

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ № 2025-02-21 ООО «Силверлайн-нанотек»

УТВЕРЖДАЮ:
Руководитель лаборатории
ООО «СМА»



М.П. Маряшев И.Г.

М.П.

Всего страниц: 8

Наименование лаборатории:

Сектор материаловедения

Место проведения испытаний:

121353, Москва, Сколковское шоссе, д. 45, офис 20

Дата начала проведения испытаний: 20 февраля 2025 г.

Дата окончания проведения испытаний: 21 февраля 2025 г.

Количество затраченных часов: 5

1. Информация о Заказчике

ФИО Заказчика:	Дмитрий Игоревич Зыков	Компания:	ООО «Силверлайн-нанотек»
Адрес e-mail:	Silverline.nano@gmail.com	Должность:	Генеральный директор
Адрес:	Омская обл., г. Омск, ул. 50 Лет Профсоюзов, д.114, пом. 8П	Телефон:	8 999 329 33 66
Город, область, индекс:	Омская обл., г. Омск, 644053	Страна:	РФ

2. Образцы для проведения испытаний

Описание: коллоидный раствор с нано частицами серебра.

Образцы приняты в лабораторию по: накладной №11-25 от 19.02.2025

Отбор проб: Проведен заказчиком

Количество: 1 шт.

3. Задачи, определяемые характеристики

- 3.1 Подготовить образец к исследованию методом ПЭМ, для этого диспергировать суспензию в ультразвуковой ванне в течение 2 мин; высадить каплю суспензии на сеточку со сплошной углеродной подложкой и высушить при комнатной температуре.
- 3.2 Получить изображения частиц суспензий и их внутренней структуры методом ПЭМ при различных увеличениях.
- 3.3 Провести гранулометрический анализ частиц по изображениям ПЭМ:
 - выделить (сегментировать) частицы на изображении;
 - количественно определить морфометрические параметры частиц (размеры, площадная доля, фактор формы).

4. Оборудование для проведения испытаний

№ п/п	Наименование оборудования	Год выпуска, зав. №
1	Просвечивающий сканирующий аналитический электронный микроскоп FEI Tecnai G2 F20 S-TWIN TMP	2013, зав. № 9921210/D2221
2	Графическая станция HP Z8 с ПО «PerGeos»	2019, зав. № CZC2206FV0

5. Методы и условия проведения испытаний и измерений

- 5.1. Предварительная пробоподготовка образцов для исследования методом ПЭМ производилась следующим образом: суспензия диспергировалась в ультразвуковой ванне в течение 2 мин; микрокапля суспензии высаживалась на 3 мм сеточку для ПЭМ со сплошной углеродной подложкой и высушивалась при комнатной температуре; при необходимости суспензии предварительно разбавлялись дистиллированной водой.
- 5.2. Образцы-сетки, для которых проводились ПЭМ испытания, помещались на однонаклонный держатель «FEI Single-tilt».
- 5.3. Получение изображений частиц образцов проводилось в просвечивающем аналитическом электронном микроскопе, указанном в п.4 настоящего протокола. Для исследования использовался режим ПЭМ (Просвечивающая электронная микроскопия, TEM). Метод основан на использовании эффектов упругого рассеяния электронов на очень тонком (как правило, менее 100 нанометров) участке образца. Прошедшие через образец электроны создают интерференционную картину на флуоресцентном экране или CCD-камере, формируя таким образом изображение структуры образца. Поскольку образцы, анализируемые данным методом, имеют очень малую толщину, большинство электронов при проходе через образец рассеиваются не более одного раза. Тем самым удастся избежать многократного

рассеяния, которое сопровождает прохождение электронов через массивные образцы, и расхождения пучка, которое является главным фактором, лимитирующим разрешение, и получать изображения микроструктурных деталей образца с разрешением менее 1 нм.

