

Программа
краткосрочного повышения квалификации преподавателей и научных
работников высшей школы по направлению
«Методы диагностики и исследования наноструктур»
на базе учебного курса
«Методы и оборудование для тестирования объемных наноматериалов»

Цель: изучение современных экспериментальных методов исследования наноструктурных материалов и изделий

Категория слушателей: преподаватели и научные работники высшей школы

Срок обучения: 36 часов

Форма обучения: с частичным отрывом от работы

Режим занятий: 8 часов в день

Цель данного курса: дать представление о современных экспериментальных методах исследования наноструктурных материалов и изделий. Сформировать навыки и умения использования современных методов и оборудования при изучении наноматериалов и разработке современных наукоемких нанотехнологий.

Требования к уровню освоения учебного курса

Преподаватели должны:

- Знать:
 - терминологию, основные понятия и определения;
 - способы получения наноматериалов и области их применения;
 - уникальные свойства наночастиц и наноматериалов;
 - методы анализа физических и механических свойств объемных наноматериалов, а также их структурных характеристик;
 - основное используемое технологическое, контрольно-измерительное и аналитическое оборудование, принципы его работы и области применения в России и зарубежом;

- Уметь:
 - выбирать, формулировать и решать научно-технические проблемы в той или иной области диагностики изделий из объемных наноматериалов на основе нанопорошков, а также других видов наноматериалов;
 - всесторонне оценивать и выбирать необходимые методы исследования, модифицировать существующие методы, исходя из задач конкретного исследования;

- исследовать и анализировать физические и механические свойства объемных наноматериалов;
- оценивать достоверность результатов, полученных экспериментально;
- обрабатывать результаты экспериментов;
- Владеть:
 - навыками самостоятельной эксплуатации современного лабораторного и аналитического оборудования и приборов, предназначенных для тестирования объемных наноматериалов.

Научные работники должны:

- Знать:
 - терминологию, основные понятия и определения;
 - способы получения наноматериалов и области их применения;
 - уникальные свойства наночастиц и наноматериалов;
 - методы анализа физических и механических свойств объемных наноматериалов, а также их структурных характеристик;
 - основное используемое технологическое, контрольно-измерительное и аналитическое оборудование, принципы его работы и области применения в России и зарубежом;
- Уметь:
 - выбирать, формулировать и решать научно-технические проблемы в той или иной области диагностики изделий из объемных наноматериалов на основе нанопорошков, а также других видов наноматериалов;
 - всесторонне оценивать и выбирать необходимые методы исследования, модифицировать существующие методы, исходя из задач конкретного исследования;
 - исследовать и анализировать физические и механические свойства объемных наноматериалов;
 - оценивать достоверность результатов, полученных экспериментально;
 - обрабатывать результаты экспериментов;
- Владеть:
 - навыками самостоятельной эксплуатации современного лабораторного и аналитического оборудования и приборов, предназначенных для тестирования объемных наноматериалов.

Учебный курс «Методы и оборудование для тестирования объемных наноматериалов» состоит из дистанционной и очной частей.

Дистанционная часть учебного образовательного курса обеспечивает слушателя необходимым объемом знаний по выбранной тематике, включая подготовку слушателя к проведению лабораторного практикума. Задача дистанционной составляющей учебного курса – подготовить слушателя к очному посещению Инновационного научно-образовательного центра «Наноматериалы и нанотехнологии».

Курс лекций посвящен активно развивающейся в настоящее время проблеме диагностики свойств наноматериалов. Особое внимание уделено микроскопическим методам исследования структуры наноматериалов. Тестирование свойств объемных нанокристаллических материалов полностью соответствует критическим технологиям

Федерального уровня «Нанотехнологии и наноматериалы» в рамках приоритетного направления реализации «Индустрия наносистем и материалов».

