

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования
Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева

УТВЕРЖДАЮ

Ректор РХТУ им. Д.И. Менделеева

_____ В.А. Колесников

Программа
краткосрочного повышения квалификации преподавателей и научных
работников высшей школы

по направлению
«ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ НАНОМАТЕРИАЛЫ»

на базе учебного курса
«Методы анализа поверхности»

Цель Изучение принципов и особенностей химических методов анализа поверхности

Категория слушателей преподаватели и научные работники высшей школы

Примерный срок обучения 24 часа

Форма обучения с частичным отрывом от работы

Режим занятий 8 часов в день

Целью данного курса является ознакомление с основными принципами методов анализа поверхности на примере электронной оже-спектроскопии, рентгенофотоэлектронной спектроскопии и масс-спектроскопии вторичных ионов.

Требования к уровню освоения учебного курса.

Преподаватели должны:

Знать:

- принципы основных методов локального анализа и анализа поверхности;
- специфику наноматериалов как объектов анализа;
- возможности и основные характеристики методов оже-спектроскопии, рентгенофотоэлектронной спектроскопии, масс-спектрометрии вторичных ионов и электронно-зондового рентгеноспектрального анализа;
- основные методы подготовки объектов к анализу.

Иметь навыки:

- самостоятельной интерпретации результатов основных методов локального анализа и анализа поверхности;
- в самостоятельном выборе адекватного метода анализа в зависимости от характеристик исследуемого объекта.

Иметь представление:

- об апертуре для проведения локального анализа и анализа поверхности;
- о классах нанообъектов;
- об основных физических процессах, возникающих при взаимодействии электронных и ионных зондов с объектом;
- о методах проверки правильности и способах определения реальных метрологических характеристик методов локального анализа и анализа поверхности;
- о принципах работы современных центров нанодиагностики.

Научные работники должны:

Знать:

- принципы основных методов локального анализа и анализа поверхности;
- специфику наноматериалов как объектов анализа;
- возможности и основные характеристики методов оже-спектроскопии, рентгенофотоэлектронной спектроскопии, масс-спектрометрии вторичных ионов и электронно-зондового рентгеноспектрального анализа;
- основные методы подготовки объектов к анализу.

Иметь навыки:

- самостоятельной интерпретации результатов основных методов локального анализа и анализа поверхности;
- в самостоятельном выборе адекватного метода анализа в зависимости от характеристик исследуемого объекта;
- самостоятельно готовить объекты для исследования с помощью методов локального анализа и анализа поверхности.

Иметь представление:

- об апертуре для проведения локального анализа и анализа поверхности;
- о классах нанообъектах;
- об основных физических процессах, возникающих при взаимодействии электронных и ионных зондов с объектом;
- о методах проверки правильности и способах определения реальных метрологических характеристик методов локального анализа и анализа поверхности;
- о принципах работы современных центров нанодиагностики.

Учебный курс «Методы анализа поверхности» состоит из дистанционной и очной частей.

Дистанционная часть учебного курса обеспечивает слушателя необходимым объёмом знаний по выбранной тематике. Задача дистанционной составляющей учебного курса –

подготовить слушателя к очному обсуждению рефератов по выбранным темам и посещению специализированных лабораторий РХТУ им. Д.И.Менделеева. Дистанционная часть учебного курса составляет 12 часов учебной нагрузки и включает теоретическую часть (лекционную) и тестирование.

В дистанционной (теоретической) части учебного курса изложены основные методы химического анализа поверхности на примере оже-электронной и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, вторично-ионной масс-спектрометрии и рентгеноспектрального анализа. Показаны предельные возможности данных методов и типичные применения для нанообъектов.

Теоретическая часть учебного курса состоит из пяти лекций.

Содержание лекционного курса

Лекция 1. Методы химического анализа поверхности. Методы достижения локальности в химическом анализе. Понятие поверхности и структуры поверхности. Взаимодействие электронных и ионных пучков с твердым телом. Вторичная электронная эмиссия, оже-электронная эмиссия, эмиссия вторичных ионов.

Лекция 2. Оже-электронная спектроскопия. Вакуумные условия. Принципы электронной спектроскопии. Качественный и количественный химический анализ. Типичные применения для анализа нанослоев и функциональных материалов.

Лекция 3. Рентгенофотоэлектронная спектроскопия. Внешний фотоэффект. Энергия связи. Принципы определения формы нахождения элементов – химический сдвиг. Качественный и количественный химический анализ.

Лекция 4. Масс-спектрометрия вторичных ионов. Принципы действия масс-спектрометров, основные типы масс-сепараторов. Масс-спектрометр вторичных ионов. Основные элементы. Основные физические процессы при взаимодействии ионных пучков с твердым телом. Локальность определений. Количественный распределительный анализ.