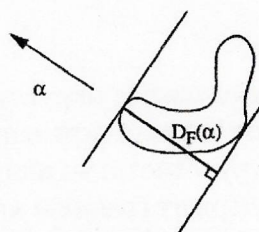
- 5.4. В режиме ПЭМ осуществлялся предварительный просмотр образца с целью поиска наиболее характерных по размерам и внешнему виду частиц. Далее получали ПЭМ-изображения анализируемых частиц при разных увеличениях.
- 5.5. Испытания образцов проводились методами просвечивающей электронной микроскопии светлого поля при следующих параметрах:

Параметр	Значение
Ускоряющее напряжение электронного зонда	200 кВ
Токи электронного зонда	Microprobe Spot 3
Детекторы	CCD
Диапазон увеличений	×29000 – ×790000

- 5.6. Для определения размера частиц применялась процедура обработки изображений, полученных методом растровой электронной микроскопии, при помощи ПО «PerGeos». Измерения целевых характеристик образцов проводились методом цифровой обработки бинарных изображений. Для каждого из образцов проводилась компьютерная обработка изображений, включающая фильтрацию, сегментацию и сепарацию. После выделения (сегментации) частиц проводилось их разбиение (сепарация, отделение друг от друга в случае соприкосновения частиц) на отдельные частицы с последующим вычислением статистических показателей: распределение по размерам частиц и по фактору формы.
- 5.7. В качестве размера частиц использовался эквивалентный диаметр (E_{qD}). Эквивалентный диаметр частиц определен как диаметр сферы, имеющей ту же площадь, что и индексированная частица. Площадь частицы рассчитывается как сумма объемов пикселей известного размера, относящихся к данной частице;

$$E_{qD} = \sqrt{\frac{4 \times \text{Объем}}{\pi}}$$

В качестве Фактора формы использовался параметр, равный отношению длины образца к ширине. Длиной является максимальное расстояние между



параллельными касательными частицы, шириной – минимальное;

6. Результаты проведения испытаний

Результаты, полученные при проведении исследовательских испытаний, представлены на рисунках ниже.

6.1. Образец №1

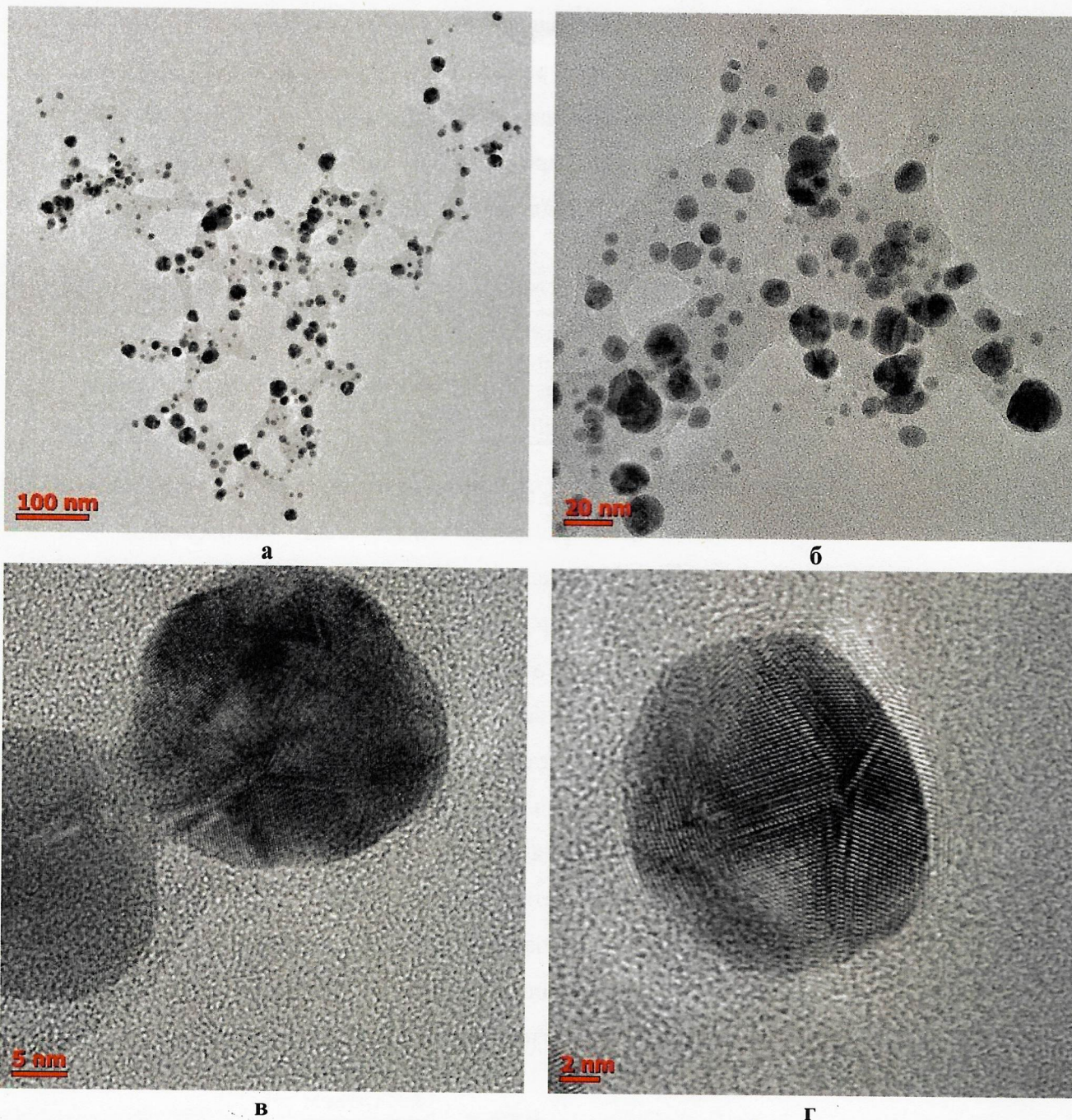
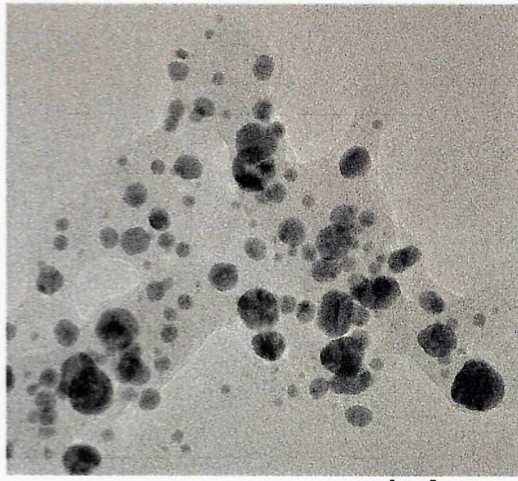