Дистанционная (теоретическая) часть учебного курса состоит из шести лекций:

Лекция 1: Структура и свойства наночастиц и нанопорошков

Общие понятия и определения; характеристики наночастиц: дисперсность, формы частиц, удельная поверхность, насыпная масса. Свойства наночастиц, особенности объемных наноструктурных материалов. Роль границ зерен. Роль свободных и внутренних поверхностей. Условия формирования наноструктуры материала. Микро и макроструктура порошкового компакта. Основные методы получения нанопорошков: газофазный синтез, плазмохимический синтез, осаждение из коллоидных растворов, термическое разложение и восстановление, механосинтез, электровзрыв.

Лекция 2: Диагностика физических характеристик

Классификация пористых материалов. Особенности протекания сорбции в макропорах, мезопорах, микропорах, нанопорах. Основные модели пористых тел. Физическая адсорбция паров. Сорбционные методы анализа текстуры пористых наноматериалов. Приборы серии СОРБИ. Ртутная порометрия. Эталонная порометрия. Приборы для измерения микропор, нанопор. Методы измерения плотности. Закон Архимеда и закон Бойля-Мариотта. Приборы для измерения плотности. Дифференциально-термический анализ (ДТА). Приборы для проведения ДТА. Применение ДТА.

Лекция 3: Диагностика механических характеристик

Основные понятия и определения механических характеристик. Методы испытаний: одноосное растяжение, диаметрально сжатие, нагружение внутренним давлением, испытания при изгибе, испытания при двухосном напряженном состоянии, источники ошибок при прочностных испытаниях. Трещиностойкость. Концепции линейной механики разрушения. R- кривые распространения трещины. Замедленное разрушение.

Лекция 4: Диагностика твердости и микротвердости

Физические основы микротвердости. Структурные и кинетические особенности формирования формоизменения материалов при вдавливании. Установка для микромеханических исследований по методу вдавливания. Исследования нанокерамики при внедрении алмазной пирамиды Виккерса. Вычисления твердости по результатам испытания на микротвердость. Измерение нанотвердости.

Лекция 5: Анализ фазового состава наноматериалов

Фазовый состав. Кристаллическая решетка. Принцип рентгеновской дифракции. Принцип генерирования рентгеновского излучения. Оптическая система гониометра. Измерительные режимы гониометра. Принцип действия сцинтиляционного детектора и измерения рентгеновского излучения. Аппараты для рентгенофазового анализа. Принципиальная схема рентгеновской установки семейства ДРОН. Выбор основных параметров съемки. Приготовление образцов. Съемка дифрактограмм. Качественный анализ. Количественный анализ. Рентгеноспектральный анализ. Рентгенофлуоресцентный анализ. Рентгеновский дифрактометр XRD-7000. Устройство XRD-7000. Подготовка и установка образца. Проведение измерений. Обработка данных анализа.

Лекция 6: Микроскопия

Растровая электронная микроскопия (РЭМ). Схема электронной оптики РЭМ. Передача изображений в цифровой форме и их обработка. Сканирующий электронный микроскоп марки JSM-7500FA. Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ). Схема электронной оптики ПЭМ. Формирование изображения в ПЭМ. Подготовка образцов для ПЭМ. ПЭМ марки JEM-2100F. Сканирующая зондовая микроскопия. Исследование поверхности твердых тел методом сканирующей туннельной микроскопии (СТМ). СТМ-методы: режим измерения локальной высоты барьера, режим спектроскопии. Атомно-силовая микроскопия. АСМ-методы: бесконтактный режим, полуконтактный режим,

режим локальной жесткости. Силовое взаимодействие зонда и образца. Конструкция СЗМ «NanoEducator».

Очная (экспериментальная) часть учебного курса заключается в получении навыков самостоятельной работы на современном оборудовании для диагностики структуры и свойств наноматериалов. Основные задания на лабораторный практикум:

1. определить пористости образцов оксидных нанокерамик на ртутном порометре;
2. определить плотности керамических и пленочных образцов с использованием гелиевого пикнометра;
3. оценить значения микро- и нанотвердости объемных наноструктурных материалов, керамических и пленочных образцов;
4. оценить упругие и прочностные свойства наноматериалов.