Лекция 5. Рентгеноспектральный микроанализ. Принципы количественного анализа. Построение градуировочной характеристики. Основные механизмы матричных эффектов. Физические ограничения метода. Анализ нанообъектов просвечивающей электронной микроскопии. Предельные возможности. Современное оборудование.

Очная часть учебного курса представляет собой обсуждение рефератов по выбранным темам и ознакомление с принципами электронно-зондового рентгеноспектрального метода анализа. Очная часть учебного курса составляет 12 часов учебной нагрузки

Основные задания на лабораторный практикум:

1. Знакомство с аппаратурой и основными методами энергодисперсионного рентгеноспектрального анализа. Исследование массивных и сплошных объектов методом электронно-зондового рентгеноспектрального анализа.
2. Знакомство с методикой одновременного определения толщины и состава тонких пленок на подложке методом электронно-зондового рентгеноспектрального анализа.

Лекция 1. Методы химического анализа поверхности.

Вопрос 1. Локальность – это:

1 – средняя длина на которой электрон теряет свою характеристическую энергию в результате неупругого взаимодействия, 2 – размер области из которой с заданной вероятностью выходит известная часть аналитического сигнала, 3 – проникновение электронов на некоторое расстояние в твердое тело, прежде чем произойдет

значительное число актов упругого рассеяния, в результате чего направление их движения изменится на обратное, 4 - средняя длина пути, проходимого частицей между двумя последовательными соударениями с другими частицами.

Ответ –

Вопрос 2. Какой из нижеперечисленных методов химического анализа является разрушающим?

1 – вторично-ионная масс-спектрометрия (ВИМС), 2 – ультрафиолетовая электронная спектроскопия (УФЭС), 3 – рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС), 4 – оже-электронная спектроскопия (ОЭС).

Ответ –

Вопрос 3. Какой из процессов не является следствием неупругого взаимодействия электронов с твердым телом?

1 – возбуждение плазмонов, 2 – тормозное рентгеновское излучение, 3 – ионизация внутренних оболочек, 4 – когерентное рассеяние электронов.

Ответ –

Вопрос 4. Какой метод не относится к методам локального анализа и анализа поверхности?

1 - оже-электронная спектроскопия, 2 – электронография, 3 – рентгеноспектральный микроанализ, 4 – спектроскопия характеристических потерь энергии электронов

Ответ –

Вопрос 5. Какой из нижеперечисленных методов имеет самый высокий порог чувствительности?

1 – вторично-ионная масс-спектрометрия (ВИМС), 2 – ультрафиолетовая электронная спектроскопия (УФЭС), 3 – рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия (РФЭС), 4 – оже-электронная спектроскопия (ОЭС).

Ответ –

Лекция 2. Оже-электронная спектроскопия.

Вопрос 1. На каком процессе взаимодействия электронного пучка с твердым телом основана Оже-спектроскопия:

1 – характеристические потери электронов, 2 – испускание электромагнитного излучения, 3 – эмиссии вторичных ионов, 4 – когерентного рассеяния электронов.

Ответ –

Вопрос 2. Каковы параметры глубины анализа и пространственного разрешения в Оже-спектроскопии?

1 - 4-50 Å и ≤ 100 Å, 2 - 1-2 нм и 50 Å, 3 – 4-50нм и ≤ 100 нм, 4 – 50-100 Å и ≤ 100 Å.

Ответ –

Вопрос 3. Если дырка создается в К-оболочке, для элементов с каким атомным номером оже-эмиссия наиболее вероятна?

1 - более 15, 2 – менее 20, 3 – 30-40, 4 – более 50.

Ответ –

Вопрос 4. Какого параметра нет в уравнении полного наблюдаемого Оже-тока?

1 – порядковый номер элемента (Z), 2- вероятность выхода флуоресценции (ω), 3 – телесный угол, в котором анализатор принимает электроны (Ω), 4 – коэффициент обратного рассеяния (R).

Ответ –

Вопрос 5. Электронные пучки какой энергии используются в Оже-спектроскопии?

1 – 1-5 КэВ, 2 – 5 -20 КэВ, 3 – 50-100 КэВ, 4 – Более 100 КэВ.

Ответ –

Лекция 3. Рентгенофотоэлектронная спектроскопия.

Вопрос 1. В основе метода рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) лежит явление:

1 – когерентного рассеяния электронов, 2 – эмиссии вторичных электронов, 3 – фотоэффекта, 4 – дифракции электронов.

Ответ –

Вопрос 2. От чего не зависит ширина линии, наблюдаемая в фотоэлектронном спектре?

1- собственной ширины уровня, из которой вырван электрон, 2 – ширины линии возбуждающего излучения, 3 – разброса энергии анализатора, 4 – величины давления в камере.

