

Программа

**краткосрочного повышения квалификации преподавателей и научных работников
высшей школы по направлению**

«Методы диагностики и исследования наноструктур»

на базе учебного курса

**«Электронно-микроскопические и спектрометрические методы для анализа
структуры материалов»**

(наименование учебного курса)

Цель: получение фундаментальных знаний и обоснование применения электронно-микроскопических и спектральных методов для изучения структурного состояния и химического состава материалов, пленок, покрытий (возможность, информативность, принципиальные ограничения методов).

Категория слушателей: преподаватели и научные работники высшей школы

Примерный срок обучения 36 часов

Форма обучения с частичным отрывом от работы, дистанционно-очная

Режим занятий 8 часов в день

Целью данного курса является: ознакомление с современными методами электронной, ионной микроскопии, спектральных методов для определения структуры и элементного (химического) состава материалов, пленок, покрытий, приобретения практических навыков в области анализа состояния и физико-химических свойств материалов, пленок и покрытий, наноразмерных систем.

Требования к уровню освоения учебного курса.

Преподаватели должны:

- Знать: основы электронной и ионной микроскопии, спектрометрии электронного, ионного и рентгеновского излучений.
- Иметь навыки: применения методов электронной и ионной микроскопии, спектральных методов (электронной спектрометрии, вторичной ионной масс-спектрометрии и рентгеновского спектрального анализа) для изучения структурно-фазового состояния и химического состава материалов, пленок и покрытий.
- Иметь представление: о возможностях применяемых методов, их эффективности, информативности и достоверности в изучении свойств и состояний различных материалов.

Научные работники должны:

- 1.Знать: возможности электронной и ионной микроскопии, спектрометрии электронного, ионного и рентгеновского излучений для анализа состояния и химического состава материалов.
- 2.Иметь навыки: обработки результатов и оценки погрешностей измерений, возможностей методов электронной и ионной микроскопии, спектральных методов (электронной спектрометрии, вторичной ионной масс-спектрометрии и рентгеновского спектрального анализа) при изучения структурно-фазового состояния и химического состава материалов, пленок и покрытий.
- 3.Иметь представление: об основах электронной и ионной микроскопии, спектрометрии электронного, ионного и рентгеновского излучений.
- 4. Уметь применять методы электронной и ионной микроскопии, спектрометрии электронного, ионного и рентгеновского излучений для получения качественных и количественных данных по состоянию и химическому составу материалов.

- 5. Применять приобретенные знания и полученные новые данные с помощью изучаемых методов в систему имеющихся знаний и применять эти знания в самостоятельных методических разработках.

Аннотация учебного курса «Электронно-микроскопические и спектрометрические методы для анализа структуры материалов»

Материалы курса знакомят с физическими закономерностями взаимодействия электронного, ионного и рентгеновского излучения с твердым телом, на основании которых реализованы современные методы изучения структурно-фазового состояния и химического состава материалов – просвечивающая электронная, растровая ионная и электронная микроскопия, вторичная ионная масс-спектрометрия, электронная спектрометрия, рентгеновский спектральный анализ.

В курсе рассматриваются основные конструктивные решения и современное аппаратное обеспечение для реализации этих методов, особенности их применения, информативность и достоверность результатов исследований при изучении материалов, пленок, покрытий, наноразмерных структур.

Для закрепления приобретенных знаний в курсе предусмотрены самостоятельные и практические (лабораторные) работы на современных приборах.

Курс представляет собой дополнительную подготовку научных и научно-педагогических кадров высшей школы в объеме **36 часов**.

Учебный курс «Электронно-микроскопические и спектрометрические методы для анализа структуры материалов» состоит из дистанционной и очной частей.

Дистанционная часть учебного образовательного курса обеспечивает слушателя необходимым объёмом знаний по выбранной тематике, включая подготовку слушателя к проведению лабораторного практикума. Задача дистанционной составляющей учебного курса – подготовить слушателя к очному посещению лаборатории в Национальном Исследовательском Ядерном Университете «МИФИ».

В дистанционной (теоретической) части учебного курса изложены физические основы фундаментальных знаний и обоснование применения электронно-микроскопических и спектральных методов для изучения структурного состояния и химического состава материалов, пленок, покрытий (возможность, информативность, принципиальные ограничения методов). Теоретическая часть учебного курса состоит из трёх независимых модулей, каждый из которых содержит три лекции.

Очная часть состоит из трёх независимых лабораторных работ.

