

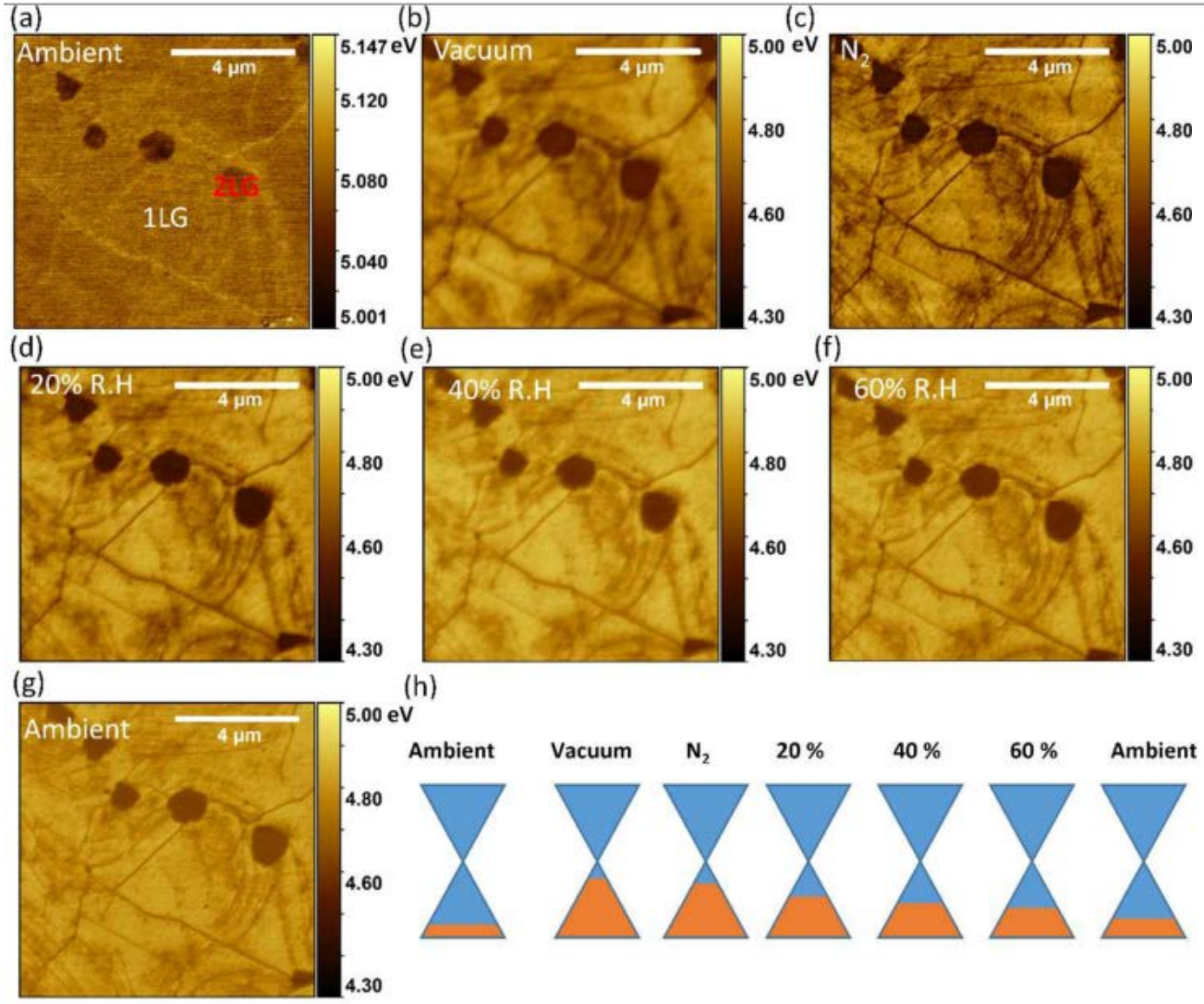
$$F_z = F_{z,DC} + F_{z,\omega} + F_{z,2\omega}$$

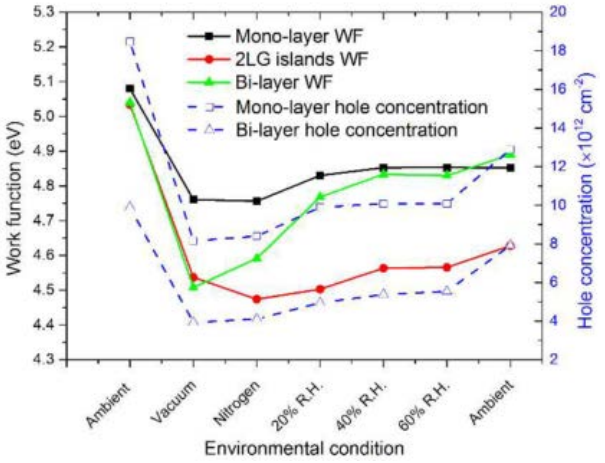
$$F_{z,DC} = -\left[\frac{1}{2}\times\left((U_0 - \varphi(x,y))^2 + \frac{1}{2}\times U_1^2\right)\right]\times\frac{\partial C}{\partial Z}$$

$$F_{z,\omega} = -\left[(U_0 - \varphi(x,y))\times U_1 \times \sin(\omega t)\right]\times\frac{\partial C}{\partial Z}$$

$$F_{z,2\omega} = \left[\frac{1}{4}\times U_1^2 \times \cos(2\omega t)\right]\times\frac{\partial C}{\partial Z}$$

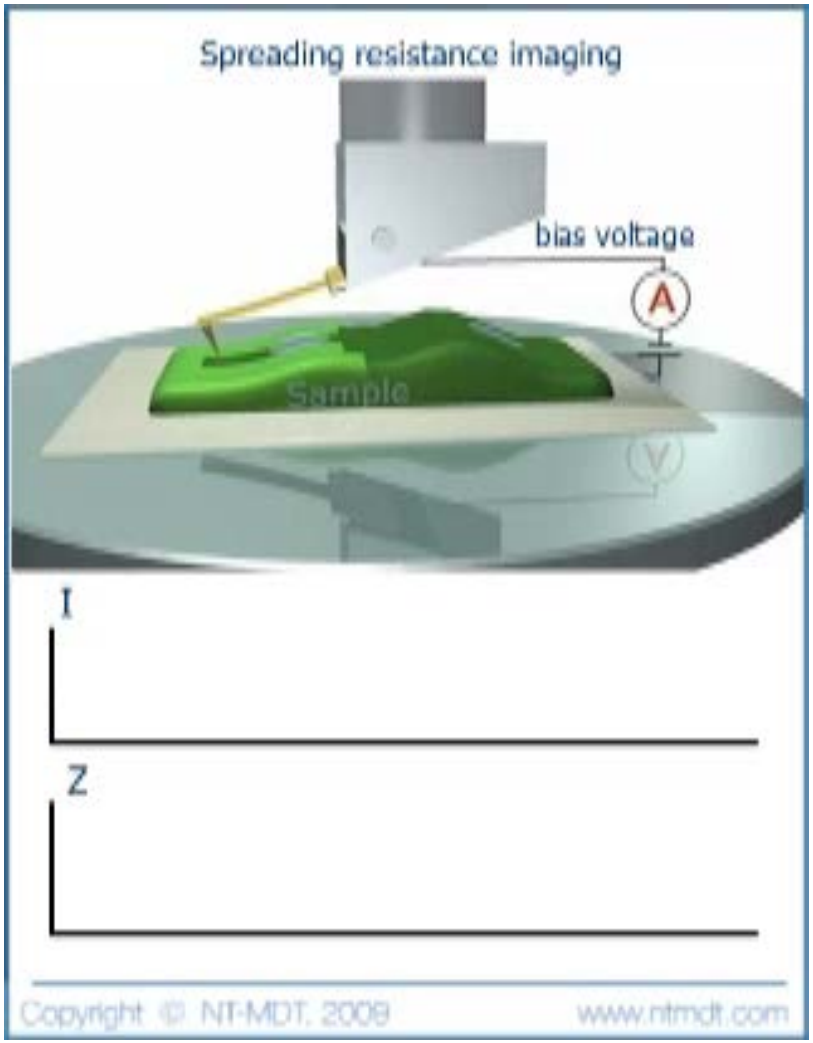
Исследования изменений поверхностного потенциала графена при различной влажности

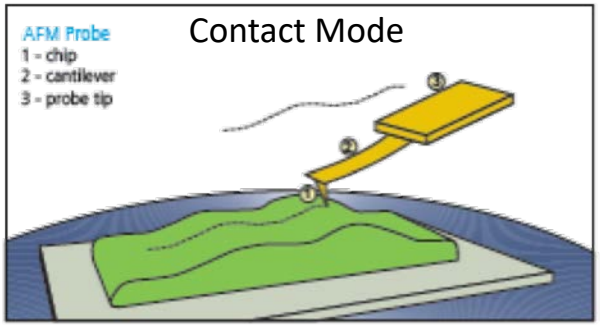




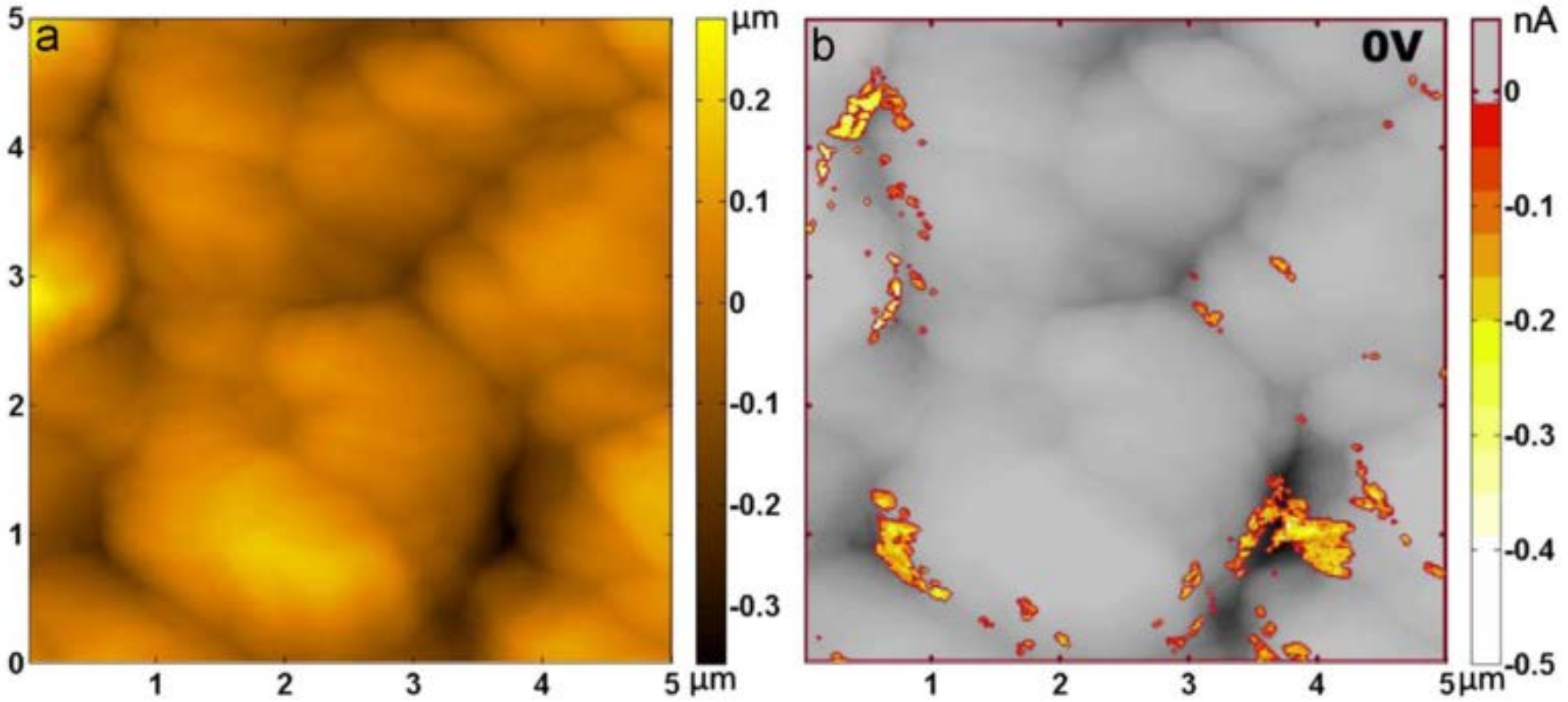
C. Melios, A. Centeno, A. Zurutuza, V. Panchal, C. Giusca, S. Spencer, S. Silva and O. Kazakova, "Effects of humidity on the electronic properties of graphene prepared by chemical vapour deposition", *Carbon*, vol. 103, pp. 273-280, 2016.

Измерение проводимости (C-AFM)





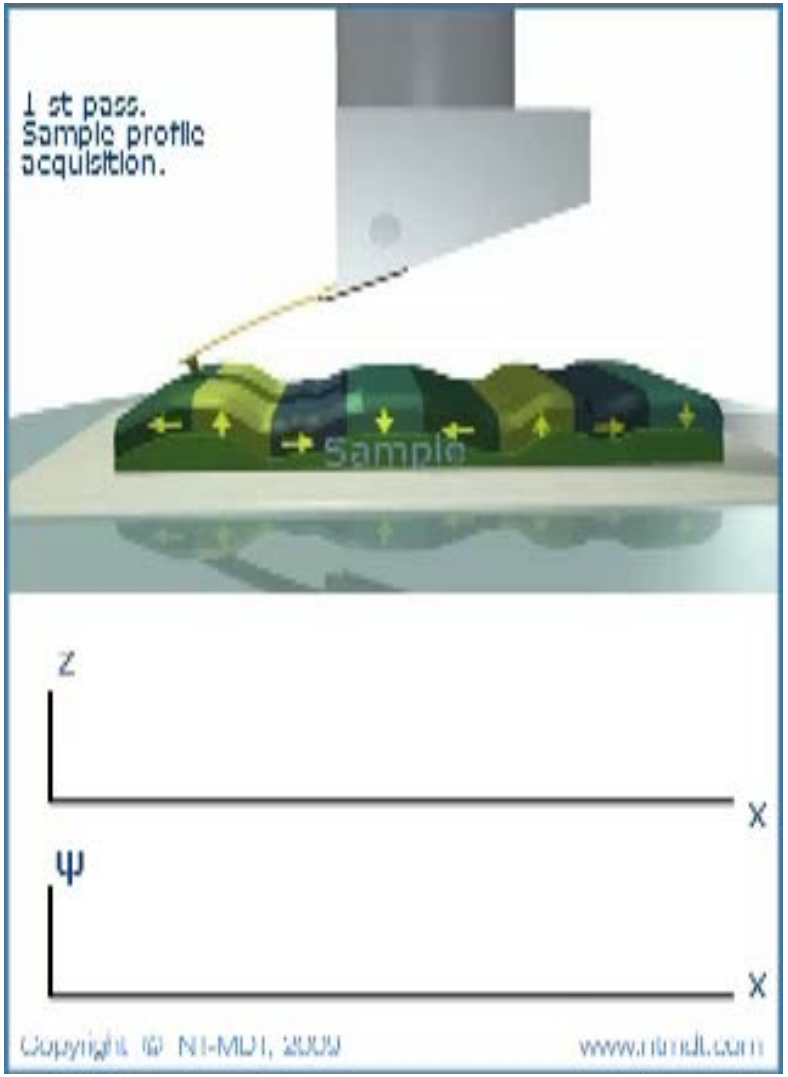
Измерения проводимости границ зерен солнечных батарей $Cu_2ZnSnSe_4$

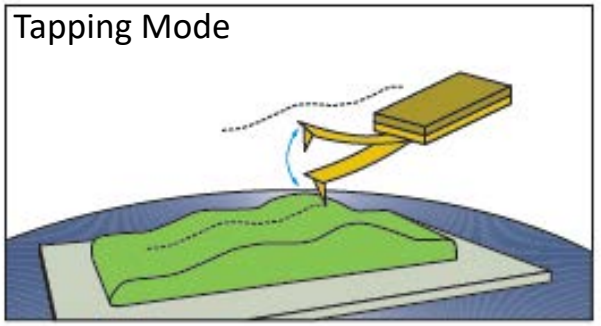


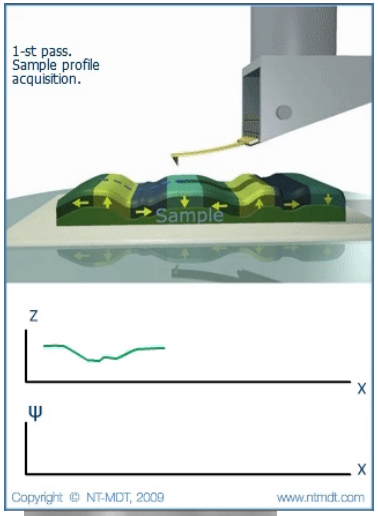
(a) AFM topography of the top surface of a CZTSe device. (b) Zero biased photocurrent mapping, under illumination of a defocused 532 nm continuous wave laser with total power of 1mW. The photocurrent mapping is superimposed on the topography in (a) to illustrate the correlation between the position of the photo current and that of the GBs

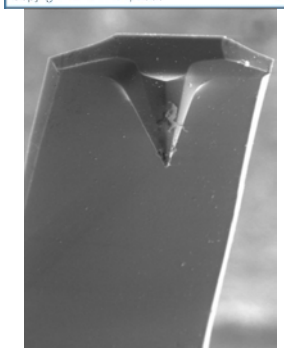
M. Xu, B. Liu, G. Graham and X. Pan, "High resolution characterization of grain boundaries in Cu 2 ZnSnSe4 solar cells synthesized by nanoparticle selenization", *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 157, pp. 171-177, 2016.

Магнитно-силовая микроскопия (MFM)

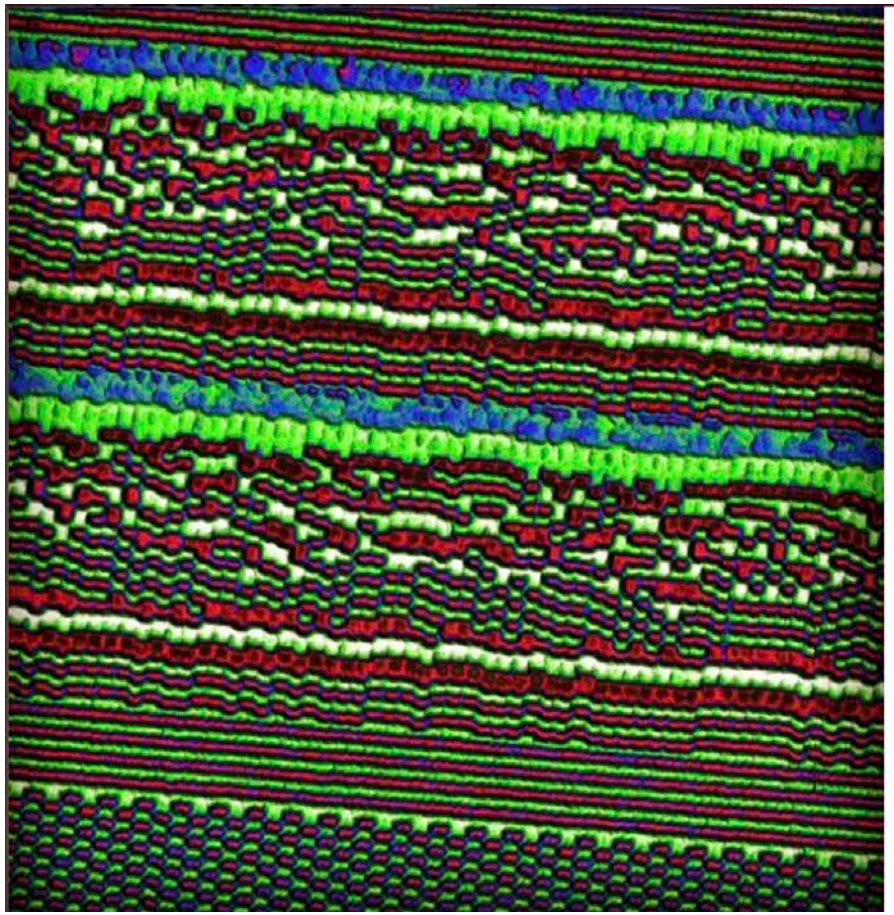








Зондовый датчик для МСМ с ферро магнитным покрытием Co/Fe



NT-MDT Spectrum Instruments

ПОДПИСАТЬСЯ

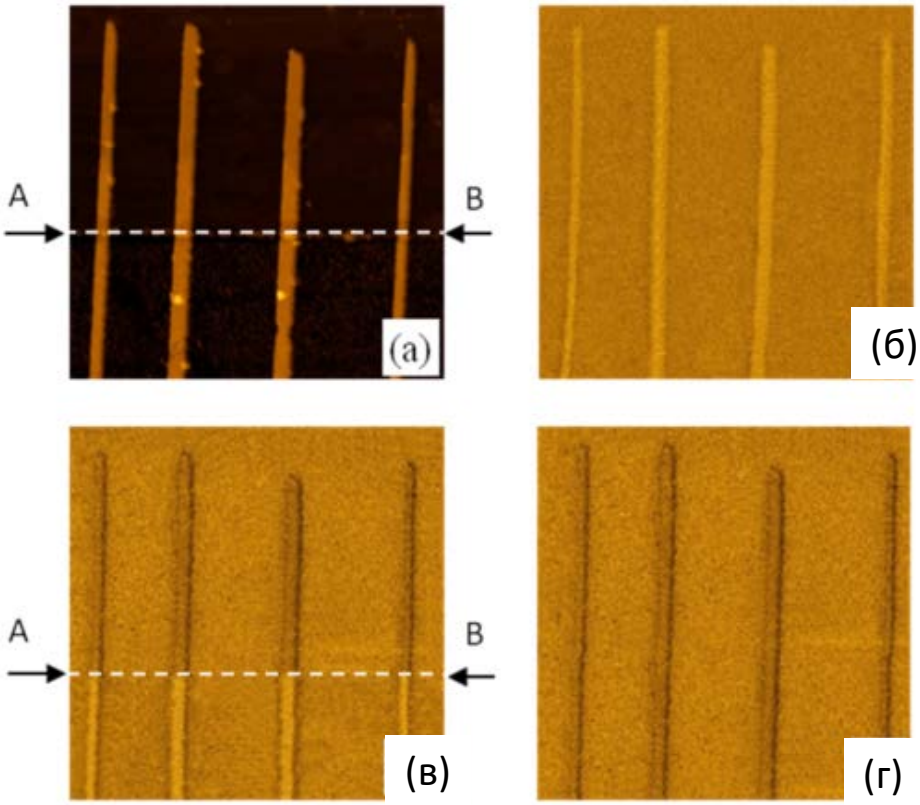
24 отметок «Нравится» 7 нед.

ntmdt #MFM image of 1TB #harddrive fragment captured by #ntmdt NA_FM/CoFe magnetic #afm probe demonstrating 30 nm lateral resolution in air. #scan size: 10x10 um. Image courtesy: Arseny Kalinin. #nanotechnology #нанотехнологии #microscope #microscopy #science #datastorage #нтмдт #atomicforcemicroscopy

fancy_corpse 😍😍😍😍

Войдите, чтобы поставить «Нравится» или прокомментировать.

МСМ исследования нанотрубок Co/Pt при приложении разных магнитных полей

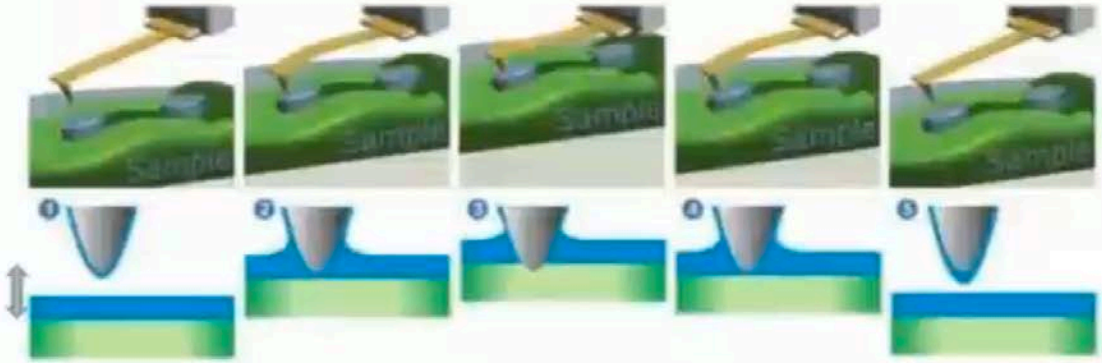


NTEGRA AFM Setup with in-plane external magnet

Последовательные этапы перемагничивания для Co / Pt NW частично покрыты слоем Co. (а) АСМ изображение образца с Co / Pt NW. Область под линией A-B покрыта Co (1,3 нм) Размеры скана 1,5 мкм × 1,5 мкм. Граница покровного слоя Co показана стрелками и пунктирной линией; (б) MF-изображение намагниченного образца; (в) MFM-изображение частично перемагниченных после приложения обратного магнитного поля 150 Э; (г) MFM-изображение намагниченных в области 200Э. Сканов 1,5 мкм × 1,5 мкм. MFM контраст нормирован до максимума.

O. Ermolaeva, N. Gusev, E. Skorohodov, Y. Petrov, M. Sapozhnikov and V. Mironov, "Magnetic Force Microscopy of Nanostructured Co/Pt Multilayer Films with Perpendicular Magnetization", *Materials*, vol. 10, no. 9, p. 1034, 2017.

Basics of the Hybrid Mode



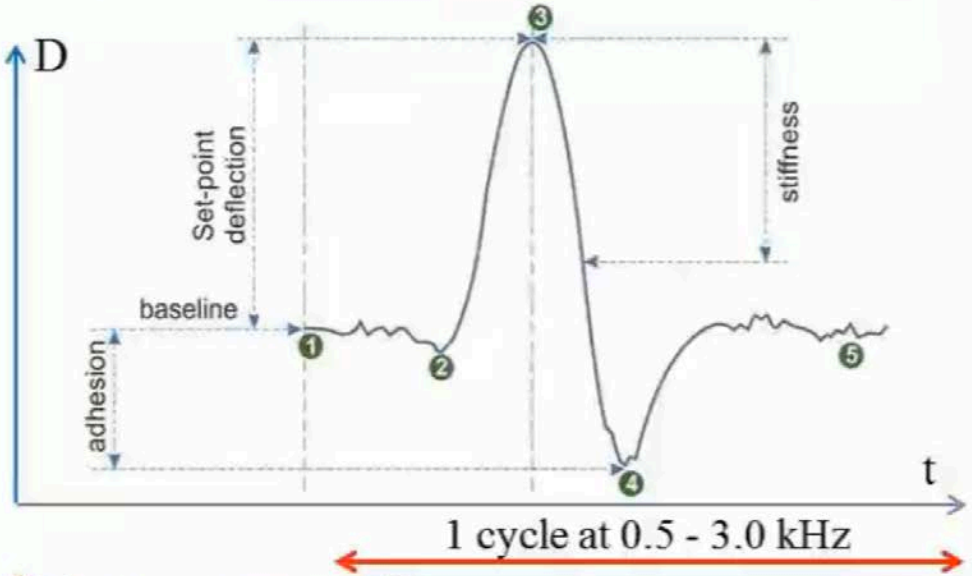
Predecessors

H. Becker, et al "Stylus profiler featuring an oscillating probe" US Patent 2728222, 1955.

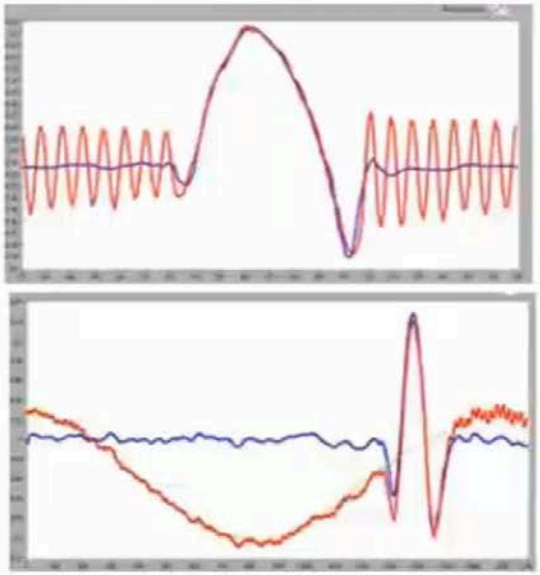
V. Elings, & J. Gurley "Jumping probe microscope" US Patent 5,229,606, 1993.

Pulsed Force (Witec), Jumping Mode (NanoTech), Peak Force (Bruker), Anasys

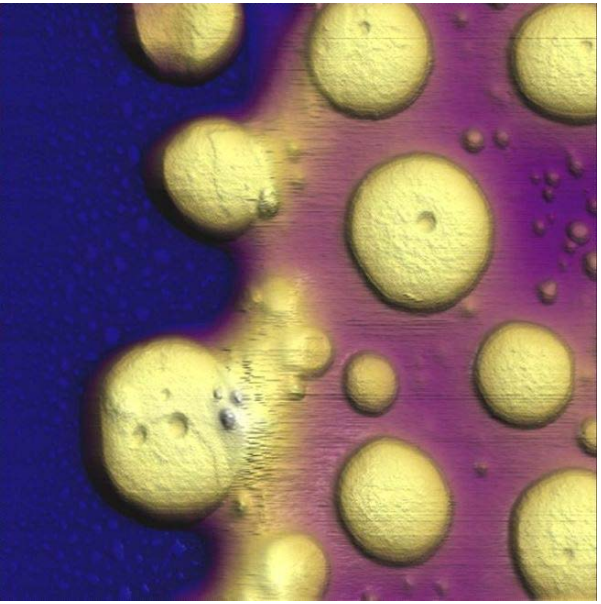
Temporal Deflection Plot – The Bank of the Local Properties!



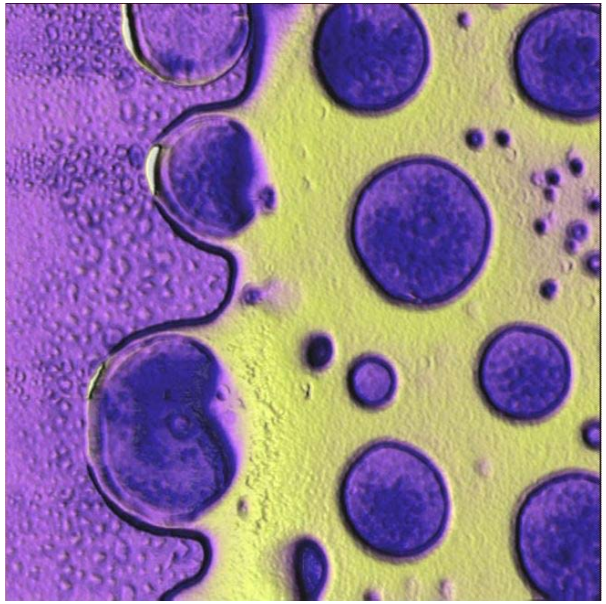
Real-time Wavelet Filtering



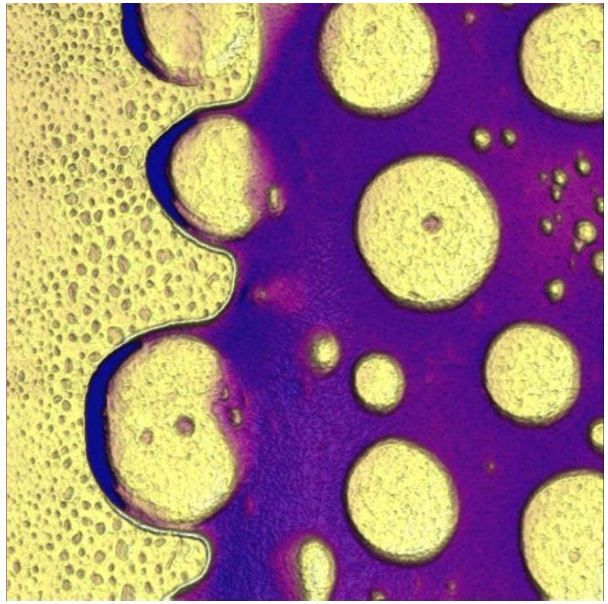
PS-PBD, Hybrid Mode



Рельеф поверхности



Адгезия



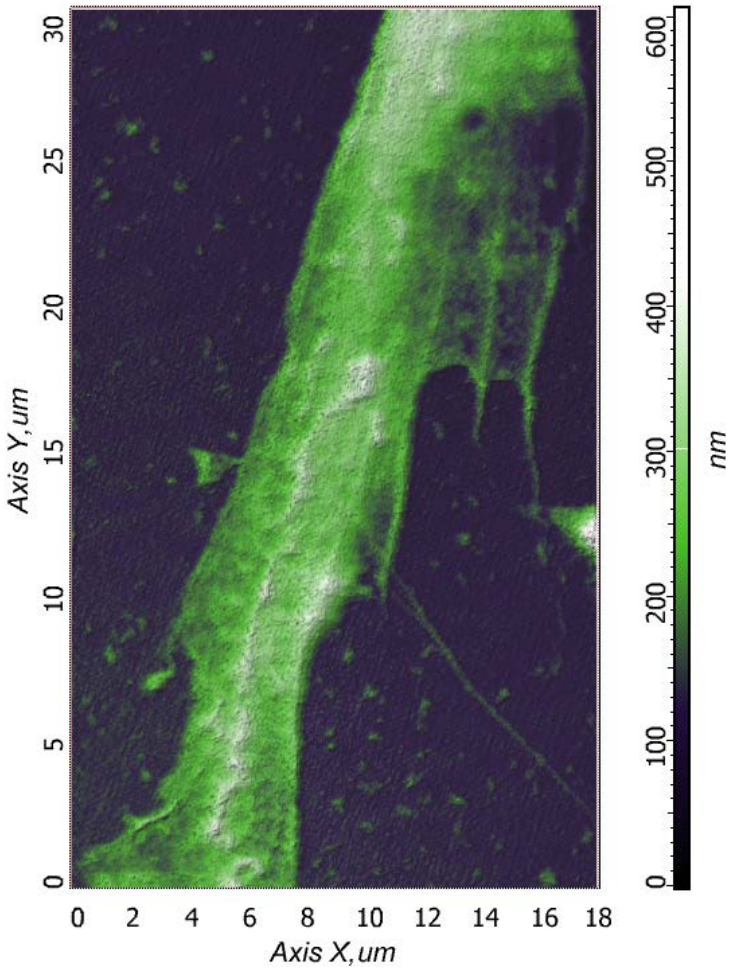
Поверхностная жесткость

Смесь полистирол-полибутадиен (PS-PBD) на кремнии, 4x4 мкм

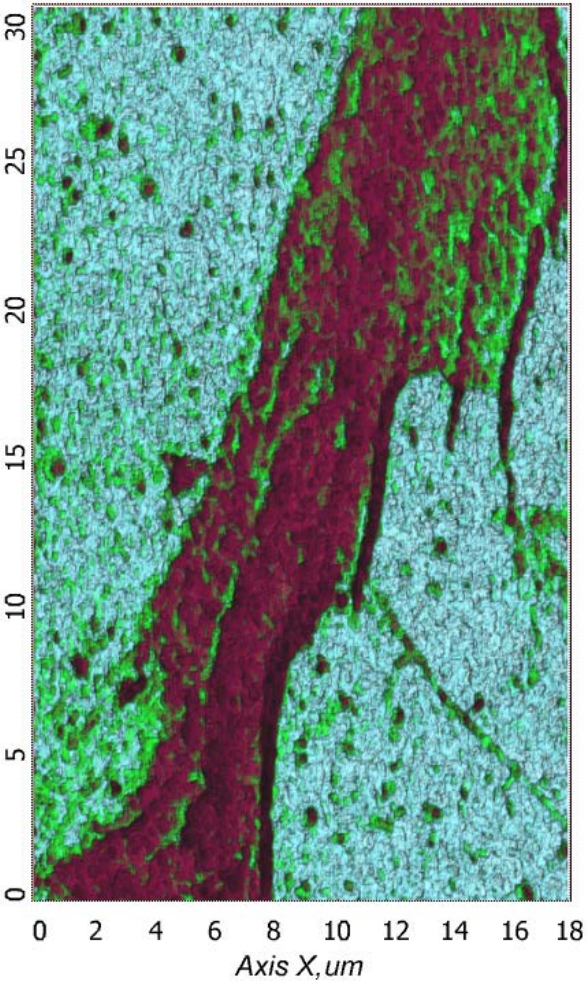
Изображение предоставил д-р Сергей Магонов, NT-MDT Development Co.

