Программа курса «Нанохимия»,
раздел «Методы исследования наноструктур:
просвечивающая электронная микроскопия и электронография»

Лекции 4 ч, лабораторные работы 14 ч, практические занятия 4 ч, семинарские занятия 4 ч, контрольная работа, коллоквиум.

Лекция 1. Электронография. Рассеяние электронов веществом и его использование в электронографии для изучения структуры твердых тел.

План лекции

1. Взаимодействие электронов с веществом. Дифракция электронов на кристаллической решетке твердофазных веществ.
2. Задачи, решаемые методом электронографии.
3. Принцип получения электронограмм с использованием пучка быстрых электронов.
4. Закон Вульфа-Брегга в электронографии. Определение фазового состава вещества.
5. Типы электронограмм. Важнейшие характеристики электронограмм: точность определения положения узлов в кристаллической решетке, разрешающая способность метода, сведения, извлекаемые из анализа интенсивности линий.
6. Достоинства и недостатки электронографии в сравнении с другими дифракционными методами исследования.
7. Применение электронографии для исследования наноструктурных объектов (золи, нанодисперсные порошки, тонкие пленки).

Лекция 2. Просвечивающая электронная микроскопия.

План лекции

1. Диффузное рассеяние электронов веществом.
2. Принцип формирования изображения в просвечивающем электронном микроскопе.
3. Общие сведения об устройстве прибора. Регулирование увеличения.
4. Представления о формировании контраста изображения, о разрешающей способности.
6. Подготовка нанодисперсных объектов к исследованию. Прямое препарирование.
7. Подготовка массивных объектов к исследованию методами ЭГ и ПЭМ.
8. Использование метода реплик в просвечивающей электронной микроскопии. Сочетание прямых и косвенных методов препарирования для исследования гетерогенных систем.

Лабораторная работа 1. Препарирование нанодисперсных объектов для исследования методами ЭГ и ПЭМ.

Лабораторная работа 2. Препарирование объектов методом реплик для ПЭМ исследования.

Лабораторная работа 3. Обработка результатов ПЭМ исследования.

Практическая работа 1. Анализ размеров частиц по результатам ПЭМ исследования. Виды гистограмм.

Практическая работа 2. Обработка результатов ЭГ исследования

Семинар 1. Электронография. Теория и практика применения для исследования наноструктурных объектов. Информация, получаемая методом ПЭМ при исследовании наноструктурных объектов

Семинар 2. Препарирование образцов для просвечивающей электронной микроскопии и электронографии. Выбор методики препарирования в зависимости от природы и микроструктуры исследуемых объектов. Влияние методики препарирования на контраст изображения, разрешающую способность реплик, характер получаемой информации.

Коллоквиум. Общие сведения об устройстве и принципе действия электронного микроскопа просвечивающего типа и его работе в режиме электронографии. Диапазон увеличений, разрешающая способность. Препарирование образцов для ПЭМ и ЭГ исследований. Факторы, определяющие выбор методики препарирования и влияние методики на характер получаемой информации.

ПРОГРАММА
курса «Нанохимия», раздел «Методы исследования наноструктур: просвечивающая электронная микроскопия и электронография»
Лекции 4 ч, лабораторные работы 14 ч, практические занятия 4 ч, семинарские занятия 4 ч, контрольная работа, коллоквиум.

Пояснительная записка

Раздел «Методы исследования наноструктур: просвечивающая электронная микроскопия и электронография» представляет собой часть дисциплины химического цикла «Нанохимия». Его изучение призвано обеспечить подготовку в области исследования микроструктуры, морфологии и фазового состава твердофазных веществ, в том числе нанодисперсных объектов, представляющих собой золи, порошки, тонкие пленки и массивные наноструктурированные образцы.