Реферативное содержание курса лекций по модулям

Модуль 1. Просвечивающая электронная микроскопия (12 часов)

Лекция 1. Возможности и перспективы применения электронной микроскопии в материаловедении. Основы электронной оптики

Метод просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), возможности, область применения в материаловедении. Типы просвечивающих электронных микроскопов.

Основы теории рассеяния электронов в твердом теле.

Зависимость длины волны электронов от ускоряющего напряжения.

Основы теории движения заряженных частиц в постоянных электрических и магнитных полях. Параксиальные аксиально-симметричные пучки заряженных частиц. Формирование изображения в электронной линзе. Поперечное увеличение электронной линзы. Угловое увеличение электронной линзы.

Основные элементы электронной линзы (их назначение). Продольное увеличение. Глубина резкости. Понятие об аберрациях электронной линзы (сферическая, хроматическая, астигматизм). Аберрации электронной линзы устраняемые юстировкой.

Лекция 2. Конструкция оптической колонны ПЭМ. Интерпретация изображения и дифракционной картины в ПЭМ

Конструкция электронной пушки с термоэмиссионным катодом, зависимость $I(U_{\text{уск}})$. Понятие о яркости источника.

Конструкция конденсорного блока ПЭМ (назначение элементов). Конструкция осветителя ПЭМ (назначение его элементов).

Формирования изображения в объективной линзе по Глазеру (истинное изображение, дифракционная картина). Схема формирования изображения в ПЭМ.

Конструкция проекционного блока ПЭМ. Назначение стигматоров их конструкция. Назначение ограничивающих диафрагм (апертурная, селекторная).

Требования к предметному столику ПЭМ.

Дифракция электронов от аморфного образца. Дифракция на тонких кристаллах. Яркость дифракционных рефлексов (отличие по сравнению с рентгеновским излучением). Влияние размеров зерна на степень размытия рефлексов.

Рассеяние электронных лучей от кристаллической решетки. Понятие об обратной решетке. Свойства обратной решетки. Построение сферы Эвальда для тонких кристаллов.

Понятие об амплитуде дифрагированной волны. Функция рассеяния электронов. Понятие об амплитудном контрасте в ПЭМ.

Лекция 3. Методы ПЭМ. Техника приготовления образцов для исследования в ПЭМ

Режим темнопольного и светлопольного изображения. Контраст на изображениях аморфных объектов.

Дифракция электронов на несовершенных кристаллах. Режим микродифракции (получение, применение режима).

Особенности формирования изображения в просвечивающих растровых и сверх высоковольтных электронных микроскопах.

Понятие о Френелевой дифракции. Определение увеличения ПЭМ. Определение разрешения ПЭМ.

Метод приготовления одноступенчатых реплик. Метод приготовления двухступенчатых реплик. Приготовления металлических фольг методом одностороннего утонения. Приготовления металлических фольг методом двухстороннего утонения. Увеличение и разрешение ПЭМ, калибровка электронного увеличения, методы определения предельного разрешения.

Самостоятельная работа, подготовка к лабораторной работе (2 часа).

Лабораторная работа № 1 «Просвечивающая электронная микроскопия» выполняется на микроскопе *Libra 120*, ф.*Carl-Zeiss* (4 часа).

Модуль 2. Растровая электронная микроскопия (12 часов)

Лекция 1. Конструкция растрового электронного микроскопа

Метод растровой электронной микроскопии (РЭМ). Применение РЭМ в физическом материаловедении.

Принцип действия и конструкция растрового электронного микроскопа.

Конструкция автоэмиссионной пушки (назначение элементов, схема питания).

Связь сечения пучка с коэффициентом хроматической аберрации.

Связь фокусного расстояния электронной линзы с геометрическими размерами линзы.

Связь диаметра зонда с апертурным углом и коэффициентом aberrации.

Лекция 2. Основы формирования изображения в РЭМ

Формирование изображения в РЭМ.

Энергетическая зависимость для вторичных и обратно рассеянных электронов.
Угловая зависимость выхода вторичных, обратно рассеянных электронов.

Характеристика основных типов контраста изображения в РЭМ. Изображение во вторичных электронах. Изображение в упруго отраженных электронах.

Лекция 3. Типы и особенности конструкции РЭМ

Увеличение, разрешение и глубина фокуса РЭМ. Детекторная система РЭМ и ее роль в формировании контраста изображения. Конструкция и принцип работы детектора Эверхарта-Торнли.

Конструкция зеркального РЭМ (область применения).

Конструкция РЭМ с формированием цветного изображения (обл. применения).

Конструкция цифрового РЭМ (обл. применения).

Самостоятельная работа, подготовка к лабораторной работе (2 часа).

