

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова
Факультет наук о материалах

УТВЕРЖДАЮ
Зам. декана ФНМ по учебной
работе
_____/А.В. Кнотько /
«__» _____ 2016 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Наименование дисциплины:

Электронная микроскопия неорганических материалов

Уровень высшего образования:
магистратура

Направление подготовки:
04.04.02 Химия, физика и механика материалов

Направленность (профиль)/специализация ОПОП:
Фундаментальное материаловедение

Форма обучения:
очная

Рабочая программа рассмотрена и одобрена
Методической комиссией факультета наук о материалах
(протокол №_____, дата)

Москва 2016

Рабочая программа дисциплины разработана в соответствии с самостоятельно установленным МГУ образовательным стандартом (ОС МГУ) для реализуемых основных профессиональных образовательных программ высшего образования по направлению подготовки «Химия, физика и механика материалов» (программы бакалавриата, магистратуры, реализуемых последовательно по схеме интегрированной подготовки) в редакции приказа МГУ от _____20__ г.

1. Место дисциплины в структуре ОПОП ВО: Вариативная часть, профессиональная подготовка, спецкурс по выбору студентов, курс предназначен для студентов магистратуры факультета наук о материалах 1-го года обучения (1-й семестр), курс является обязательным

2. Входные требования для освоения дисциплины, предварительные условия (если есть):

Дисциплины и модули профессиональной подготовки бакалавриата

3. Результаты обучения по дисциплине:

Знать: физические основы методов электронной микроскопии

Уметь: интерпретировать результаты электронномикроскопических исследований

Владеть: подходами различных методик электронномикроскопического исследования для анализа веществ и материалов

4. Объем дисциплины составляет 2 з.е. (72 ак.ч.)

5. Содержание дисциплины, структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и виды учебных занятий:

5.1. Структура дисциплины по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и виды учебных занятий (в строгом соответствии с учебным планом)

Вид работы	Семестр				Всего
	1				
Общая трудоёмкость, акад. Часов	72				72
Аудиторная работа:	54				54
Лекции, акад. Часов	50				50
Семинары, акад. Часов	4				4
Лабораторные работы, акад. часов					
Самостоятельная работа, акад. Часов	18				18
Вид итогового контроля (зачёт, экзамен)	Зач.				

5.2. Содержание разделов (тем) дисциплины

Раздел "Растровая электронная микроскопия"

1. Физические основы метода растровой электронной микроскопии (РЭМ).(лекции 4 ч)

Устройство сканирующего электронного микроскопа. Природа аналитического сигнала в электронном микроскопе, электронный спектр, типология рассеянных электронов. Основные виды контраста (топографический, химический – Z-контраст, кристаллографический и др). Принципы детектирования сигнала, конструкции детекторов вторичных и отраженных электронов. Электронные источники: сравнение по яркости. Линзы: дифракционный предел Аббе, aberrации, проблема глубины фокуса. Дилемма размера и тока зонда. Разрешение метода (латеральное и по глубине).

2. Практические аспекты растровой электронной микроскопии.(лекции 4 ч)

Параметры работы электронного микроскопа, которые должен уметь варьировать пользователь (ускоряющее напряжение, размер и ток зонда, рабочее расстояние и размер апертуры); их влияние на изображение. Особенности электронных изображений и артефакты. Приготовление образцов для РЭМ (проблема заряжения плохопроводящих образцов, способы ее решения; артефакты препарирования). Новые направления в методе РЭМ: низковольтовая микроскопия; микроскопия в естественной среде (низкий вакуум); дифракция обратно-рассеянных электронов (ДОРЭ, или

EBSD), типичные задачи, решаемые при помощи ДОРЭ; наблюдения в режиме катодolumинесценции и наведенного тока.