ЖИВЫЕ стволовые клетки, Hybrid Mode

Рельеф



Жесткость



Массив данных из 180x300 силовых кривых позволяет построить карту жесткости образца (справа) и изображение его рельефа (слева)

Ефремов Юрий Михайлович
МГУ им. М.В. Ломоносова, Биологический факультет, 2014 год, рук. К.В.Шайтан

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КЛЕТОК И СТРУКТУРЫ ЦИТОСКЕЛЕТА МЕТОДАМИ АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ

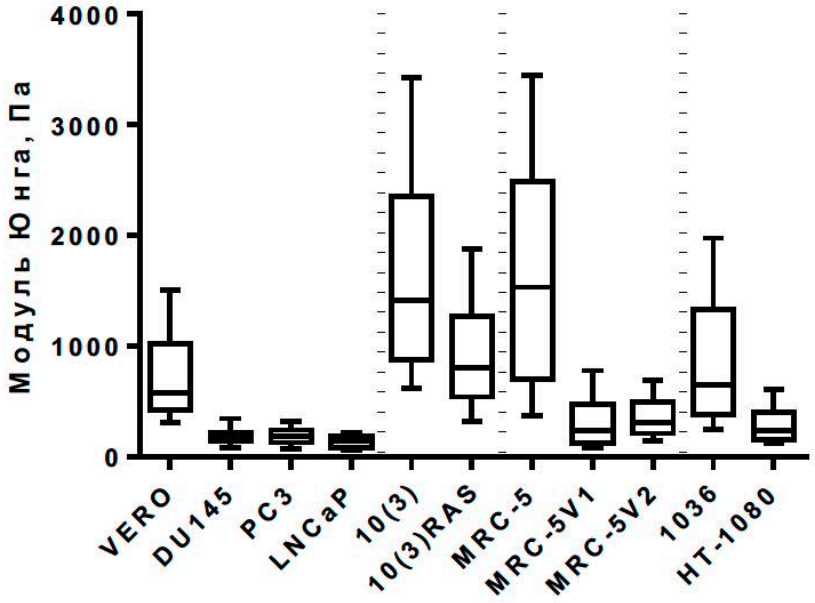
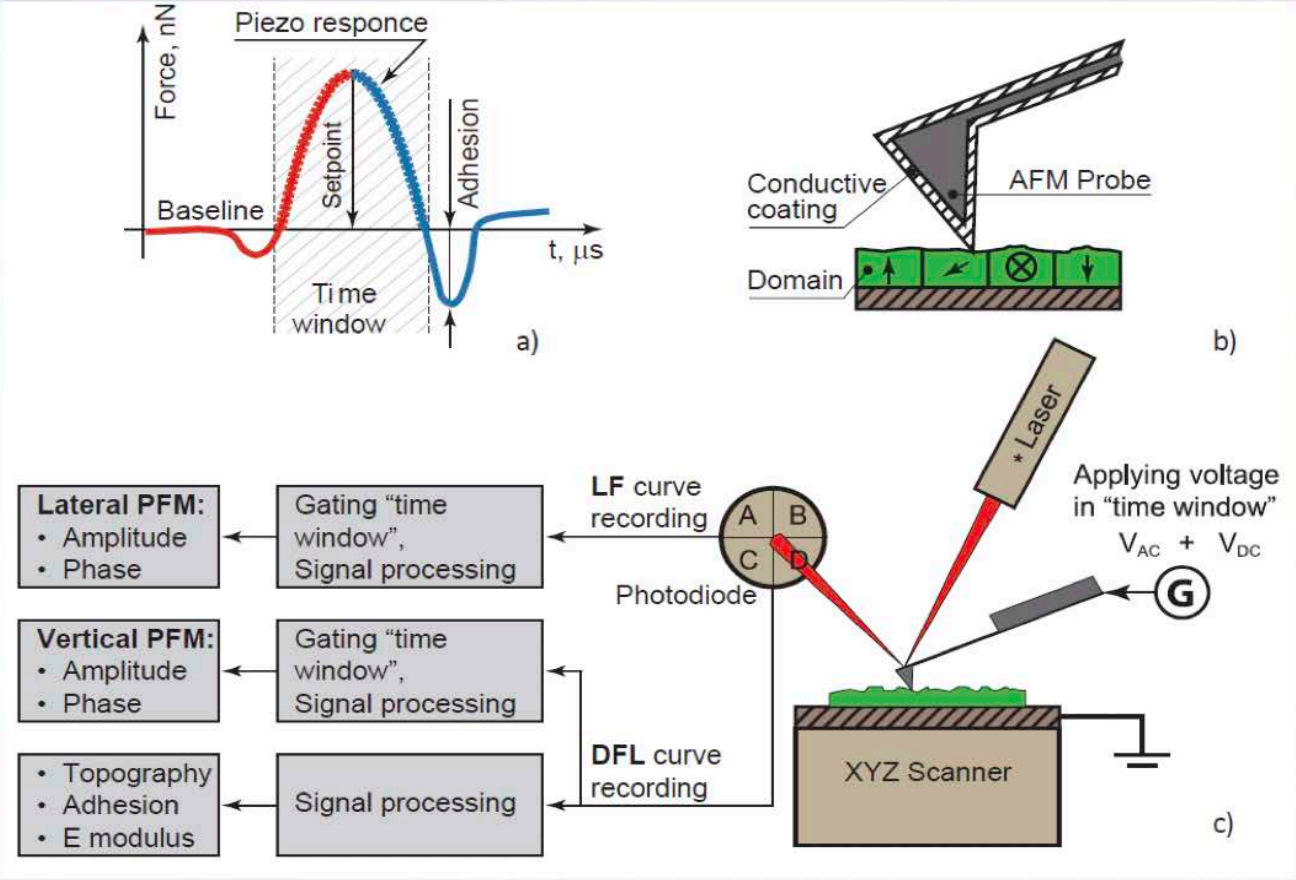


Рисунок 43. Модули Юнга клеток четырёх клеточных систем, описанных в тексте. Для первой системы (клетки линии Vero и три линии рака простаты) измерения проводились в PBS при комнатной температуре, для остальных трёх систем – в среде DMEM/HAM с добавлением HEPES при 37°C. Скорость снятия силовых кривых – 1 мкм/с.

HybriD PFM: Принцип работы



Принцип работы HybriD PFM. (a) Типичная кривая силы взаимодействия зонд-образец за цикл измерений. (b) Схема взаимодействия зонда с пьезоэлектриком. (c) Схема работы метода.

Основные особенности:

- Подача напряжения и регистрация фазы и амплитуды пьезоотклика строго во время контакта зонда с образцом
- Возможность измерений при напряжениях амплитудой до 150В
- Одновременное измерение модуля упругости, адгезии зонд образец и диэлектрической проницаемости
- Минимизация латерального взаимодействия зонда с образцом благодаря его отводу от поверхности в каждой точке сканирования
- Компенсация дрейфа изгиба балки в каждой точке сканирования

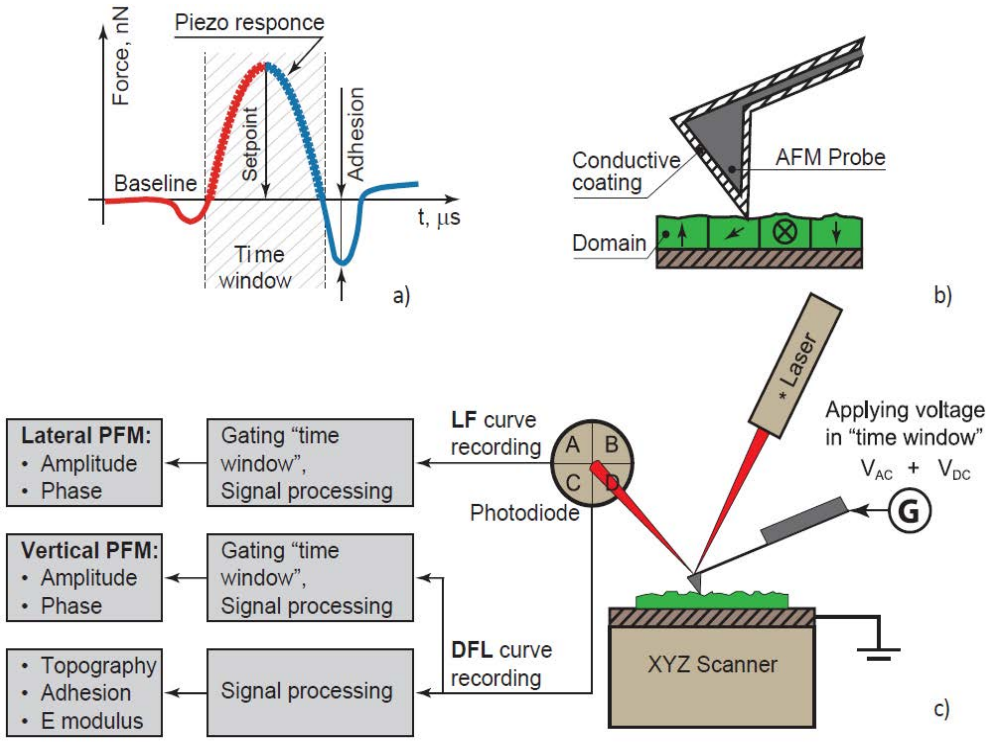
NT-MDT
Spectrum Instruments

К настоящему времени получены необходимые документы для использования методов АСМ диагностики в медицинской практике и ведется разработка приборов

ARTIDIS
Cancer Diagnosis by Atomic Force Microscopy

invented by
Dr. Marko Loparic
Dr. Marija Plodinec
Prof. Dr. Roderick Lim

HybriD PFM: Principle of operation



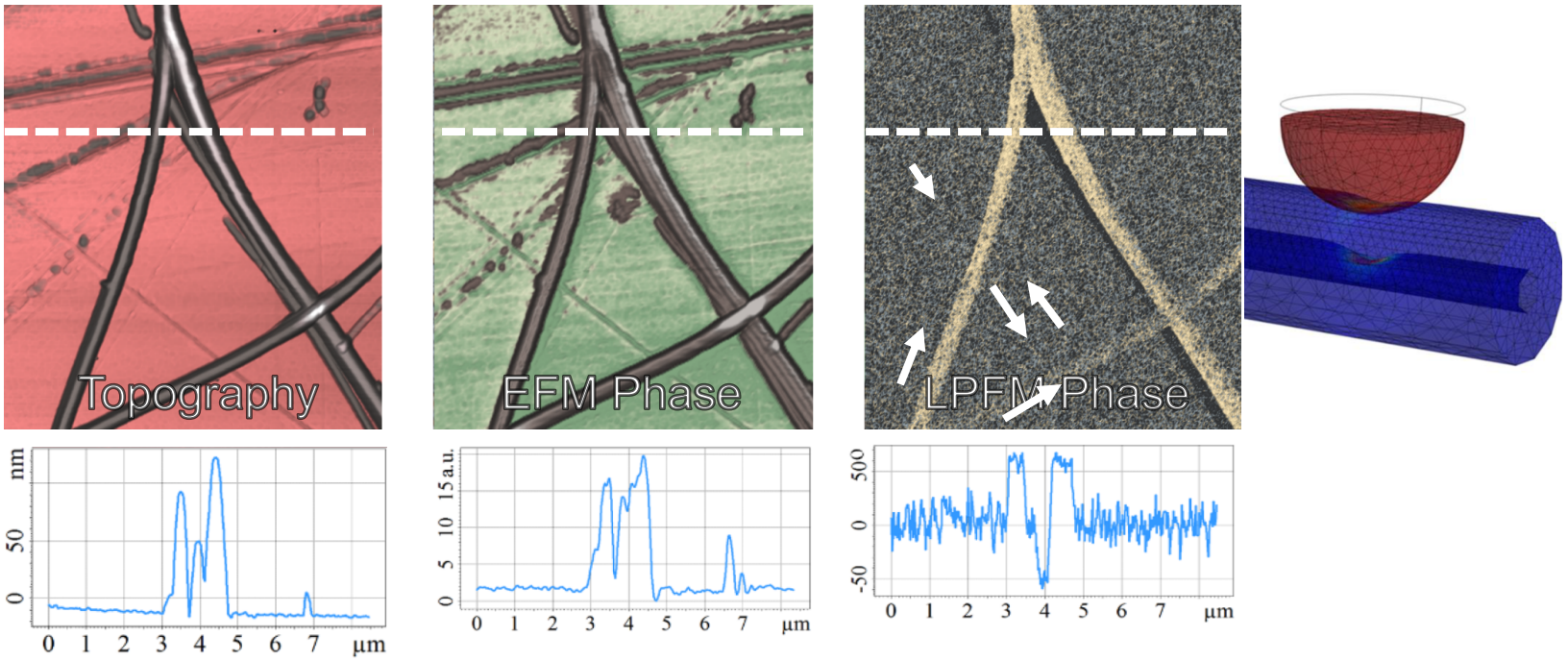
The principle of HybriD PFM. (a) Typical curve of the probe-sample interaction force per measurement cycle. (b) Scheme of interaction of a probe with a piezoelectric. (c) Method of operation of the method.

Key Features:

- The supply of voltage and the recording of the phase and amplitude of the piezoelectric response strictly during the contact of the probe with the sample
- The ability to measure at voltages up to 150V
- Simultaneous measurement of the modulus of elasticity, sample probe adhesion and permittivity
- Minimizing the lateral interaction of the probe with the sample due to its removal from the surface at each scan point
- Compensation for beam bending drift at each scan point

HybriD Piezoresponse Force Microscopy

•For the first time HD PFM mode allowed non-destructive piezoresponse study of diphenylalanine peptide nanotubes – a very prospective material for biomedical applications.



Non-destructive electromechanical study of diphenylalanine peptide nanotubes. Scan size: 8×8 µm, nanotubes diameter: 30÷150 nm[1]. Sample courtesy: Dr. A. Kholkin, University of Aviero

NT-MDT Spectrum Instruments

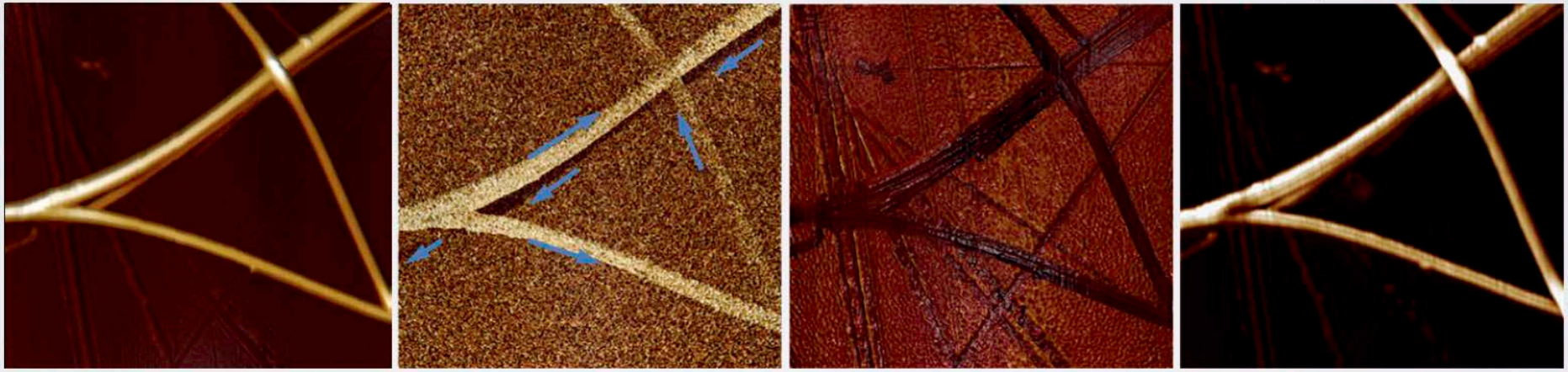
[1] A. Kalinin, V. Atepalikhin, O. Pakhomov, A. Kholkin, A. Tselev. An Atomic Force Microscopy Mode for Nondestructive Electromechanical Studies and its Application to Diphenylalanine Peptide Nanotubes. To be published in Ultramicroscopy

HybriD PFM: Результаты измерений

❖Отвод зонда в каждой точке позволяет измерение пьезоотклика хрупких и плохозакрепленных образцов благодаря минимизации латерального взаимодействия зонда с поверхностью

❖Возможность одновременного проведения резонансных электростатических измерений позволяет более комплексно анализировать образы.

Рельеф поверхности	Фаза латерального пьезоотклика	Сила адгезии зонд-образец	Электростатическая силовая микроскопия (∂^2C/∂^2z)



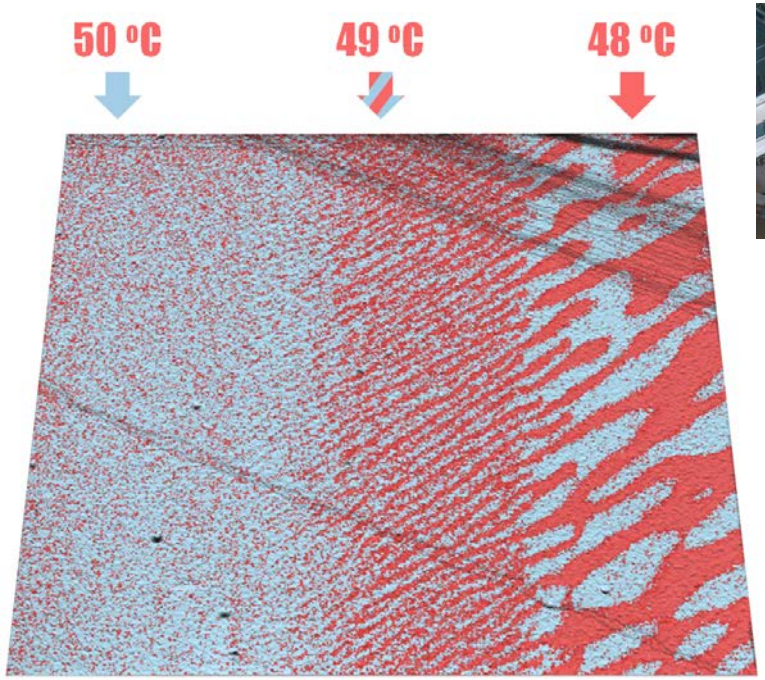
Пептидные нанотрубки дифенилаланина. 8×8 мкм.

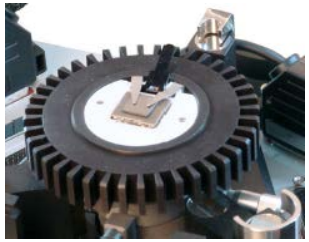
Стрелками указано направление поляризации трубок.

Образец предоставлен: Dr. A.L. Kholkin, University of Aveiro, Portugal

HybriD Piezoresponse Force Microscopy

•Continuous PFM studies under varying temperature

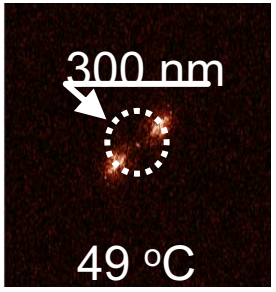


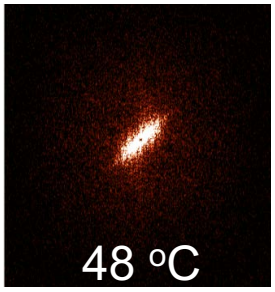


RT÷300 °C

-30÷120 °C

NT-MDT S.I. accessories for sample temperature control



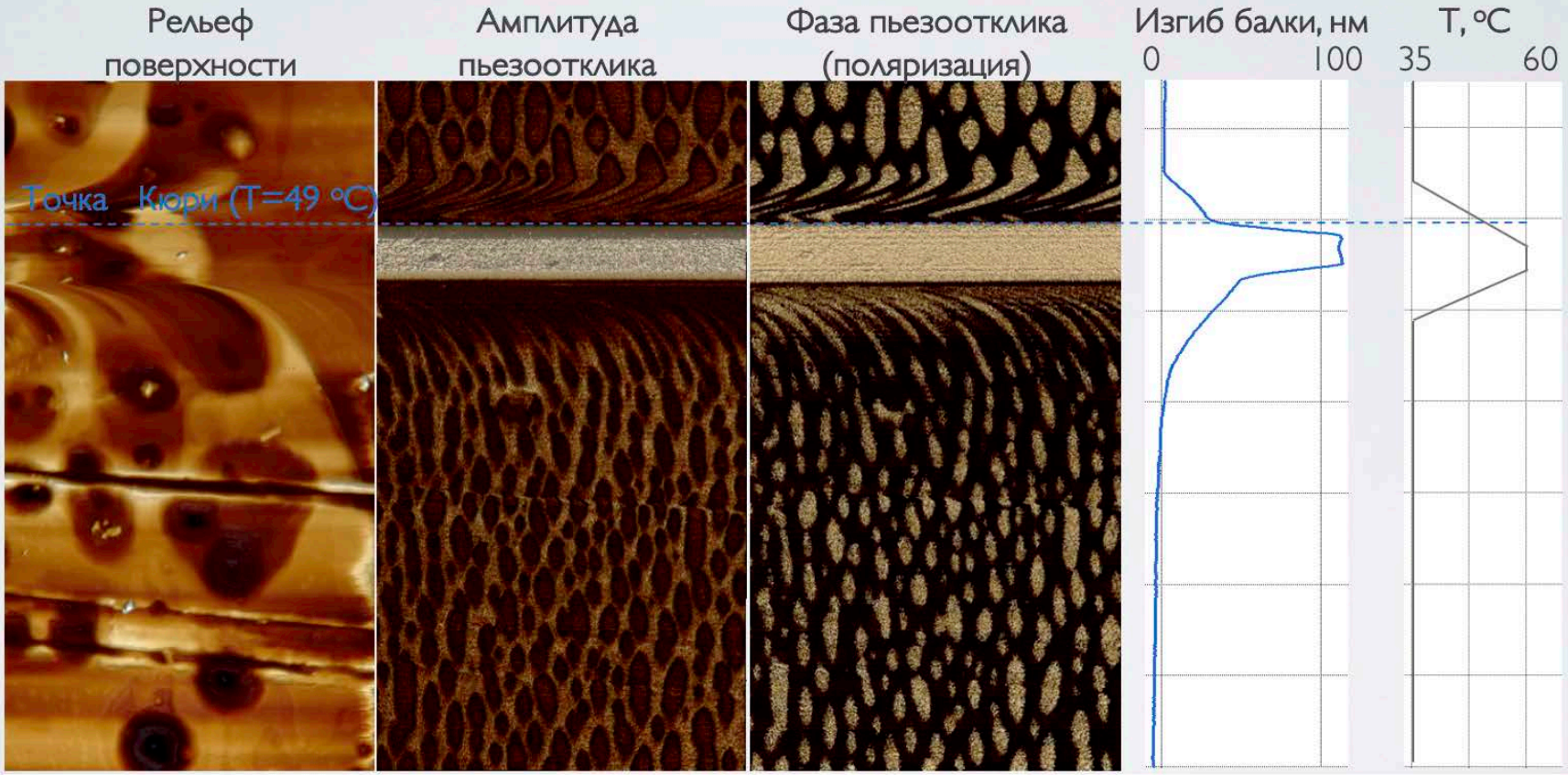


In-situ HD PFM study of second-order phase transition of triglycine sulfate crystal. Scan size 15×15 μm. Sample courtesy: Dr. R. Gainutdinov, IC RAS

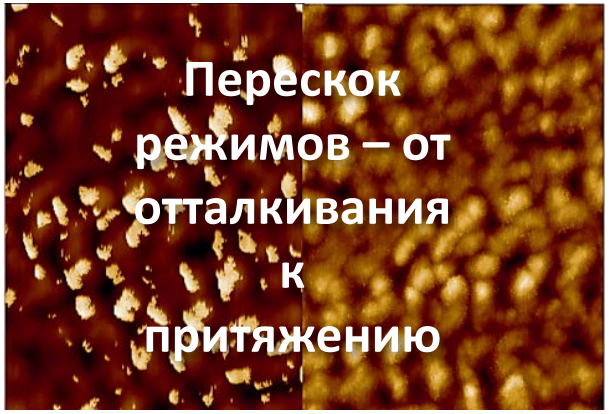
NT-MDT Spectrum Instruments

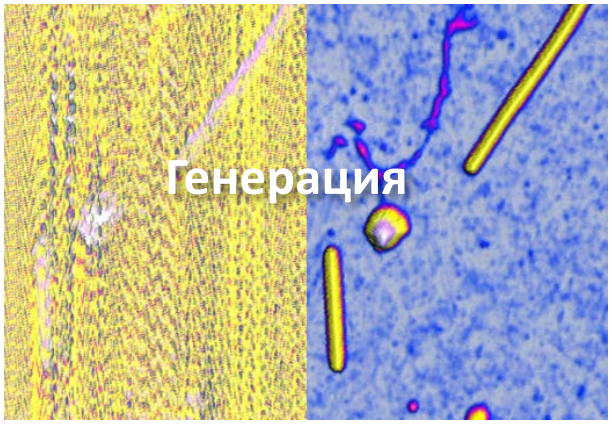
HybriD PFM: Результаты измерений

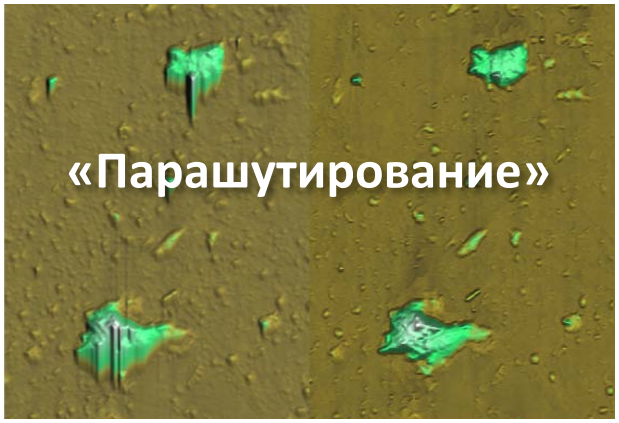
❖Учёт дрейфа величины изгиба балки кантилевера в каждой точке сканирования позволяет проведение корректных измерений пьезоотклика при градиенте температуры образца



Кристалл триглицинсульфата. 8×15 мкм. Продемонстрирован переход через точку Кюри при нагреве образца от 35 °C до 60 °C в процессе непрерывного сканирования.
Образец предоставлен: Р. Гайнутдинов, ИК РАН







ScanTronic™

Straightforward for beginners

Helpful for experts

www.ntmdt-si.com

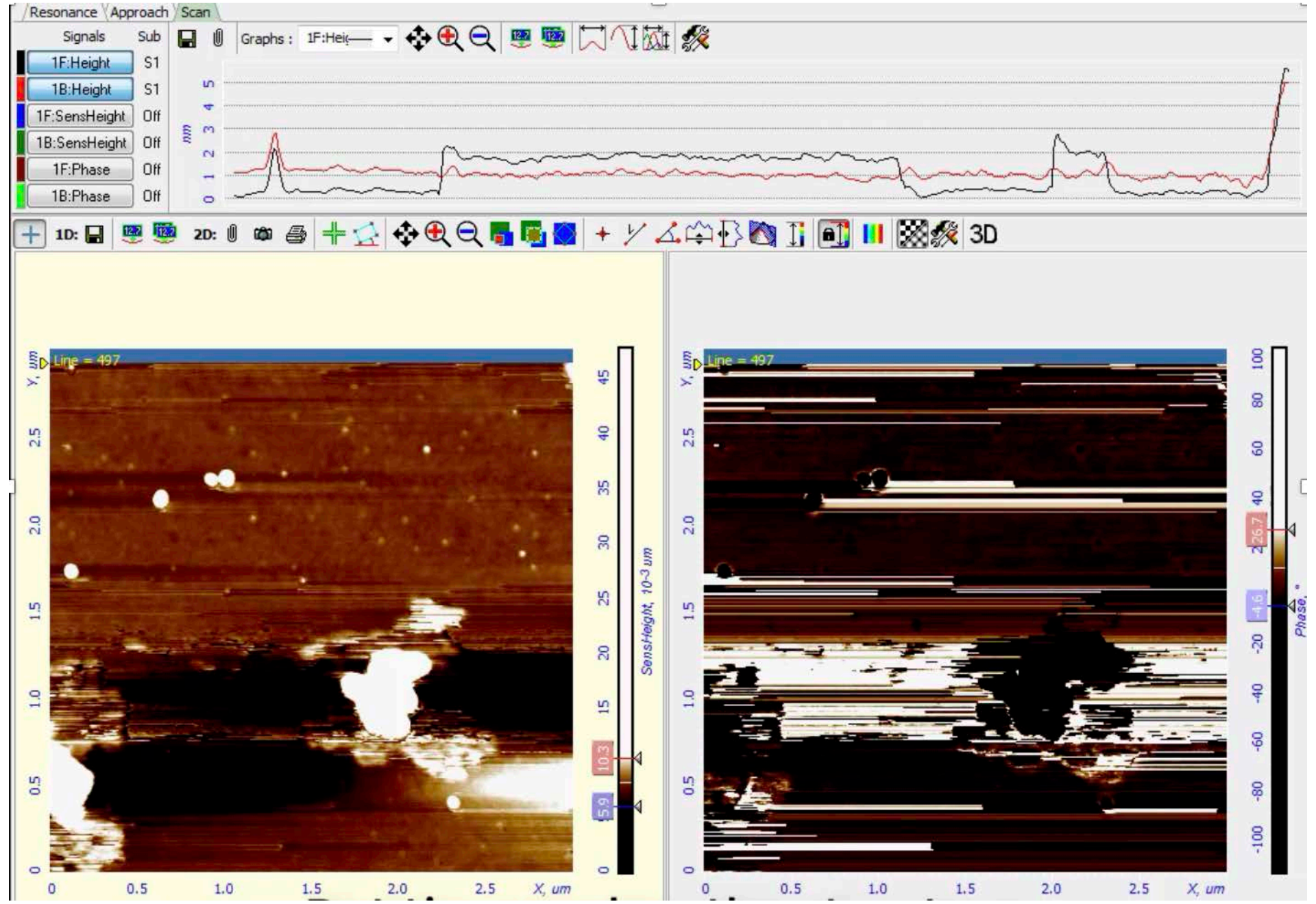
Недостатки «ручной» настройки

Для получения хороших результатов сканирования необходимо оптимизировать как минимум 4 параметра:

- **амплитуда раскачки зонда A_0;**
- **рабочая точка (set point) сигнала обратной связи (SP);**
- **интегральный коэффициент обратной связи (k_i)**
- **скорость сканирования (V_x) ;**

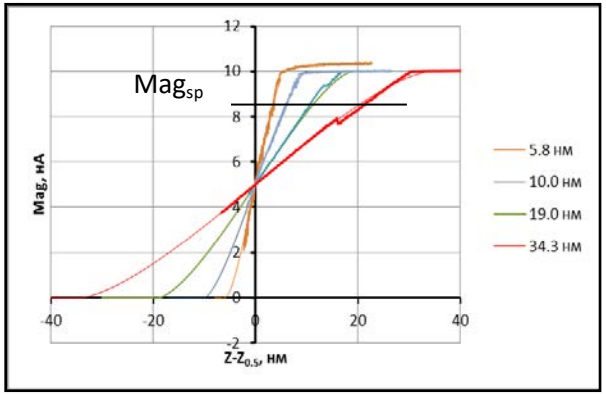
Другие влияющие параметры:

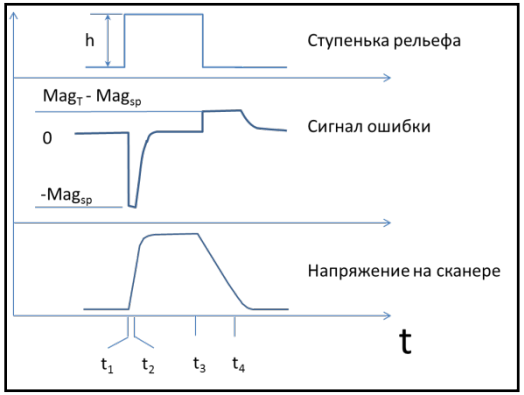
- **LP** – полоса фильтра низких частот
- k_p - коэффициент усиления пропорциональной обратной связи


Resonance
Approach
Scan
Signals
Sub
1F:Height
S1
1B:Height
S1
1F:SensHeight
Off
1B:SensHeight
Off
1F:Phase
Off
1B:Phase
Off
Graphs :
1F:Hei
nm
0
1
2
3
4
5
1D:
2D:
3D
Line = 497
Y, um
0
0.5
1.0
1.5
2.0
2.5
X, um
SensHeight, 10-3 um
0
5
10
15
20
25
30
35
40
45
10.3
5.9
Line = 497
Y, um
X, um
Phase, °
100
80
60
40
26.7
-4.6
-20
-40
-60
-80
-100

Основные дефекты сканирования

Дефект	Источник	Параметры
Шум	Возбуждение обратной связи	A_0, K_i
Неточная отработка рельефа, всплески на крутых участках Затянутые фронты	Конечное время реакции обратной связи, Перерегулировка ОС Ограниченность рабочей характеристики	K_i, V_x K_i, V_x Set Point



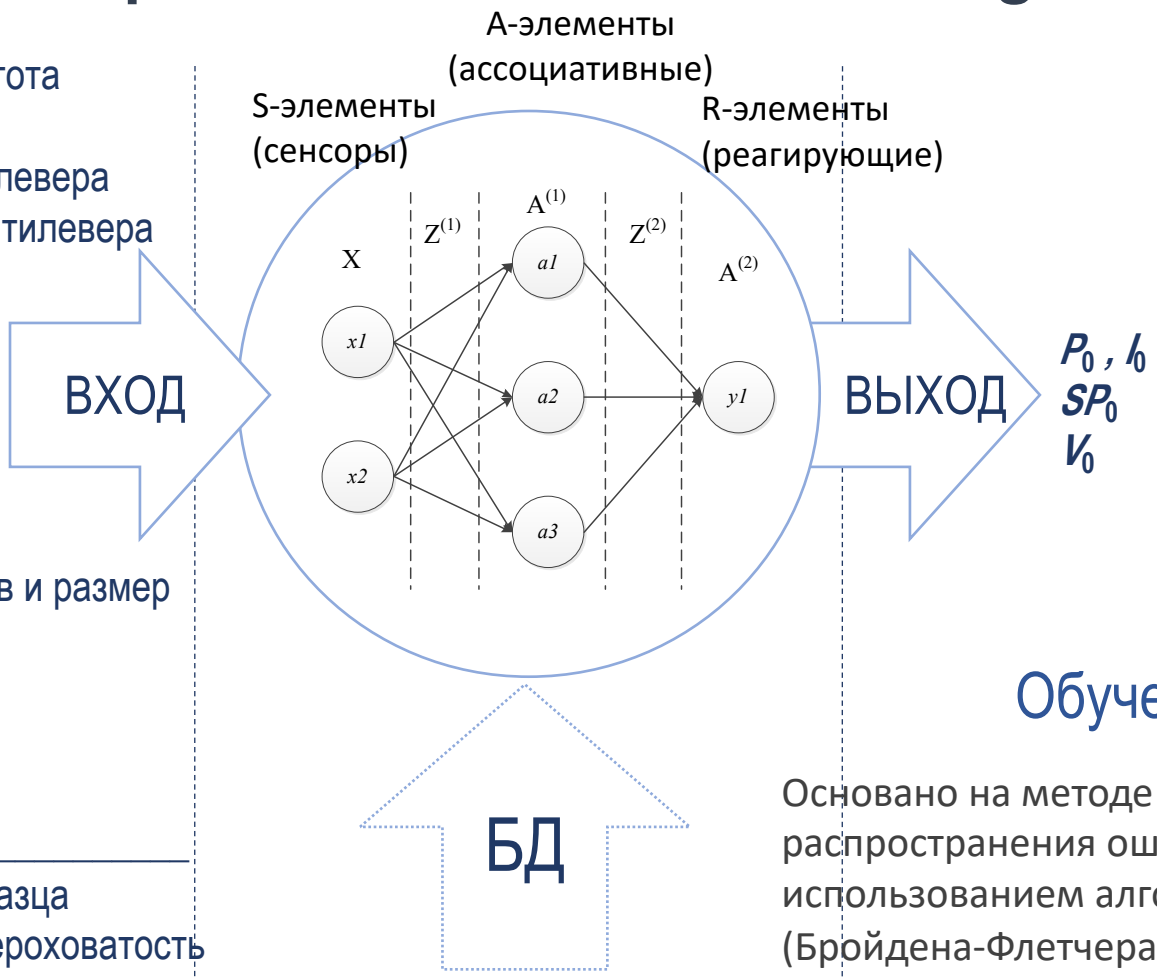


Setting initial parameters: machine learning

f – резонансная частота кантилевера
K – жесткость кантилевера
Q – добротность кантилевера