Лабораторная работа № 2 «Растровая электронная микроскопия»

выполняется на микроскопе EVO-50, ф. Carl-Zeiss (4 часа).

Модуль 3. Спектральные методы исследования материалов (12 часов)

Лекция 1. Метод вторичной ионной масс-спектрометрии

Применение метода вторичной ионной масс-спектрометрии (ВИМС) в материаловедении.

Механизм образования вторичных ионов. Основные закономерности вторичной эмиссии ионов (энергия, типы ионов, коэффициент ионизации, влияние матрицы). Связь выхода вторичных ионов с параметрами образца и первичного пучка ионов.

Конструкция спектрометров, схема измерения вторичной эмиссии. Динамический и статический режимы измерений. Построение профиля распределения примесных атомов и их изотопов методом ВИМС.

Принцип работы и особенности конструкции ионного растрового микроскопа.

Лекция 2. Рентгеноспектральные методы анализа состава материалов

Рентгеноспектральный анализ (РСА). Методы рентгеноспектрального анализа: эмиссионный, флуоресцентный, абсорбционный. Качественный и количественный РСА. Чувствительность и точность, достоинства и недостатки РСА.

Физические основы метода РСА (тормозное и характеристическое излучения, закон Мозли, спектры испускания и поглощения). Зависимость выхода флуоресценции от атомного номера элемента. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Массовый коэффициент ослабления. Истинное атомное поглощение. Рассеяние когерентное и некогерентное.

Флуоресцентный РСА. Влияние матрицы, микроструктуры, качества поверхности; селективное поглощение и вторичное возбуждение, мешающие элементы. Связь между количеством элементов и интенсивностью спектральной линии.

Методы регистрации рентгеновского излучения. Принципы действия различных типов счетчиков, их основные характеристики, достоинства, недостатки. Мера энергетического разрешения. Приборы РСА: одновременного и последовательного действия, энергодисперсионные, бездисперсионные и с дисперсией по углам. Типы спектрографов: Брегга-Соллера, Иоганна, Иоганссона, Кошуа. Рентгеновские квантометры.

Лекция 3. Особенности применения методов для изучения состояния материалов.

Количественный анализ методом ВИМС (калибровки по эталону, по внутреннему эталону). Спектрометрия рассеянных быстрых ионов. Возможности метода ВИМС, область применения. Конструкция сканирующего ионного микроскопа.

Рентгеноспектральный микроанализ (РМА). Влияние выхода рентгеновских квантов и оже-электронов на количественный анализ.

Основы методов обработки результатов измерений. Определение достоверности, порога чувствительности методов.

Самостоятельная работа, подготовка к лабораторной работе (2 часа)

Лабораторная работа 3. «Рентгеновский спектральный анализ» выполняется на приборах для макроанализа (СПАРК) и микроанализ (растровый электронный микроскоп EVO-50, ф. Carl-Zeiss. (4 часа)

Количество часов, отводимых на дистанционные и очные части учебных курсов (учебного курса), другие различные виды занятий.

Курс представляет собой дополнительную подготовку научных и научно-педагогических кадров высшей школы в объеме **36 часов**.

Дистанционная часть учебного курса содержит три независимых модуля, каждый из которых содержит три лекции.

Очная часть настоящего курса состоит из трёх лабораторных модулей по числу дистанционных трёх модулей.

Лабораторная работа № 1 «Просвечивающая электронная микроскопия» выполняется на микроскопе Libra 120, ф. Carl-Zeiss (4 часа).

Лабораторная работа № 2 «Растровая электронная микроскопия» выполняется на микроскопе EVO-50, ф. Carl-Zeiss (4 часа).

Лабораторная работа № 3. «Рентгеновский спектральный анализ» выполняется на приборах для макроанализа (СПАРК) и микроанализ (растровый электронный микроскоп EVO-50, ф. Carl-Zeiss. (4 часа).

Самостоятельная работа, подготовка к лабораторным работам, написание рефератов (6 часов).

Методические рекомендации по реализации учебной программы.

Формы и виды контроля: тестовые и контрольные вопросы, темы рефератов.

Виды контроля полученных знаний.

1. Контроль знаний по каждому модулю: Слушатель готовит письменный ответ на три контрольных вопроса, получаемых от преподавателя. Преподаватель оценивает каждый вопрос по пятибалльной шкале.
3. При подготовке к лабораторной работе слушатель оценивает приобретенные знания на основе вопросов входного и выходного контроля. Результаты работы оформляются в виде отчета и защищаются перед преподавателем.
2. По итогам обучения слушатель получает зачет.