Методические рекомендации по реализации учебной программы

На дистанционную и очную части учебного курса отводится 24 и 12 часов соответственно. Полное содержание лекций в электронной дистанционной части учебного курса находится на сайте www.nanoobr.ru. Для контроля степени освоения теоретической части учебного курса (лекций) используются **тестовые вопросы** для самопроверки и **контрольные вопросы**.

Тестовые вопросы к курсу

ЛЕКЦИЯ 1

1. Пикнометрические методы исследования применяют для измерения...	
А: кажущейся плотности	В: истинной плотности
Б: объемной плотности	Г: плотности пор
Ответ:	
2. Какая точка на изотерме физической адсорбции соответствует точке Б (завершению образования первого и началу заполнения второго слоя)?	
А: точка начала крутого подъема	В: точка начала прямолинейного подъема
Б: точка завершения крутого подъема	Г: точка завершения прямолинейного подъема
Ответ:	
3. Каким методом можно определить контактный угол смачивания?	
А: методом ртутной порометрии	В: методом БЭТ
Б: пикнометрическим методом	Г: методом эталонной порометрии
Ответ:	
4. В каком методе анализа текстуры пористых материалов аффинность изотерм не является обязательным условием	
А: интегральный метод БЭТ	В: t -метод де Бура и Липпенса
Б: α_s -метод Синга	Г: сравнительный метод
Ответ:	
5. Что является основным источником ошибок в методе жидкостной пикнометрии?	
А: погрешность пикнометра	В: наличие пузырьков воздуха

Б: неправильный выбор иммерсионной жидкости	Г: изменение объема жидкости
Ответ:	

6. С каким материалом чаще всего сравнивают изменение температуры исследуемого образца при реализации метода дифференциально-термического анализа?	
А: Co_3O_4	В: Al_2O_3
Б: SiO_2	Г: Sn_2O_3
Ответ:	

ЛЕКЦИЯ 2

1. Назовите метод снижения концентрации напряжений переходную зону между головками и рабочей частью образца.	
А: Увеличение длины образца	В: Увеличение площади поперечного сечения образца
Б: Большой радиус кривизны переходной зоны	Г: Применение испытательных машин с меньшим коэффициентом жесткости
Ответ:	

2. Как называется напряжение, которое материал выдерживает без отклонения от закона Гука?	
А: предел упругости	В: предел пропорциональности
Б: условный предел текучести	Г: предел текучести
Ответ:	

3. Каково соотношение диаметра и высоты образца при диаметральной сжатии?	
А: 1	В: 3
Б: 2	Г: 4
Ответ:	

4. Назовите самую распространенную схему испытаний на изгиб.	
А: Приложение нагрузки в одной точке	В: Приложение нагрузки в трех точках
Б: Приложение нагрузки в двух точках	Г: Приложение нагрузки в четырех точках
Ответ:	

5. В каких образцах не требуется предварительное формирование трещины в испытаниях на трещиностойкость?	
А: Двухконсольная балка с надрезом	В: Короткий цилиндр с шевронным надрезом
Б: Образец с тонким прямым надрезом	Г: Пластины с прорезью
Ответ:	

6. Каково предназначение аррестора?	
А: Увеличение приложенных напряжений	В: Уменьшение плотности диссипации энергии
Б: Стабилизация распространения трещины	Г: Определение соотношения податливостей машины и образца

Ответ:

ЛЕКЦИЯ 3

1. В каких случаях определяется длительная твердость материала?

А: В случае неплоских образцов

В: При наличии многоструктурных компонентов

Б: Для твердых материалов

Г: Для определения жаропрочности

Ответ:

2. Шаровый индентор какого размера применяют чаще всего при измерении твердости по Бринеллю?

А: 3

В: 10

Б: 5

Г: 15

Ответ:

3. Сколько замеров необходимо сделать для получения достоверных средних значений твердости по Виккерсу?

А: 2

В: 5

Б: 3

Г: 7

Ответ:

4. Пластическая деформация при индентировании шаровым индентором начинается...