Ответ –

Вопрос 3. какова чувствительность метода рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии?

1 - 0,1-0,3 ат.%, 2 – 1-3 ат.%, 3 – 1-3 %, 4 – около 5.

Ответ –

Вопрос 4. Что такое «shake off»?

1 - когда валентный электрон при возбуждении переходит в связанное состояние, 2 – когда валентный электрон возбуждается в несвязанное состояние континуума и ионизируется, 3 - когда в результате фотоионизации в атомном остове создается дырка, другие электроны переходят в состояния с более низкой энергией, 4 – перемещение свободного атома в поверхностный слой.

Ответ –

Вопрос 5. Что включает себя понятие истинный химический сдвиг?

1 - сдвиг первоначальной энергии связи, вызванный изменением электронного окружения атома, 2 – сдвиг, вызванный различным химическим и электронным окружением атома, 3 – сдвиг фотоэмиссионных пиков подложки, 4 – протекание различных стадий соответствующей реакции.

Ответ –

Лекция 4. Масс-спектрометрия вторичных ионов.

Вопрос 1. На каком процессе взаимодействия ионного пучка с твердым телом основан метод масс-спектрометрии вторичных ионов?

1 – Ионно-электронная эмиссия, 2 – эмиссия ионов, 3 – эмиссия нейтральных атомов и молекул, 4 – испускание электромагнитного излучения.

Ответ –

Вопрос 2. Какой тип масс-спектрометров требует жесткого формирования пучков ионов по координатам, направлениям и энергии?

1 – секторные магнитные масс-спектрометры, 2 – ординарные времяпролетные масс-спектрометры, 3 – квадрупольные масс-спектрометры, 4 – ионные ловушки.

Ответ –

Вопрос 3. Не относится к динамическим масс-анализаторам:

1 – времяпролетный, 2 – радиочастотный, 3 – секторный с двойной фокусировкой, 4 – ускорительный.

Ответ –

Вопрос 4. Какую информацию нельзя получить из результатов масс-спектрометрии?

1 – о структуре орбиталей, 2 – о массе, 3 – о структуре молекул, 4 – о времени жизни возбужденных состояний.

Ответ –

Вопрос 5. Величина энергии ионизации (ЭИ) лежит в диапазоне:

1 – 1-6 КэВ, 2 – 6-12 КэВ, 3 – 50-70 КэВ, 4 – 20-50 КэВ

Ответ –

Лекция 5. Рентгеноспектральный микроанализ

Вопрос 1. На каком процессе взаимодействия электронного пучка с твердым телом основан метод рентгеноспектрального микроанализа?

1 – испускания электромагнитного излучения в УФ области, 2 – рассеянии неупругоотраженных электронов, 3 – испускания электромагнитного излучения в рентгеновском диапазоне, 4 – генерации электронно-дырочных пар.

Ответ –

Вопрос 2. Что не является ограничением метода электронно-зондового микроанализа?

1 – невозможность определения различных валентных состояний атомов, 2 – невозможность определения самых легких элементов (меньше углерода), 3 – высокий предел обнаружения (концентрация элемента не ниже 0,05%), 4 – невозможность проведения количественного анализа.

Ответ –

Вопрос 3. Каково значение латеральной и продольной локальности в методе РСМА?

1 – 10^3 и 10^3 , 2 – 10 и 10, 3 – 10^2 и 10^2 , 4 – 100 и 100.

Ответ – 1.

Вопрос 4. Каково значение латеральной и продольной локальности в методе РСМА-ПЭМ?

1 – 10^3 и 10^3 , 2 – 10 и 10, 3 – 10^2 и 10^2 , 4 – 100 и 100.

Ответ –

Вопрос 5. Какой процесс не относится к методу анализа поверхности в РСМА?

1 – PAP-коррекция, 2 – ρZ -коррекция, 3 -P/B- схема, 4 – Z-коррекция.

Ответ – 4.