Контрольные вопросы по курсу.

1. Применение метода ПЭМ в изучении твердых тел. Типы просвечивающих электронных микроскопов и их область применения.
2. Как зависит длина волны электронов от ускоряющего напряжения (классический случай, релятивистский случай) ?
3. Формирования изображения в электронной линзе (поперечное увеличение электронной линзы, угловое увеличение электронной линзы, продольное увеличение, глубина резкости). Основные элементы электронной линзы (их назначение).
4. Перечислить виды aberrаций электронных линз и их зависимость от длины волны электронов и апертурного угла.
5. Как формируется изображение в ПЭМ ?
6. Формирования изображения в объективной линзе по Глазеру (истинное изображение, дифракционная картина).
7. Дифракция электронов от аморфного образца. Дифракция на тонких кристаллах
8. Яркость дифракционных рефлексов (отличие по сравнению с рентгеновским излучением). Влияние размеров зерна на размытие рефлексов.
9. Рассеяние электронных лучей от кристаллической решетки. Понятие об обратной решетке. Свойства обратной решетки.
10. Понятие об амплитуде дифрагированной волны. Функция рассеяния электронов. Понятие об амплитудном контрасте в ПЭМ.

11. Основы теории формирования изображения. Понятие амплитуды рассеяния дифрагированной волны. Динамическая теория формирования изображения в ПЭМ. Наблюдение дефектов реальных кристаллов.
12. Метод приготовления реплик, металлических фольг методом утонения. Увеличение в ПЭМ (чем определяется электронное и общее увеличение). Определение увеличения ПЭМ. Определение разрешения ПЭМ.
13. Конструкция растрового просвечивающего микроскопа (ПРЭМ). Область применения, возможности при изучении структуры материалов.
14. Высоковольтный просвечивающий электронный микроскоп (ВВЭМ). Особенности конструкции, область применения в материаловедении.
15. Область применения метод растровой электронной микроскопии (РЭМ) в материаловедении.
16. Принцип действия и конструкция растрового электронного микроскопа. Особенности конструкции автоэмиссионной пушки (назначение элементов, схема питания).
17. Конструкция проекционного блока РЭМ. Как зависит диаметр электронного зонда от апертурного угла, хроматической аберрации ?
18. Построение изображения в РЭМ. Увеличение, разрешение и глубина фокуса РЭМ. Детекторная система РЭМ и ее роль в формировании контраста изображения. Конструкция и принцип работы детектора Эверхарта-Торнли.
19. Характеристика основных типов контраста изображения в РЭМ. Изображение во вторичных электронах. Изображение в отраженных электронах.
20. Энергетическая зависимость для вторичных и обратно рассеянных электронов. Угловая зависимость выхода вторичных, обратно рассеянных электронов.
21. Конструкция РЭМ с формированием цветного изображения (обл. применения).
22. Метод спектрометрии вторичных ионов (схема измерения, область применения, возможности метода, динамический и статический режимы измерений). Связь выхода вторичных ионов с параметрами образца и первичного пучка ионов.
23. Основные закономерности вторичной эмиссии ионов (энергия, типы ионов, коэффициент ионизации, влияние матрицы).
24. Количественный анализ методом ВИМС (градуировка по эталону). Количественный анализ методом ВИМС (градуировка по внутреннему эталону). Построение профиля распределения примесных атомов методом ВИМС.
25. Дифракция быстрых электронов (возможности, обл. применения, основные закономерности образования дифракционной картины).
26. Дифракция медленных электронов (обл. применения, возможности, энергия, угловая зависимость выхода дифрагированных электронов, особенности формирования дифракционной картины).
27. Построение диаграммы Эвальда и дифракционной картины при дифракции медленных электронов. Разрешение по линейным размерам ДМЭ, возможности метода в определении 2D-структур. Схема конструкции камеры для измерения дифракции медленных электронов.
28. Рентгеноспектральный анализ (РСА). Методы рентгеноспектрального анализа: эмиссионный, флюоресцентный, абсорбционный. Применение метода РФЭС для анализа вещества и для исследования электронной структуры твердых тел.
29. Физические основы РСА (тормозное и характеристическое излучения, закон Мозли, спектры испускания и поглощения). Зависимость выхода флюоресценции и Оже-электронов от атомного номера элемента. Оже-электроны (механизм образования Оже-электронов, возможности метода, обл. применения).
30. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Массовый коэффициент ослабления. Истинное атомное поглощение. Рассеяние когерентное и некогерентное.