А: сразу после появления контакта между индентором и образцом

В: при глубине вдавливания, равной половине радиуса площади контакта

Б: при глубине вдавливания, равной одной трети радиуса площади контакта

Г: пластической деформации не происходит, т.к. поверхность деформируется упруго

Ответ:

5. Какой физический смысл числа твердости по Виккерсу?

А: Характеризует усредненное условное напряжение в зоне контакта

В: Характеризует напряжение, при котором происходит полный переход к пластической деформации

Б: Характеризует условное напряжение, соответствующее пределу прочности образца

Г: Характеризует напряжение, при котором появляются первые признаки деформации

Ответ:

6. Каким способом удаляют наклепанный слой для достоверного определения микротвердости?

А: Электрополировкой

В: Глубоким химическим травлением

Б: Отжигом готовых шлифов

Г: Любым способом

Ответ:

7. В каком методе глубина отпечатка измеряется в самом процессе вдавливания?

А: Метод Бриннеля

В: Метод Виккерса

Б: Метод Роквелла

Г: Микротвердость

А: Гониометр	В: Рентгеновская трубка
Б: Ондулятор	Г: Кристаллической монохроматор
Ответ:	

5. Как называется система концентрических колец?	
А: Рентгенограмма	В: Дифрактограмма
Б: Дебаеграмма	Г: Лауэграмма
Ответ:	

ЛЕКЦИЯ 5

1. Перечислите в какой последовательности пучок проходит через объективную линзу, конденсорную линзу, диафрагму, усилитель фотоумножителя.	
А: объективная линза	В: диафрагма
Б: конденсорные линзы	Г: усилитель фотоумножителя
Ответ:	

2. Какие электроны чаще всего используются во фрактографических исследованиях?	
А: первичные	В: отраженные
Б: вторичные	Г: эмиттированные
Ответ:	

3. Какая линза просвечивающего электронного микроскопа формирует конечное изображение объекта?	
А: Объективная линза	В: Конденсорная линза
Б: Промежуточная линза	Г: Проекционная линза
Ответ:	

4. Чем регулируется изменение фокусного расстояния в просвечивающем электронном микроскопе?	
А: Изменение тока в магнитных катушках	В: Величиной магнитного поля
Б: Напряжением на катоде	Г: Положением линз
Ответ:	

5. Чему соответствует дифракционная картина в виде концентрических колец?	
А: монокристалл	В: аморфный кристалл
Б: поликристалл	Г: полупроводник
Ответ:	

6. На чем основан бесконтактный режим работы сканирующего зондового микроскопа?	
А: Сила Ньютона	В: Закон Лоуренса
Б: Закон Вульфа-Брегга	Г: Использование сил Ван-дер-Ваальса
Ответ:	

7. Что представляет собой кантилевер атомно-силового микроскопа?	
А: Тонкую пластину	В: Конус
Б: Проволока	Г: Цилиндр
Ответ:	

ЛЕКЦИЯ 1

Контрольные вопросы для проверки понимания материала

- 1) Определение величины удельной поверхности методом БЭТ. Требования к адсорбатам.
- 2) Метод определения величины удельной поверхности по одной точке на изотерме адсорбции.
- 3) Опишите методику сравнительного метода Заграфской, Каранаухова и Фенелонова.
- 4) Применение приборов серии Sorbi.
- 5) Обоснуйте выбор типа порометра для высокодисперсных образцов.
- 6) Перечислите преимущества и недостатки ультразвуковых методов измерения плотности.
- 7) Сравните между собой пикнометрические методы измерения кажущейся плотности частиц.
- 8) Что отражают кривые дифференциально-термического анализа?