Nx – кол-во пикселов и размер скана

Характеристики образца (липкость, заряд, шероховатость и жесткость)



Обучение

Основано на методе обратного распространения ошибки с использованием алгоритма BFGS (Бройдена-Флетчера-Гольдфарба-Шанно)

Факторы и параметры, влияющие на выбор зонда и параметров сканирования

Воздух
Жидкость
Вакуум

Среда

Наши желания:
Метод сканирования
Разрешение
Скорость сканирования
Сила воздействия на образец

Вязко-упругие свойства:
Модуль Юнга E
Предел упругой деформации $\varepsilon_{пр}$
Адгезионные свойства
Электрические свойства: σ
Статистика поверхности:
Шероховатость: RMS
Ф-ция распределения Θ

Образец

Коэффициент жесткости балки k
Резонансная частота ω_r
Длина кантилевера L
Коэффициент IOS
Радиус иглы
Предел упругой деформации зонда

Другие параметры, важные для конкретного приложения

Зонд

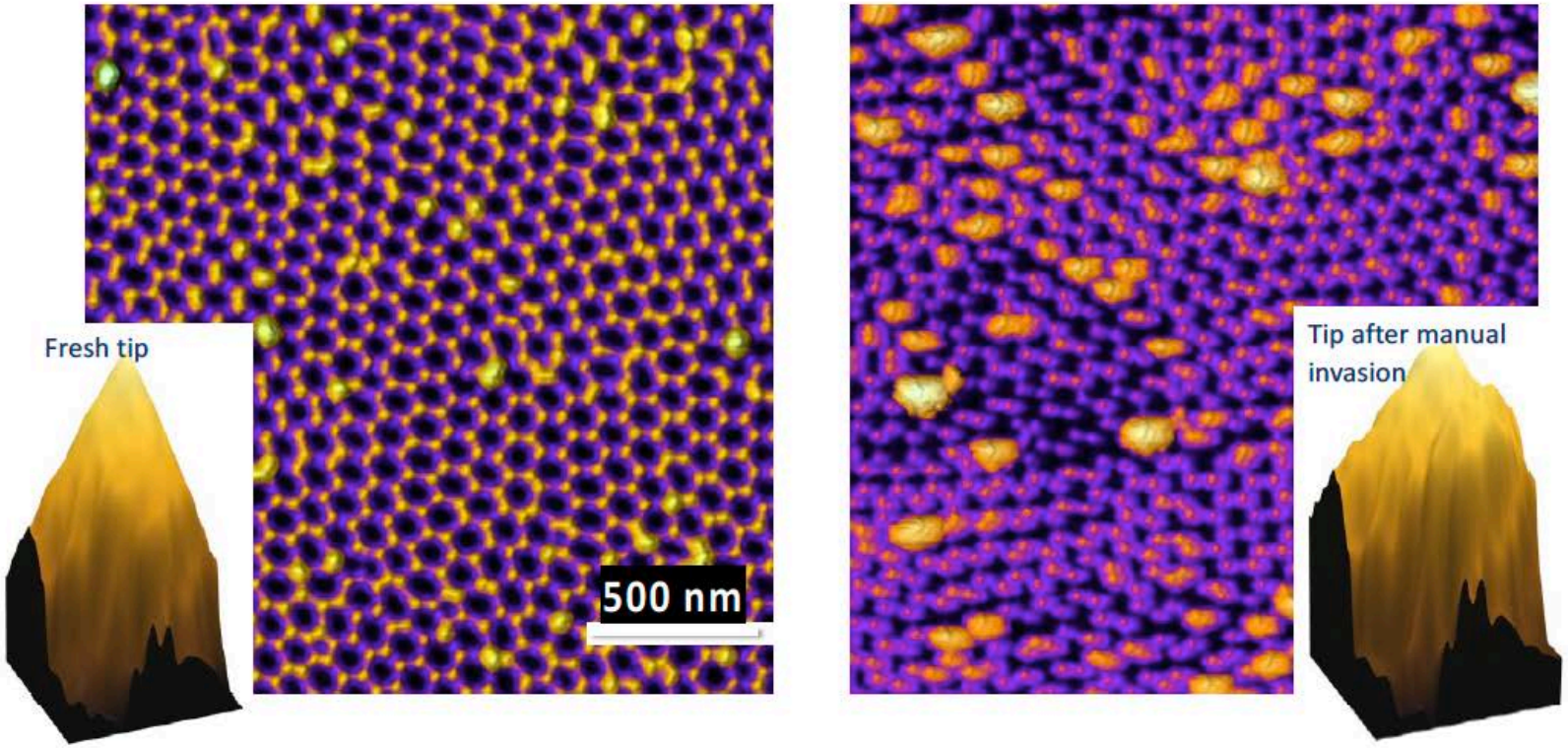
Операционные параметры

Амплитуда свободных колебаний зонда A_0
Рабочая точка (Set Point) A_{SP}
Коэффциент усиления обр. связи K_i
Размер изображения Lx, Ly
Частота сканирования ν

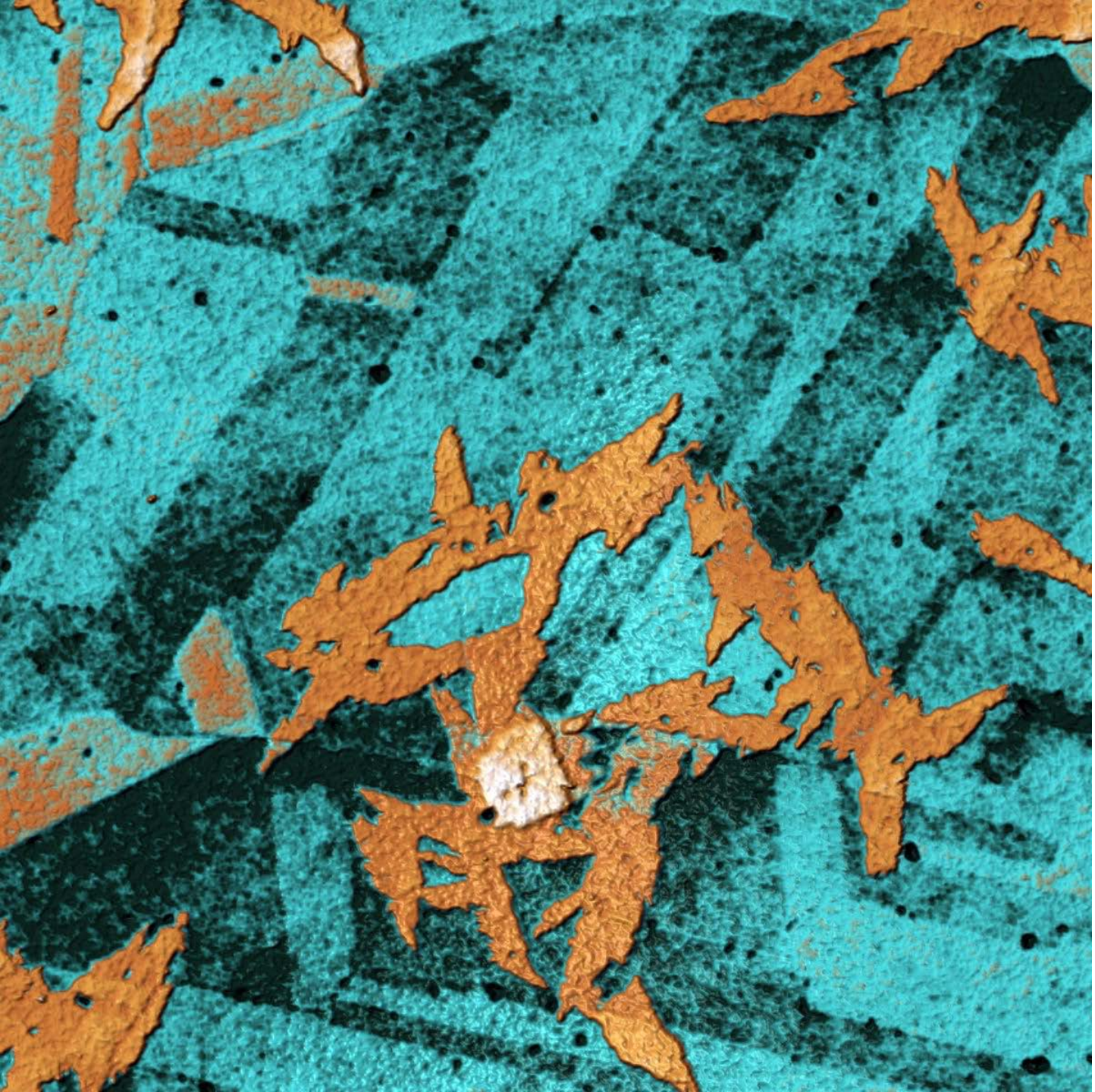
Резонансные частоты ω_{0x}, ω_{0y}, ω_{0z}
Добротность Qx, Qy, Qz

Сканер

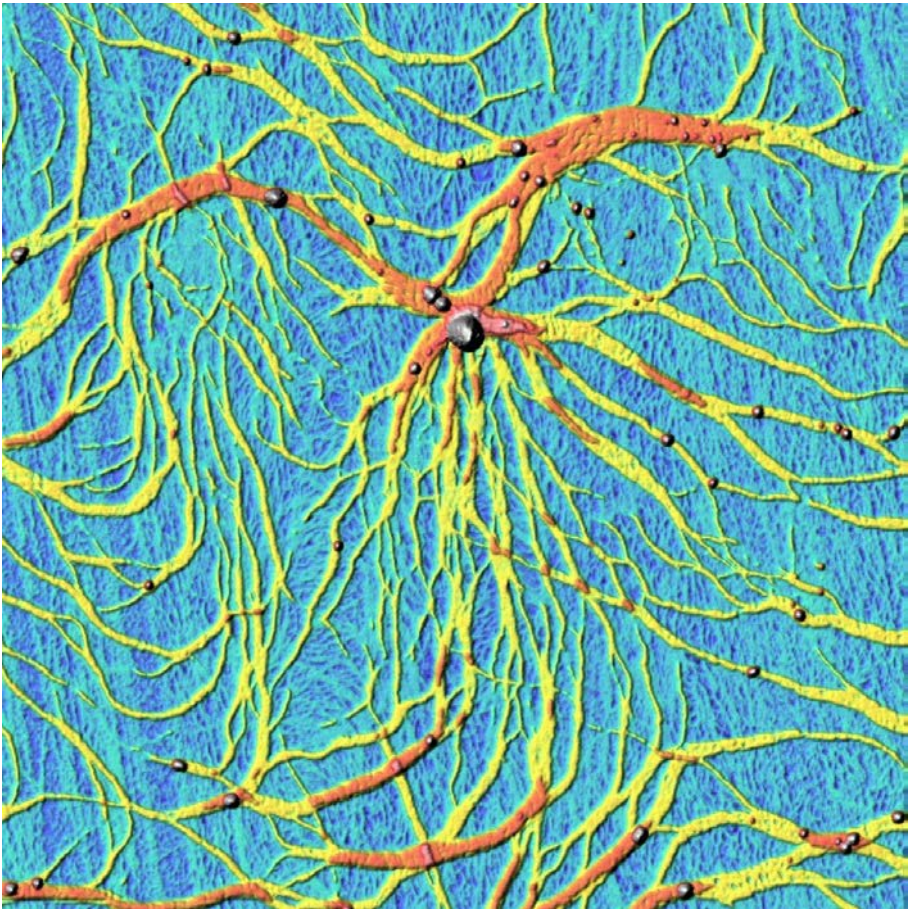
Scan Tronic: Examples of application



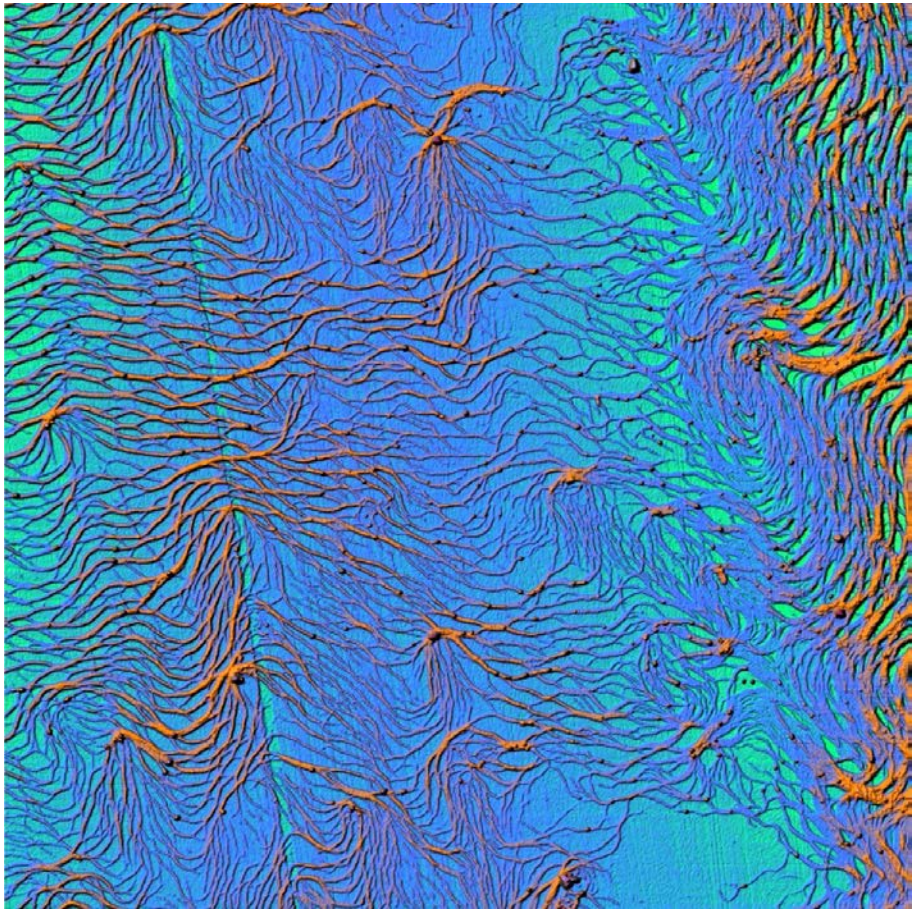
Al_2O_3 - "Grater" sample for tips.
Left – topography, ScanTronic used, right – manual attempt to adjust scanning parameters



Cu/CuO,
5x5 mkm
Топография в моде в полуконтактной моде в режиме ScanTronic

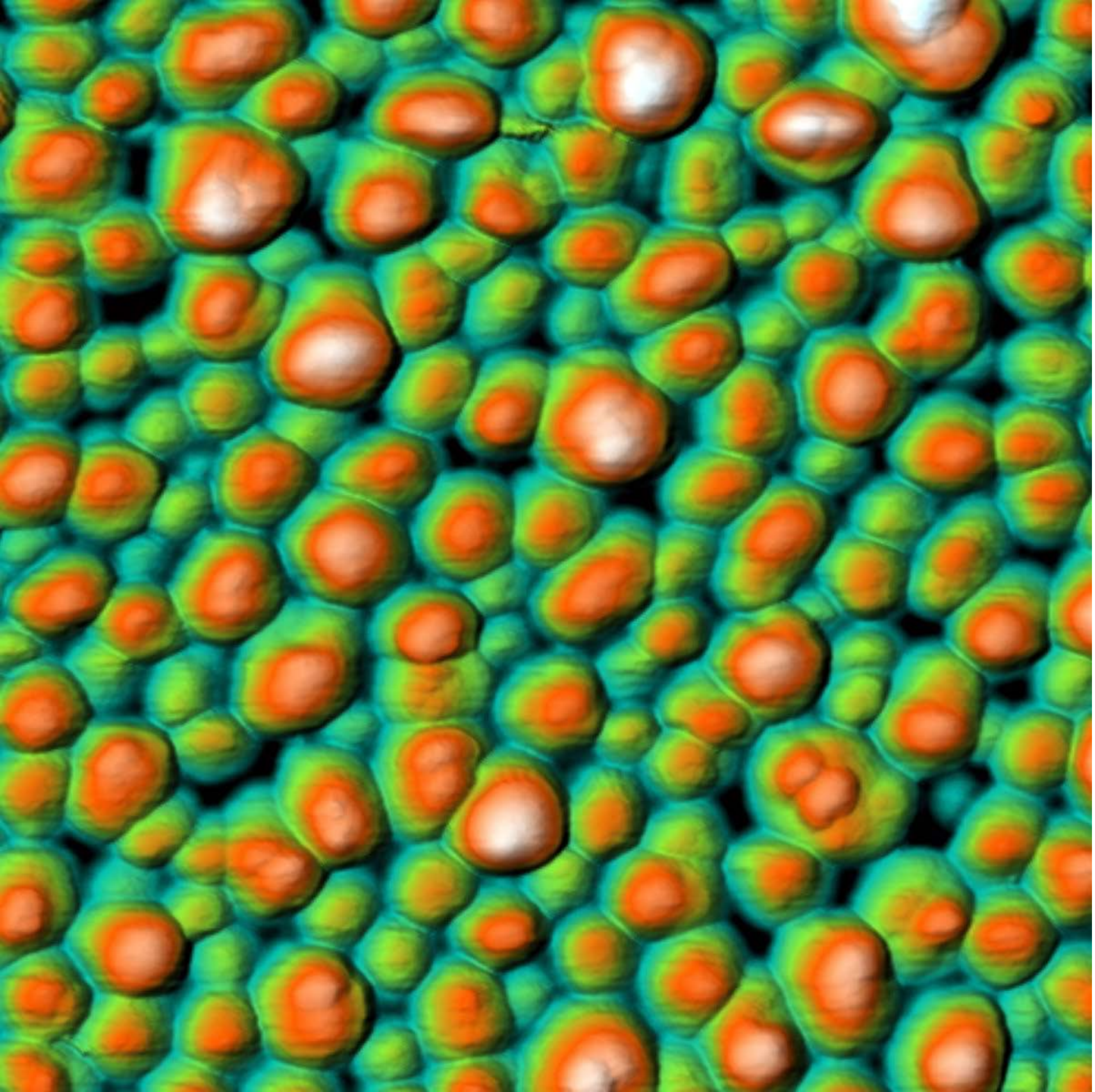


4x4 mkm



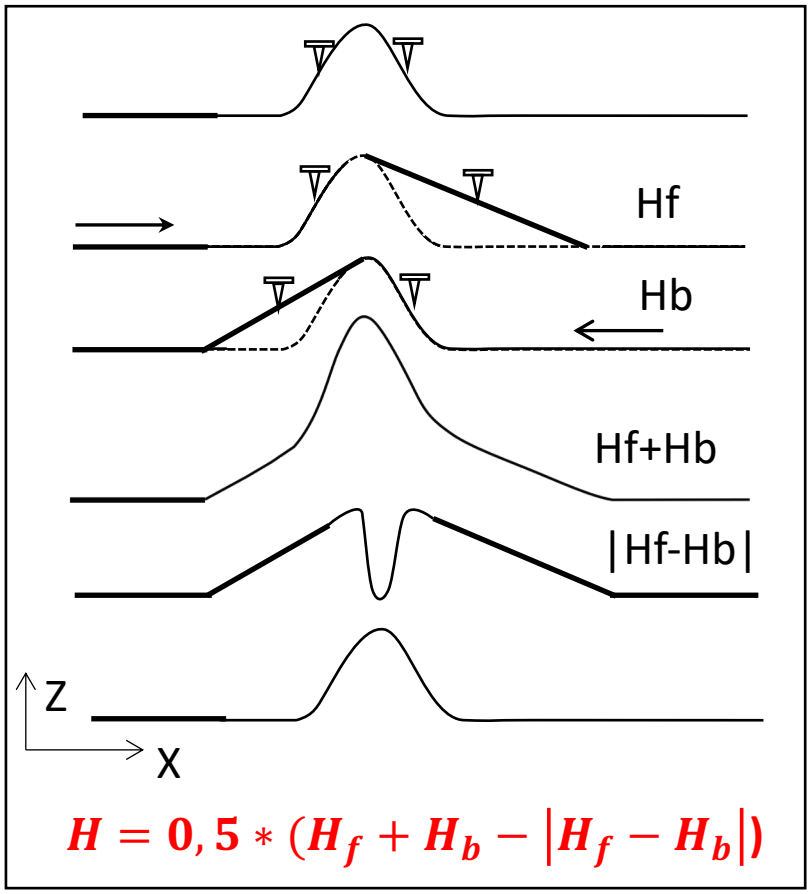
15x15 mkm

Кубовый красный краситель на слюде,
Топография в моде в полуконтактной моде в режиме ScanTronic



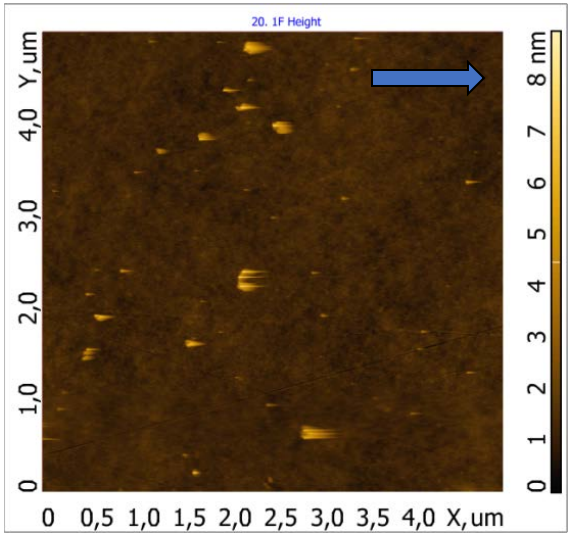
Наночастицы серебра на кремнии, 500x500 нм
Топография в моде в полуконтактной моде в режиме ScanTronic

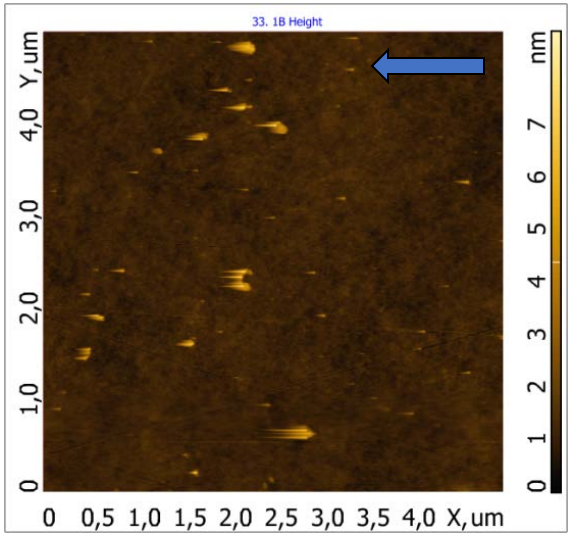
Схема процедуры коррекции изображения рельефа

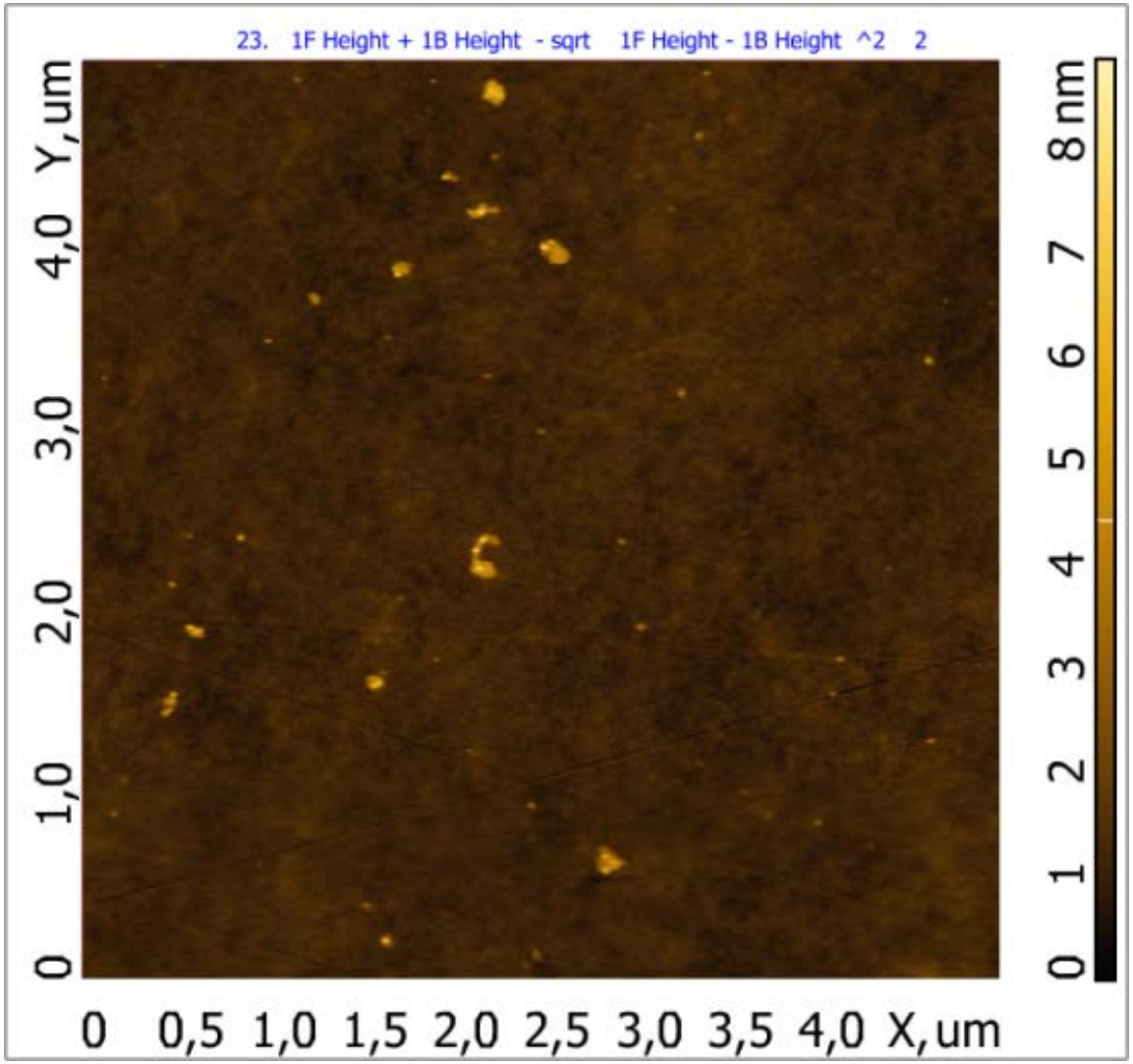


$$H = 0,5 * (H_f + H_b - |H_f - H_b|)$$

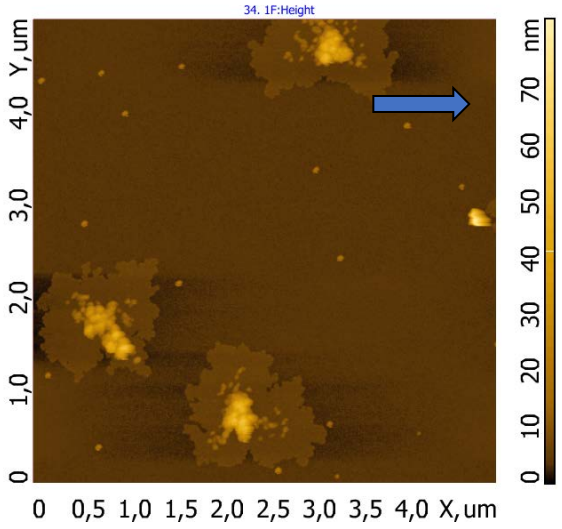
Эффекты парашютирования и их «фильтрация»

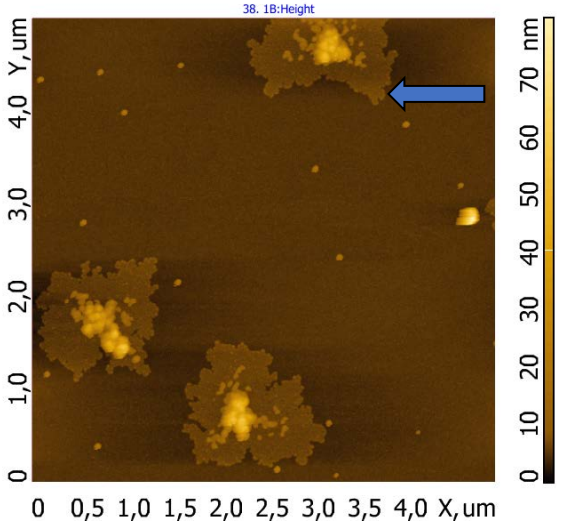


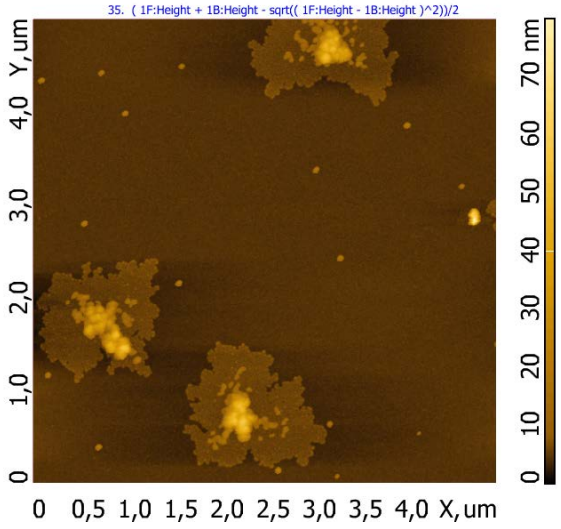


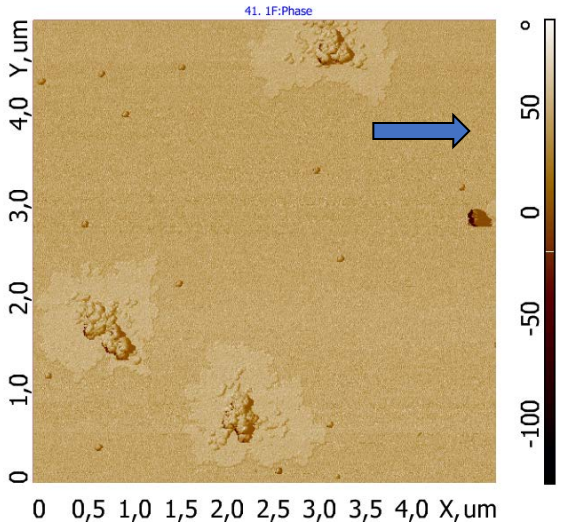


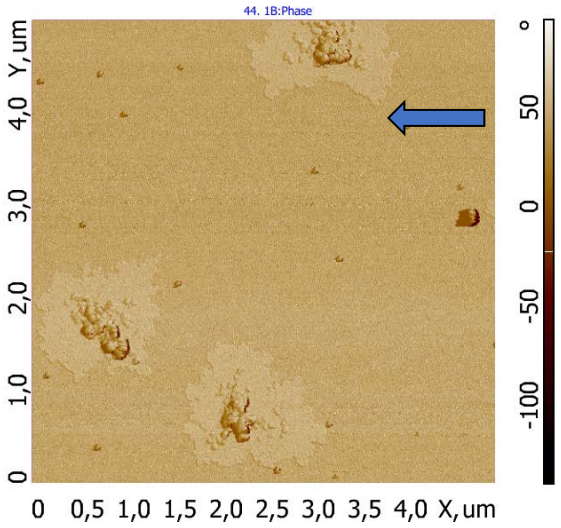
Коррекция изображений рельефа и фазового контраста

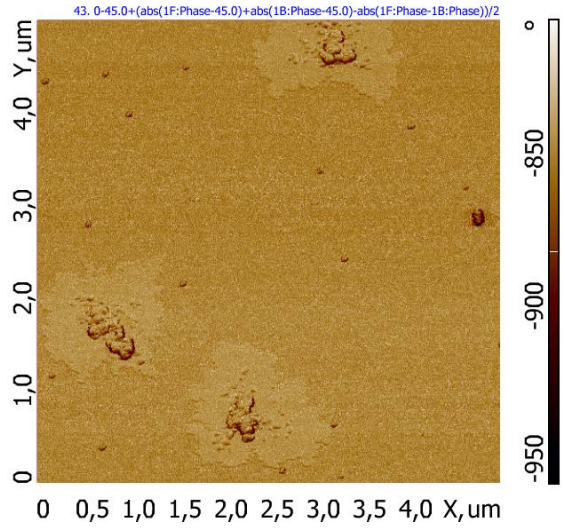




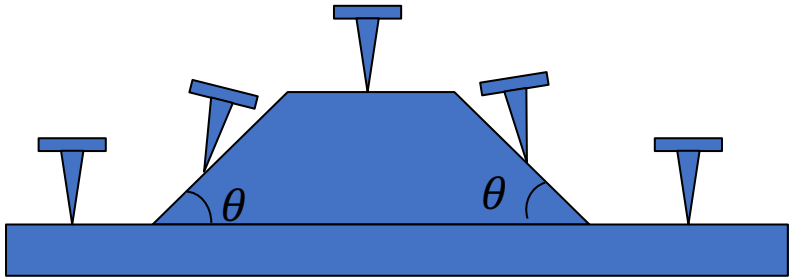


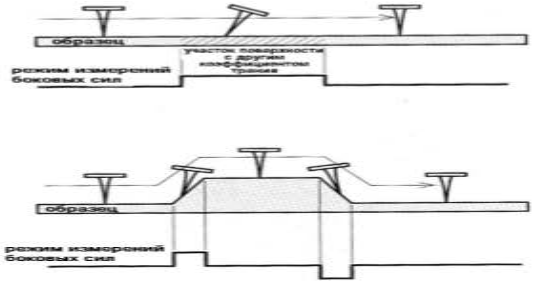






Влияние рельефа на сигнал латеральных сил





$$\alpha L_u = \frac{F_0 \sin\theta + \mu(F_0 \cos\theta + F_a)}{\cos\theta - \mu \sin\theta} = \frac{F_0 \operatorname{tg}\theta + \mu(F_0 + \frac{F_a}{\cos\theta})}{1 - \mu \operatorname{tg}\theta}$$

$$\alpha L_d = \frac{F_0 \sin\theta - \mu(F_0 \cos\theta + F_a)}{\cos\theta + \mu \sin\theta} = \frac{F_0 \operatorname{tg}\theta - \mu(F_0 + \frac{F_a}{\cos\theta})}{1 + \mu \operatorname{tg}\theta}$$

$$\frac{1}{2}(M_u - M_d) = \frac{\mu[F_0 + F_a \cos\theta]}{\cos^2\theta - \mu^2 sin^2\theta}$$