Рисунок 1. Электронно-микроскопические светлопольные ПЭМ-изображения частиц при увеличениях:
а) $\times 29000$
б) $\times 97000$
в) $\times 450000$
г) $\times 790000$.

Наночастицы серебра имеют округлую и полигональную, изометричную форму. Некоторые частицы имеют хорошо ограниченную идеоморфную форму. Все частицы имеют кристаллическую структуру, отчетливо видимую на снимках с атомарным разрешением (в, г). Внутренняя структура содержит границы двойникования.



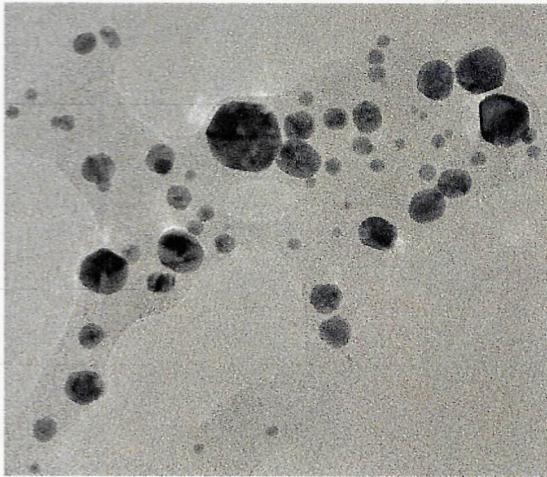
0 100 [nm]

а



0 100 [nm]

б



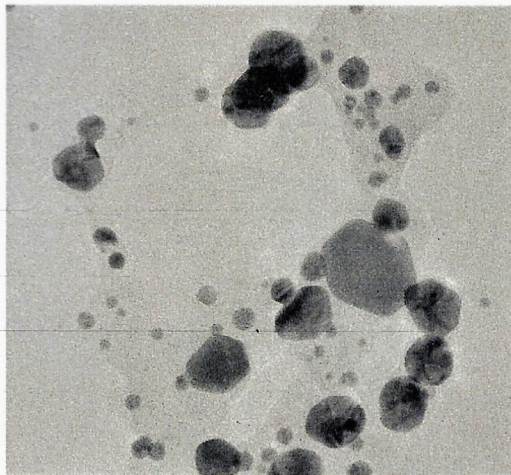
0 100 [nm]