ЛЕКЦИЯ 2

Контрольные вопросы для проверки понимания материала

- 1) Методы тестирования механических свойств материалов. Сравните возможности их применения к изучению металлических наноматериалов и нанокерамики.
- 2) Какие методы необходимо использовать для оценки механических свойств нанокерамики?
- 3) Опишите методику определения трещиностойкости керамических материалов.
- 4) Сравните методики оценки трещиностойкости методом изгиба и индентирования.
- 5) Назовите все механические характеристики, которые можно рассчитать по диаграмме растяжения I типа.
- 6) Назовите преимущества и недостатки трехточечного изгиба

ЛЕКЦИЯ 3

Контрольные вопросы для проверки понимания материала

- 1) Какие требования предъявляются к поверхности образцов, предназначенных для испытаний на твердость?
- 2) Дайте оценку применения метода измерения микро- и нанотвердости к диагностике материалов с нанокристаллической структурой.
- 3) Как коррелируют между собой прочность материала и его твердость в различных материалах?
- 4) Перечислите основные узлы прибора ТП для определения твердости по Виккерсу.
- 5) В чем заключается различие методик измерения твердости по Бриннелю, Виккерсу и Роквеллу?
- 6) Что является источниками погрешностей при измерении твердости, микро- и нанотвердости? Каковы возможные пути их устранения?
- 7) Назовите преимущества и недостатки методов измерения микро- и нанотвердости.
- 8) Опишите методику восстановления кривая деформирования $s-e$ по данным наноиндентирования.

ЛЕКЦИЯ 4

Контрольные вопросы для проверки понимания материала

- 1) Перечислите и дайте краткую характеристику аппаратам для рентгеновского анализа.
- 2) Опишите механизм генерации R-излучения второго типа.
- 3) В каких случаях используют источники излучения со сплошным спектром, а в каких с линейчатым спектром?
- 4) Принцип работы дифрактометра.
- 5) Назовите области применения рентгеноструктурного анализа.

ЛЕКЦИЯ 5

Контрольные вопросы для проверки понимания материала

- 1) Метод просвечивающей электронной микроскопии. Достоинства и недостатки.
- 2) Сущность метода сканирующей зондовой микроскопии.
- 3) Укажите преимущества и недостатки метода растровой электронной микроскопии.
- 4) Перечислите различные методы исследования морфологии поверхности наноматериалов. Сравните 2 любых из перечисленных методов.
- 5) Для чего предназначены отклоняющие катушки в растровом электронном микроскопе?
- 6) Перечислите области применения растрового электронного микроскопа.
- 7) Опишите методику получения дифракционной картины.

Контрольные вопросы для проверки материала

- 1) Каковы условия формирования нанокристаллической структуры?
- 2) В чем заключаются особенности протекания сорбции в макро-, мезо- и микропорах?
- 3) Опишите метод ртутной порометрии.
- 4) Основные понятия и определения механических характеристик.
- 5) Метод просвечивающей электронной микроскопии. Достоинства и недостатки.
- 6) Методы тестирования механических свойств материалов. Сравните возможности их применения к изучению металлических наноматериалов и нанокерамики.
- 7) Дайте оценку применения метода измерения микро- и нанотвердости к диагностике материалов с нанокристаллической структурой.
- 8) В чем заключается проблема получения и изучения наноматериалов?
- 9) Сущность метода сканирующей зондовой микроскопии.
- 10) Какие методы необходимо использовать для оценки механических свойств нанокерамики?
- 11) Опишите методику определения трещиностойкости керамических материалов.
- 12) Основы метода БЭТ.
- 13) Принципы рентгеновской дифракции. Аппараты для рентгеновского анализа.
- 14) Перечислите и опишите основные свойства порошковых смесей и порошковых материалов.
- 15) Укажите преимущества и недостатки метода растровой электронной микроскопии.
- 16) Перечислите различные методы исследования морфологии поверхности наноматериалов. Сравните 2 любых из перечисленных методов.
- 17) Основные виды сорбции и их отличие.
- 18) Основные способы получения нанопорошков.

В конце очной части учебного курса слушатели готовят отчеты по **темам контрольных рефератов**, которые используются для контроля степени усвоения всего учебного курса на базе экспериментальных результатов и их обработки с применением знаний из дистанционной части курса.