31. Флюоресцентный РСА. Влияние матрицы, микроструктуры, качества поверхности; селективное поглощение и вторичное возбуждение, мешающие элементы. Связь между количеством элементов и интенсивностью спектральной линии.
32. Регистрация рентгеновского излучения. Принципы действия различных типов счетчиков, их основные характеристики, достоинства, недостатки. Мера энергетического разрешения. Приборы РСА: одновременного и последовательного действия, энергодисперсионные, бездисперсионные и с дисперсией по углам.
33. Приборы СПАРК и КРАБ. Абсорбционный РСА. Количественный анализ на непрерывном и характеристическом излучении. Применение для определения растворимости в жидких металлах.
34. Качественный и количественный РСА. Чувствительность и точность метода РСА. Количественный анализ в РФЭС, точность метода. Применение метода РФЭС для анализа вещества и для исследования электронной структуры твердых тел.

Темы рефератов

1. Современные методы ПЭМ для изучения структуры и химического состава тонких пленок, покрытий и наноразмерных систем.
2. Применение РЭМ и спектральных методов для изучения наноразмерного структурно-фазового состояния и химического состава материалов.
3. Применение ионной микроскопии для изучения состояния материалов.
4. Микроанализ и современное аппаратное обеспечение, применяемое при изучении гетероструктурных материалов.
5. Методы повышения точности и чувствительности при количественном химическом анализе наноразмерных систем.
6. Применение ядерно-физических методов для изучения состояния твердых тел.

Учебно-тематический план

№	Название учебного курса и лекций	Всего, час.	В том числе (указать часы)			Форма контроля
			Дистанционные лекции (самостоятельное изучение, дистанционное общение с преподавателем, вопросы-ответы через email, форум, чат и др.)	Самостоятельная работа. Подготовка ответов на контрольные вопросы	Очный практикум или другое практическое задание	
1.	«Электронно-микроскопические и спектрометрические методы для анализа структуры материалов»	36 ч.	18	3	15	1. Тесты для самотестирования 2. Контрольные вопросы (электронная зачетка)
	Модуль 1. Просвечивающая электронная микроскопия Лекция 1. Возможности и перспективы применения электронной микроскопии в материаловедении. Основы электронной оптики					

2.	Лекция 2. Конструкция оптической колонны ПЭМ. Интерпретация изображения и дифракционной картины в ПЭМ					
3.	Лекция 3. Методы ПЭМ. Техника приготовления образцов для исследования в ПЭМ					
	Модуль 2. Растровая электронная микроскопия			1	4+1	
4	Лекция 1. Конструкция растрового электронного микроскопа					
5.	Лекция 2. Основы формирования изображения в РЭМ					
6	Лекция 3. Типы и особенности конструкции РЭМ					
	Модуль 3. Спектральные методы исследования материалов			1	4+1	
7	Лекция 1. Метод вторичной ионной масс-спектрометрии					
8	Лекция 2. Рентгеноспектральные методы анализа состава материалов					
9	Лекция 3. Особенности применения методов для изучения состояния материалов.					
	Итоговый контроль		1.Контрольные вопросы для самотестирования	2. Контрольные вопросы (электронная зачётка)	3.Лабораторные работы	Реферат

Список литературы (основной и дополнительной), а также других видов учебно-методологических материалов и пособий, необходимых для изучения (конспектов лекций, видеолекций, лазерных дисков и др.).

Список литературы

1. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия.- М.:Металлургия, 1982.
2. Избранные методы исследования в металловедении. Под редакцией Г.-Й. Хунгера, М.: Metallurgiya, 1985.

3. Русаков А.А., Рентгенография металлов.- М.: Атомиздат, 1977 с. 274.
4. Электронная и ионная спектроскопия твердых тел. Под редакцией Л.Фирменса, Д. Вэнника, В.Декейсера.-М.: Мир, 1981.
- 5.
6. Практические методы в электронной микроскопии. Под редакцией О.М.Глоэра, М.: Машиностроение, 1980.
7. Волков Н.В. Физические методы исследования структуры твердых тел. М.: МИФИ, 2005.
8. Калинин Б.А., Волков Н.В., Осипов В.В. Лабораторная работа «Просвечивающая электронная микроскопия». М.: МИФИ, 2007.
9. Физическое материаловедение: Учебник для вузов: В 6 т./ Под общей редакцией Б.А.Калина. Том 3. Методы исследования структурно-фазового состояния материалов. – М.:МИФИ, 2008.

Полное содержание лекций в электронной дистанционной части учебного курса на сайте www.nanoobr.ru