в



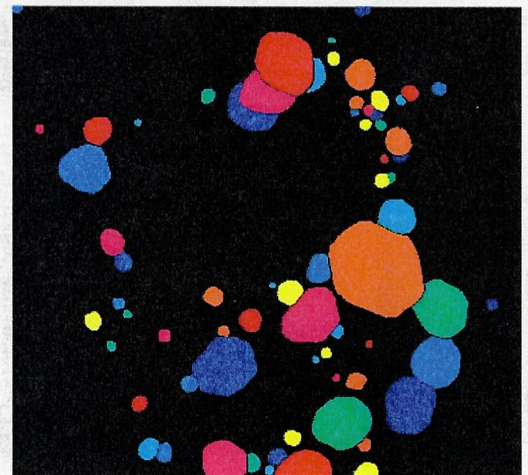
0 100 [nm]

г



0 100 [nm]

д



0 100 [nm]

е

Рисунок 2. Электронно-микроскопические светлопольные ПЭМ-изображения частиц (а, в, д); Отсегментированные ПЭМ-изображения частиц (б, г, е).

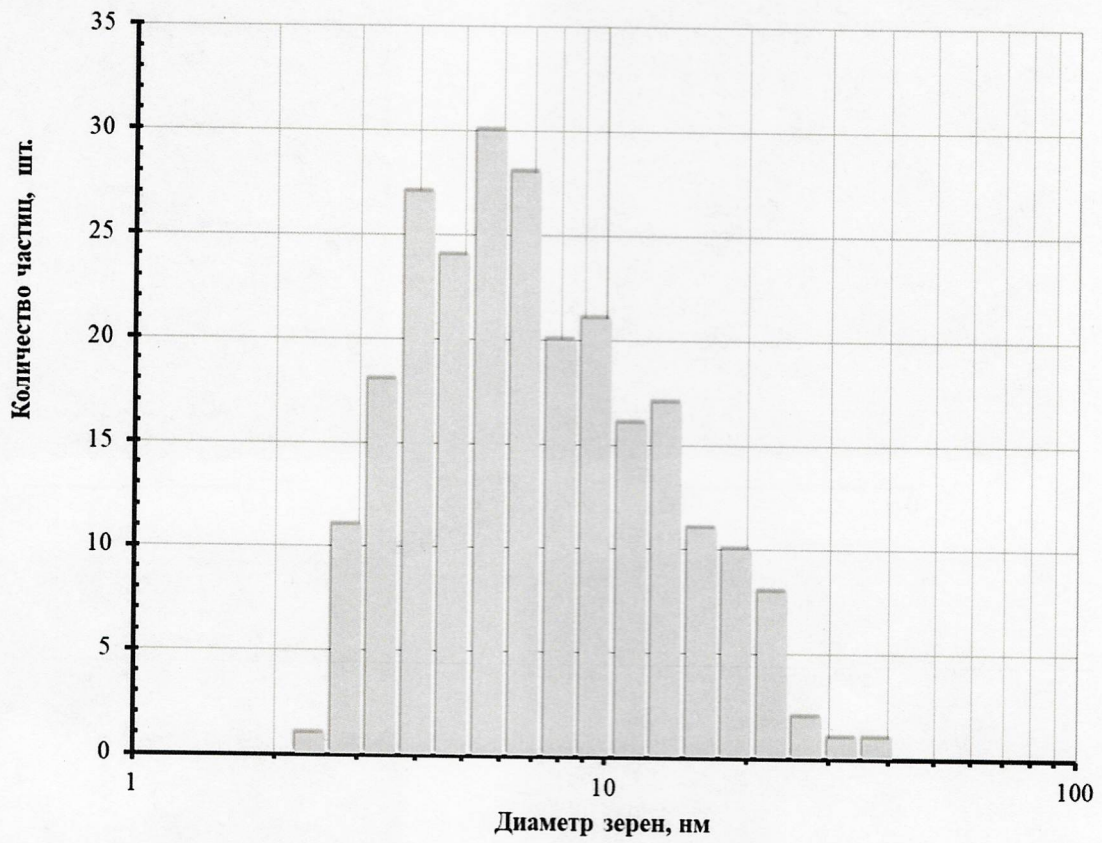


Рисунок 3 – Гистограмма распределения количества частиц по размерам.