**Темы контрольных рефератов по курсу
«Методы и оборудование для тестирования объемных наноматериалов»**

1. Аттестация механических и трибологических свойств функциональных наноструктурных покрытий.
2. Фотоэмиссионная и рентгеновская спектроскопия.
3. Механосинтез. Теоретические основы метода получения нанопорошков, оборудование, возможности и ограничения.
4. Термические методы анализа. Их применение к наноматериалам.
5. Проблемы неразрушающего контроля наноматериалов.
6. Оптическая микроскопия: возможности применения для исследований наноматериалов в настоящем и будущем
7. Химические методы получения нанопорошков.
8. Исследование текстуры пористых наноматериалов. Приборы серии СОРБИ.
9. Общее устройство сканирующего электронного микроскопа.
10. Методы испытаний наноматериалов. Достоинства и недостатки.

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	
	<u>«Методы и оборудование для тестирования объемных наноматериалов»</u>	36 ч.	18 ч.	6 ч.	12 ч.	Контрольные вопросы (электронная зачетка)
1.	Лекция 1. Структура и свойства наночастиц и нанопорошков		3 ч.	0,5 ч.		Реферат
2.	Лекция 2. Диагностика физических характеристик		4 ч.	0,5 ч.	4 ч.	
3.	Лекция 3. Диагностика механических характеристик		4 ч.	0,5 ч.	4 ч.	
4.	Лекция 4. Диагностика микротвердости и нанотвердости		2 ч.	0,5 ч.	4 ч.	
5.	Лекция 5. Анализ фазового состава наноматериалов		1 ч.	0,5 ч.		
6.	Лекция 6. Микроскопия		2 ч.	0,5 ч.		
Итоговый контроль					Реферат	

ПЕРЕЧЕНЬ РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Андриевский Р.А. Порошковое материаловедение / Р.А. Андриевский. – М.: Металлургия, 1991. – 207 с.
2. Диагностика металлических порошков / В. Я. Буланов, Л. И. Кватер, Т. В. Долгаль и др.; Академия Наук СССР; Уральский научный центр. — М.: Наука, 1983. – 278 с.
3. Андриевский Р.А., Рагуля А.В. Наноструктурные наноматериалы. – М.: Академия, 2005. – 179с.
4. Гусев В.И. Нанокристаллические наноматериалы. – М: Екатеринбург, 1998. – 190с.
5. Грег С. Адсорбция, удельная поверхность, пористость: пер. с англ. / С. Грег, К. Синг. – 2-е изд. – М.: Мир, 1984. – 310 с.
6. Сильман Г.И. Материаловедение: учебное пособие для вузов / Г.И. Сильман. – М.: Академия, 2008. – 336 с.
7. Измерение массы, объема, плотности: учебник / С.И. Гаузнер, С.С. Кивилис, А.П. Осокина, А.Н. Павловский. – М.: Изд-во стандартов, 1982. – 527 с.
8. Уэндландт У.У. Термические методы анализа: пер. с англ. / – М.: Мир, 1978. – 526 с.
9. Горшков А.Г. Сопротивление материалов: учебное пособие / А.Г. Горшков, В.Н. Трошин, В.И. Шалашин. – 2-е изд., испр. – М.: Физматлит, 2008. – 544 с.
10. Комбалов В.С. Методы и средства испытаний на трение и износ конструкционных и смазочных материалов: справочник / В.С. Комбалов; под ред. К.В. Фролова, Е.А. Марченко. – М.: Машиностроение, 2008.–384с.
11. Ковба Л.М. Рентгенофазовый анализ /Л.М. Ковба, В.К. Трунов. – 2-е изд., доп. и перераб. – М.: Изд-во Моск. ун-та, 1976. – 232 с.
12. Практическая растровая электронная микроскопия: пер. с англ. / Под ред. Дж. Гоулдстейна, Х. Яковица. – М.: Мир, 1978. – 656 с.
13. Томас Г. Просвечивающая электронная микроскопия материалов: пер. с англ. / Г. Томас, М.Дж. Гориндж. – М.: Наука, 1983. – 320 с.
14. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии: учебное пособие / В.Л. Миронов; Российская академия наук; Институт физики микроструктур. – М.: Техносфера, 2004. – 144 с.

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