3. Применение метода растровой электронной микроскопии.(лекции 2 ч)

Набор типичных задач, решаемых методом РЭМ: исследование микроморфологии порошков, исследование керамической микроструктуры, исследование фазового состава и неоднородностей химического состава, возможность получения кристаллографической информации из данных РЭМ. Количественные измерения в растровой электронной микроскопии. Ограничения метода РЭМ. Основные производители (фирмы) микроскопов, распространенные модели приборов и их возможности, тенденции в развитии приборной базы.

Раздел «Рентгеноспектральный микроанализ»

1. Физические основы метода рентгеноспектрального микроанализа (РСМА).(лекции 2 ч)

Природа и характеристики рентгеновского излучения в электронном микроскопе. Принципиальное приборное оформление; два варианта регистрации спектров – энергодисперсионная спектроскопия (EDX) и спектроскопия с волновой дисперсией (WDX), сравнение двух методик. Особенности метода энергодисперсионной спектроскопии, связанные с приборным оформлением; основные параметры регистрации энергодисперсионного спектра. Качественный и количественный анализ. Аналитические характеристики метода РСМА: точность, чувствительность, селективность, локальность, разрешение по глубине.

2. Практика рентгеноспектрального микроанализа.(лекции 2 ч)

Методические аспекты количественного РСМА. Математические процедуры определения состава образцов исходя из спектров. Типичные задачи рентгеноспектрального микроанализа (анализ в точке, анализ по линии и площади, картирование элементов и способы представления результатов картирования). Особенности подготовки образца для РСМА, влияние рельефа образца на точность анализа при EDX- и WDX-регистрации спектров. Рутинные калибровки EDX-спектрометра. Микроанализ с автоэмиссионным источником: за и против. Основные производители (фирмы) спектрометров/микроанализаторов, основные модели приборов и их характеристики, тенденции в развитии приборной базы.

Семинар 1. (2 ч)

Практическая демонстрация основных режимов работы растрового электронного микроскопа и EDX/WDX-анализа на электронном микроскопе.

Раздел «Просвечивающая электронная микроскопия»

1. Основы просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ).(лекции 8 ч)

Электронная дифракция. Устройство современного просвечивающего микроскопа; два основных рабочих режима: режим изображения и режим дифракции. Типы контрастов: абсорбционный, дифракционный и фазовый. Электронная дифракция: дифракция с селекторной диафрагмой – SAED (локальность, точность), микролучевая (MBD) и нанолучевая (NBD) дифракция, дифракция в сходящемся пучке – CBED (возможности), неупругое рассеяние электронов и формирование линий Кикучи (извлекаемая информация, сопоставление с методом ДОРЭ). Геометрия электронограммы, расчет межплоскостных расстояний, индентирование. Влияние реальной структуры материала на электронограмму. Сравнение электронной и рентгеновской дифракции: новые возможности, усложнение дифракционной картины (понятие о двойной дифракции и динамических эффектах).

2. Исследование материалов методами просвечивающей электронной микроскопии -I.(лекции 8 ч)

Дифракционный контраст. Темнопольное и светлопольное изображения. Формирование линий равной толщины и равного наклона. Понятие об экстинкции и экстинкционных контурах. Изображения дефектов кристаллического строения материалов: дислокаций, дефектов упаковки, границ зерен, пор, включений и выделений вторых фаз.Arteфакты в ПЭМ. Сравнение изображений полученных методом просвечивающей и растровой электронной микроскопии. Основные производители (фирмы) микроскопов, основные модели приборов и их возможности, тенденции в развитии приборной базы.

3. Исследование материалов методами просвечивающей электронной микроскопии -II.(лекции 8 ч)

Фазовый контраст и электронная микроскопия высокого разрешения (ЭМВР, или HREM). Разрешение кристаллической решетки (эффект муара, вывод интерференционной картины для двух дифрагированных пучков, многолучевое изображение). Сопоставление ЭМВР и процедуры рентгеноструктурного анализа (проблема начальной фазы, необходимость Фурье-синтеза, локальность, точность, достоверность). Понятие о передаточной функции микроскопа. Типы aberrаций и возможности их коррекции. Периодичность контраста как функция дефокуса. Оптимальный дефокус (фокус Шерцера и фокус Гаусса). Влияние на изображение различных параметров (величины дефокуса, толщины образца, расходимости пучка, aberrаций, энергии электронов). Моделирование изображений. Типы предельных разрешений.