Контрольные вопросы для проверки материала в количестве 25 вопросов

1. Основные физические явления, возникающие при взаимодействии электронов с энергией 1-200 КэВ с твердым телом.
2. Возникновение характеристического рентгеновского излучения и оже-эффект.
3. Взаимодействие ионных пучков с твердым телом: распыление материала, вторичная ионная эмиссия.
4. Вакуумные условия для методов анализа поверхности.
5. Химический анализ в оже-спектроскопии: локальность, диапазон определенных содержаний.
6. Химический анализ в рентгенофотоэлектронной спектроскопии. Принципы идентификации химических соединений.
7. Построение градуировочных характеристик в оже-спектроскопии и в рентгеноэлектронной спектроскопии.
8. Методы регенерации электронных спектров.
9. Распределительный анализ методами оже- и рентгенофотоэлектронной спектроскопии.
10. Локальность определений в оже- и рентгенофотоэлектронной спектроскопии.
11. Вторично-ионная эмиссия. Коэффициенты относительной чувствительности.
12. Различные типы масс-спектрометров: квадрупольные, секторные, с двойной фокусировкой, времяпролетные.
13. Построение профилей распределения концентрации по глубине методом масс-спектрометрии вторичных ионов. Разрешение по глубине.
14. Построение градуировочных характеристик масс-спектрометрии вторичных ионов.
15. Времяпролетная масс-спектрометрия вторичных ионов. Ионная спектроскопия.
16. Электронно-зондовый рентгеноспектральный вторичный анализ. Способы разложения рентгеновского излучения в спектр.
17. Матричные эффекты в электронно-зондовом микроанализе. Расчетный способ построения градуировочной характеристики.
18. Энергодисперсионный рентгеноспектральный анализ.

19. Методы проверки правильности в электронно-зондовом рентгеноспектральном анализе.
20. Локальность электронно-зондового рентгеноспектрального анализа. Анализ тонких пленок.
21. Рентгеноспектральный анализ в просвечивающей электронной микроскопии.
22. Сравнение возможностей методов анализа поверхности.
23. Анализ нанослоев.
24. Анализ индивидуальных частиц.
25. Предельные возможности методов локального анализа и анализа поверхности (пределы обнаружения по массе и по концентрации, продольная и поперечная локальность).

В конце очной части учебного курса слушатели готовят отчеты по **темам контрольных рефератов**, которые используются для углубления усвоения всего учебного курса.

Темы контрольных рефератов по курсу «Методы анализа поверхности»

1. Метрологические характеристики основных методов локального анализа и анализа поверхности.
2. Проблемы, возникающие при локальном анализе объектов с низкой электропроводностью.
3. Специфика наночастиц, как объектов химического анализа.
4. Основные пути улучшения локальности при возбуждении аналитического сигнала пучком электронов.
5. Электронно-зондовый анализ тонких пленок.
6. Масс-спектрометрия вторичных ионов в исследовании полупроводниковых гетероструктур.
7. Электронно-зондовый рентгеноспектральный анализ биологических объектов.
8. Учет матричных эффектов в оже- и рентгенофотоэлектронной спектроскопии.
9. Методы проверки правильности в локальном анализе и анализе поверхности.
10. Способы идентификации химических соединений в методах локального анализа и анализа поверхности.

Учебно-тематический план

№	Название учебного курса и лекций	Всего, час.	в том числе (указать часы)			Форма контроля
			Дистанционные лекции (самостоятельное изучение, дистанционное общение преподавателем, вопросы-ответы через email, форум, чат и др.)	Самостоятельная работа. Подготовка ответов на контрольные вопросы	Очный практикум или другое практическое задание	
	“Методы анализа поверхности”	24 ч.	10	2	12	1. Тесты для самотестирования 2. Контрольные вопросы (электронная зачётка)
	Лекция №1 Методы химического анализа поверхности.		2			
	Лекция №2 Оже-электронная спектроскопия.		2			
	Лекция №3 Рентгенофотоэлектронная спектроскопия		2			
	Лекция №4 Масс-спектрометрия вторичных ионов.		2			
	Лекция №5 Рентгеноспектральный микроанализ		2			
	Итоговый контроль		1. Тесты для самотестирования	2. Контрольные вопросы (электронная зачётка)	3. Реферат	Реферат

1.1. Список литературы (основной и дополнительной), а также других видов учебно-методологических материалов и пособий, необходимых для изучения (конспектов лекций, видеолекций, лазерных дисков и др.). Указывается литература и дополнительные источники информации – (не более 10-15 источников, включая источники, размещённые в Интернете).

1.2.

Литература

Основная

1. Брандон Д., Каплан У. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. М.: Техносфера, 2004. – 384 с.
2. Миронов В. Основы сканирующей зондовой микроскопии. М.: Техносфера, 2004. – 144 с.
3. Синдо Д., Оикава Т. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия. М.: Техносфера, 2006. – 256 с.
4. Праттон М. Введение в физику поверхности. Ижевск: НИЦ «регулярная и хаотическая динамика», 200. -256 с.

Дополнительная

1. Пул Ч.П. мл., Оуэнс Ф.Дж. Нанотехнологии. М: Техносфера, 2006
2. Гоулдстейн Дж. и др. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ: В 2-х книгах. Пер. с англ. – М.: Мир 1984.

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

Подписи и печати сторон

Заказчик

Подрядчик

Директор ГОУ ДПО ГИНФО

_____/К.П.Алексеев/

_____/Филиппов М.Н. /

(подпись)

(подпись)

М.П.