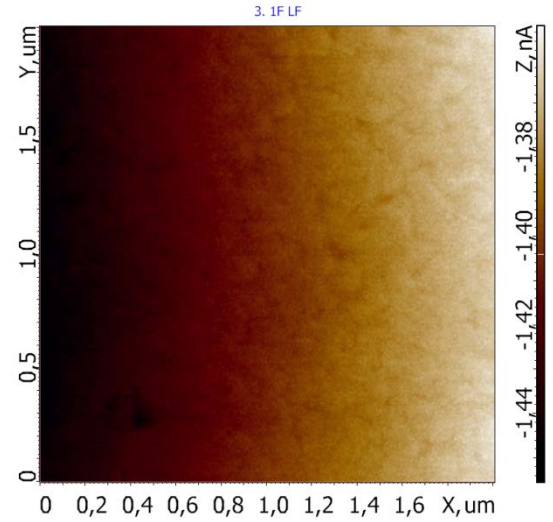
$$M_u = \alpha L_u, \quad M_d = \alpha L_d \,, \operatorname{tg}\theta = \frac{dH}{dx}$$

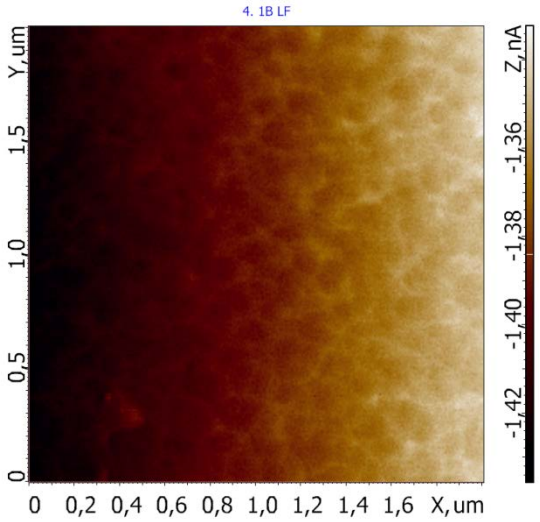
Wang, H; Gee, ML, AFM lateral force calibration for an integrated probe using a calibration grating, ULTRAMICROSCOPY, 2014, 136 pp. 193 - 200 (8)

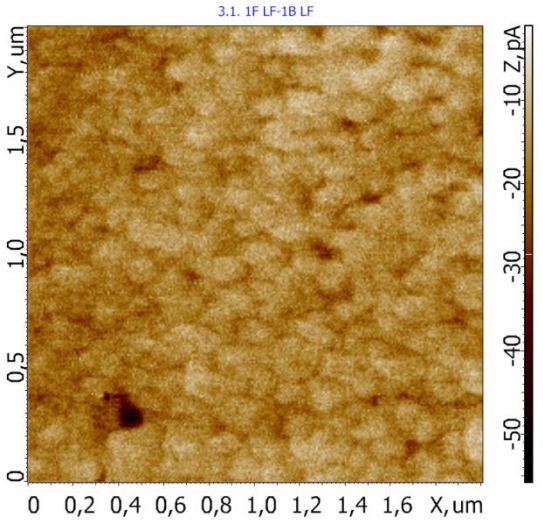
NT-MDT Spectrum Instruments

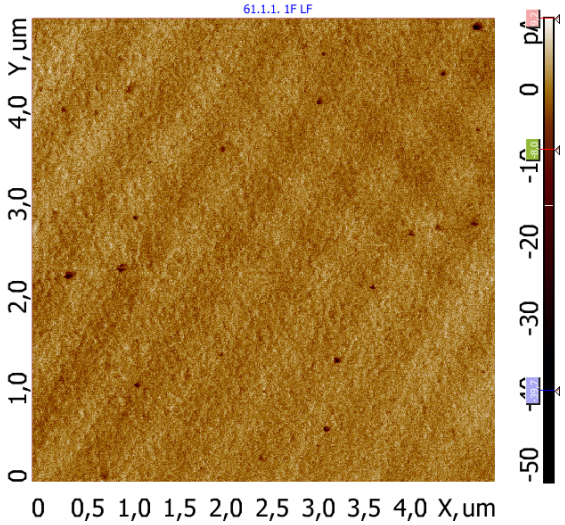
Коррекция изображения сигнала латеральных сил

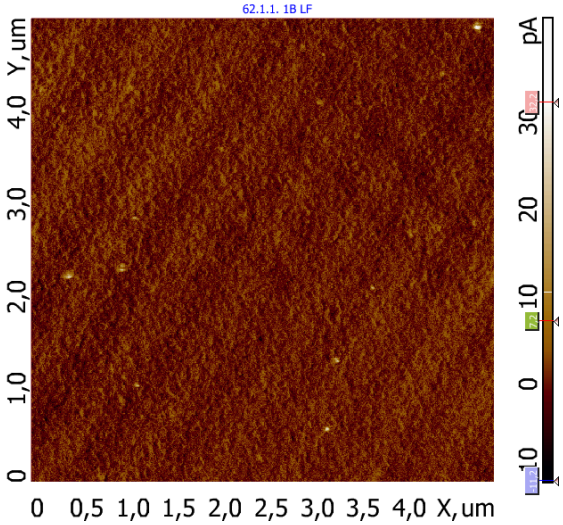
НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЩЕСТВО РОССИИ

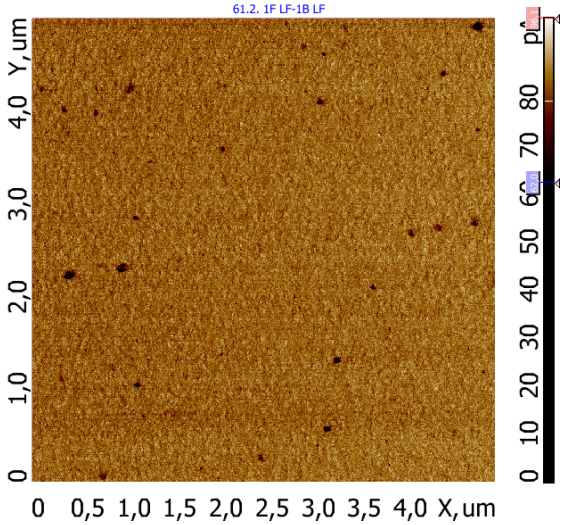




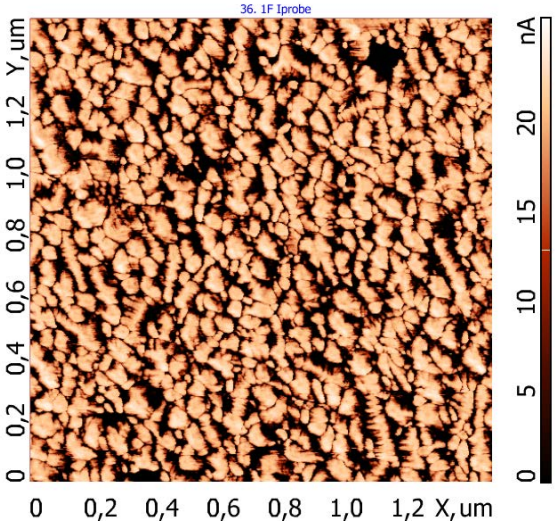


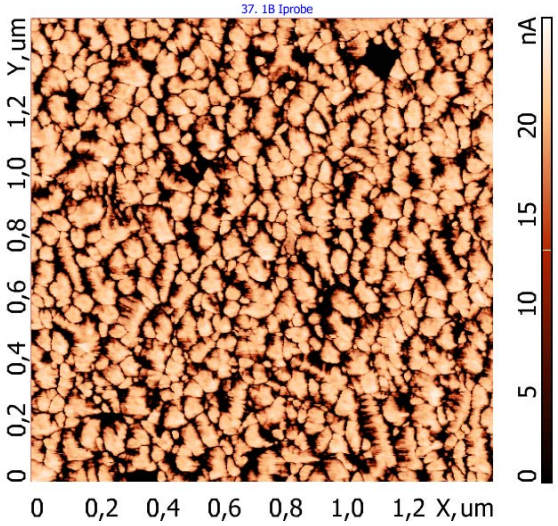


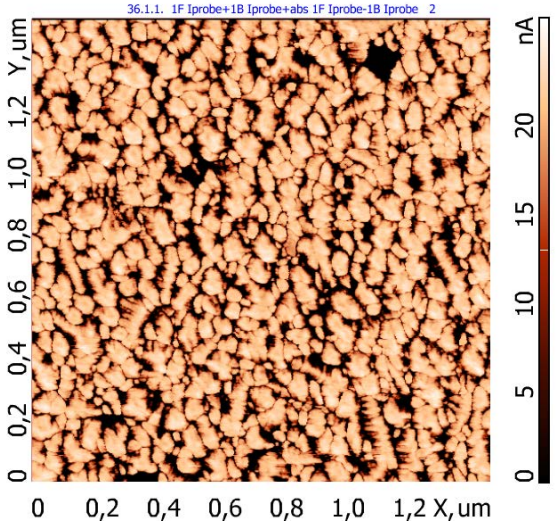


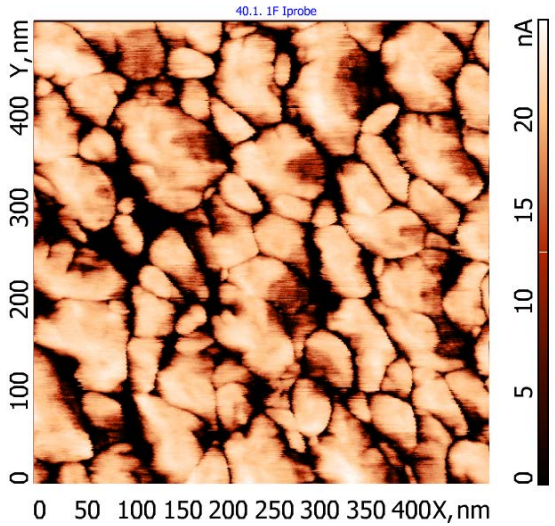


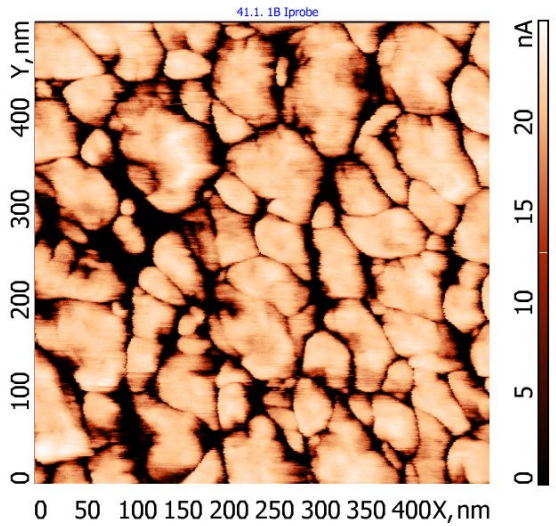
Коррекция изображения тока растекания

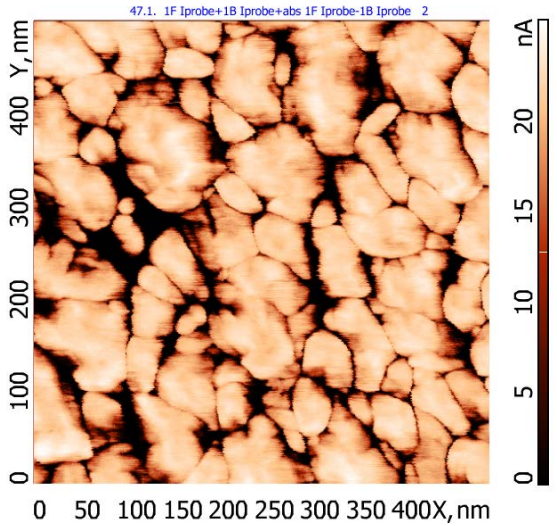








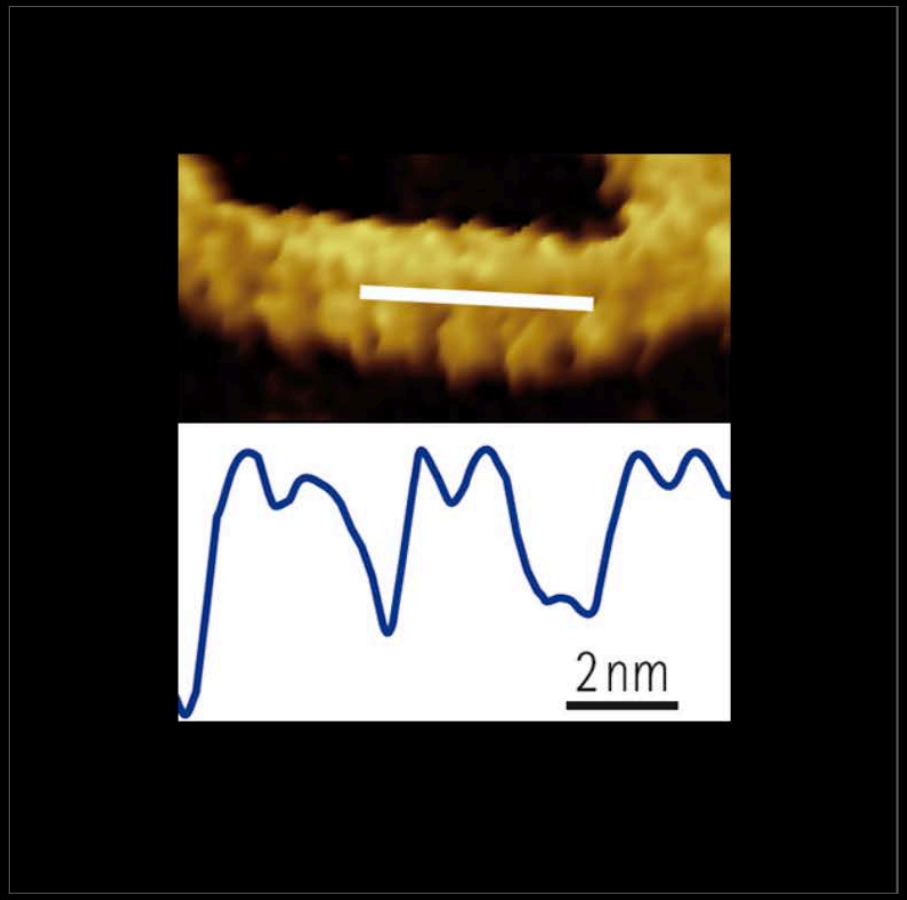




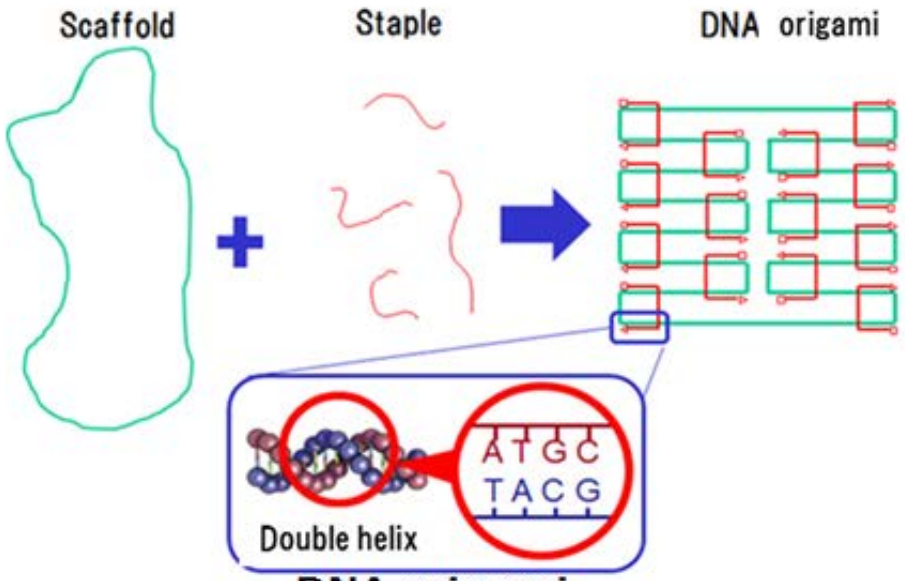
Молекула ДНК, АСМ изображение топографии

QI™ DNA - Major and minor grooves

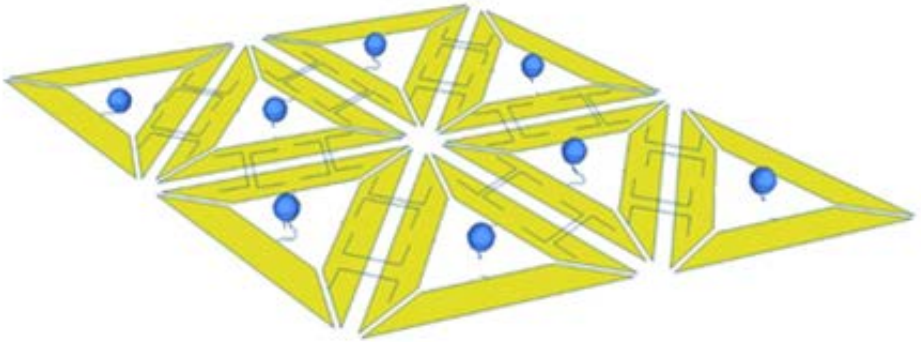
Imaged with NanoWizard® BioScience AFM



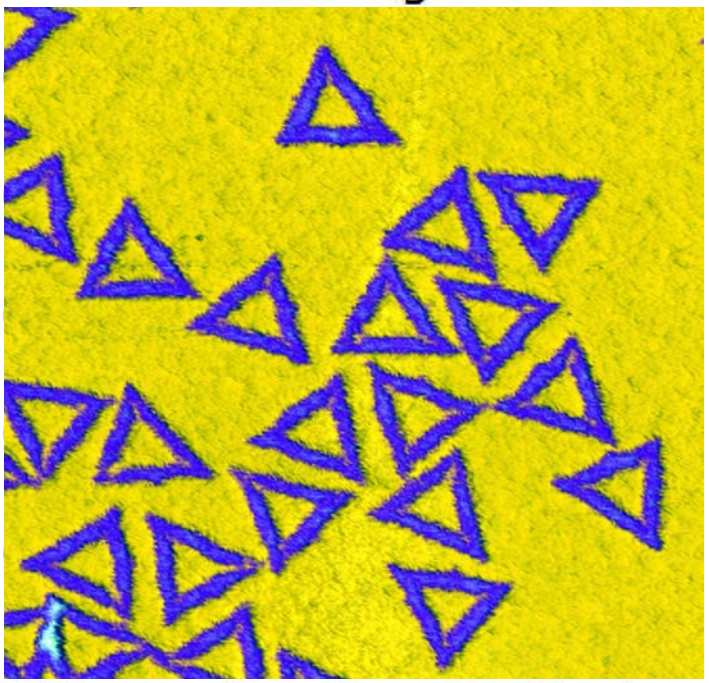
Vector DNA on a poly-lornithine covered mica substrate measured in liquid and cross section of the marked region.Major and minor grooves are clearly visible. Imaged with QI™ mode.
Scan size: 90 nm × 90nm; z-range: 2nm



DNA origami

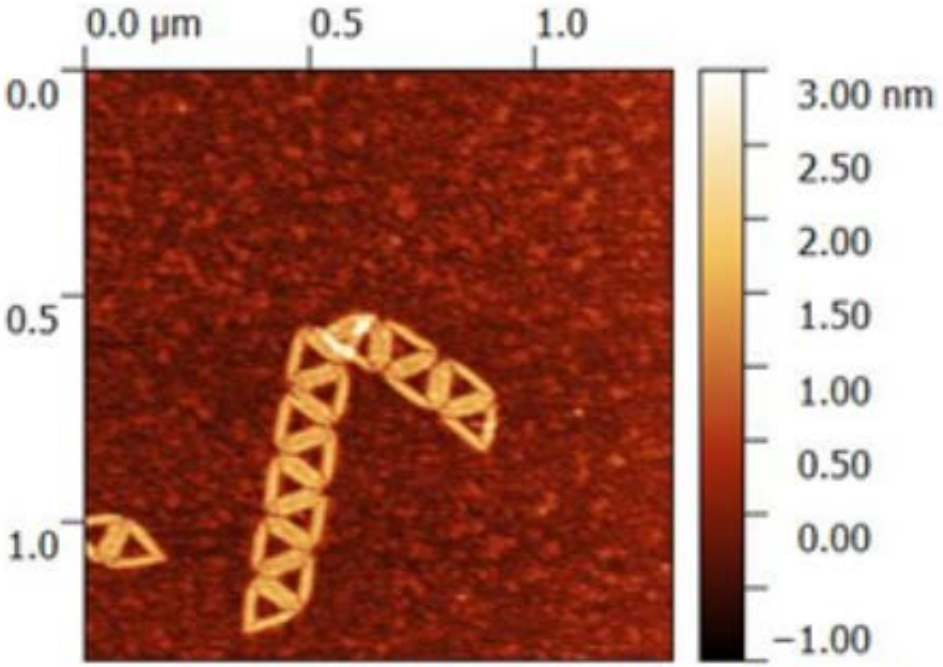


2-dimensional Array



AFM image of designed DNA origami

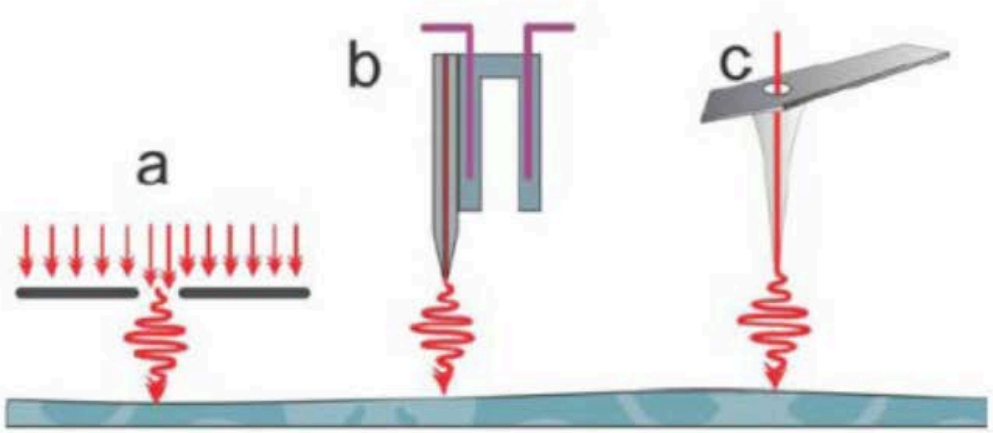
700x700 нм



AFM image of polymerized DNA origami

Самосборка ДНК,
100x100 нм

Жданов Г.С., **Либенсон М.Н.**, Марциновский Г.А. "Оптика внутри дифракционного предела (принципы, результаты, проблемы)", Успехи физических наук, 1998, т.168, н.7



Схемы апертурных ближнепольных оптических методов:

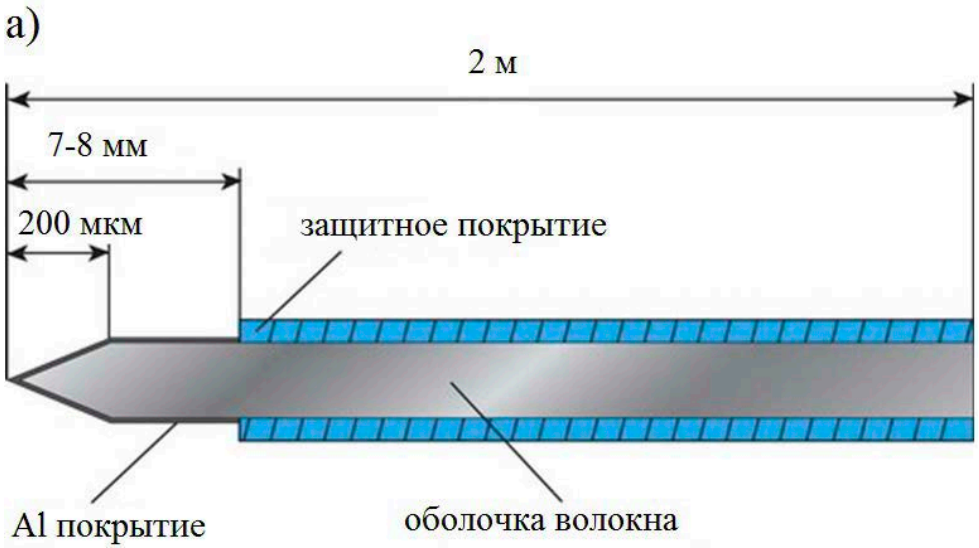
a) исходная концепция с апертурой в непрозрачном экране, b) с волоконным зондом, c) с зондом на основе кантилевера

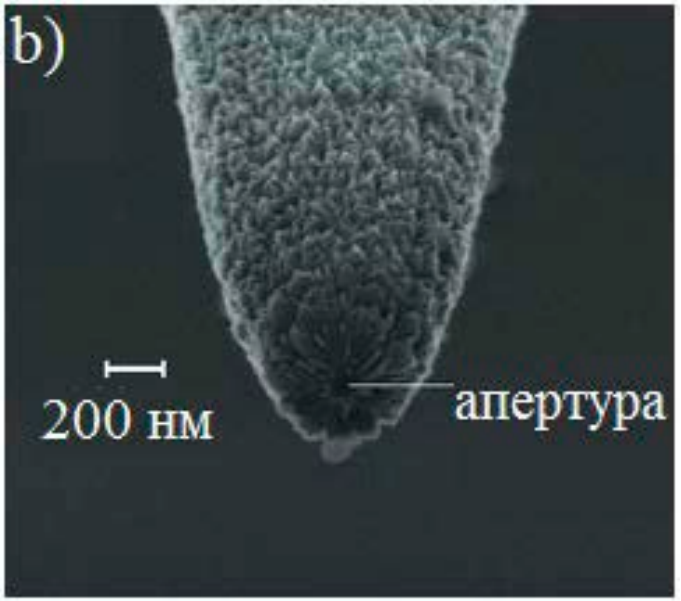
Пропускание (P_{trans}) света через апертуру ***a*** определяется как:

$$P_{\text{trans}}(\lambda, a, E_{\text{inc}}) = \frac{64}{27\pi}\left(\frac{2\pi a}{\lambda}\right)^4 a^2 \times \frac{c}{2}\varepsilon_0 E_{inc}^2.$$

АПЕРТУРНАЯ БЛИЖНЕПОЛЬНАЯ МИКРОСКОПИЯ

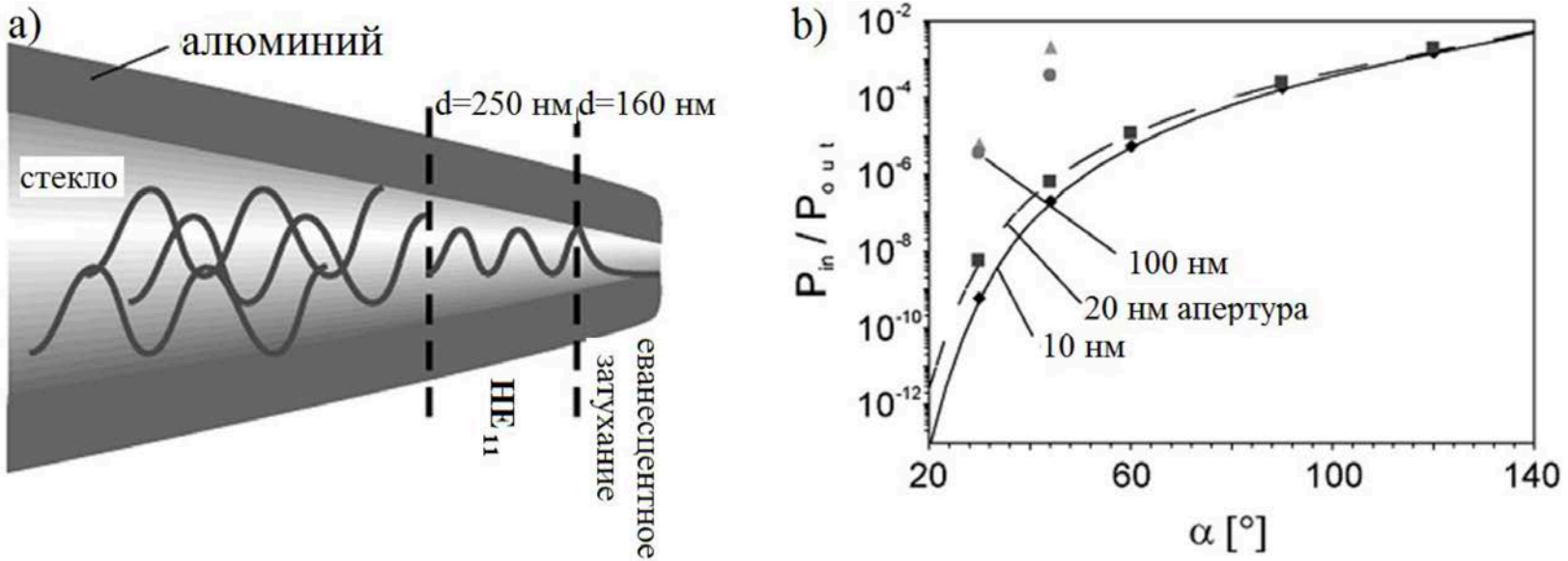
Зонд – «острозаточенное» оптоволокно, апертура – до 50 нм (обычно 100 -150 нм)





Оптоволоконный зонд с апертура порядка 70 нм

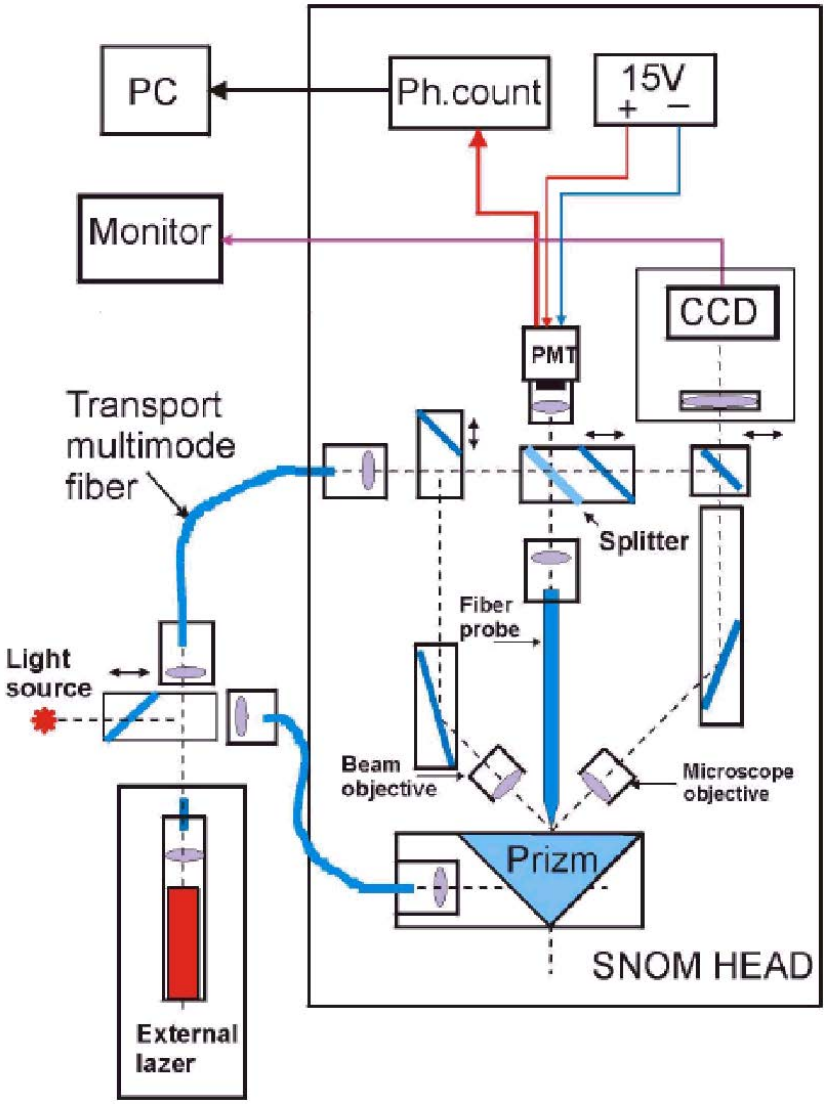
АПЕРТУРНАЯ БЛИЖНЕПОЛЬНАЯ МИКРОСКОПИЯ



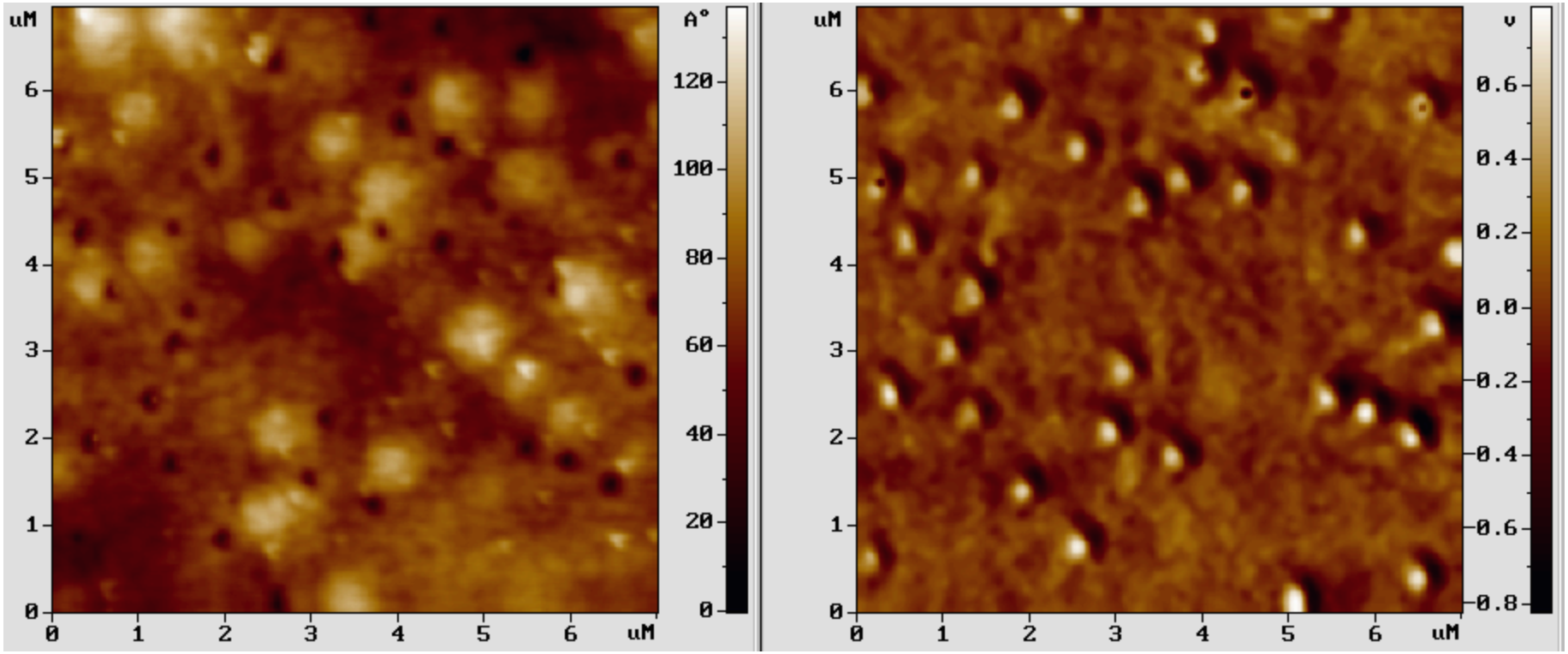
a) Распространение излучения внутри заостренного оптического волокна с металлическим покрытием для длины волны 488 нм,

b) коэффициент пропускания апертуры зонда на длине волны 488 нм как олного внутреннего угла α конуса зонда. Квадраты и ромбы отображают расчетные значения пропускания для апертур диаметром 20 и 10 нм соответственно. Круги и треугольники – интерполяция для апертуры 100 нм (Диссертация Артема Шелаева, НТ-МДТ СИ, 2018 г.)