В соответствии с научно-прикладным характером науки «Нанохимия» целью данной части учебной дисциплины является:

– получение студентами фундаментальных физико-химических знаний и представлений о природе взаимодействия электронов с твердыми телами, эффектах, сопровождающих это взаимодействие и использовании этих эффектов для получения информации о фазовом составе вещества, форме, размерах и взаимном расположении частиц вещества, об особенностях дефектной структуры веществ в твердом состоянии включая моно- и поликристаллические, аморфные, стеклообразные массивные, нанодисперсные вещества и тонкие пленки;

– формирование у студентов научного мировоззрения, навыков и умений для проведения научных исследований с применением современных инструментальных методов, умений грамотной постановки задачи, подготовки объектов для проведения исследований методами электронной микроскопии и электронографии и интерпретации полученных результатов, что необходимо для подготовки специалистов-исследователей, инженеров-разработчиков новых технологий и технологов, управляющих производственными процессами в сферах электронной промышленности, металлургии, гальванотехники, производства строительных материалов, керамики, стекла, люминофоров, катализаторов и др.;

– подготовка студентов к последующему выполнению курсовых и дипломных работ, магистерских и кандидатских диссертаций.

Успешное изучение данной части курса предусматривает освоение студентами предшествующих дисциплин учебного плана, таких как «Физика» (электричество, оптика), «Физическая химия», «Химия твердого тела» и др.

Выпускник университета, усвоивший раздел «Электронная микроскопия и электронография» **должен**

знать:

– эффекты, возникающие при взаимодействии быстрых электронов с веществом и способы их использования для получения информации о фазовом составе, микроструктуре твердотельных объектов, морфологии поверхности, размерах и взаимном расположении частиц вещества, об особенностях дефектной структуры веществ в твердом состоянии;

– принципы получения электронограмм и электронномикроскопических изображения и влиянии разных факторов на их качество;

– принципы подготовки объектов к проведению исследований методами просвечивающей электронной микроскопии и электронографии;

уметь:

– ставить задачу исследования;

– препарировать образцы разными способами в зависимости от их природы, морфологии и задачи исследования;

– обрабатывать полученную информацию, описывать результаты проведенного исследования

Необходимым условием успешного усвоения дисциплины «Химия твердого тела» является систематический контроль знаний студентов в течение всего семестра. Он осуществляется в форме коллоквиумов по основным темам курса, составления отчетов по лабораторным работам, самостоятельных и контрольных работ на практических занятиях, опроса на семинарских занятиях, сдачи коллоквиумов. Для общей оценки качества усвоения студентами учебного материала рекомендуется использование рейтинговой системы.

Индивидуальная работа со студентами проводится в процессе выполнения ими многовариантных лабораторных, практических, самостоятельных и контрольных работ, сдачи коллоквиумов.

Содержание программы

1. Электронография.

1.1. Задачи, решаемые методом электронографии (ЭГ). Место этого метода среди других методов исследования структуры твердых тел.

1.2. Взаимодействие электронов с веществом. Дифракция электронов на кристаллической решетке твердофазных веществ. Закон Вульфа-Брегга в электронографии.

1.3. Достоинства и недостатки электронографии в сравнении с другими дифракционными методами исследования, их причины.

1.4. Общие представления о принципе работы электронографа. Возможности локальной съемки. Получение электронограмм на «просвет» и на «отражение».

1.5. Типы электронограмм. Важнейшие характеристики электронограмм: точность определения положения узлов в кристаллической решетке, разрешающая способность метода, сведения, извлекаемые из анализа интенсивности линий или рефлексов.

1.6. Применение электронографии для исследования наноструктурных объектов (золи, нанодисперсные порошки, тонкие пленки). Подготовка нанодисперсных и массивных образцов для ЭГ исследований.

2. Просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ).

2.1. Диффузное рассеяние электронов веществом.

2.2. Принцип формирования изображения в просвечивающем электронном микроскопе. Контраст изображения и определяющие его факторы.

2.3. Общие сведения об устройстве прибора. Регулирование увеличения. Представления о разрешающей способности.

2.4. Препарирование образцов для исследования. Подготовка нанодисперсных объектов к исследованию; прямое препарирование. Подготовка массивных объектов к исследованию методами ЭГ и ПЭМ. Использование метода реплик в просвечивающей электронной микроскопии. Сочетание прямых и косвенных методов препарирования для исследования гетерогенных систем. Выбор методики препарирования в зависимости от природы и микроструктуры исследуемых объектов. Влияние методики препарирования на контраст изображения, разрешающую способность реплик, характер получаемой информации.

2.5. Обработка и интерпретация результатов ПЭМ исследования. Определение размеров частиц. Виды гистограмм и их выбор для обработки данных в зависимости от характера исследуемых объектов и цели исследования.