4. Методы подготовки образцов для ПЭМ.(лекции 4 ч)

Общие требования к образцам для ПЭМ. Препарирование порошковых образцов. Виды сеток-подложек для ПЭМ. Общая схема приготовления образца для ПЭМ из объемного материала. Модификация схемы для изучения токоупленочных образцов. Практика ионно-лучевого утонения (травления образцов). Артефакты препарирования образцов для ПЭМ. Современные тенденции в изготовлении образцов для ПЭМ – сфокусированный ионный пучок (FIB).

Семинар 2. (2 ч)

Примеры решения типовых задач просвечивающей электронной микроскопии материалов. Практическая демонстрация основных режимов работы просвечивающего электронного микроскопа..

5. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия.(лекции 6 ч)

Сканирующая (растровая) просвечивающая электронная микроскопия - СПЭМ. Особенности получения изображения в СПЭМ. Темнопольные изображения в СПЭМ, наблюдения Z-контраста при помощи детектора Хови (HAADF). Рентгеноспектральный микроанализ (EDX) на просвечивающем электронном микроскопе: новые возможности, ограничения. Спектроскопия электронных потерь (EELS) — физические основы, возможности; сравнение с родственными методами (фотоэлектронная и УФ-спектроскопия). Тонкая структура спектра потерь – EELNES и EELFS методики; возможности; сравнение с XANES и EXAFS.

6. Фонд оценочных средств (ФОС, оценочные и методические материалы) для оценивания результатов обучения по дисциплине (модулю).

6.1. Типовые контрольные задания или иные материалы для проведения текущего контроля успеваемости, критерии и шкалы оценивания (в отсутствие утвержденных соответствующих локальных нормативных актов на факультете)

Обсуждение материала прочитанных лекций

6.2. Типовые контрольные задания или иные материалы для проведения промежуточной аттестации по дисциплине (модулю), критерии и шкалы оценивания (в отсутствие утвержденных соответствующих локальных нормативных актов на факультете)

1. Какие виды электромагнитного излучения возникают при взаимодействии электронов с веществом?
2. Почему латеральное разрешение рентгеноспектрального анализа в просвечивающем микроскопе выше, чем разрешение при анализе в растровом микроскопе? Какие факторы определяют пространственное разрешение РЭМ и РСМА?
3. Какие электроны называются вторичными, а какие обратно рассеянными? Как зависит коэффициент вторичной эмиссии δ от атомного номера Z ?
4. Сравните латеральные изображения полученные регистрацией обратно отраженных и вторичных электронов в растровом микроскопе.
5. Объясните, почему значение коэффициента отражения электронов η практически не зависит от энергии падающих электронов.
6. Предположите, как изменится распределение интенсивности потока вторичных электронов при изменении угла падения первичного пучка электронов.