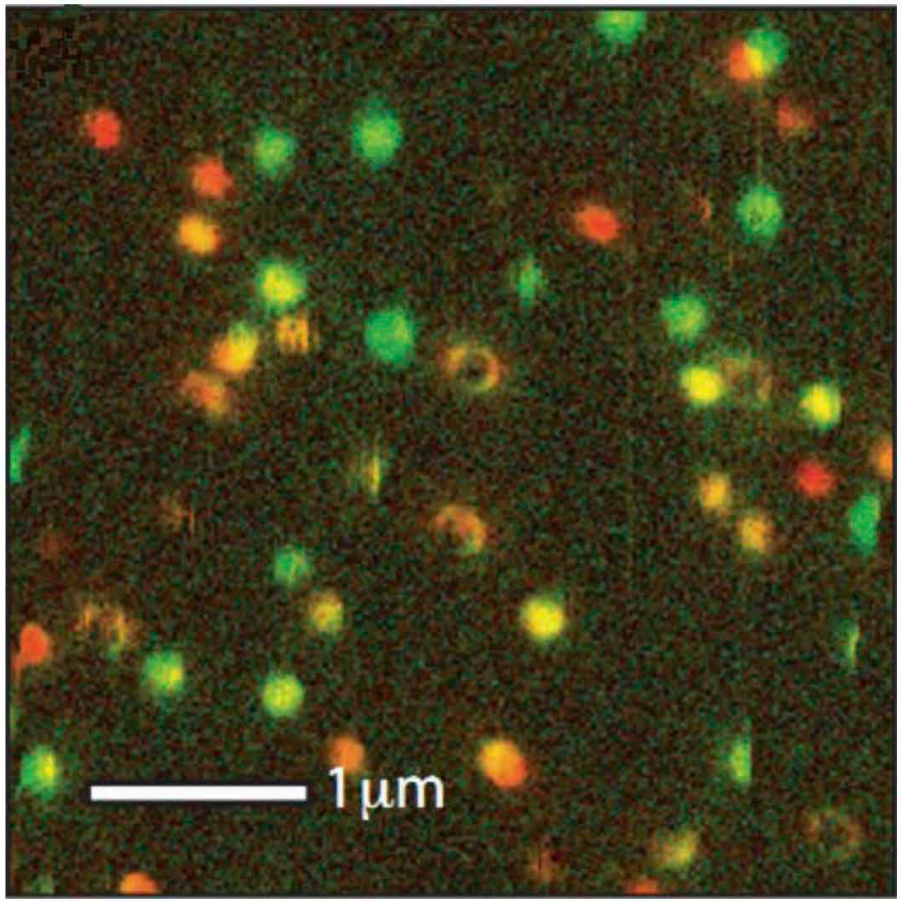
Solver-UniSNOM



Топография в режиме ”Sher-Force” AFM и СБОМ изображение квантовых точек,
разрешение в режиме СБОМ порядка 100нм



Topography (left) and reflection SNOM image (blue He-Cd laser, λ=442nm, 15mW) of quantum dots on GaAs



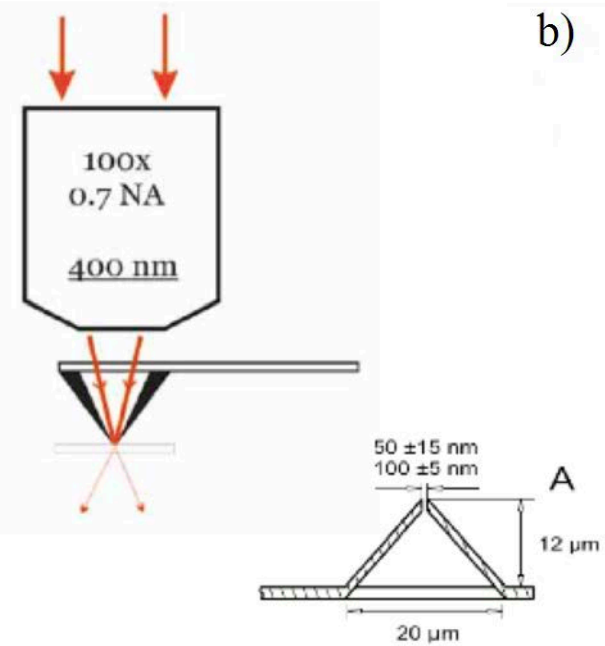
Карта флуоресценции одиночных молекул, полученная волоконным зондом, аппретура которого выполнена при помощи фокусированного ионного пучка

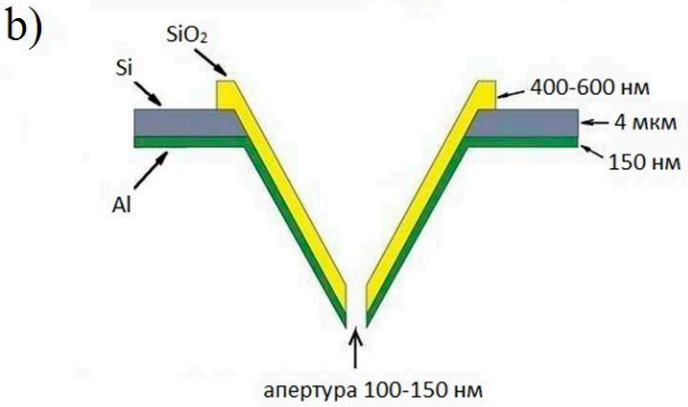
(Диссертация Артема Шелаева, НТ-МДТ СИ, 2018 г.)

АСМ + Ближнепольная апертурная оптическая микроскопия

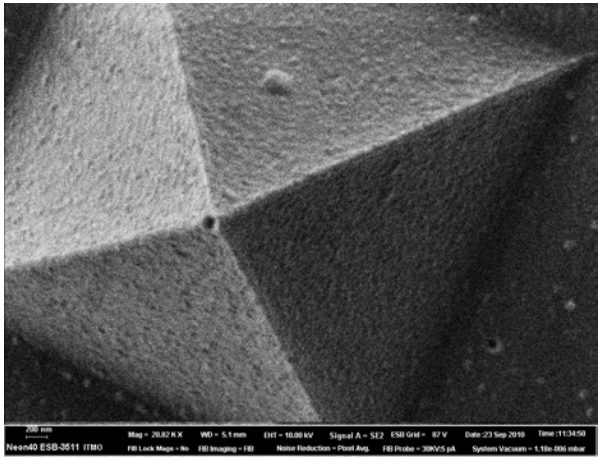
разрешение в режиме СБОМ от 70 нм

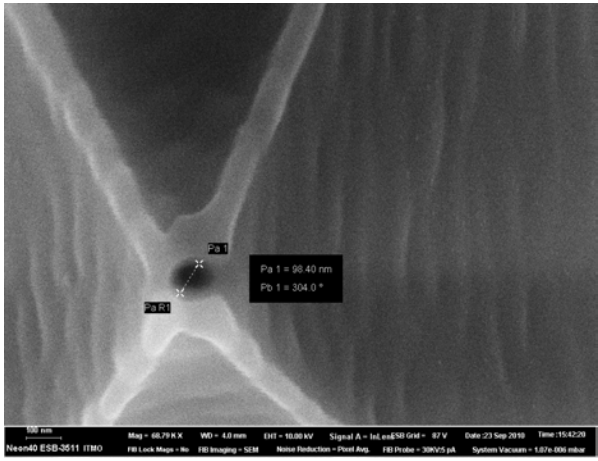
Silicon cantilevers with aperture



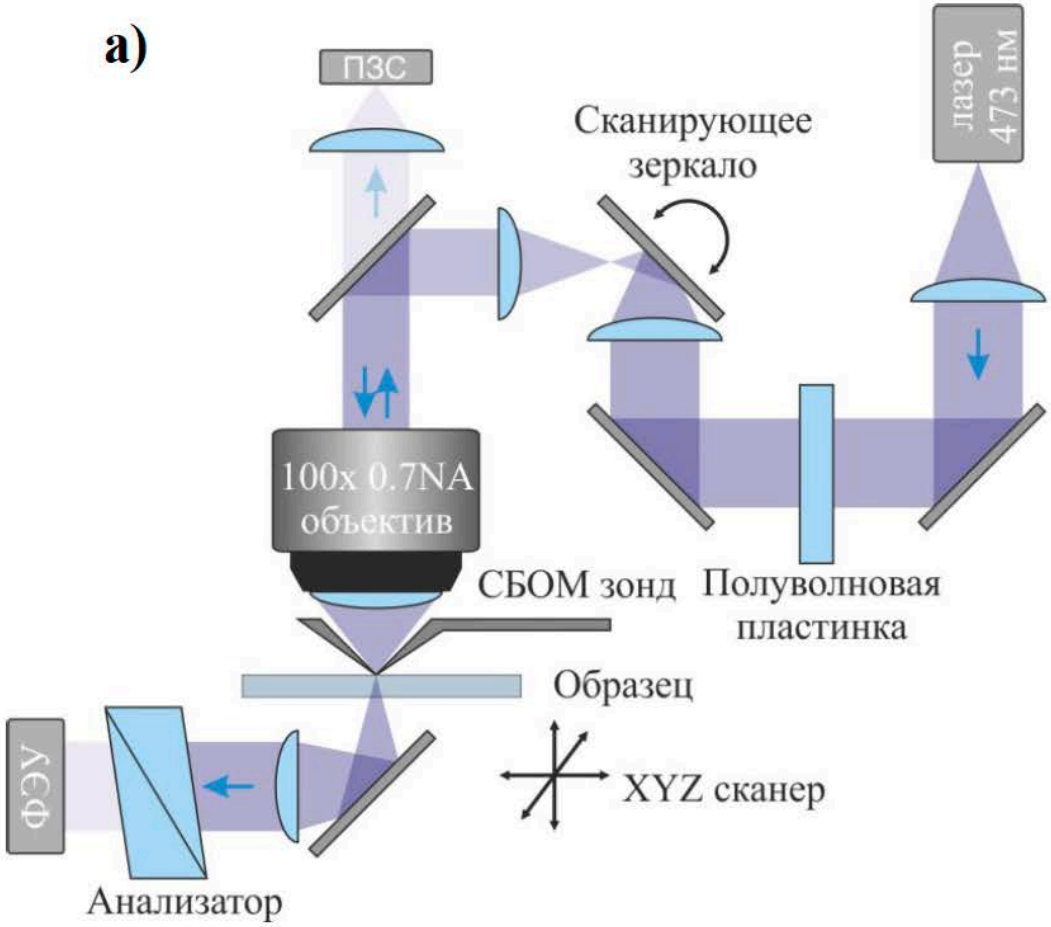


NT-MDT produces all hardware and software to work with such probes at all SNOM modes.



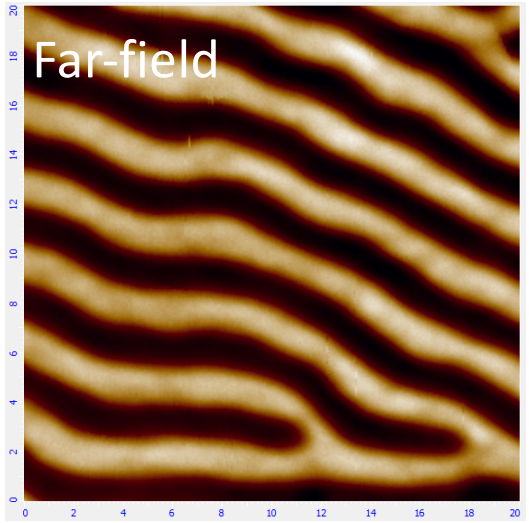


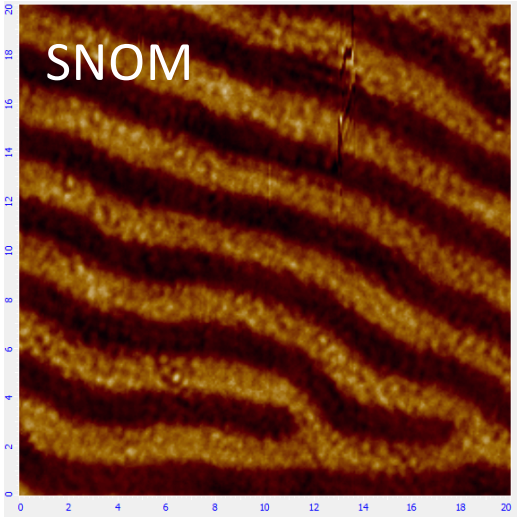
Кремниевые зонды для SNOM, апертура от 50 до 100 нм, MEMS with FIB Technology

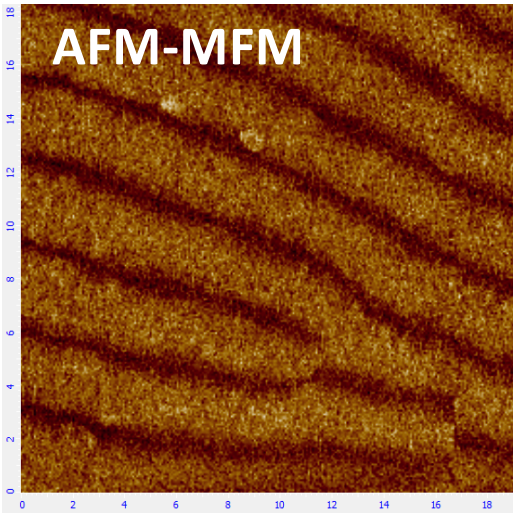


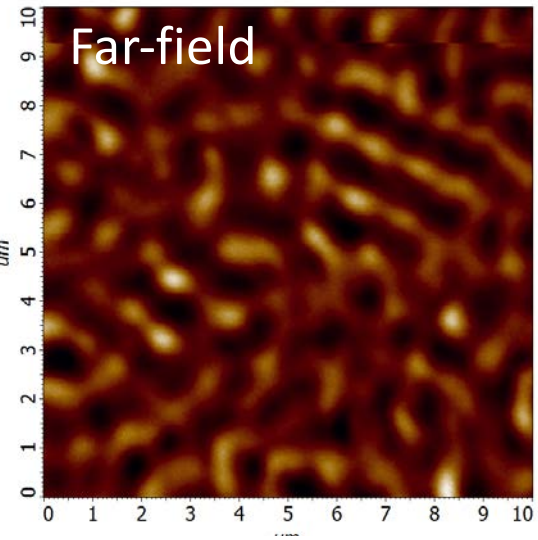
a) Схема и b) фотография установки поляризационного СБОМ

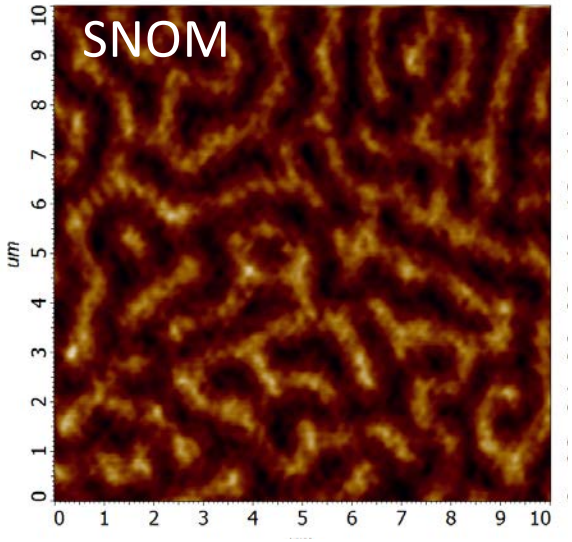
Magneto-optic effects detected by cantilever based aperture SNOM

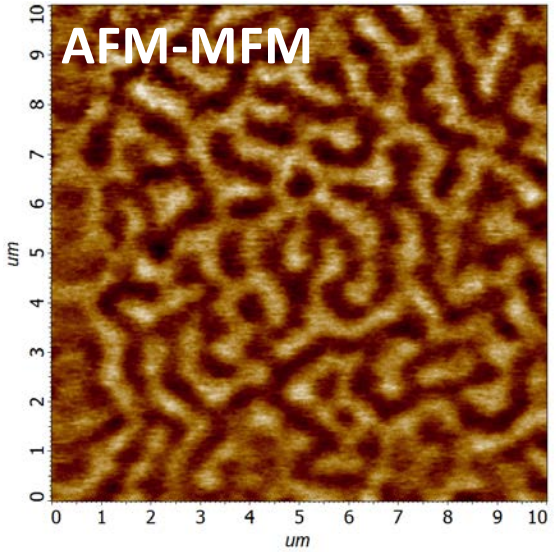












Far-field and near-field cross-polarization images from the same area of thin garnet film 20x20 um (top) and 10x10 um (bottom). 473 nm laser used. Comparison with MFM images from same sample (right).

Sample courtesy: T.V. Mikhailova, A.R. Prokopov, A.N. Shaposhnikov. Vernadsky Crimean Federal University

АПЕРТУРНАЯ БЛИЖНЕПОЛЬНАЯ МИКРОСКОПИЯ

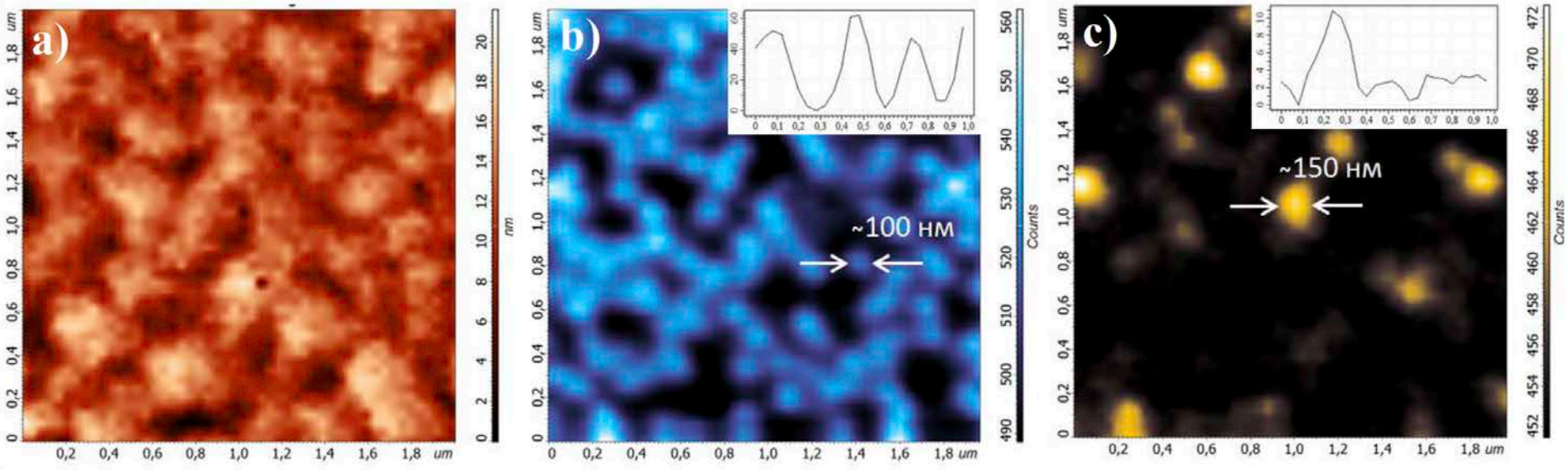
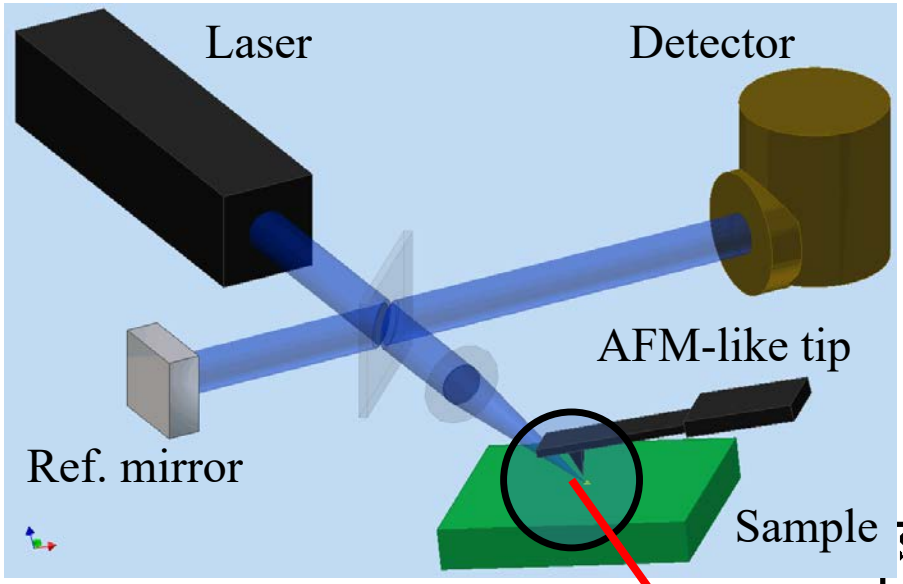


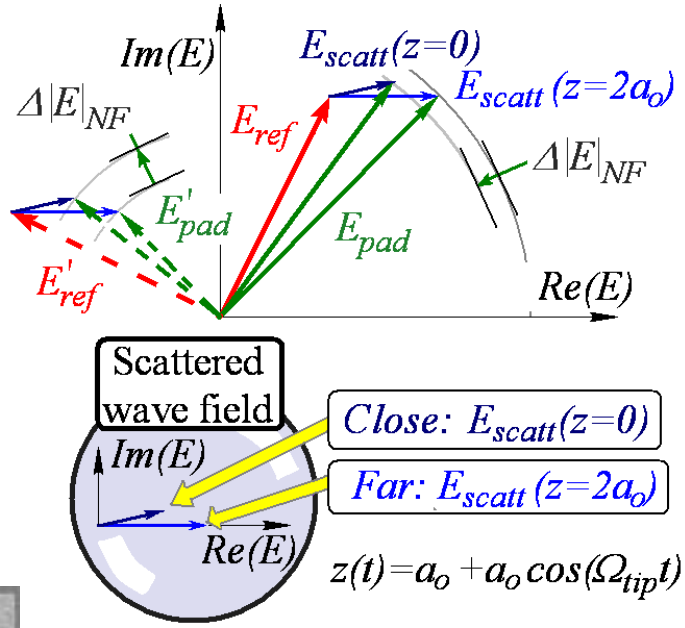
Рисунок 29 – a) АСМ изображение рельефа участка 2 × 2 мкм2 поверхности образца с InP/GaInP квантовыми точками, b, c) СБОМ карты интенсивности люминесценции в спектральных диапазонах 690–770 нм (b) и 800–810 нм (c). Все карты получены одновременно. Время экспозиции в каждой точке составляло 2 с

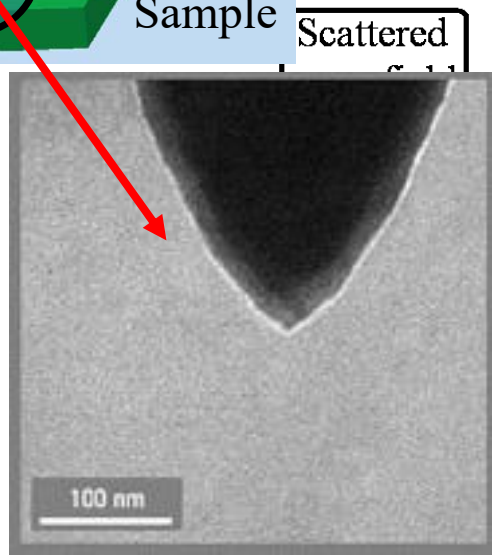
БЕЗАПЕРТУРНАЯ БЛИЖНЕПОЛЬНАЯ МИКРОСКОПИЯ

Зонд – КАНТИЛЕВЕР, РАЗРЕШЕНИЕ В РЕЖИМЕ SNOM порядка 10 нм!

РЕВОЛЮЦИЯ В СБОМ!

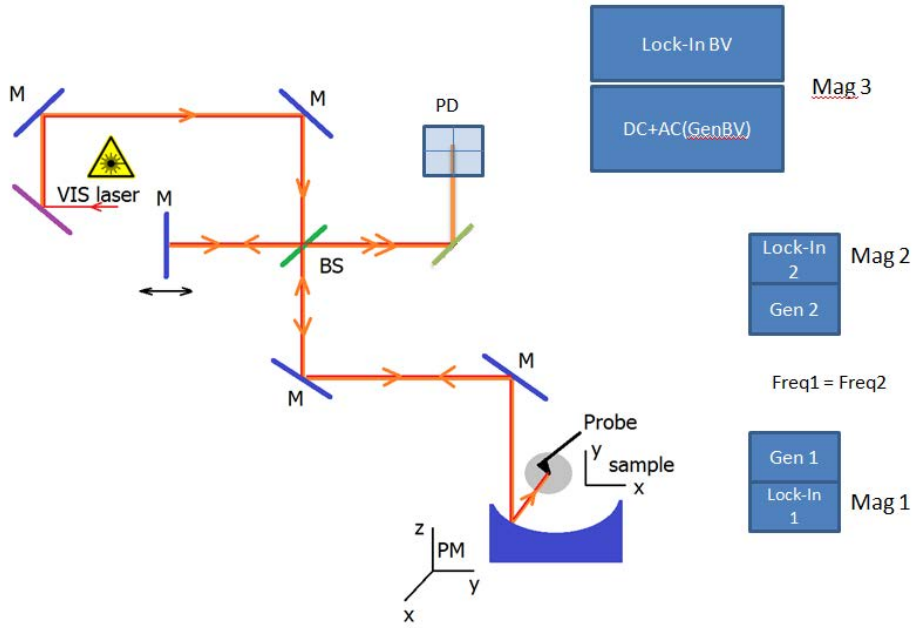


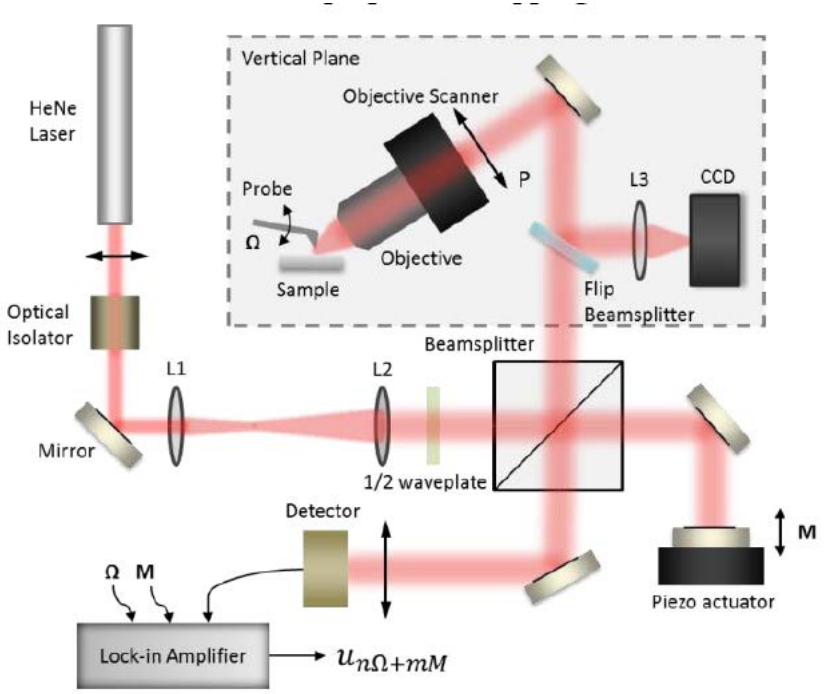




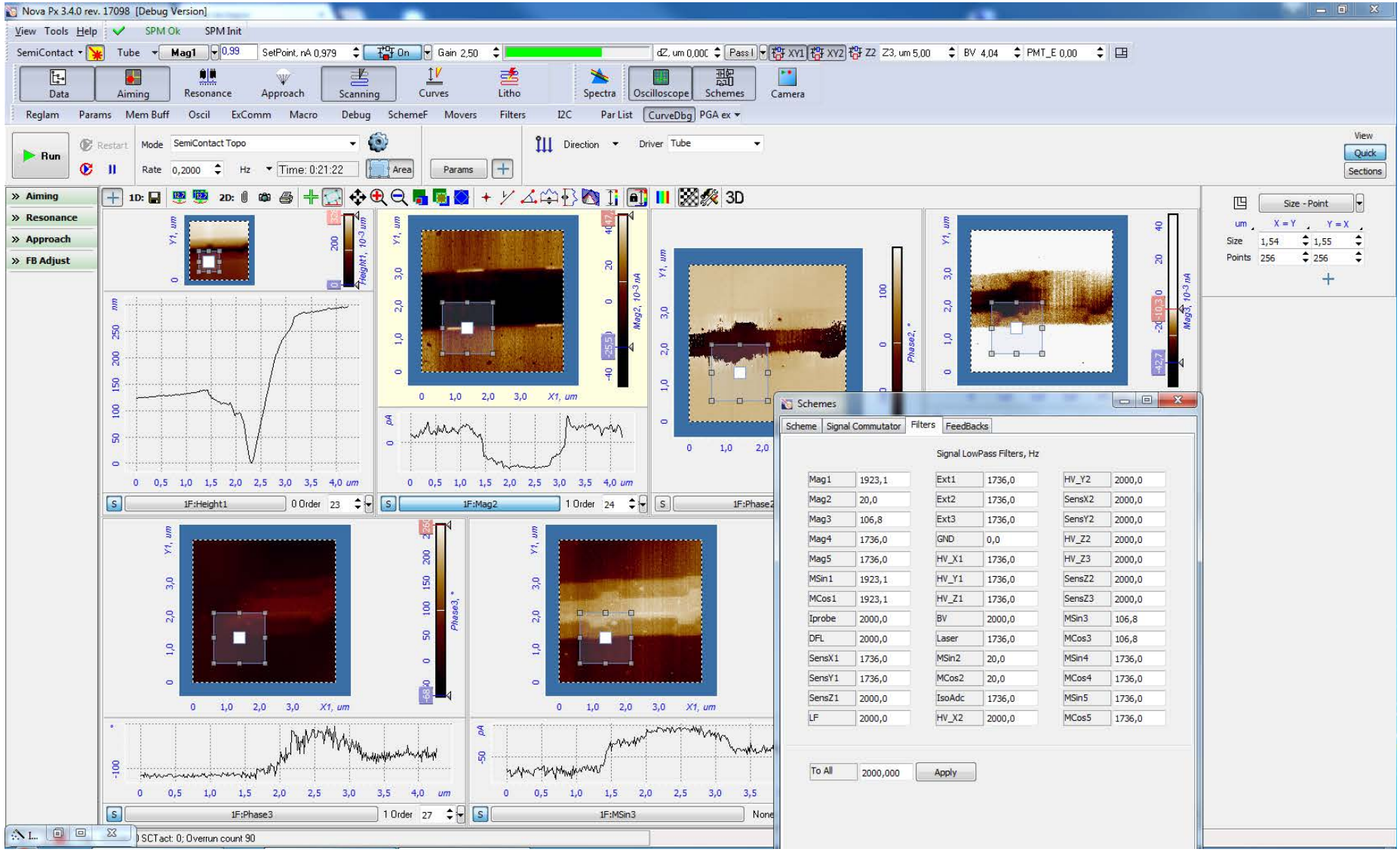
БЕЗАПЕРТУРНАЯ БЛИЖНЕПОЛЬНАЯ МИКРОСКОПИЯ

Зонд – кантилевер





БЕЗАПЕРТУРНАЯ БЛИЖНЕПОЛЬНАЯ МИКРОСКОПИЯ

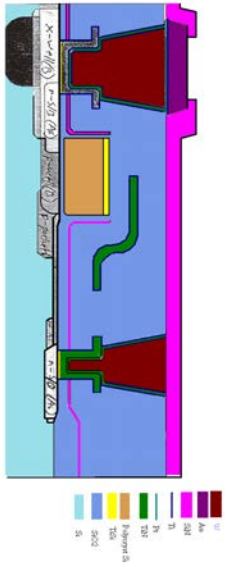


Material contrast with ASNOM

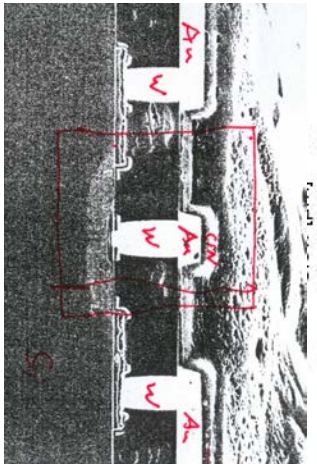
MOS-structure (transistor)
polished cleave of the wafer
Light frequency 930 см$^{-1}$ (λ=10.75мкм)

The mapping of different materials on the surface

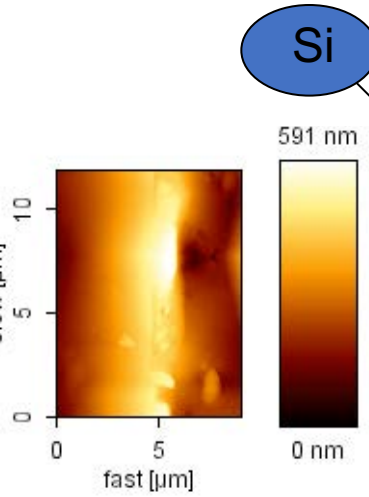
λ~10.75 μm



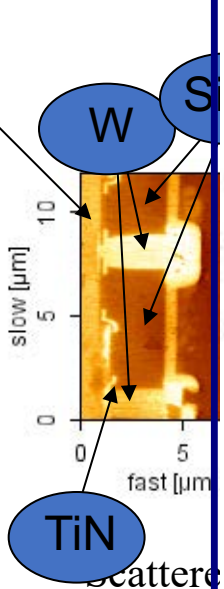
Sketch of the similar structure



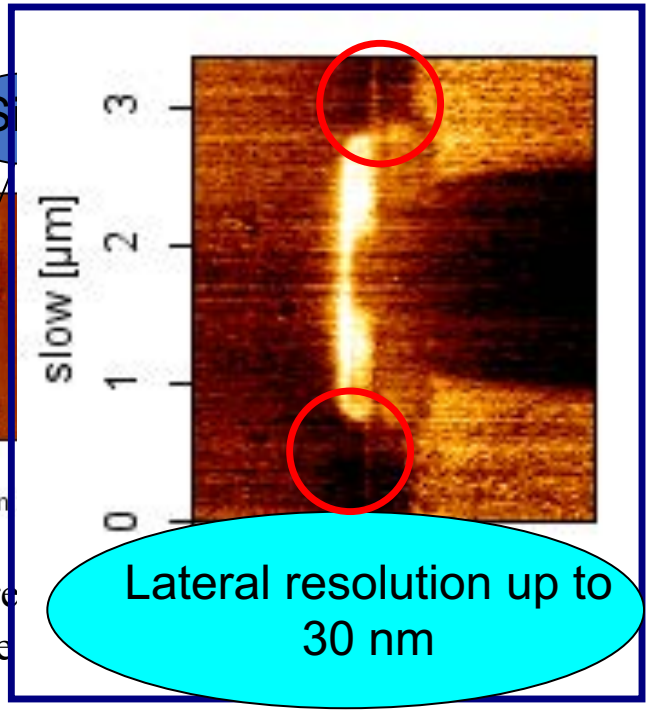
SEM image



Surface topography



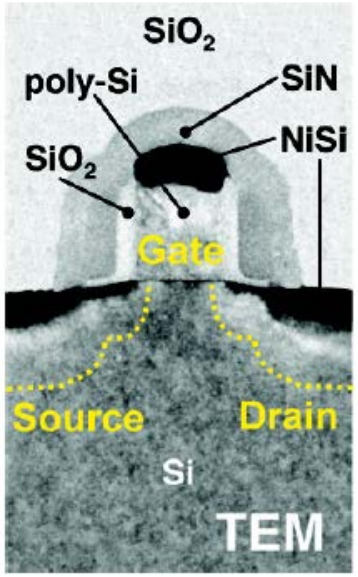
amplitude

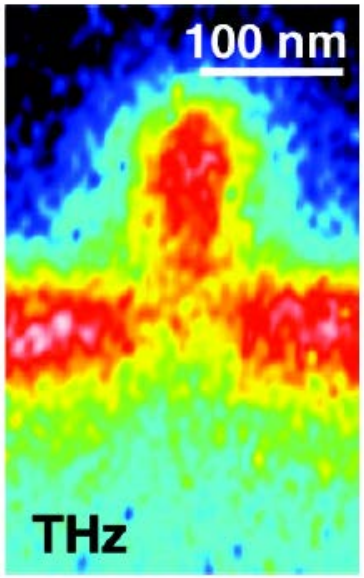


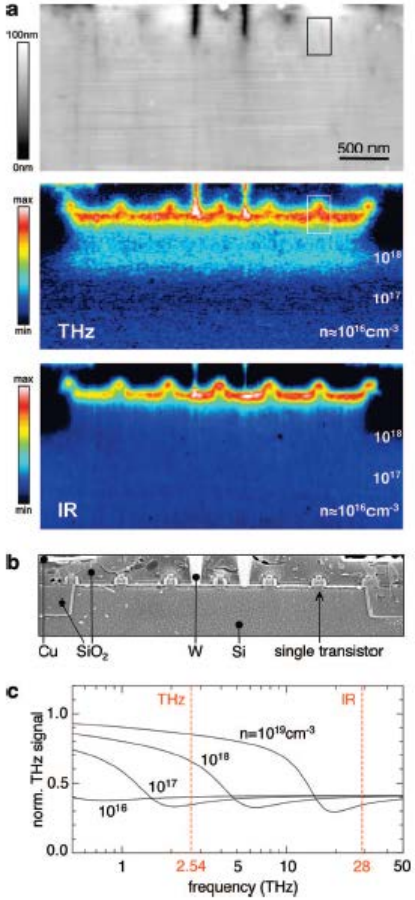
[1] J. Wittborn, R. Weiland, D. V. Kazantsev, A. Huber, F. Keilmann, R. Hillenbrand, Material and Doping contrast in Semiconductor Devices at Nanoscale Resolution Using Scattering-Type Scanning Near-Field Optical Microscopy Proc. of 32 int. symposium for testing and failure analysis.