Список литературы

1. Вест А. Химия твердого тела. Теория и приложения. Ч.1. М. Мир. 1988. 556 с.

2. Кнотько А. В., Пресняков И.А., Третьяков Ю.Д. Химия твердого тела: Учеб. пособие для студентов вузов / А. В. Кнотько, И. А. Пресняков, Ю. Д. Третьяков. М.: Академия, 2006. 304 с.
3. Лукьянович В.М. Электронная микроскопия в физико-химических исследованиях. М. АН СССР. 1960.
4. Миркин Л.И. Рентгеноструктурный анализ: Справочное пособие. М. 1976.
5. Оджаев В.Б., Свиридов Д.В., Карпович И.А., Понарядов В.В. Современные методы исследования конденсированных материалов. Минск: БГУ, 2003. 82 с.
6. Помогайло А.Д., Розенберг А.С., Уфлянд И.Е. Наночастицы металлов в полимерах. М.: Химия, 2000. 672 с.
7. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. Учебник для вузов. М. Металлургия. 1982. 632 с.
8. Шиммель Г. Методика электронной микроскопии. М. Мир. 1972.
9. Эндрюс К., Дайсон Д., Киоун С. Электронограммы и их интерпретация. М. Мир. 1971. 300 с.

Рабочая программа курса «Нанохимия», раздел «Сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия, электронография, рентгеноспектральный микроанализ» для специализации «Химия твердого тела»

Спецкурс идет параллельно общему курсу «Нанохимия». Студенты группы ХТТ, изучившие методы ЭГ и ПЭМ на 3-м курсе, занимаются по своей программе, но с тем же, что и у остальных студентов, количеством часов

Лекции 4 ч, лабораторные работы 14 ч, практические занятия 4 ч, семинарские занятия 4 ч, контрольная работа, коллоквиум.

Лекция 1. Возможности и ограничения метода ПЭМ. Сканирующая (растровая) электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ.

План лекции

1. Предельное разрешение электронного микроскопа, поле зрения, глубина резкости электронного изображения.
2. Факторы, определяющие контраст изображения
3. Светлопольное и темнопольное изображения, получаемая информация. Картины Муара и их использование при исследовании твердых тел.
4. Физические явления и радиационно-химические превращения в твердых телах под действием электронов. Их учет и использование при проведении ПЭМ исследований.
5. Препарирование и просмотр образцов для выявления их дефектной структуры методом ПЭМ.

Лекция 2. Метод сканирующей (растровой электронной микроскопии) и микрорентгеноспектральный анализ.

1. Механизмы взаимодействия электронов с веществом: упругое отражение, возбуждение электронов внешних электронных оболочек с испусканием вторичных электронов.
2. Устройство и принцип действия сканирующего электронного микроскопа. Диапазон увеличений. Разрешающая способность и определяющие ее факторы.
3. Микрорентгеноспектральный анализ. Принцип формирования спектра. Качественный химический (элементный) анализ вещества.
4. Количественный элементный анализ. Роль стандартов в микрорентгеноспектральном анализаторе.
5. Особенности исследования наноструктурированных систем. Выявление размеров, формы частиц, текстуры поверхности, дефектов кристаллической решетки. Изучение процессов выделения новых фаз, фазовых переходов

Лабораторная работа 1. Влияние метода препарирования наноструктурированных объектов на получаемую информацию. Интерпретация результатов ПЭМ исследования гетерогенных систем.

Лабораторная работа 2. Индивидуальная исследовательская работа по заданию преподавателя или по теме курсовой работы.

Семинар 1. Препарирование образцов для просвечивающей электронной микроскопии и электронографии. Выбор методики препарирования в зависимости от природы и микроструктуры исследуемых объектов. Влияние методики препарирования на контраст изображения, разрешающую способность реплик, характер получаемой информации. Влияние толщины объекта на характер получаемой информации. Выявление дефектной структуры твердых тел методом ПЭМ.

Семинар 2. Метод СЭМ и рентгеноспектральный анализ. Подготовка образцов, методика получения и интерпретации информации. Качественный и количественный химический анализ элементного состава вещества методами электронной микроскопии. Локальный анализ. Изучение процессов выделения новых фаз, фазовых переходов.