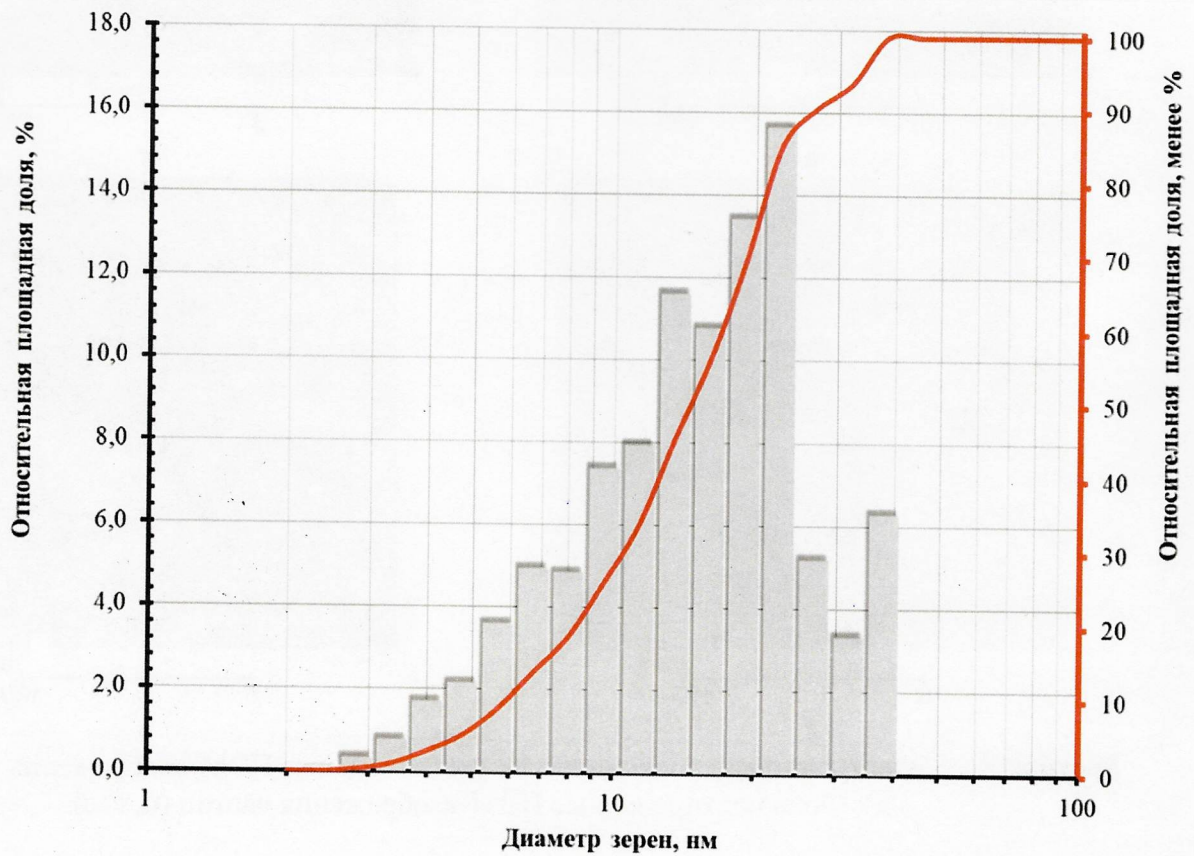


Рисунок 4 – Гистограмма и интегральная кривая распределения площадной доли частиц по размерам.