THz ASNOM imaging

Huber, A. J.; Keilmann, F.; Wittborn, J.; Aizpurua, J. & Hillenbrand, R. Terahertz Near-Field Nanoscopy of Mobile Carriers in Single Semiconductor Nanodevices *Nano Letters,* **2008**, *8*, 3766-3770





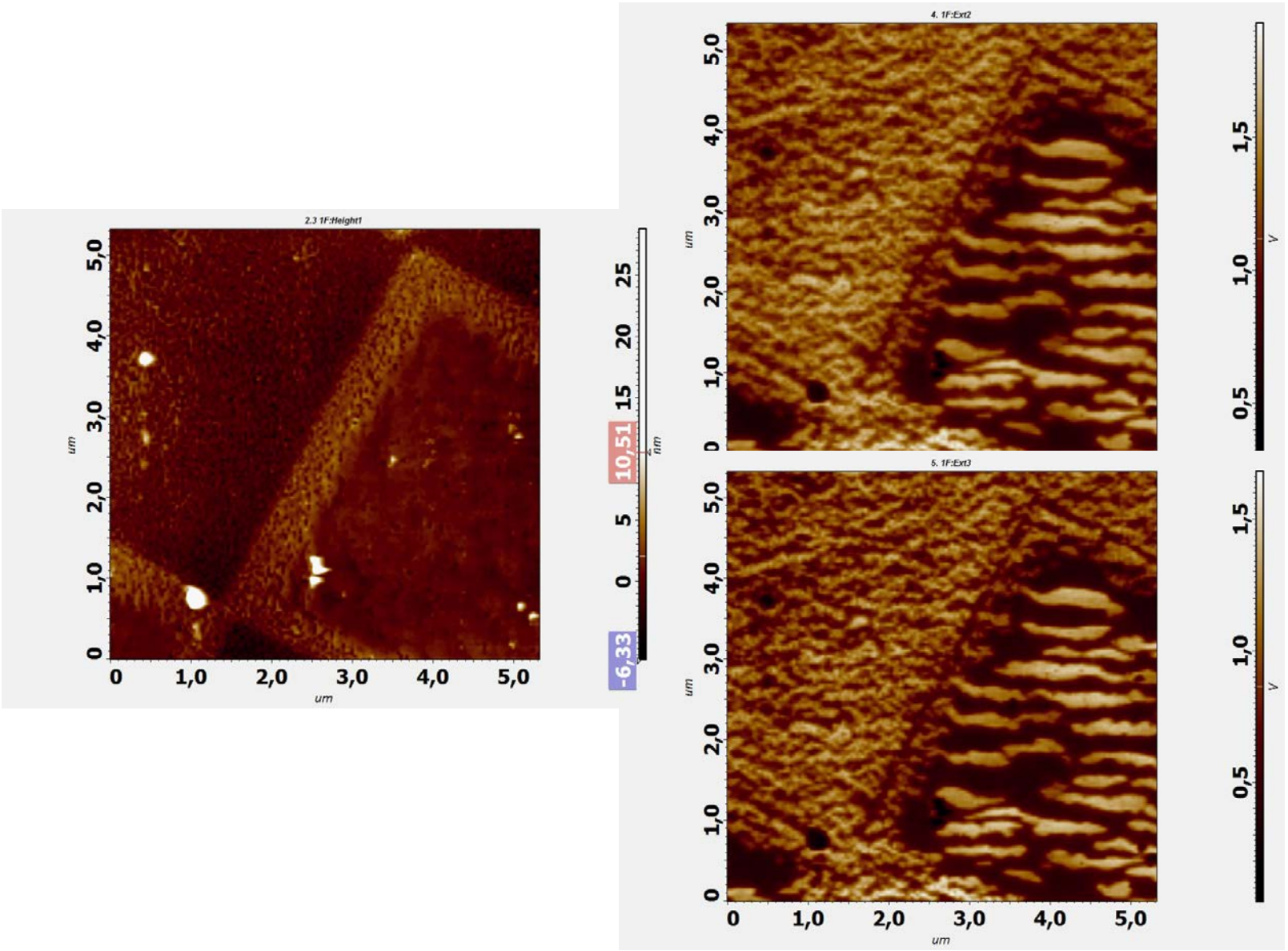


F.Keilmann Garching Max-Plank Inst

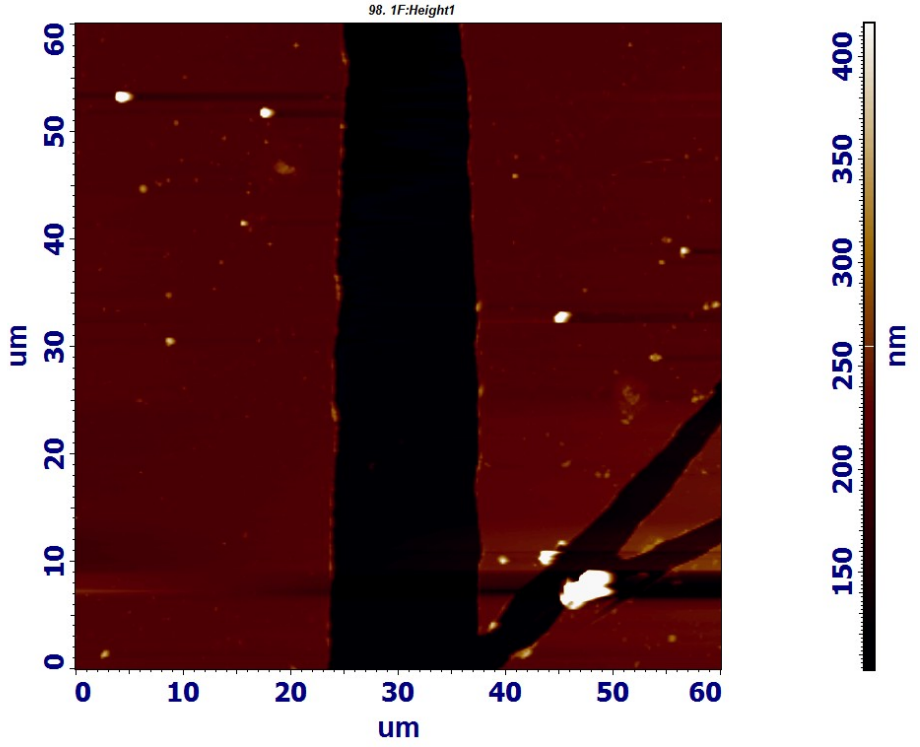
NT-MDT Spectrum Instruments

Результаты на VO2

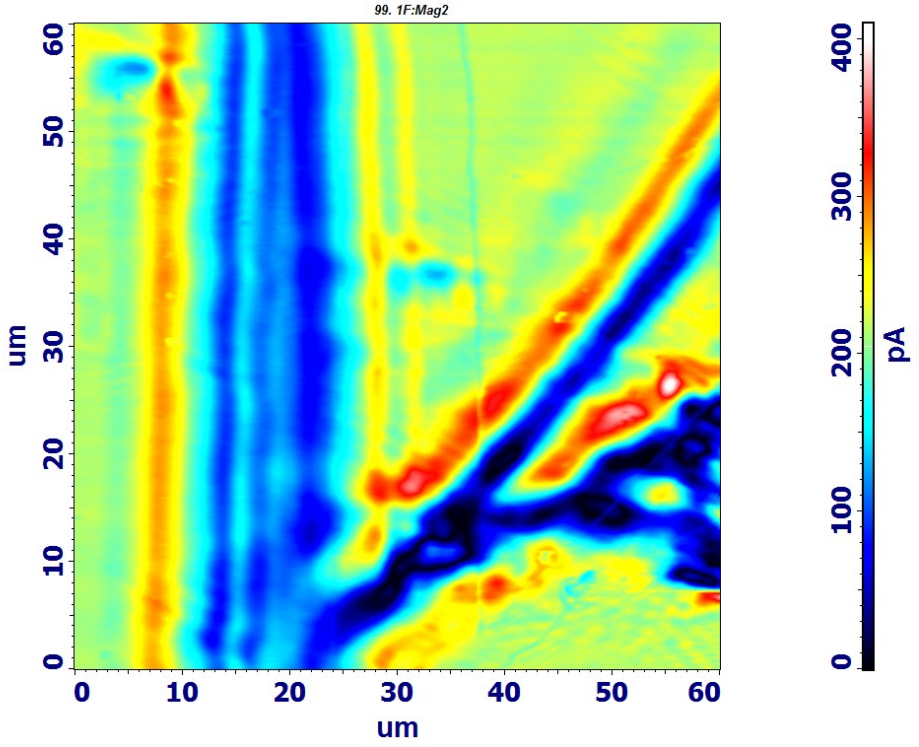
НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЩЕСТВО РОССИИ



Плазмон-Поляритоны на поверхности металла со сложной формой царапины



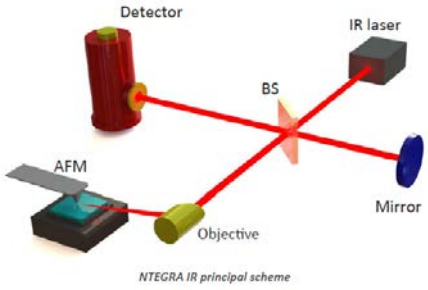
Топография



Оптическая амплитуда

NT-MDT
Spectrum Instruments

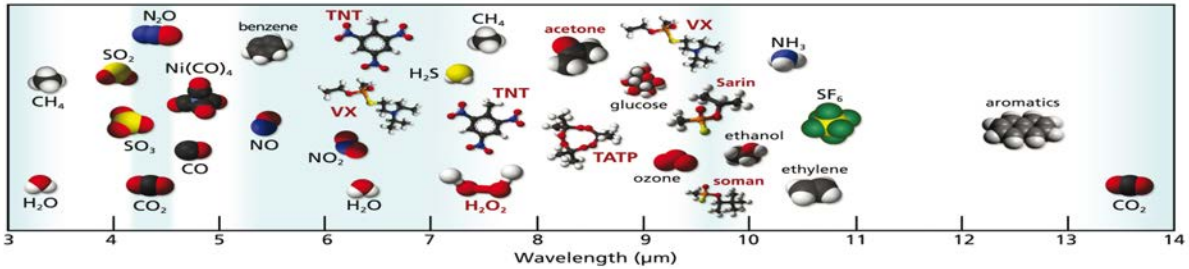
БЕЗАПЕРТУРНАЯ БЛИЖНЕПОЛЬНАЯ МИКРОСКОПИЯ в ИК диапазоне

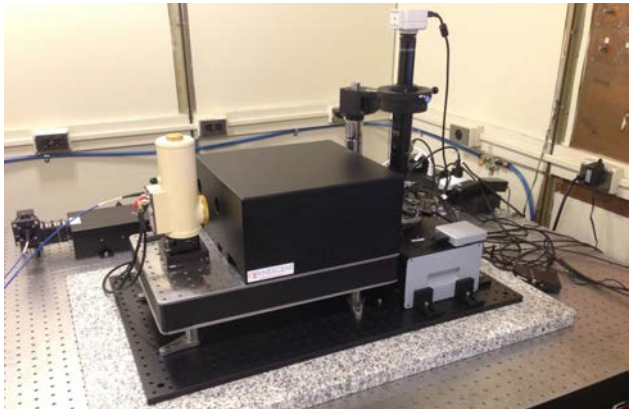


NTEGRA IR principal scheme

- IR microscopy and spectroscopy with 10 nm resolution
- Wide spectral range of operation: 3-12 µm
- Incredibly low thermal drift and high signal stability
- Versatile AFM with advanced modes: SRI (conductivity), KPFM (surface potential), SCM (capacitance), MFM (magnetic properties), PFM (piezoelectric forces)
- HybriD Mode - quantitative nanomechanical mapping
- Integration with Raman (optionally)

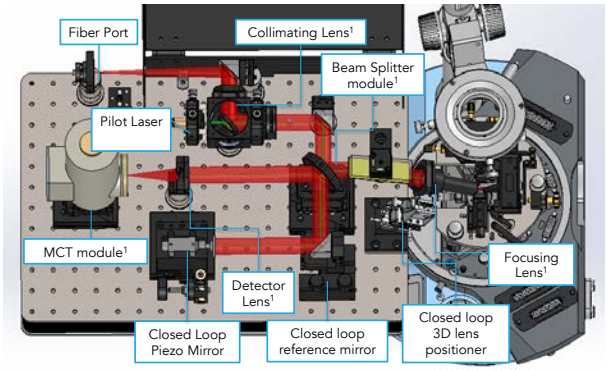
NTEGRA nano IR: s-SNOM technology

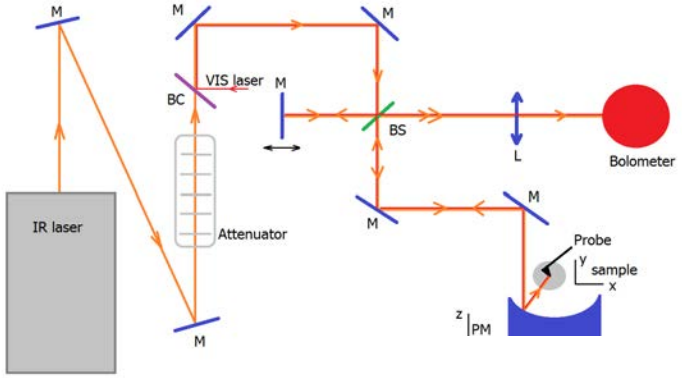




ИНТЕГРА нано-ИК (университет Стони Брук, NY)

Измерительная АСМ-головка с доступом для параболического зеркала



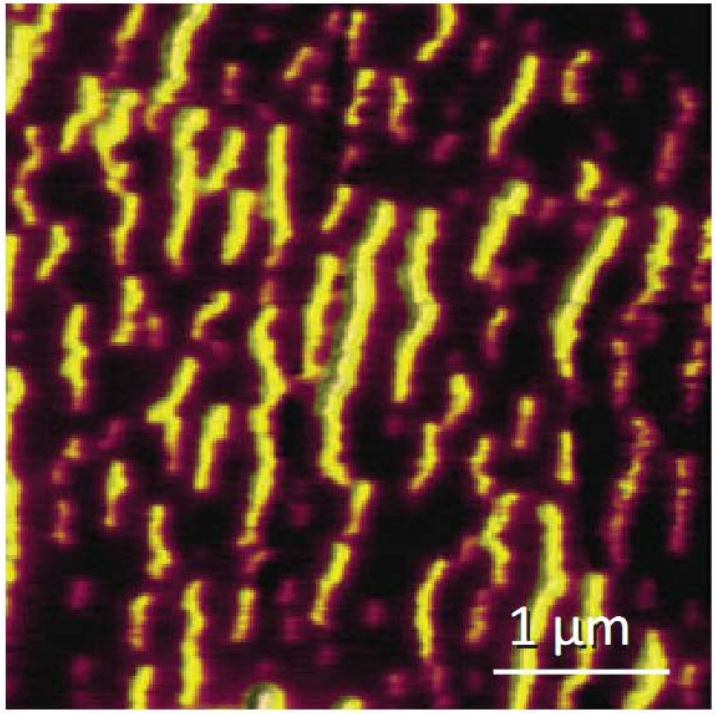


Оптические схемы прибора: ввод излучения лазера по волокну с фокусиров
рассеянного излучения через объектив (слева) и прямой ввод лазерного изл
фокусировкой и сбором с помощью параболического зеркала (справа)

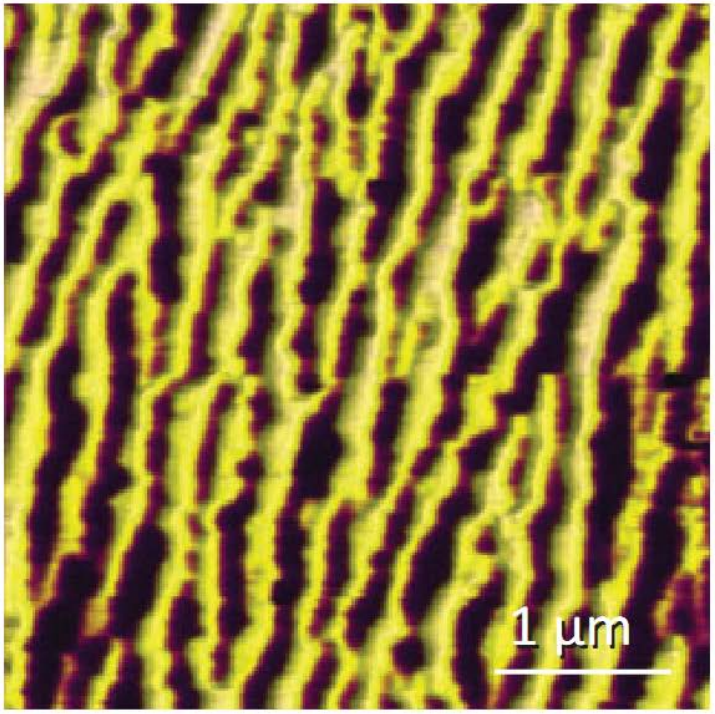
NT-MDT
Spectrum Instruments

Temperature dependences of s-SNOM contrasts: VO_2

27C



67C

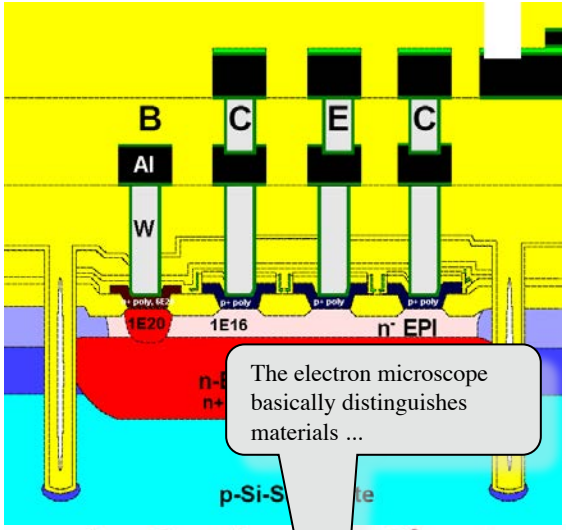


Imposition of contrast of IR reflection and surface relief at 27 C (left) and 67 C (right)

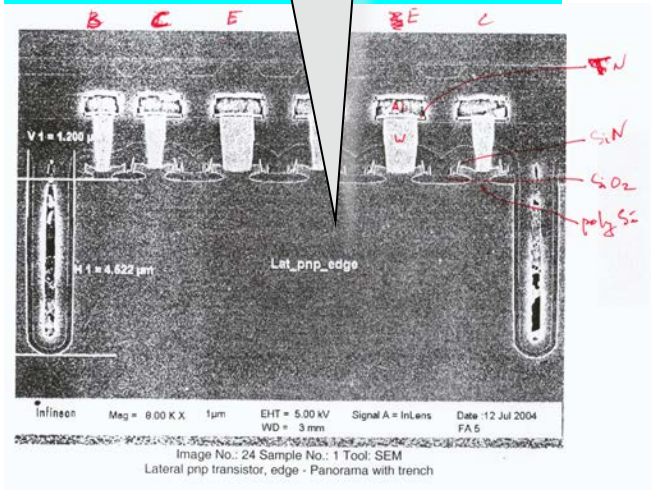
Sample courtesy to prof. Liu (Stony Brook University, New York, USA)

NT-MDT
Spectrum Instruments

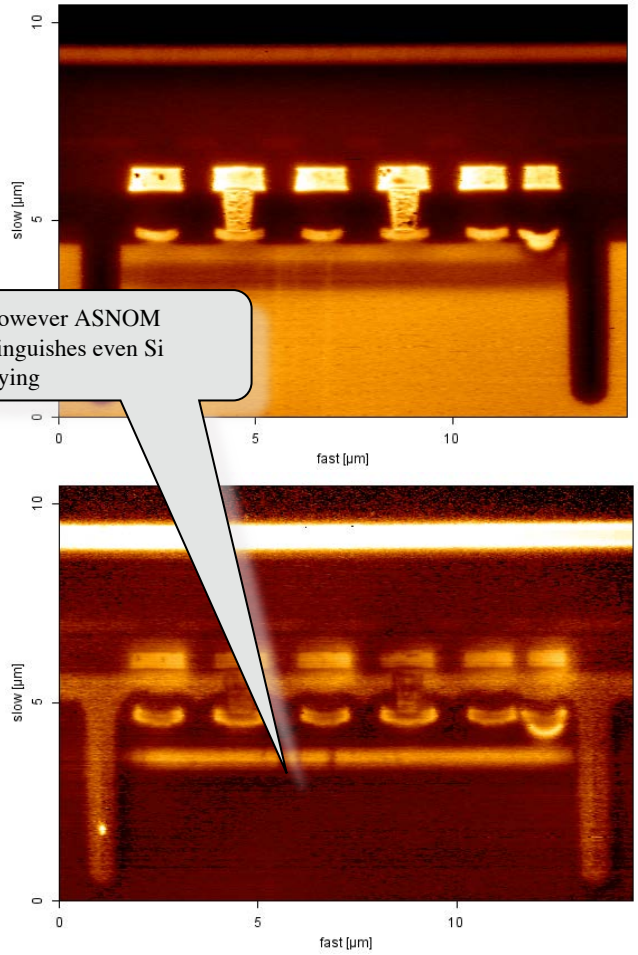
Bipolar transistor (Si) Skew plate with a planar p-n-p transistor



The electron microscope basically distinguishes materials ...

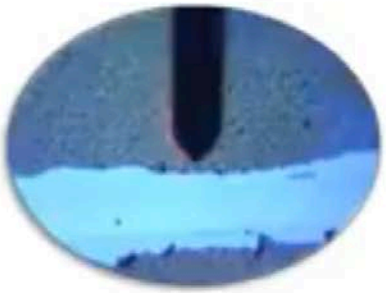


... however ASNOM distinguishes even Si alloying



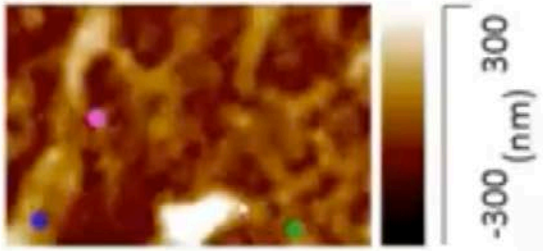
NT-MDT
Spectrum Instruments

*Fast*Spectra: Reverse Osmosis Membrane



Optical Image

Height



IR image at 1660 cm^{-1}

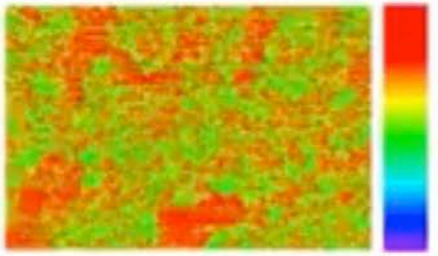
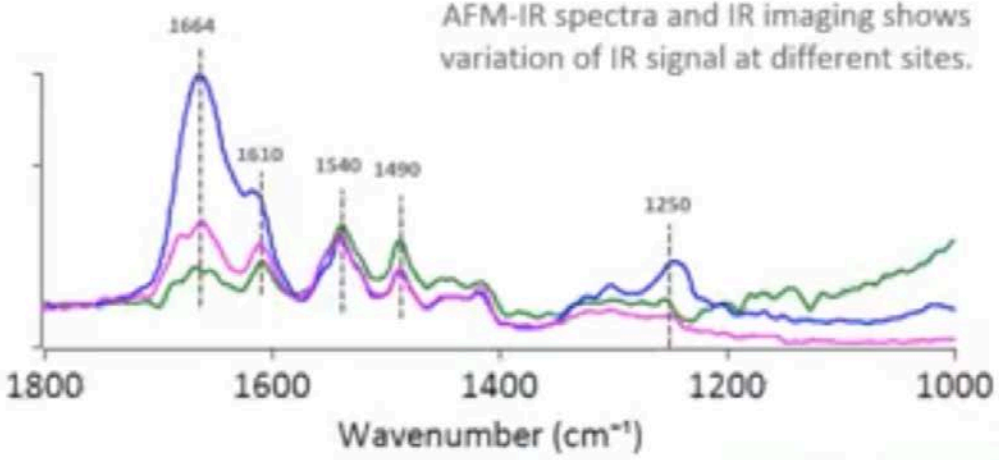


Image size: 15 um x 10 um

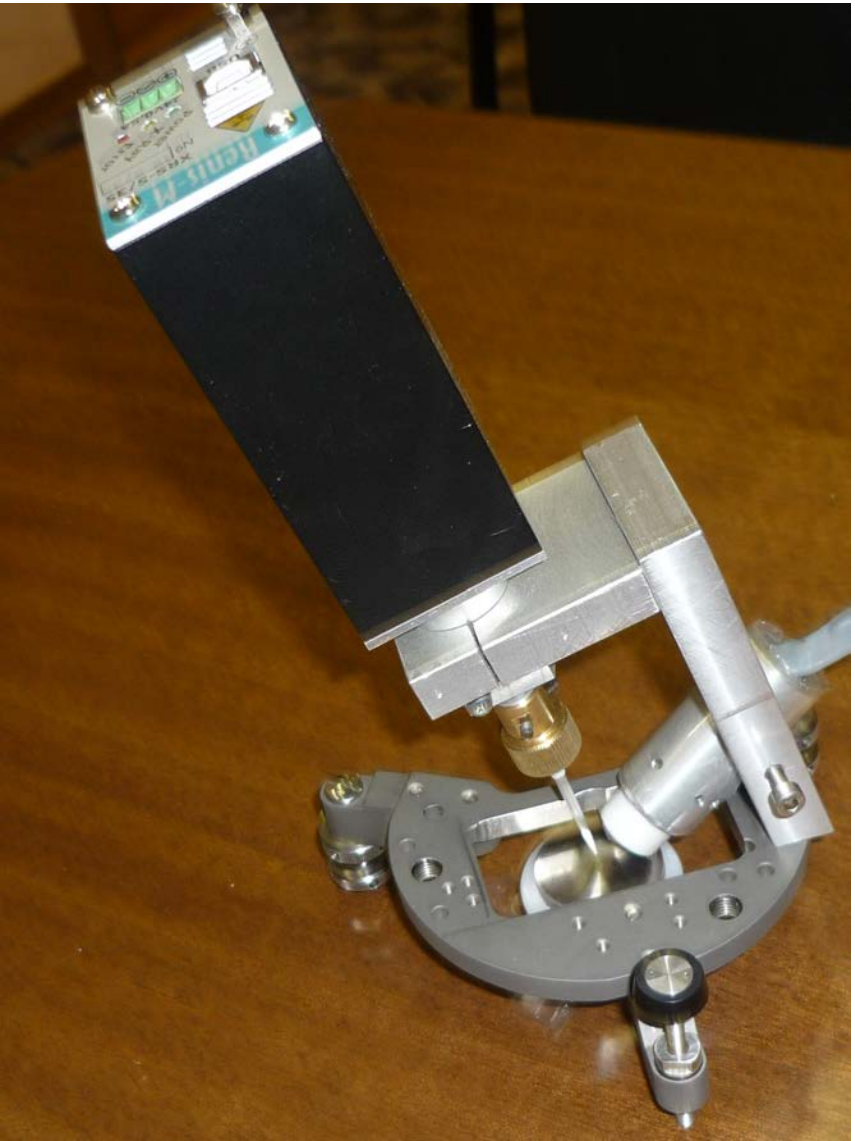
AFM-IR spectra and IR imaging shows variation of IR signal at different sites.