Практическая работа 1. Обработка результатов ПЭМ исследования.

Практическая работа 2. Обработка результатов СЭМ исследования и микрорентгеноспектрального анализа твердофазных систем.

Коллоквиум. Устройство и принцип действия электронного микроскопа просвечивающего типа. Режим электронографии. Диапазон увеличений, разрешающая способность. Устройство и принцип действия сканирующего микроскопа и микрорентгеноспектрального анализатора. Информация, получаемая с учетом вклада вторичных и отраженных электронов. Особенности исследования микрогетерогенных систем, локальный анализ. Информация, получаемая при изменении наклона образца. Факторы, определяющие выбор методики препарирования и влияние методики на характер получаемой информации.

ПРОГРАММА

курса «Нанохимия», раздел «Сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия, электронография, рентгеноспектральный микроанализ» для специализации «Химия твердого тела»

Спецкурс идет параллельно общему курсу «Нанохимия». Студенты группы ХТТ, изучившие методы ЭГ и ПЭМ на 3-м курсе, занимаются по своей программе с тем же, что и у остальных студентов, количеством часов

Лекции 4 ч, лабораторные работы 14 ч, практические занятия 4 ч, семинарские занятия 4 ч, контрольная работа, коллоквиум.

Пояснительная записка

Раздел «Методы исследования наноструктур: раздел «Сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия, электронография, рентгеноспектральный микроанализ» просвечивающая электронная микроскопия и электронография» представляет собой часть дисциплины химического цикла «Нанохимия». Его изучение призвано обеспечить подготовку в области исследования микроструктуры, морфологии и фазового состава твердофазных веществ, в том числе нанодисперсных объектов, представляющих собой золи, порошки, тонкие пленки и массивные наноструктурированные образцы.

В соответствии с научно-прикладным характером науки «Нанохимия» целью данной части учебной дисциплины является:

– получение студентами фундаментальных физико-химических знаний и представлений о природе взаимодействия электронов с твердыми телами, эффектах, сопровождающих это взаимодействие и использовании этих эффектов для получения информации о фазовом составе вещества, форме, размерах и взаимном расположении частиц вещества, об особенностях дефектной структуры веществ в твердом состоянии включая моно- и поликристаллические, аморфные, стеклообразные массивные, нанодисперсные вещества и тонкие пленки;

– формирование у студентов научного мировоззрения, навыков и умений для проведения научных исследований с применением современных инструментальных методов, умений грамотной постановки задачи, подготовки объектов для проведения исследований методами электронной микроскопии и электронографии и интерпретации полученных результатов, что необходимо для подготовки специалистов-исследователей, инженеров-разработчиков новых технологий и технологов, управляющих производственными процессами в сферах электронной промышленности, металлургии, гальванотехники, производства строительных материалов, керамики, стекла, люминофоров, катализаторов и др.;

– подготовка студентов к последующему выполнению курсовых и дипломных работ, магистерских и кандидатских диссертаций.

Успешное изучение данной части курса предусматривает освоение студентами предшествующих дисциплин учебного плана, таких как «Физика» (электричество, оптика), «Физическая химия», «Химия твердого тела» и др.

Выпускник университета, усвоивший раздел «Электронная микроскопия и электронография» **должен**

знать:

– эффекты, возникающие при взаимодействии быстрых электронов с веществом и способы их использования для получения информации о фазовом составе, микроструктуре твердотельных объектов, морфологии поверхности, размерах и взаимном расположении частиц вещества, об особенностях дефектной структуры веществ в твердом состоянии;

– принципы получения электронограмм и электронномикроскопических изображения и влиянии разных факторов на их качество;

– принципы подготовки объектов к проведению исследований методами просвечивающей электронной микроскопии и электронографии;

уметь:

– ставить задачу исследования;

– препарировать образцы разными способами в зависимости от их природы, морфологии и задачи исследования;

– обрабатывать полученную информацию, описывать результаты проведенного исследования

Необходимым условием успешного усвоения дисциплины «Химия твердого тела» является систематический контроль знаний студентов в течение всего семестра. Он осуществляется в форме коллоквиумов по основным темам курса, составления отчетов по лабораторным работам, самостоятельных и контрольных работ на практических занятиях, опроса на семинарских занятиях, сдачи коллоквиумов. Для общей оценки качества усвоения студентами учебного материала рекомендуется использование рейтинговой системы.