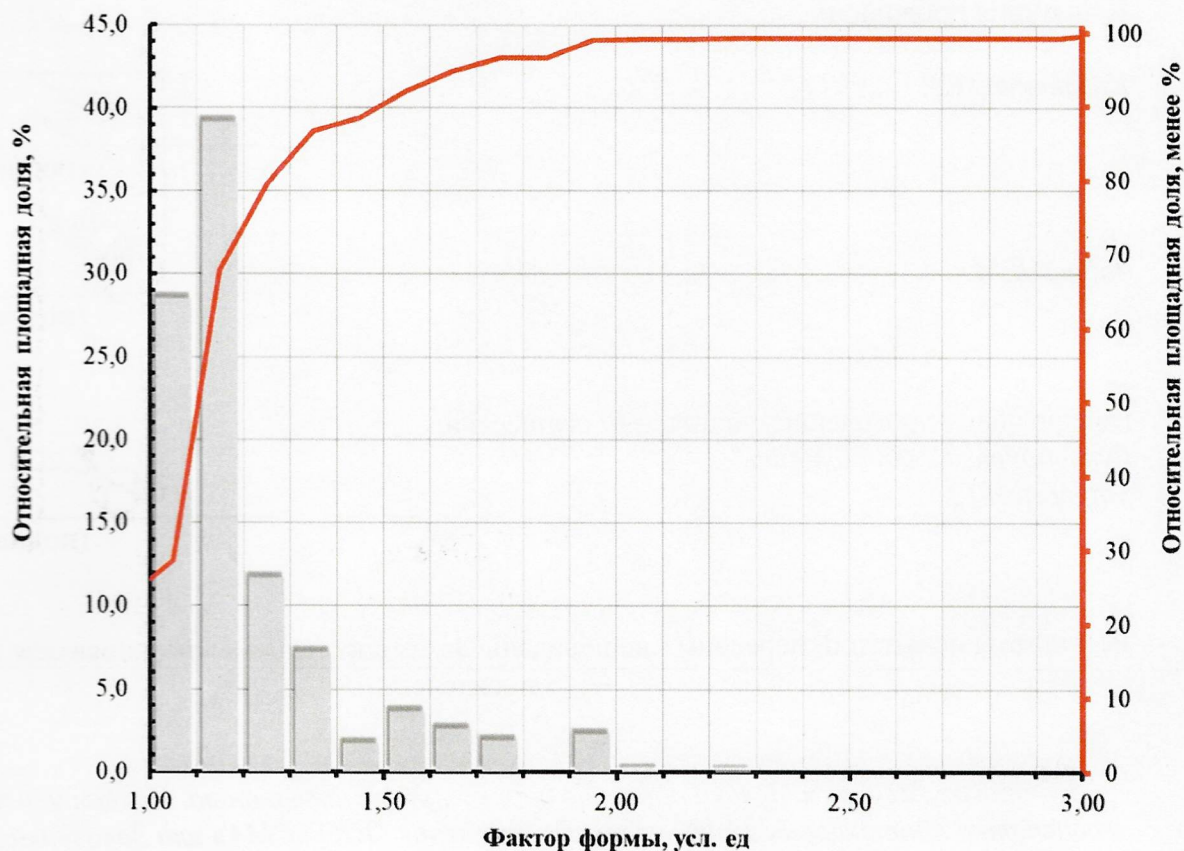


Рисунок 5 – Гистограмма и интегральная кривая распределения площадной доли частиц по фактору формы.

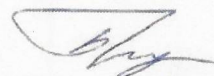
Таблица 1 – Статистические результаты определения размерных параметров частиц.

Целевая характеристика	Ед. изм.	Значение
Количество частиц	шт.	246
Мин-макс. размер частиц	нм	2,4 – 40,7
Средний размер частиц по количеству	нм	8,61
Фактор формы, среднее	усл.ед.	1,21
D10*	нм	6
D50	нм	13
D90	нм	23

* D10 – 10% площадной доли частиц имеют размер меньше данного диаметра,
D50 – медиана, 50% площадной доли частиц имеют данный размер,
D90 – 90% площадной доли частиц имеют размер меньше данного диаметра.

Испытания проводили:

Казанский П.Р.



(подпись)

Зайцев Д.М.



(подпись)

Контроль над проведением испытаний осуществил:

Руководитель лаборатории

Марясев И.Г.



(подпись)

Результаты испытаний переданы / не переданы Заказчику на бумажном носителе / электронном носителе.

Протокол касается только образцов подвергнутых испытанию. Полная или частичная перепечатка протокола без письменного разрешения ООО «СМА» или Заказчика ЗАПРЕЩЕНА