

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО:

И.о. декана

А. С. Князев

Оценочные материалы по дисциплине

Структурные методы исследования материалов

по специальности

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия

Специализация:

Фундаментальная и прикладная химия

Форма обучения

Очная

Квалификация

Химик / Химик-специалист. Преподаватель химии

Год приема

2024

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

В.В. Шелковников

Председатель УМК

В.В. Шелковников

Томск – 2024

1. Компетенции и индикаторы их достижения, проверяемые данными оценочными материалами

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

ОПК-1. Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений в различных областях химии;

ОПК-2. Способен проводить синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследовать процессы с их участием;

ПК-1. Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках;

ПК-2. Способен на основе критического анализа результатов НИР и НИОКР оценивать перспективы их практического применения и продолжения работ в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках;

ПК-6. Способен осуществлять контроль качества сырья, компонентов и выпускаемой продукции химического назначения, проводить паспортизацию товарной продукции.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

РООПК 1.2 Умеет систематизировать и интерпретировать результаты экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии

РООПК 1.3 Умеет грамотно формулировать заключения и выводы по результатам работы

РООПК 2.2 Знает теоретические основы методов изучения состава, структуры и свойств для грамотного выбора метода исследования

РООПК 2.3 Умеет проводить стандартные синтезы по готовым методикам, выполнять стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов, а также использовать серийное научное оборудование для изучения их свойств

РОПК 1.2 Умеет выбирать экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи, используя достижения современной химической науки, и исходя из имеющихся, материальных, информационных и временных ресурсов.

РОПК 2.2 Умеет определять возможные направления развития работ и перспективы практического применения полученных результатов

РОПК 6.1 Умеет выполнять стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции химического производства

2. Оценочные материалы текущего контроля и критерии оценивания

Элементы текущего контроля:

8 тестовых заданий;

– 2 устных коллоквиума;

– 7 практических работ.

Виды оценочных средств

№	Контролируемые темы/разделы	Наименование оценочного средства для текущего контроля	Код индикатора достижения компетенции согласно ОПП
1	Тема 1. Растровая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ.	Тест 1, 2 Коллоквиум 1 Практические работы 1, 2	РООПК 1.2 РООПК 1.3 РООПК 2.2 РООПК 2.3 РОПК 1.2 РОПК 2.2 РОПК 6.1
2	Тема 2. Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ).	Тест 3	РООПК 1.2 РООПК 1.3
3	Тема 3. Введение в дифракцию и история открытия дифракции рентгеновских лучей.	Тест 4	РООПК 1.2 РООПК 1.3
4	Тема 4. Основы кинематической теории рассеяния рентгеновских лучей.	Тест 5 Коллоквиум 2 Практические работы 3, 4	РООПК 1.2 РООПК 1.3 РООПК 2.2 РООПК 2.3 РОПК 1.2 РОПК 2.2 РОПК 6.1
5	Тема 6. Основные этапы рентгеноструктурного анализа.	Тест 6 Практическая работа 5	РООПК 1.2 РООПК 1.3 РООПК 2.3 РОПК 6.1
6	Тема 7. Рентгеноструктурный анализ поликристаллов.	Тест 7, 8 Практические работы 6, 7	РООПК 1.2 РООПК 1.3 РООПК 2.3 РОПК 6.1

Содержание оценочных средств

Примеры тестовых заданий (РООПК 2.2, РОПК 1.2, РОПК 2.2)

- Факторы, учитываемые в методе Ритвельда, которые могут влиять на повышение фона
 - недостаточная кристалличность исследуемой пробы
 - отсутствие аморфной составляющей в изучаемом образце
 - высокосимметричная структура
- Интегральная ширина профиля дифракционной линии обратно пропорциональна
 - размеру кристаллитов
 - длине волны рентгеновского излучения
 - коэффициенту Шерера
- Вторичный монохроматор обеспечивает разделение
 - K_{α} и K_{β} линий
 - $K_{\alpha 1}$ и $K_{\alpha 2}$ линий
 - K_{α} и K_{γ} линий
- Для метода Ритвельда верно (выберите несколько ответов)

- A. применяется для уточнения структуры по порошковым данным
- B. уточняется с помощью нелинейного МНК
- C. используются интегральные интенсивности рефлексов
- D. не используются независимые измерения интенсивности

4. В понятие структурной модели входит (выберите несколько ответов)

- A. параметры элементарной ячейки
- B. координаты атомов
- C. координационные числа атомов
- D. тепловые параметры
- E. интенсивность дифракционных максимумов

5. На повышение фона дифрактограммы влияет (выберите несколько ответов)

- A. рассеяние в окружении образца
- B. высокая степень кристалличности образца
- C. аморфная составляющая в образце
- D. длина волны рентгеновского излучения

6. Для каждого вещества при заданной длине волны набор интенсивностей отражений I_{hkl} и соответствующих им межплоскостных расстояний d_{hkl} оказывается характеристичным, что позволяет провести _____ анализ образца

7. В I-решетке выполняется условие погасания

- A. $h+k+l=2n$
- B. $h+k+l=n$
- C. $2h+k+l=n$
- D. $h+k+l=3n$

8. Назовите принципиальное различие методов сканирующей туннельной и атомно-силовой микроскопии