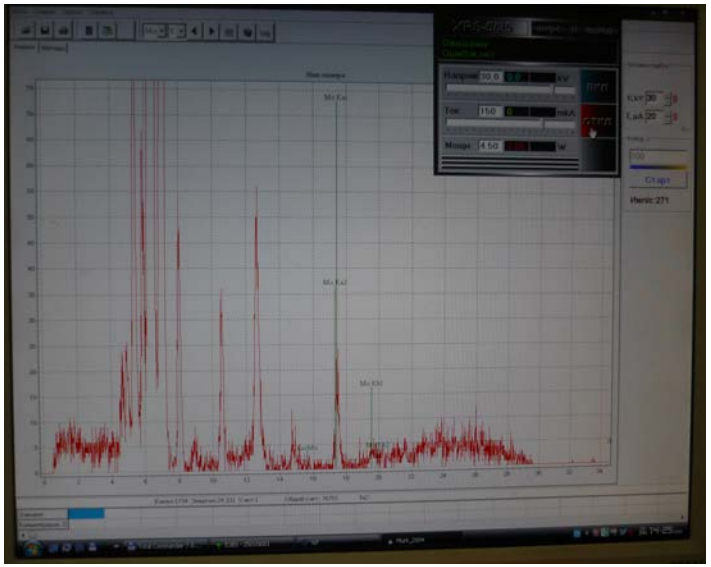


ANASYS

Рентгеновская капиллярная оптика для анализа элементного состава (совместно с М.Кумаховым)

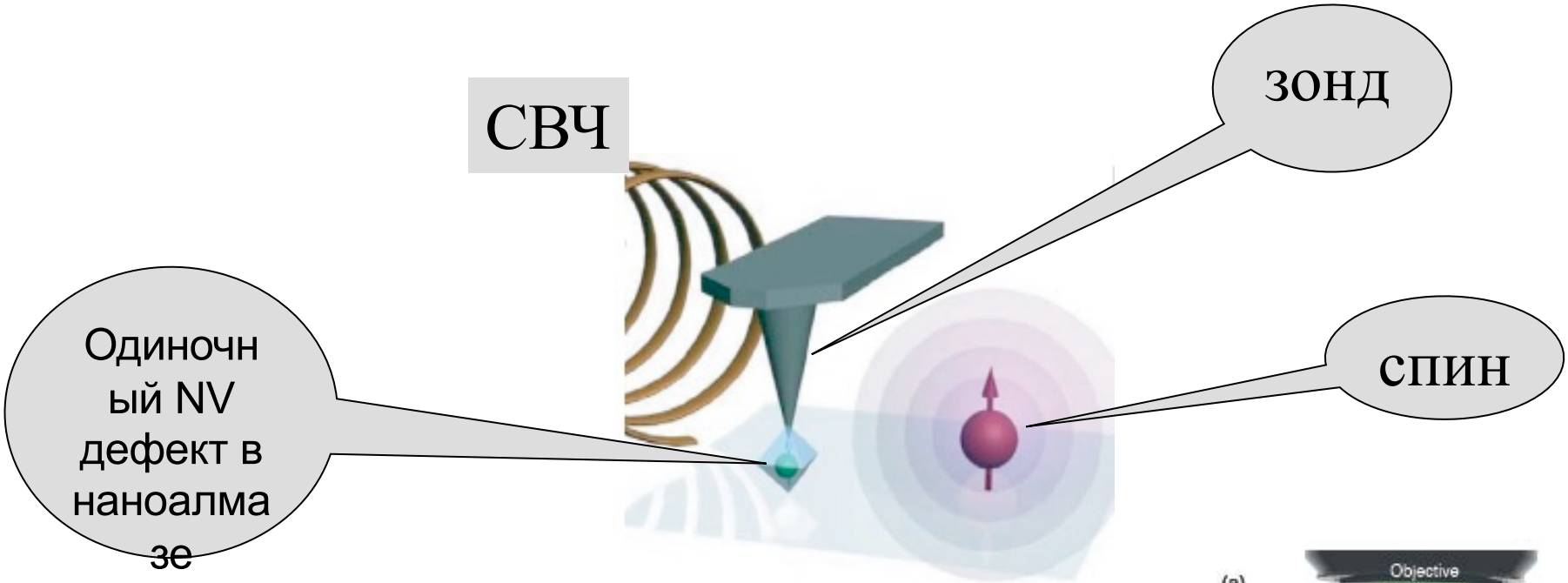
Прототип головки ИНТЕГРА Quality



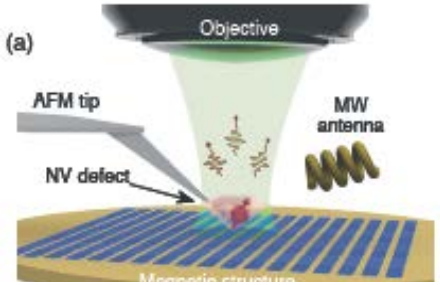


NT-MDT
Spectrum Instruments

ОДМР сканирующий магнитометр с наноразмерным разрешением



G. Balasubramanian et al., NATURE 2008



L. Rondin et al., arXiv: 2012

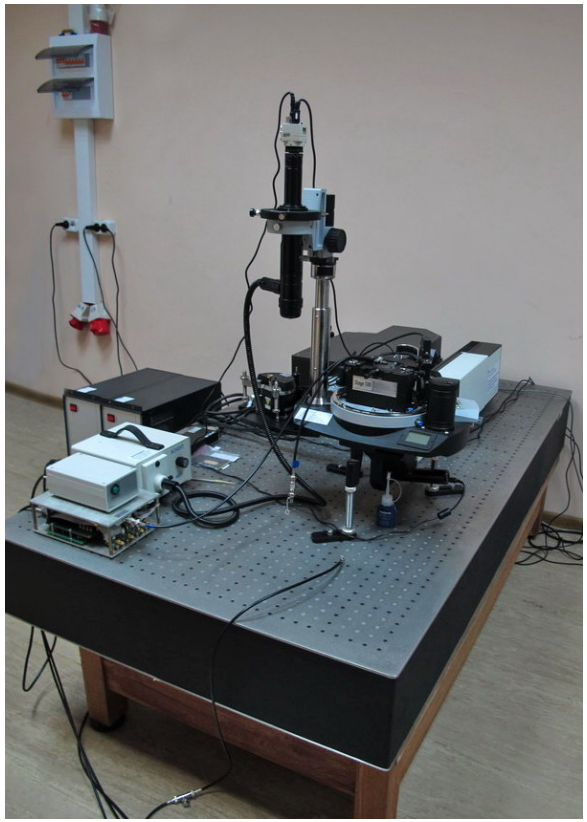
ОДМР позволяет достигать абсолютной чувствительности – регистрировать магнитный резонанс на одиночном квантовом объекте

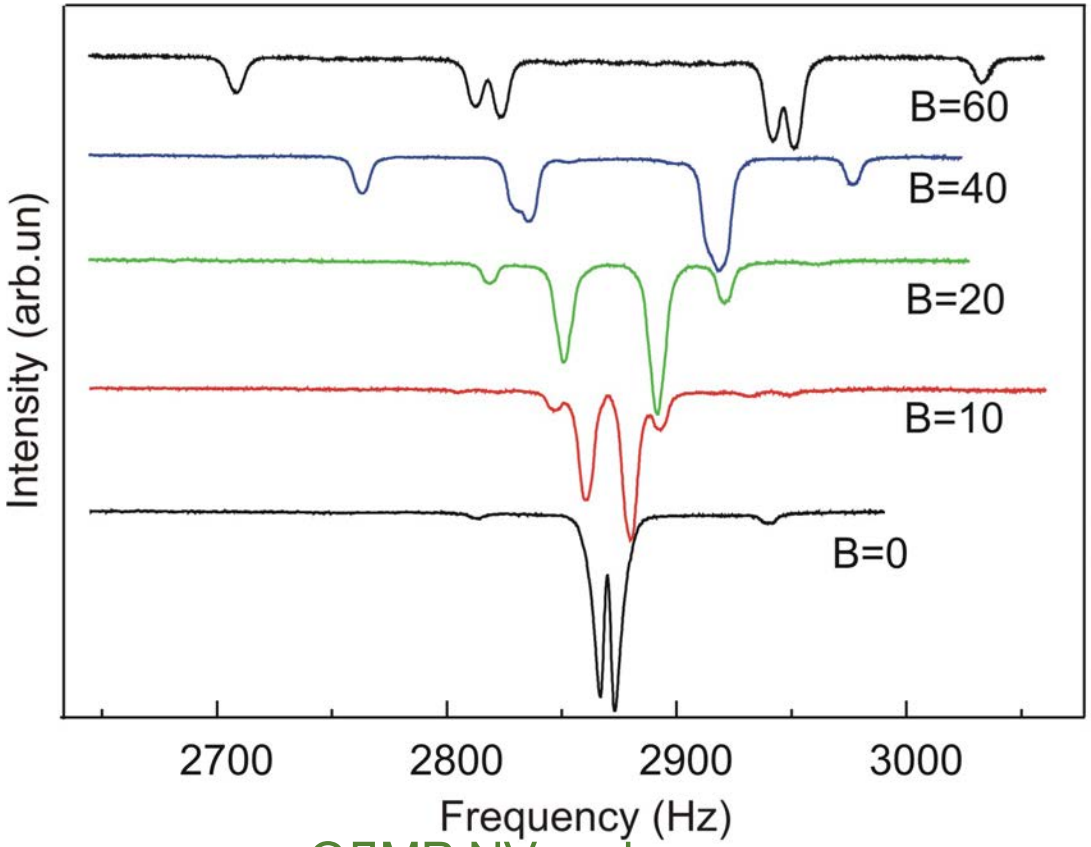
NT-MDT
Spectrum Instruments

Зондово - оптический спектрометр магнитного резонанса

(ГК 2011-2012 гг., совместный проект ФТИ им.А.Ф. Иоффе - НТ МДТ)

Spectroscopy of single NV defect in diamond

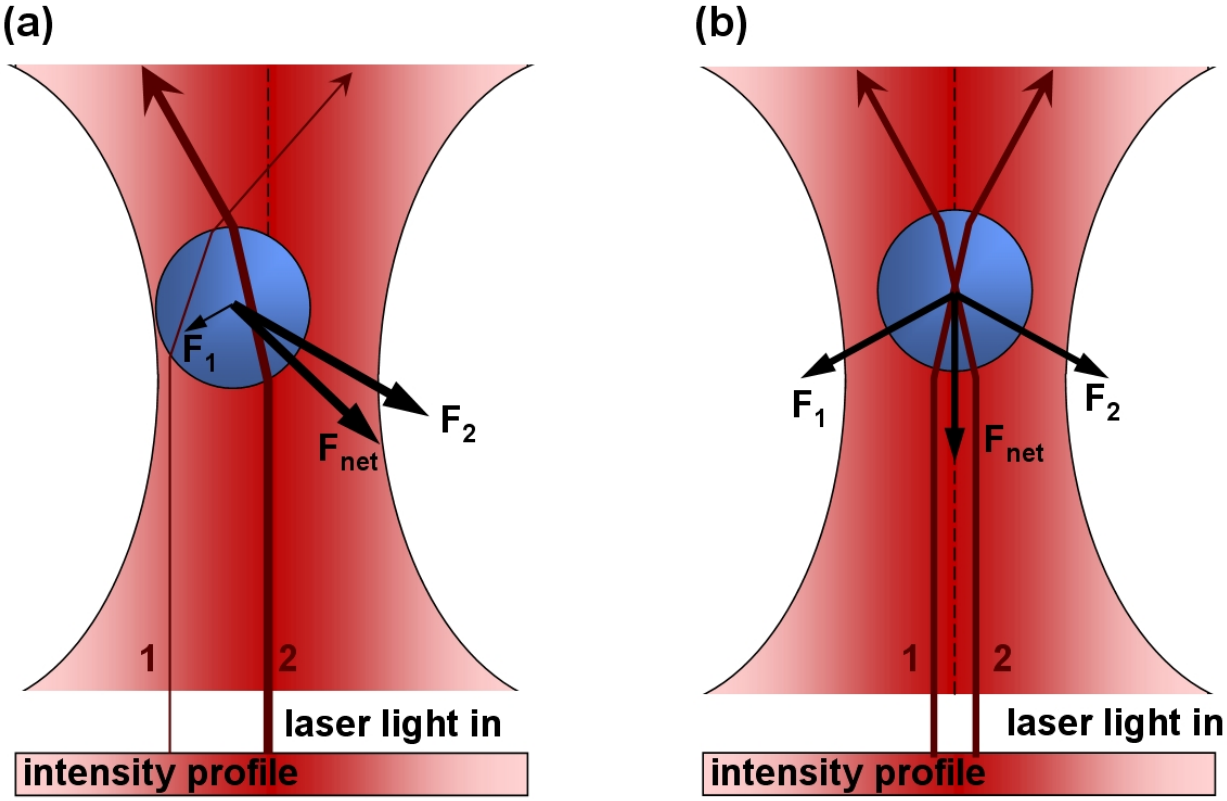




Зависимость спектров ОДМР NV дефектов от частоты при различных значениях внешних магнитных полей

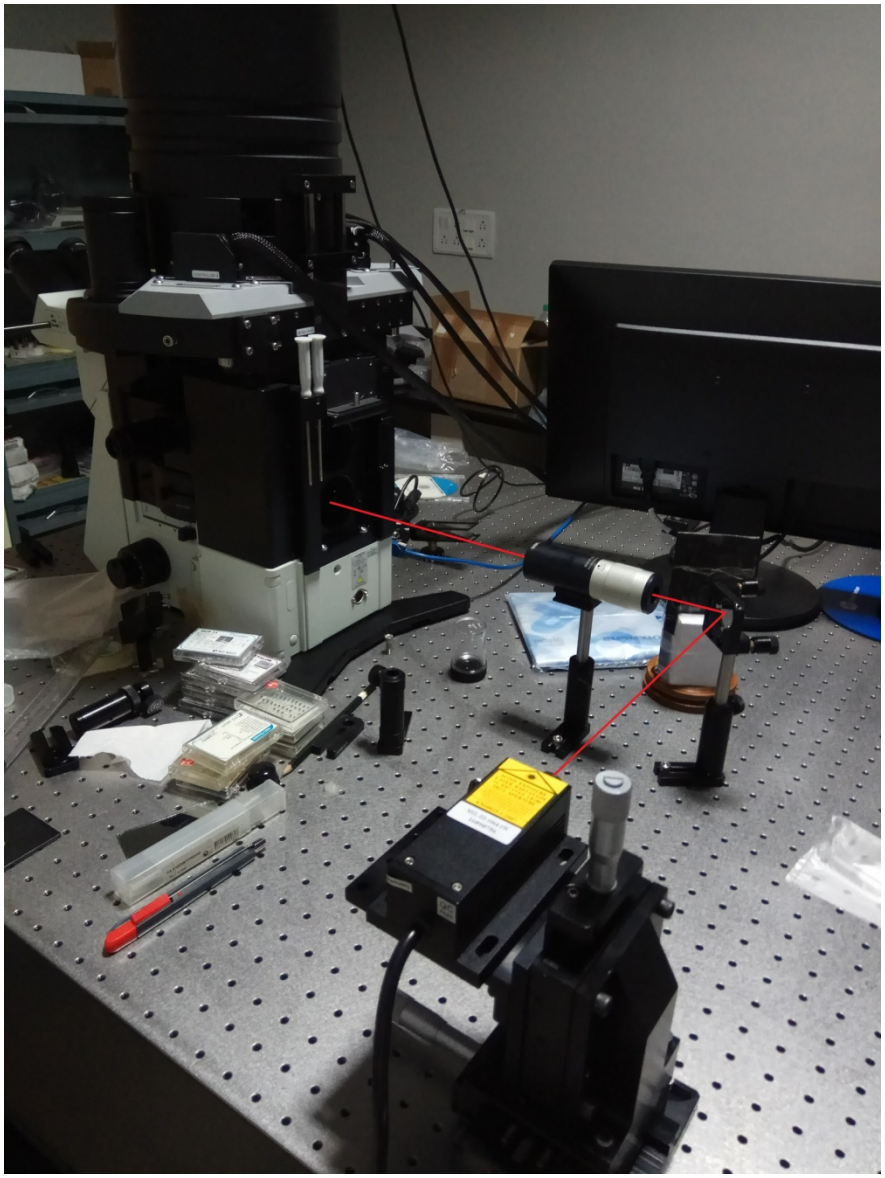
Оптический пинцет

При r>λ имеет место рассеяние Ми, можно использовать подход волновой оптики.



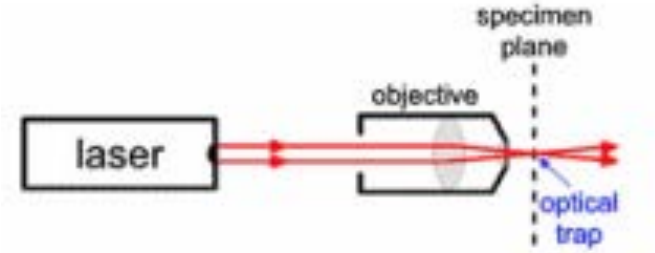
Объяснение на основе волновой оптики. Когда шар смещается от центра пучка, как на рисунке (a), наибольшее изменение импульса лучей с большей интенсивностью вызывает появление силы, направленной к центру ловушки. Когда шар расположен в центре пучка, как показано на рисунке (b), сила указывает в сторону сужения

Department of Physics Bangalore University,Praveen Parthasarathi

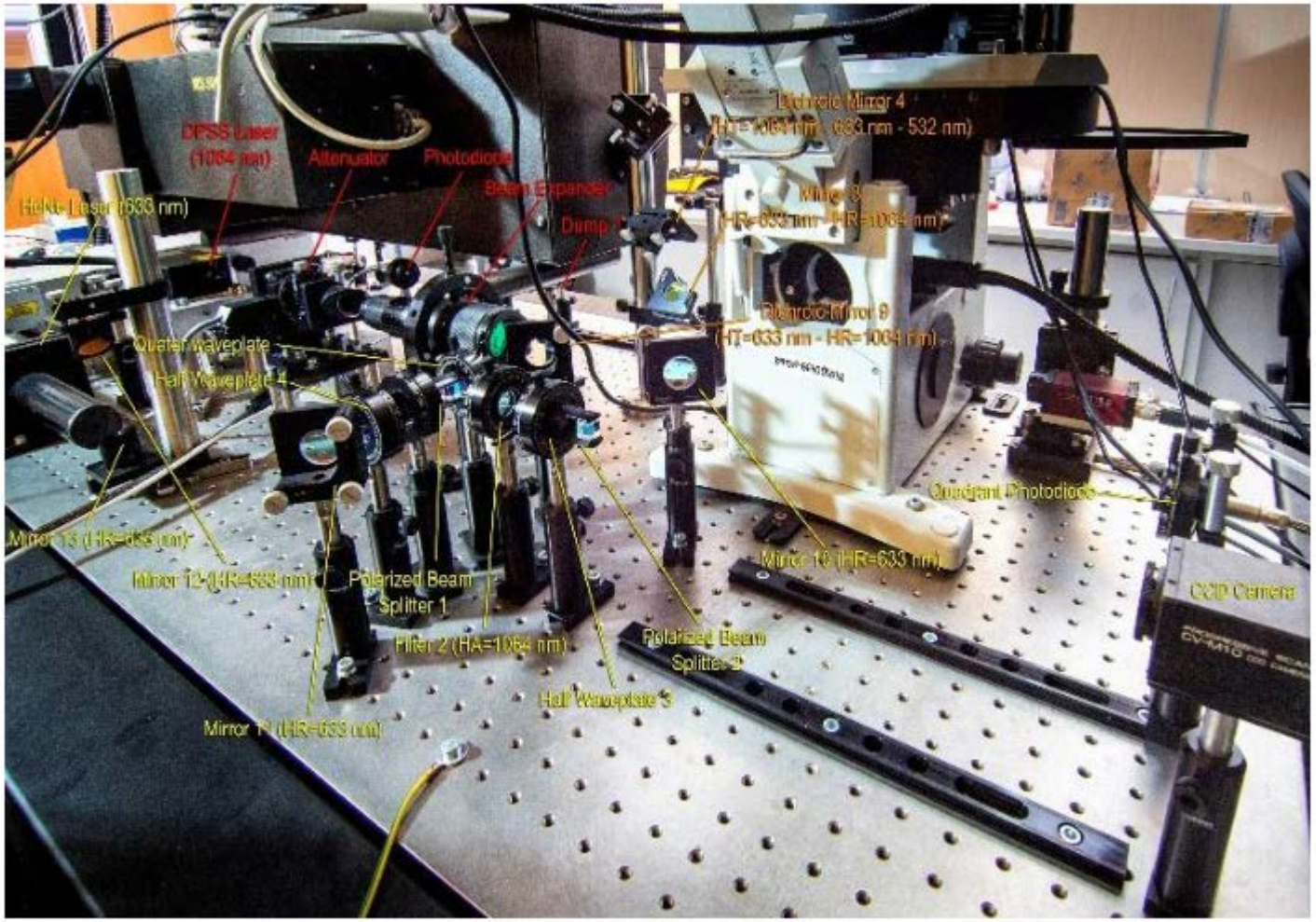


Базовый вариант пинцета на базе инвертированного микроскопа

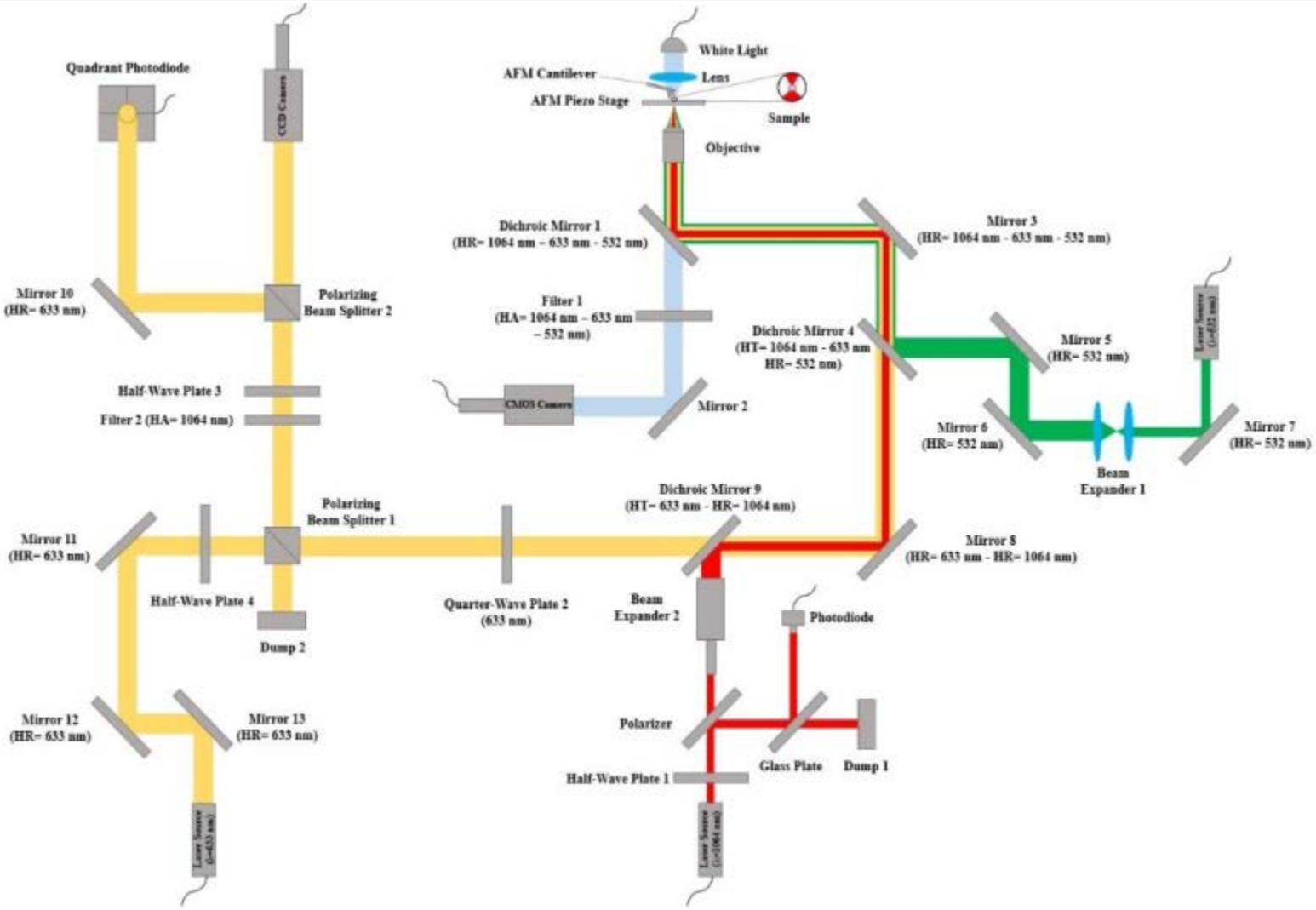
Только захват частиц, без измерения силы.



Institute of Fundamental Technological Research,
Polish Academy of Sciences, Warsaw, Poland,Filippo Pierini

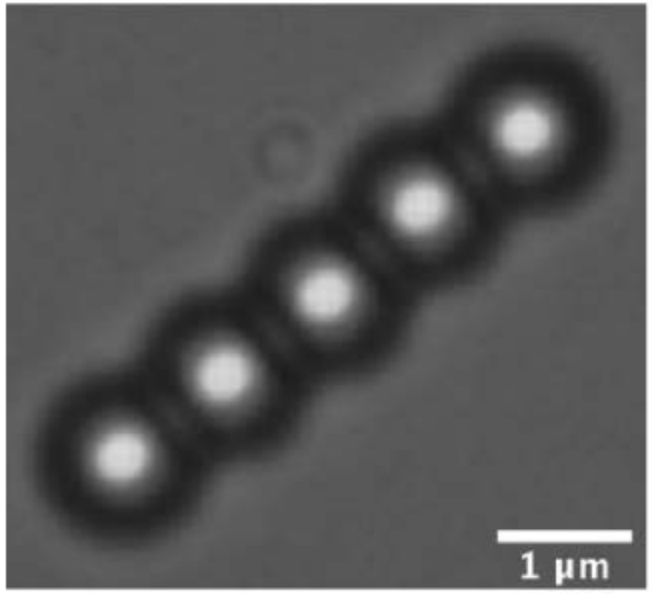


Institute of Fundamental Technological Research,
Polish Academy of Sciences, Warsaw, Poland,Filippo Pierini

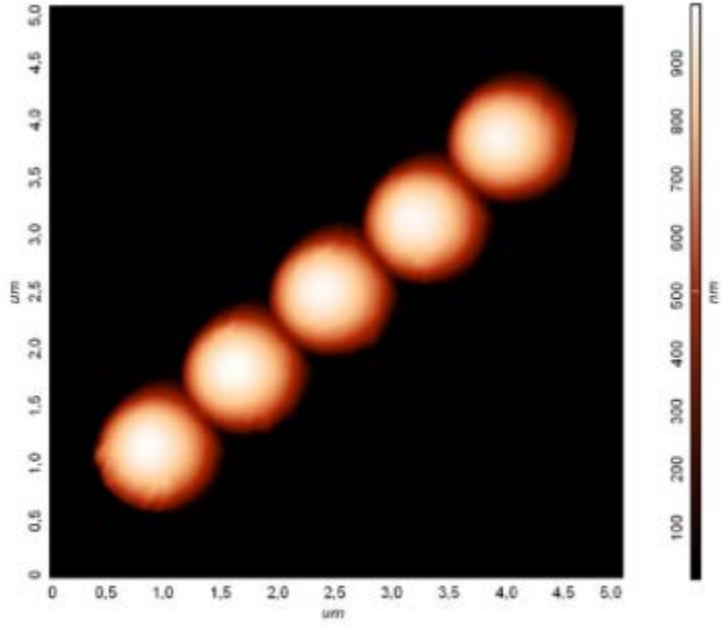


Примеры применения

Манипуляция нанообъектами



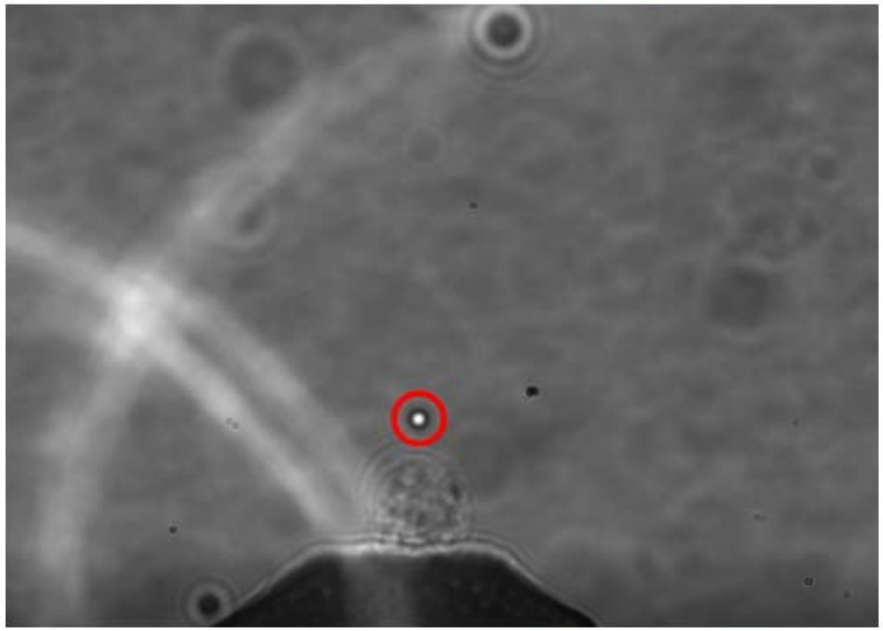
Optical Microscope



AFM

Примеры применения

Cell membrane activation / Cell surgery

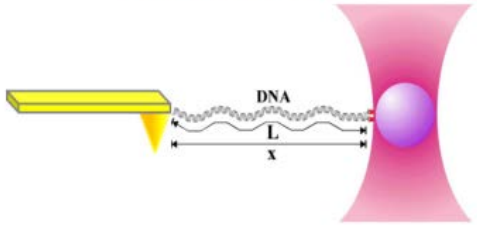


- Cell: T lymphocyte (sub population CD3+; size: ~7 µm).
- Buffer: DMEM high glucose supplemented with 20% FBS, 1% peniciliny strypsomicine and 1% glutamine.

- Particle: 1 µm polystyrene bead.
- OT trapping laser power: 70 mW.
- AFM probe: gold coated rectangular tipless cantilever.

DNA streatching

Experimental method

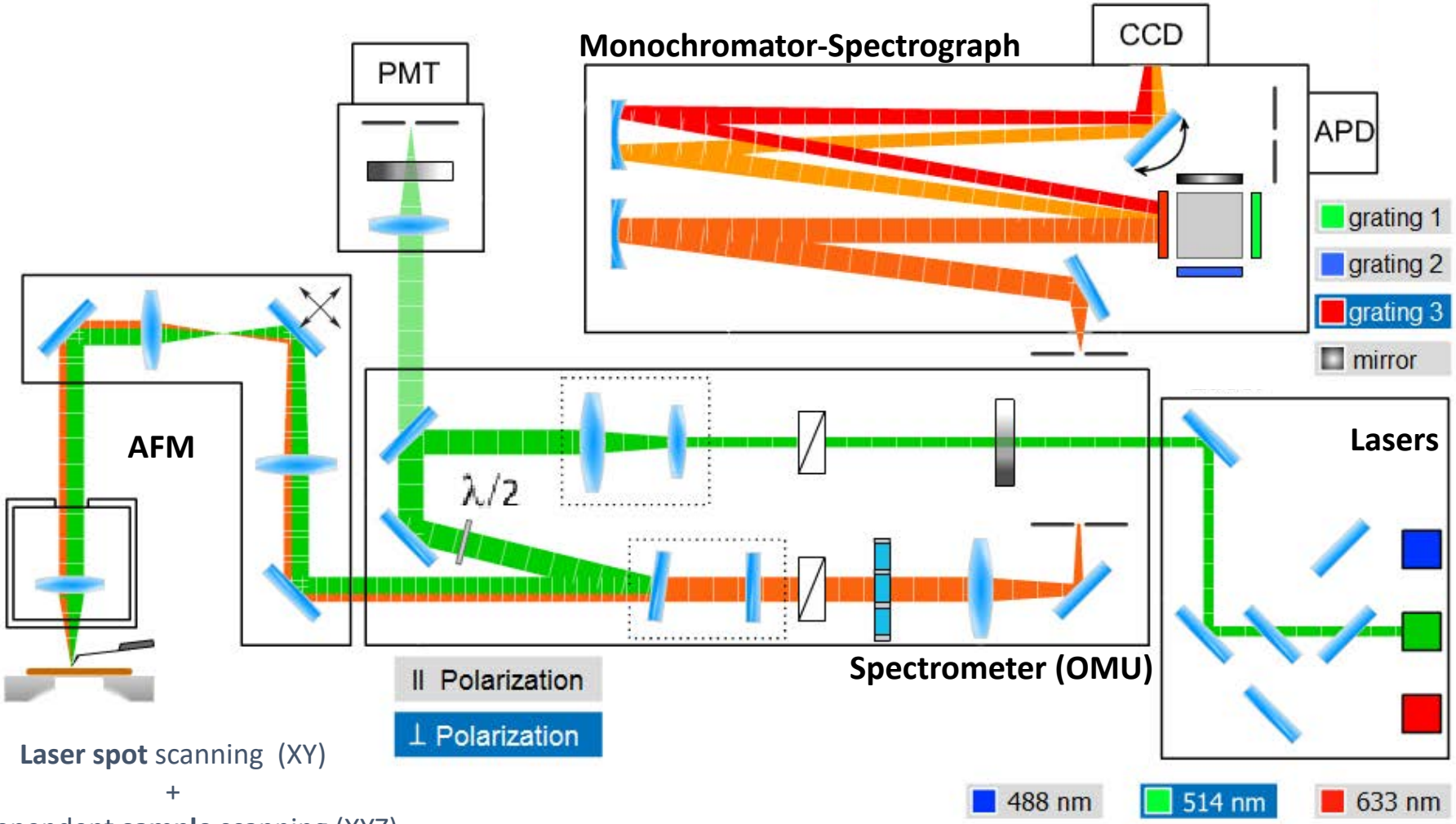


NT-MDT
Spectrum Instruments

NTEGRA Spectra AFM – Confocal Raman – SNOM – TERS System

NT-MDT
Spectrum Instruments

Optical scheme of AFM-Raman Upright Configuration



Laser spot scanning (XY)

+

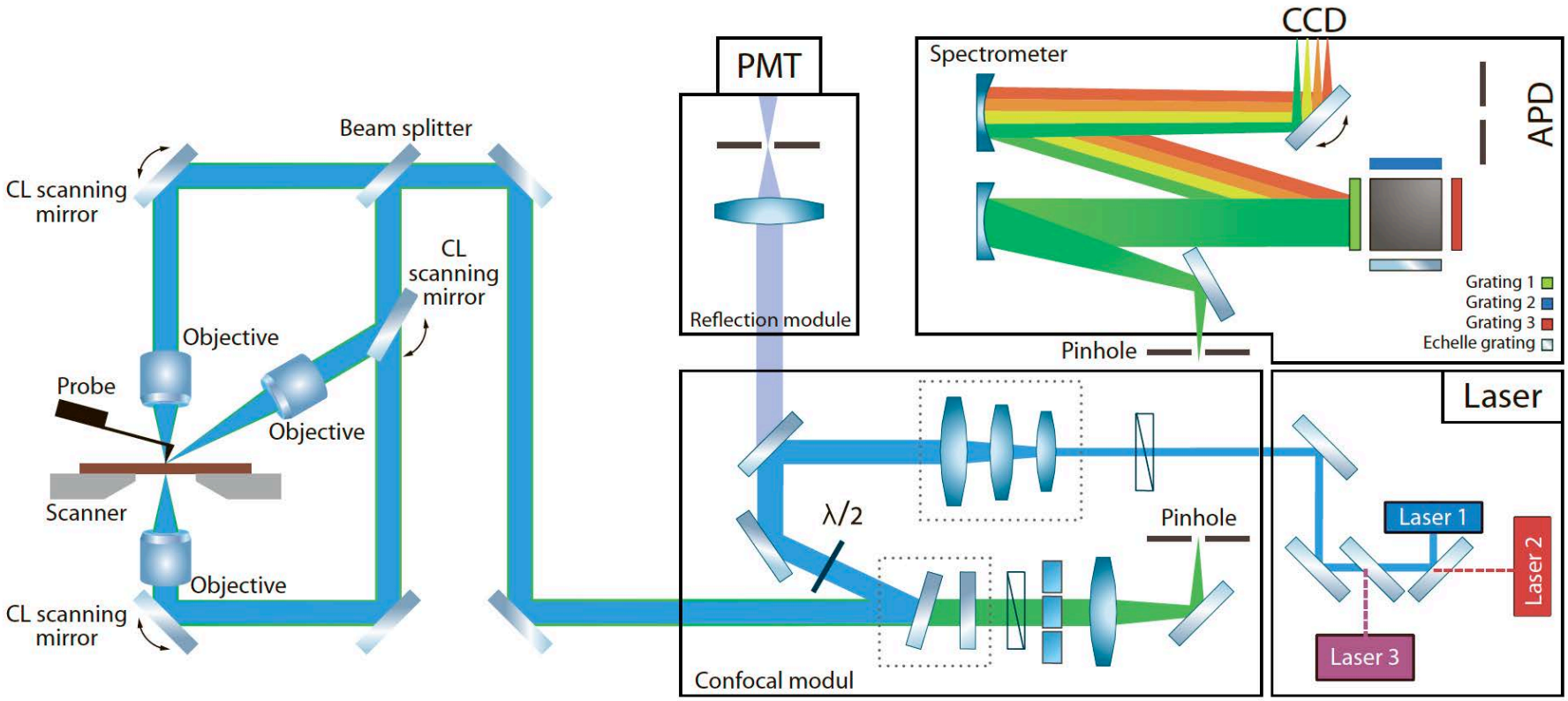
Independent **sample** scanning (XYZ)

(**5** independent degrees of freedom)