7. Вследствие каких взаимодействий происходит возбуждение фононов и плазмонов? Как эти взаимодействия повлияют на энергию первичного пучка электронов?
8. Природа и типы контраста в РЭМ.
9. По какой причине нельзя использовать детектор Эверхарта-Торнли, но можно использовать твердотельный полупроводниковый детектор обратно рассеянных электронов в случае анализа образцов в режиме низкого вакуума?
10. Какие конструктивные особенности растрового микроскопа позволяют использовать полупроводниковые твердотельные детекторы для регистрации вторичных электронов?
11. Как изменится глубина фокуса при уменьшении рабочего расстояния - WD?
12. Вследствие какого типа взаимодействия возникает непрерывное рентгеновское излучение?
13. Какие элементы трудно различить при использовании энергодисперсионного РСМА?
14. Принцип количественного анализа в РСМА. Назовите основные поправки вводимые в методе ZAF-коррекции и объясните их физический смысл. Какая из поправок вносит наибольший вклад?
15. Каковы должны быть условия РСМА-эксперимента для получения максимального разрешения при качественном анализе? максимальной точности при количественном анализе?
16. Объяснить смысл всех строк и значений в файле выдачи результатов количественного анализа.
17. Различаются ли требования к образцу в РСМА с волновой дисперсией и энергодисперсионном варианте?
18. По какой причине анализ волновым спектрометром целесообразно осуществлять только с полированных образцов?
19. Какой из кристаллов-анализаторов лучше выбрать для анализа содержания бария по $L\alpha_1$ линии с энергией 4466,26 кэВ?
20. Можно ли проводить анализ элементного состава образца, содержащего оксид титана и оксид бария с использованием энергодисперсионного детектора (энергии электронных переходов можно узнать на сайте http://xdb.lbl.gov/Section1/Periodic_Table/X-ray_Elements.html)?
21. РСМА по какой спектральной линии меди позволит достигнуть наилучшего пространственного разрешения при ускоряющем напряжении 30 кВ (параметры меди - http://xdb.lbl.gov/Section1/Periodic_Table/Cu_Web_data.htm)?
22. Назовите причины по которым не корректно проводить РСМА углерода в чугунах?
23. Могут ли в спектре образца присутствовать линии $K\beta$ без соответствующих этому же элементу линий $K\alpha$ и наоборот $K\alpha$ без $K\beta$?

7. Ресурсное обеспечение:

7.1. Перечень основной и дополнительной литературы

Основная литература:

1. Д. Брандон, У. Каплан. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. М.: Техносфера, 2004. 384 с. (в качестве начального чтения, с оговорками относительно перевода терминов; есть электронная английская версия 2-го издания за 2008 г.)
2. Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эчлин П., Джой Д., Фиори Ч., Лифшин Ф. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ: в двух книгах. Пер. с англ. — М.: Мир, 1984. 303 с. (есть электронная версия этого издания; есть также электронный вариант более поздней версии 2003 г на английском языке)
3. Хирш П., Хови А., Николсон Р., Пэшли Д., Уэлан М. Электронная микроскопия тонких кристаллов. - М.: Мир, 1968, 575 с.
4. Д. Синдо, Т. Оикава, Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия. Пер. с англ. - М.: Техносфера, 2006, 256 с.
5. Л.Н. Мазалов. Рентгеновские спектры. Новосибирск: ИНХ СО РАН, 2003.

Дополнительная литература

1. V.D. Scott, G. Love. Quantitative electron-probe microanalysis. - Ellis Horwood Ltd., 1983, 345 p. (есть электронный версия)

2. D.B. Williams, C.B. Carter. Transmission Electron Microscopy. A Textbook for Materials Science. In 4 Books – Plenum Press New York&London, 1996 (есть электронная версия).

3. A Guide to Scanning Microscope Observation

http://www.jeolusa.com/DesktopModules/Bring2mind/DMX/Download.aspx?Command=Core_Download&EntryId=1&PortalId=2&TabId=320.

6.2. Перечень лицензионного программного обеспечения, в том числе отечественного производства (подлежит обновлению при необходимости)

1. программный комплекс INCA Energy для проведения РСМА
2. java-версия пакета для ПЭМ JEMS (P. Stadelmann, CIME, EPFL, Switzerland; http://cimewww.epfl.ch/people/stadelmann/jemsSE/jemsSEv3_8326u2012.htm), или версия для РС

6.3. Описание материально-технического обеспечения.

аудитория с доской, компьютерный проектор, для проведения интерактивных лекций используется компьютерный класс.

8. Соответствие результатов обучения по данному элементу ОПОП результатам освоения ОПОП указано в Общей характеристике ОПОП.

7. Разработчик (разработчики) программы.

к.х.н. А.В. Гаршев