Индивидуальная работа со студентами проводится в процессе выполнения ими многовариантных лабораторных, практических, самостоятельных и контрольных работ, сдачи коллоквиумов.

Содержание программы

1. Просвечивающая электронная микроскопия, решаемые задачи, возможности, ограничения.

1.1. Предельное разрешение электронного микроскопа, поле зрения, глубина резкости электронного изображения, факторы, определяющие эти характеристики.

1.2. Факторы, определяющие контраст изображения

1.3. Светлопольное и темнопольное изображения, получаемая информация. Картины Муара и их использование при исследовании твердых тел.

1.4. Физические явления и радиационно-химические превращения в твердых телах под действием электронов. Их учет и использование при проведении ПЭМ исследований.

1.5. Особенности препарирования нанодисперсных и массивных наноструктурированных объектов для ПЭМ исследования. Комбинированные методы препарирования.

1.6. Выявление дефектной структуры образцов методом ПЭМ.

1.7. Влияние метода препарирования наноструктурированных объектов на получаемую информацию. Выбор методики препарирования в зависимости от природы и микроструктуры исследуемых объектов. лияние методики препарирования на контраст изображения, разрешающую способность реплик, характер получаемой информации. Влияние толщины объекта на характер получаемой информации.

1.8. Выявление дефектной структуры твердых тел методом ПЭМ.

2. Сканирующая (растровая) электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ.

2.1. Механизмы взаимодействия электронов с веществом: упругое отражение, возбуждение электронов внешних электронных оболочек с испусканием вторичных электронов.

2.2. Устройство и принцип действия сканирующего электронного микроскопа. Диапазон увеличений. Разрешающая способность и определяющие ее факторы. Информация, получаемая с учетом вклада вторичных и отраженных электронов.

2.3. Подготовка образцов к СЭМ исследованию и получаемая при исследовании информация. Возможности исследования морфологии поверхности, получения сведений и фазах в гетерогенных системах, о дефектной структуре образцов.

2.4. Микрорентгеноспектральный анализ. Принцип формирования спектра. Качественный химический (элементный) анализ вещества.

2.5. Количественный элементный анализ. Роль стандартов.

2.6. Особенности исследования наноструктурированных систем. Выявление размеров, формы частиц, текстуры поверхности, дефектов кристаллической решетки. Изучение процессов выделения новых фаз, фазовых переходов.

2.7. Подготовка образцов к микрорентеноспектральному исследованию. Методика получения и интерпретации информации.

2.8. Локальный качественный и количественный элементный анализ. Изучение процессов выделения новых фаз, фазовых переходов.

Список литературы

1. Батырев В. А. Рентгеноспектральный электроннозондовый микроанализ. М.: Металлургия, 1982. 152 с.
2. Вест А. Химия твердого тела. Теория и приложения. Ч.1. М. Мир. 1988. 556 с.
3. Кнотько А. В., Пресняков И.А., Третьяков Ю.Д. Химия твердого тела: Учеб. пособие для студентов вузов / А. В. Кнотько, И. А. Пресняков, Ю. Д. Третьяков. М.: Академия, 2006. 304 с.
4. Лукьянович В.М. Электронная микроскопия в физико-химических исследованиях. М. АН СССР. 1960.
5. Миркин Л.И. Рентгеноструктурный анализ: Справочное пособие. М. 1976.
6. Морис Ф., Мени Л., Тискье Р. Микроанализ и растровая электронная микроскопия. М.: Металлургия, 1985. 408 с.
7. Оджаев В.Б., Свиридов Д.В., Карпович И.А., Понарядов В.В. Современные методы исследования конденсированных материалов. Минск: БГУ, 2003. 82 с.
8. Помогайло А.Д., Розенберг А.С., Уфлянд И.Е. Наночастицы металлов в полимерах. М.: Химия, 2000. 672 с.
9. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. Учебник для вузов. М. Металлургия. 1982. 632 с.
10. Шиммель Г. Методика электронной микроскопии. М. Мир. 1972.
11. Эндрюс К., Дайсон Д., Киоун С. Электронограммы и их интерпретация. М. Мир. 1971. 300 с.