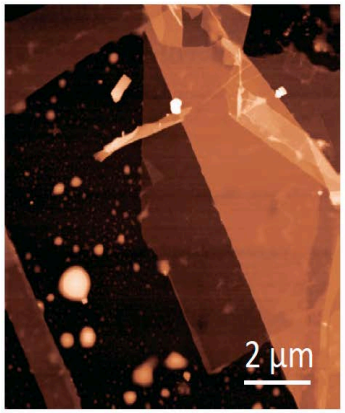
NT-MDT
Spectrum Instruments

ИНТЕГРА СПЕКТРА II

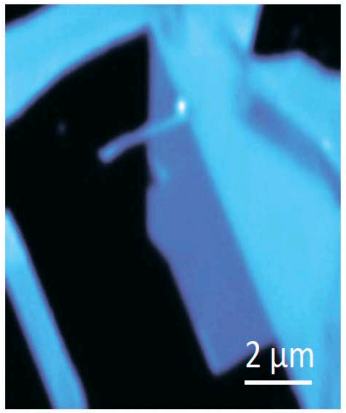
Принцип работы



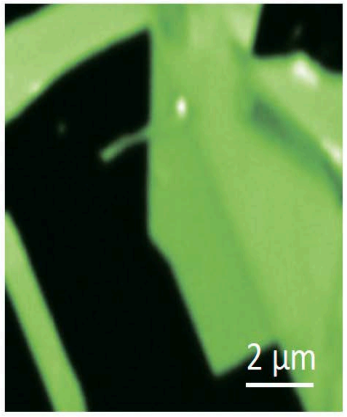
Чешуйки графена на Si/SiO_2



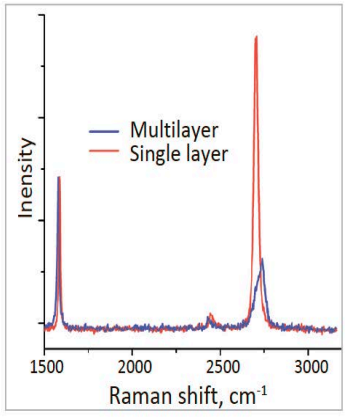
Рельеф



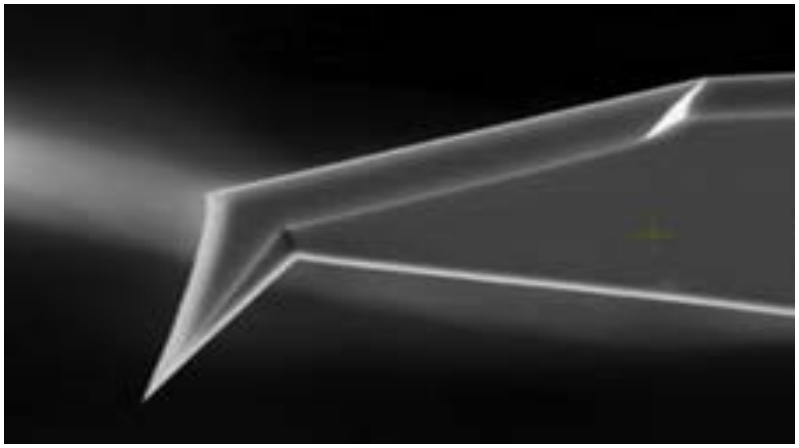
Интенсивность G полосы

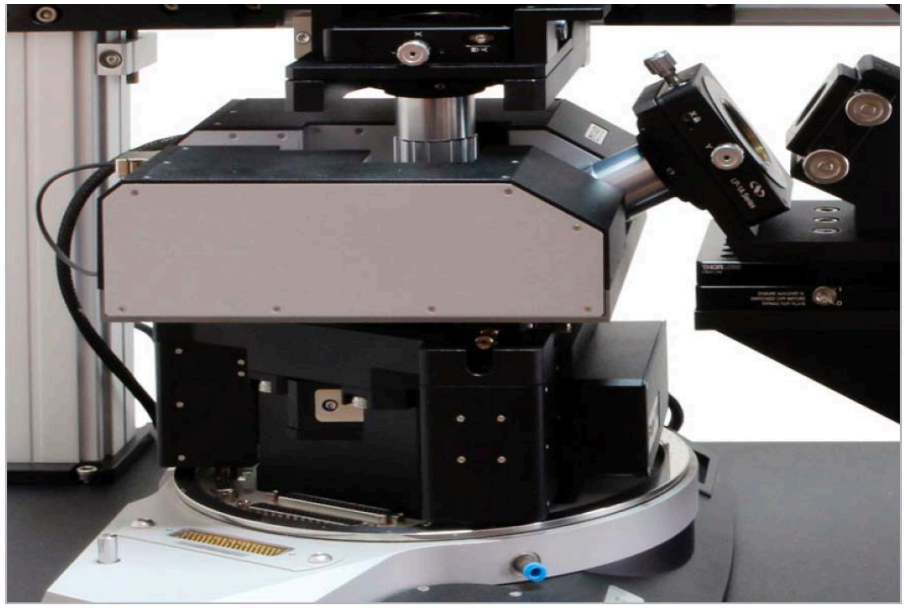


Инденсивность 2D полосы

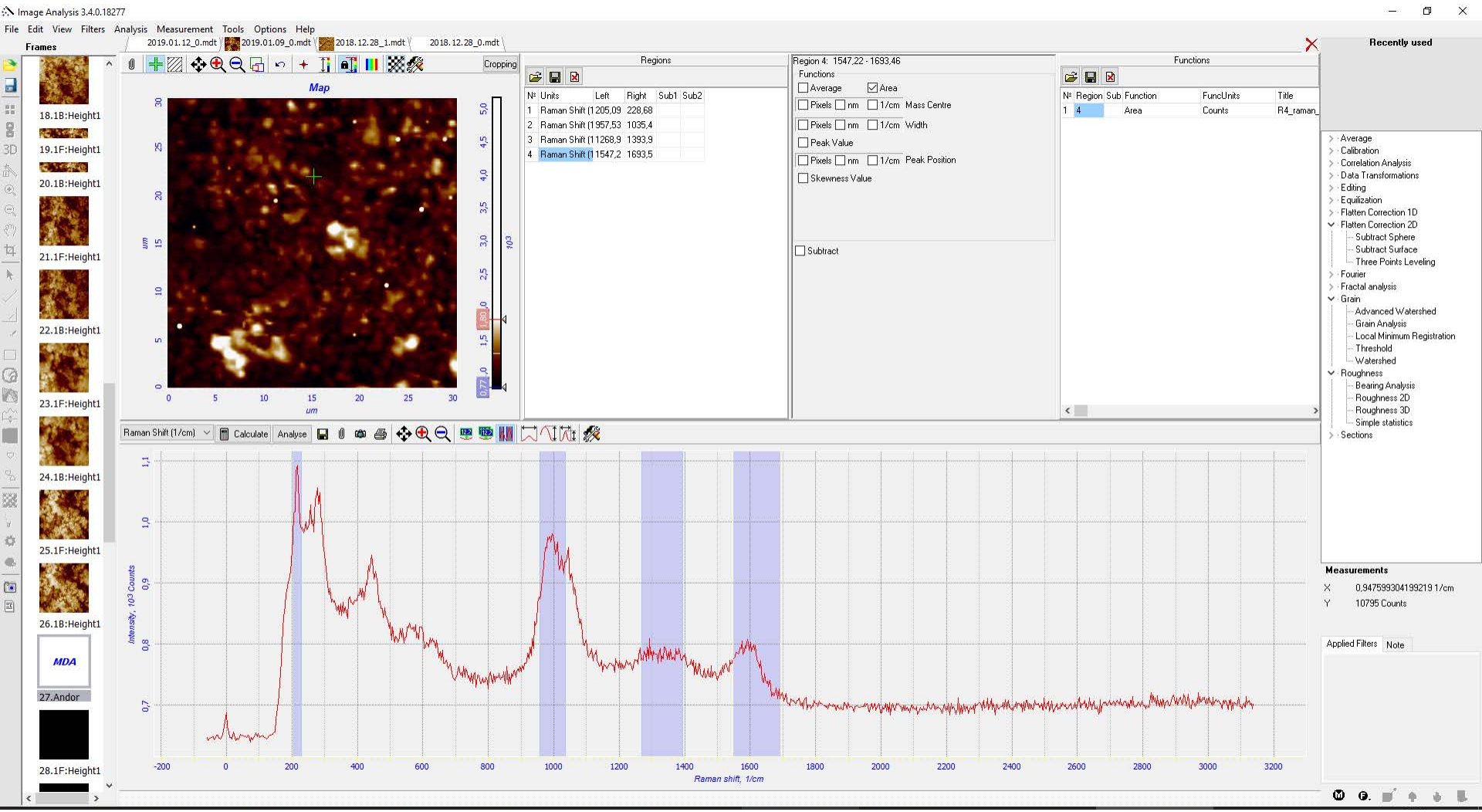


Рамановский спектр



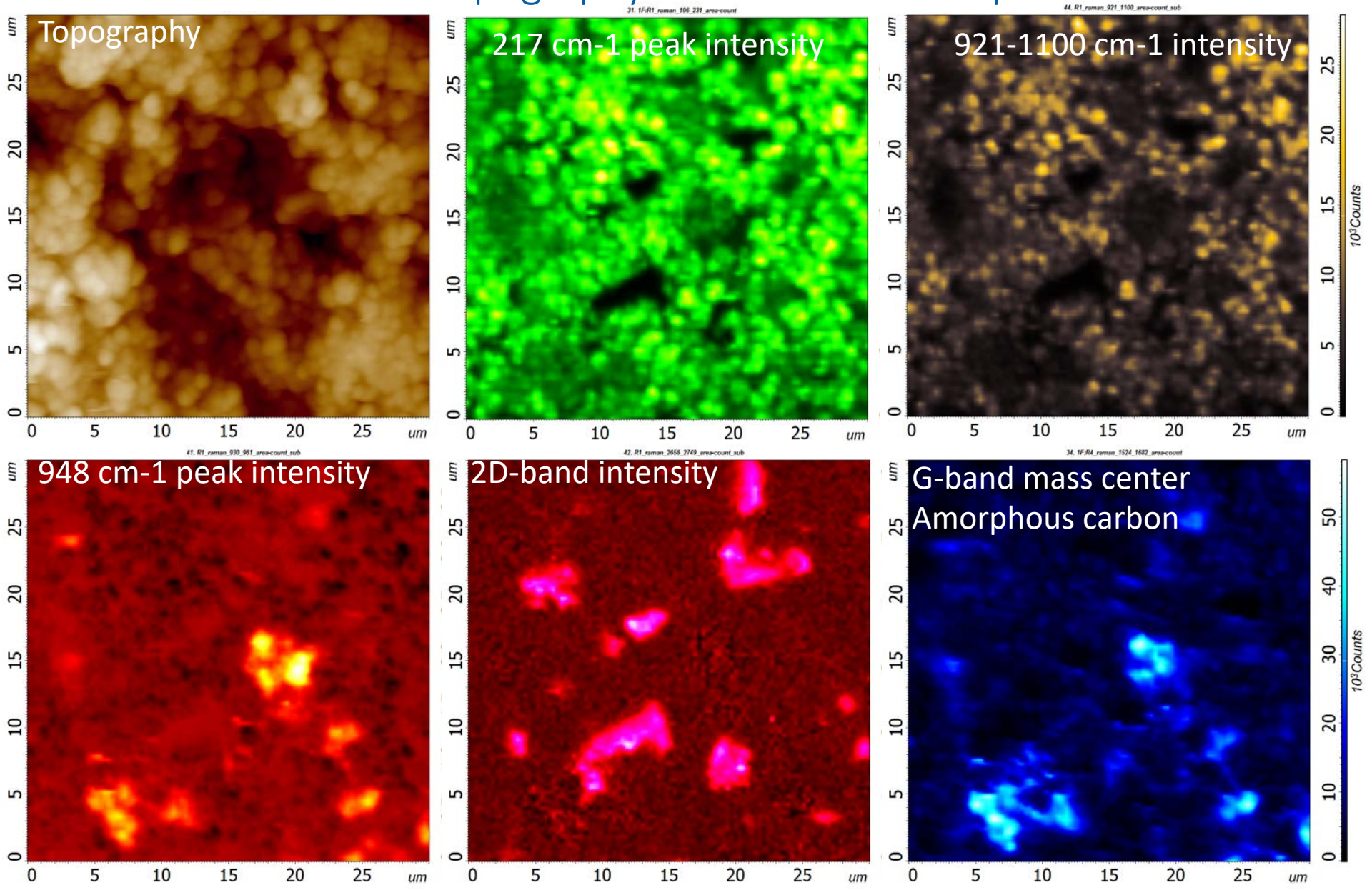


Acquired Raman spectra map post processing



Post processing of the 2D Fullspectrum data

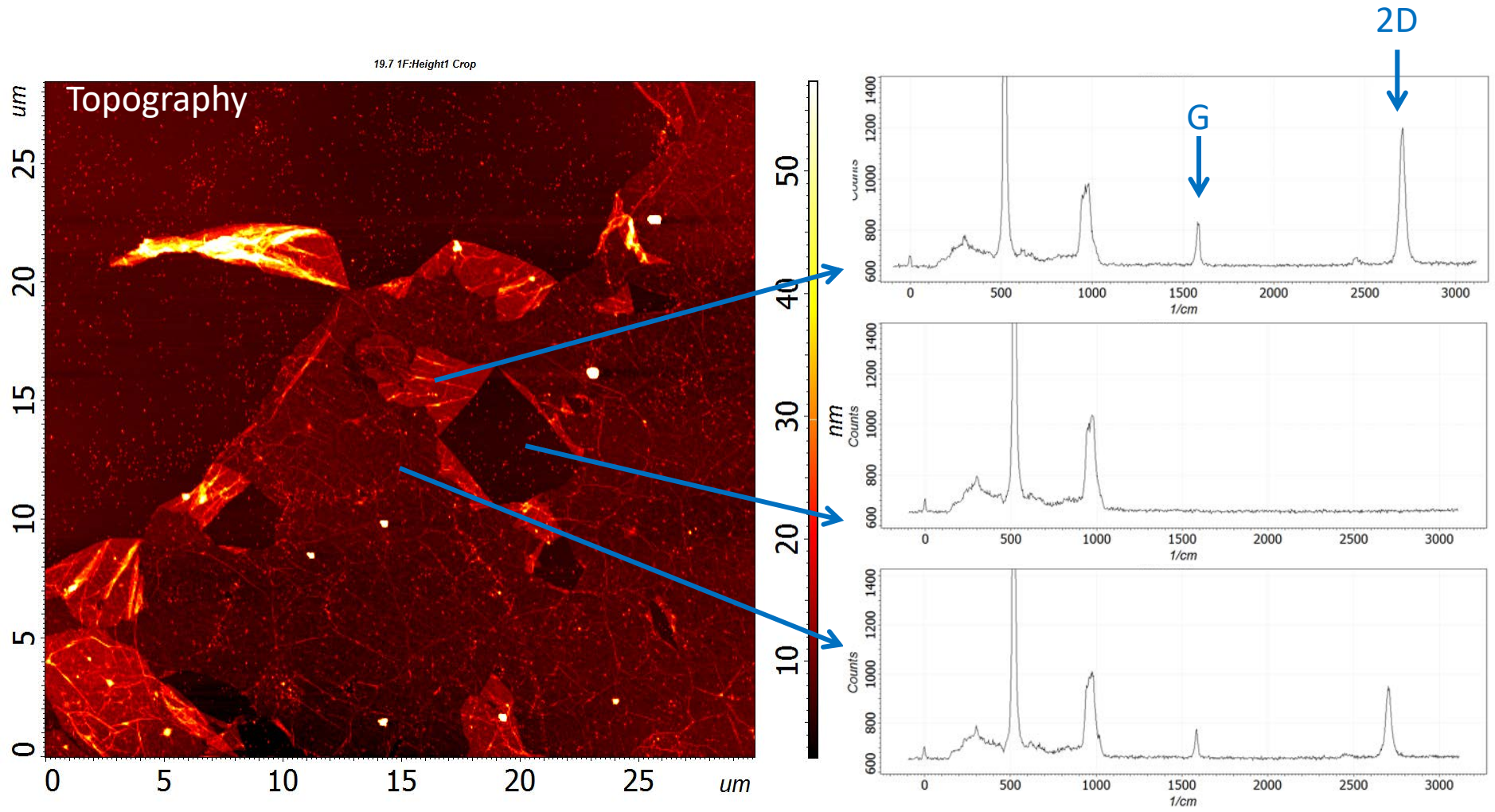
AFM topography and 2D Raman maps



30x30 um AFM (topography) and Raman maps.

256x256 points in AFM topography. 100x100 points in Raman maps. Laser power ~5 mW. 473 nm laser. 1s exposure time

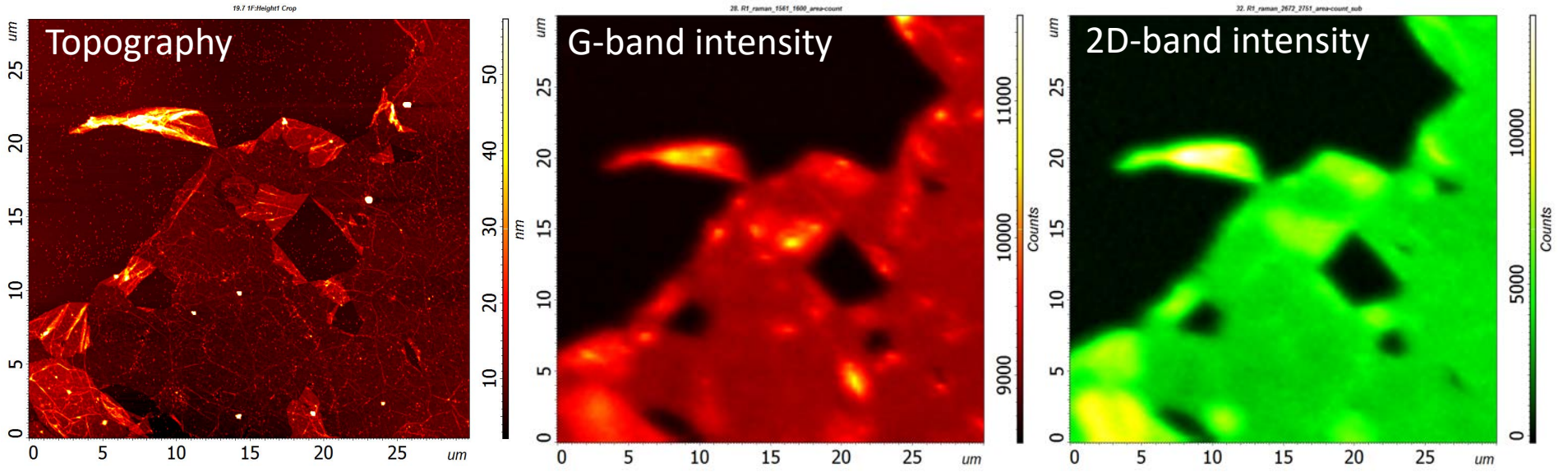
Graphene on SiO2/Si: AFM topography and single point Raman spectrum



30x30 um AFM (topography) and Raman spectra.

512x512 points. Laser power ~8 mW. 473 nm laser. 0.3s exposure time

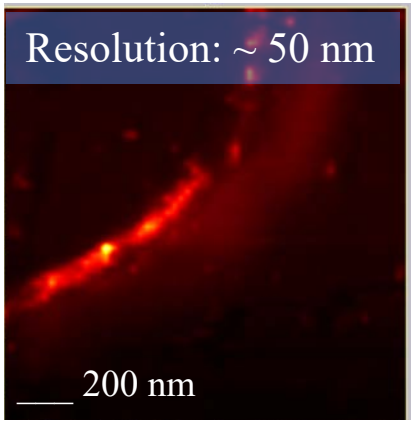
Graphene on SiO2/Si: AFM topography and single point Raman spectra



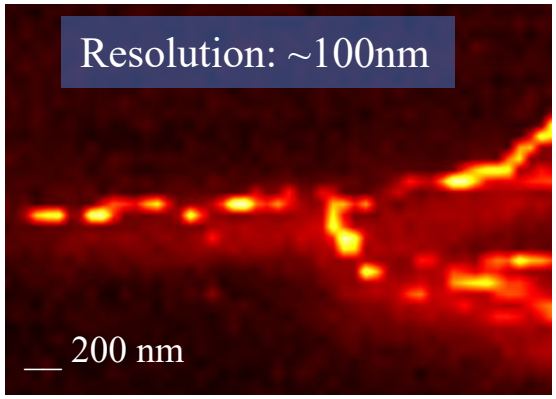
30x30 um AFM (topography) and Raman spectra.

512x512 points in AFM topography. 100x100 points in Raman maps. Laser power ~8 mW. 473 nm laser. 0.3s exposure time

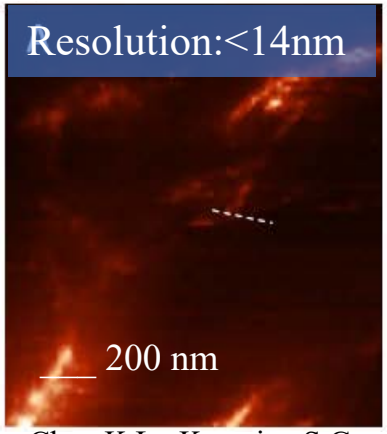
TERS on carbon nanotubes. All data – using NT-MDT instrument



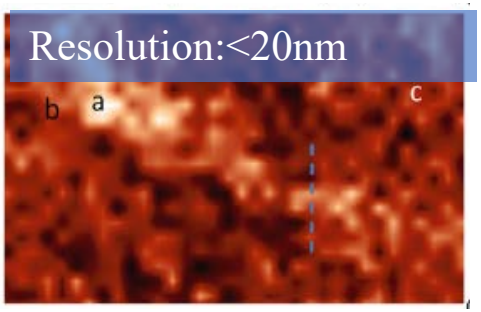
S.S. Kharintsev, G. Hoffmann, P.S. Dorozhkin, G. de With, and J. Loos, Nanotechnology 18 **(2007)**, 315502



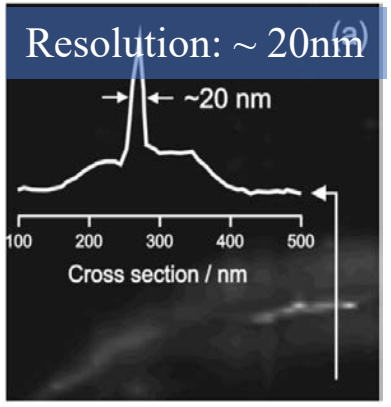
P. Dorozhkin, J. Yeo, J. Loos, R. Zenobi Unpublished **(2008)**



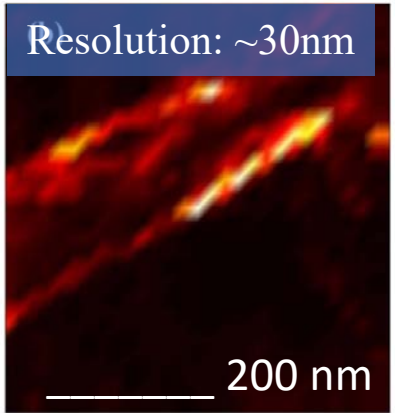
Chan K.L., Kazarian S.G., Nanotechnology 21, 445704 **(2010)**



Chan K.L., Kazarian S.G., Nanotechnology 22, 175701 **(2011)**

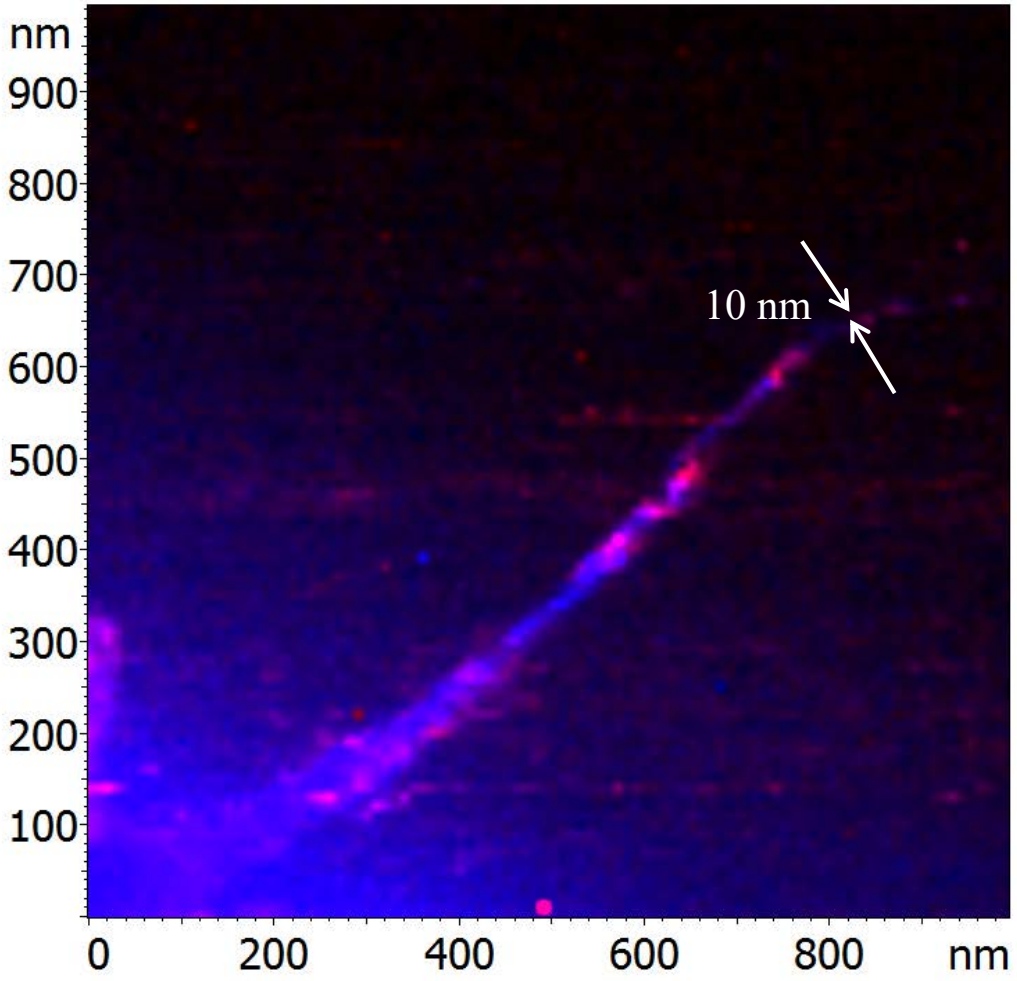


S. Kharintsev, G. Hoffmann, A. Fishman. & M. Salakhov J. Phys. D: Appl. Phys. 46 **(2013)** 145501



M. Zhang, J. Wang, Q. Tian, Optics Communications 315, 164 **(2014)**

Overlap of G-band(blue)
and D-band(red)



NT-MDT, 2014, Cantilever TERS probe

NT-MDT
Spectrum Instruments

nature nanotechnology
LETTERS
PUBLISHED ONLINE: 4 APRIL 2010 | DOI: 10.1038/NNANO.2010.44

Carbon nanotubes degraded by neutrophil myeloperoxidase induce less pulmonary inflammation

Valerian E. Kagan[1]*, Nagarjun V. Konduru[1], Weihong Feng[1], Brett L. Allen[2], Jennifer Conroy[3], Yuri Volkov[3], Irina I. Vlasova[1], Natalia A. Belikova[1], Naveena Yanamala[4], Alexander Kapralov[1], Yulia Y. Tyurina[1], Jingwen Shi[5], Elena R. Kisin[6], Ashley R. Murray[6], Jonathan Franks[7], Donna Stolz[7], Pingping Gou[2], Judith Klein-Seetharaman[4], Bengt Fadeel[5], Alexander Star[2] and Anna A. Shvedova[6]

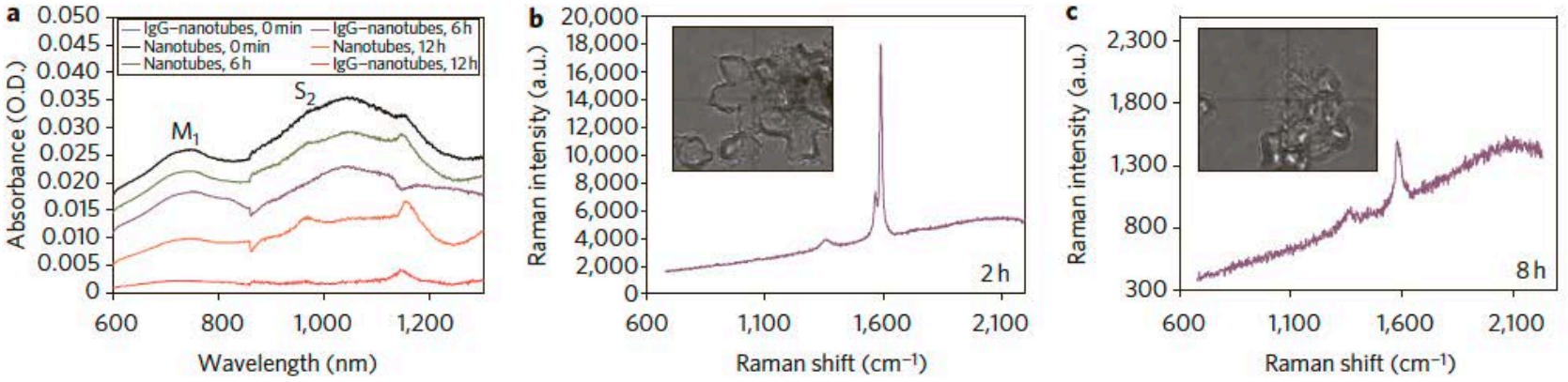


Figure 4 | Biodegradation of nanotubes in neutrophils evaluated by infrared and Raman spectroscopy. **a**, Vis-NIR spectra showing biodegradation of nanotubes and IgG-nanotubes by human neutrophils after 0, 6 and 12 h. O.D., optical density. **b**,**c**, Raman spectra (excitation, 473 nm) recorded from different areas of neutrophils containing IgG-nanotubes at 2 h (**b**) and 8 h (**c**). Inset shows bright-field image of the neutrophils with engulfed IgG-nanotubes. The Raman spectra (red lines) with their corresponding G- and D-bands recorded from different areas of neutrophils are indicated by the cross-wire on the bright-field images.

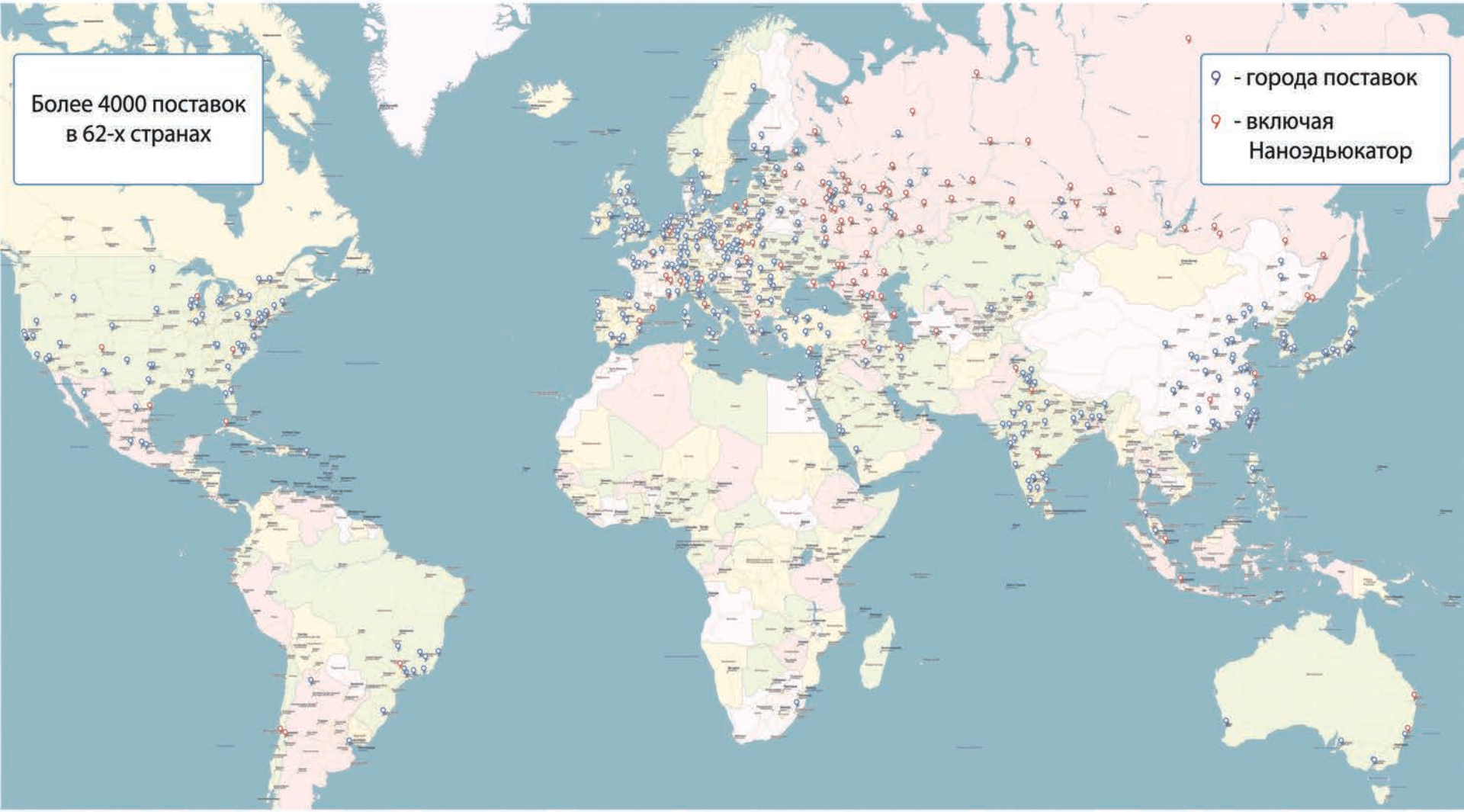
NT-MDT Spectrum Instruments

СЗМ – комплексный анализ поверхностных структур

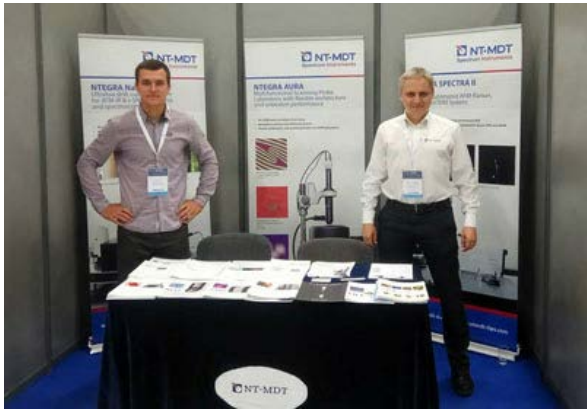
- Туннельная микроскопия и спектроскопия;
- Профиль поверхностных структур и его зависимость от давления прижима;
- Неоднородность силы трения в системе зонд – поверхность;
- Неоднородность адгезионных сил;
- Распределение поверхностного потенциала (Кельвин-мода);
- Распределение электрической емкости в системе кантилевер –поверхность;
- Распределение теплопроводности;
- Распределение модуля Юнга;
- Диагностика пределов упругой деформации;
- Распределение магнитных сил;
- Распределение пьезоэлектрических характеристик поверхностных структур;
- Распределение оптических свойств поверхности в видимой (спектроскопия комбинационного рассеяния с пространственным разрешением до 10 нм) и ИК области спектра с разрешением значительно превышающим дифракционные ограничения (ближнепольная беаппертурная оптическая микроскопия);
- Безапертурная ИК и терагерцовая спектроскопия с пространственным разрешением до 10 нм – качественный анализ поверхности;
- Возможность модификации поверхности с созданием и исследованием свойств наноструктур

NT-MDT
Spectrum Instruments

География поставок оборудования по России и миру

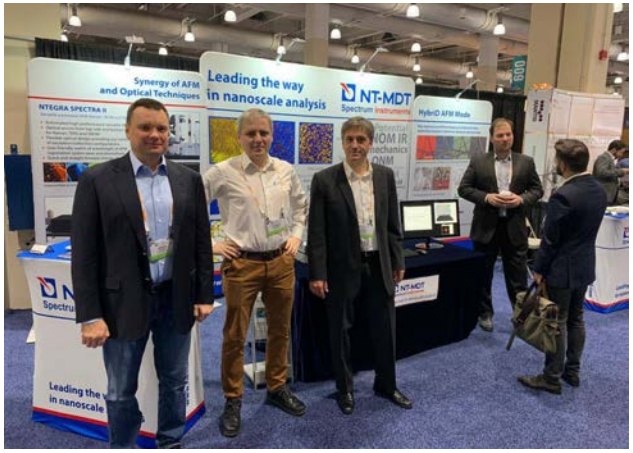


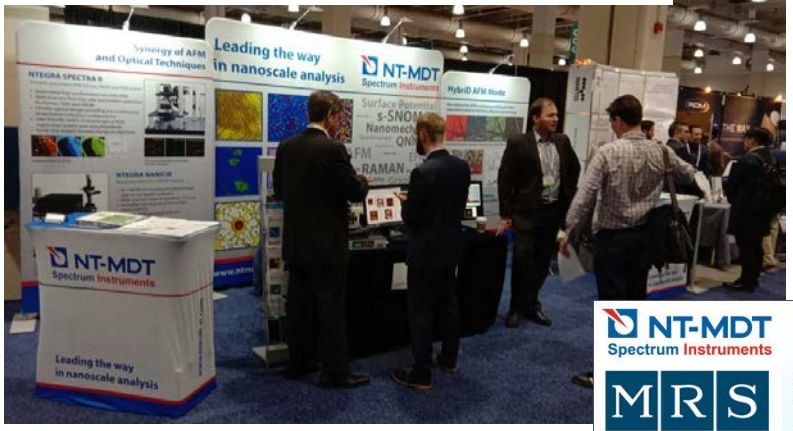
NT-MDT SI на MRS-2017 (29 ноября – 1 декабря)



Иван Быков и Станислав Леесмент на стенде
выставки E-MRS, Страсбург
07.07.2018

NT-MDT SI на MRS-2018 (25-30 ноября)





NT-MDT
Spectrum Instruments

НАНОТЕХНОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЩЕСТВО РОССИИ

NT-MDT
Spectrum Instruments

Владикавказ,
21 мая 2019 г.