- A. в атомно-силовом микроскопе отслеживается непосредственно рельеф поверхности на атомном уровне, а в сканирующей туннельной микроскопии измеряется туннельный ток между острием прибора и поверхностью образца
- B. туннелирование электронов в случае атомно-силовой микроскопии происходит при гораздо меньшей разности потенциалов
- C. измерения методом сканирующей туннельной микроскопии должны проводиться в вакууме, а методом атомно-силовой микроскопии возможно и при атмосферном давлении
- D. в методе сканирующей туннельной микроскопии используется металлический зонд, а в методе атомно-силовой микроскопии используется кремниевый зонд

9. При использовании микрорентгеноспектрального анализа невозможно определить элементы с порядковым номером ... и меньше (запишите цифру)

10. Сканирующая зондовая микроскопия — это метод исследования поверхности, основанный на взаимодействии

- A. микрозонда с поверхностью образца
- B. вторичных электронов с поверхностью образца
- C. отраженных электронов с поверхностью образца
- D. X-лучей с поверхностью образца

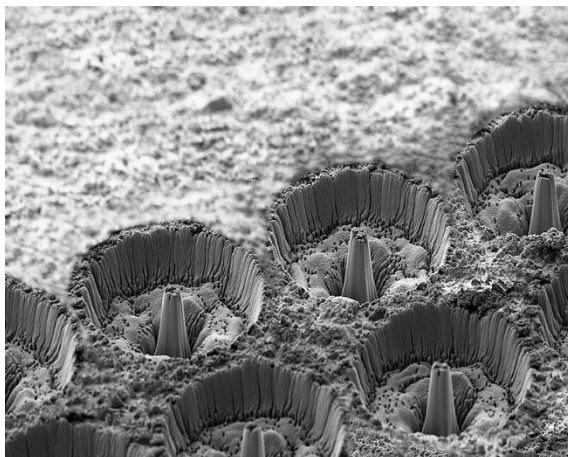
Вопросы для подготовки к коллоквиуму №1 по теме «Сканирующая электронная микроскопия. Микрорентгеноспектральный анализ» (РООПК 2.2, РОПК 1.2, РОПК 2.2)

1. Физические принципы взаимодействия электронного пучка с образцом. Основные регистрируемые сигналы.
2. Физические основы растровой электронной микроскопии. Формирование изображения в первичных и вторичных электронах.
3. Общая функциональная схема сканирующего электронного микроскопа. Основные узлы СЭМ и их характеристика. Разрешающая способность микроскопа и факторы, влияющие на неё.
4. Устройство и работа растрового электронного микроскопа. Возможности современных микроскопов.
5. Управляющие параметры для создания изображения в сканирующем электронном микроскопе: ускоряющее напряжение, рабочее расстояние, зондовый поток, размер диафрагмы.
6. Физические основы рентгеноспектрального микроанализа. Тормозное и характеристическое рентгеновское излучение. Закон Мозли. Количественный рентгеноспектральный микроанализ.
7. Технические возможности рентгено-спектрального микроанализатора. Локальность и чувствительность метода. Подготовка объектов для исследования и требования к ним. Области применения РСМА.
8. Принципы и разновидности РСМА: два варианта регистрации спектров энергодисперсионная спектроскопия (EDX) и спектроскопия с волновой дисперсией (WDX), сравнение двух методик.
9. Устройство и работа рентгеноспектрального микроанализатора. Спектрометры волновой дисперсии и энергетический дисперсионный спектрометр.

Пример билета коллоквиума №1

Вариант 1

1. Общая функциональная схема сканирующего электронного микроскопа. Основные узлы СЭМ и их характеристика. Разрешающая способность микроскопа и факторы, влияющие на неё.
2. Технические возможности рентгено-спектрального микроанализатора. Локальность и чувствительность метода. Подготовка объектов для исследования и требования к ним. Области применения РСМА.
3. Проанализируйте данные сканирующей электронной микроскопии:



Критерии оценивания коллоквиума №1

Коллоквиум проводится преподавателем, ведущим практические занятия по дисциплине. Во время сдачи коллоквиума обучающиеся могут пользоваться рабочей

программой дисциплины. Время подготовки ответа должно составлять не менее 30 минут (по желанию обучающегося ответ может быть досрочным). Время ответа – не более 15 минут. Преподавателю предоставляется право задать дополнительные вопросы в рамках текущего раздела программы. Оценка результатов устного коллоквиума объявляется сразу после окончания ответа.

Коллоквиум оценивается в 25 баллов.

Вопросы 1 и 2. Максимальная оценка 10 баллов.

10-9 баллов – ответ полный, краткий, правильный ответ, изложенный грамотным химическим языком, студент владеет терминологией, имеет четкое представление об излагаемом вопросе.

8-7 баллов – ответ полный, краткий, правильный ответ, изложенный грамотным химическим языком, студент владеет терминологией, имеет некоторые недочеты в представлении об излагаемом вопросе.

6-5 баллов – ответ неполный, правильный ответ, изложенный грамотным химическим языком, студент владеет терминологией.

4-3 балла – ответ неполный, изложен без четкого знания терминологии.

2-1 балл – ответ неполный, изложен без четкого знания терминологии, имеет существенные искажения правильности изложения материала.

0 баллов – нет ответа.

Вопрос 3. Максимальная оценка 5 баллов.

5 баллов – уверенно применяет теоретические знания для описания результатов СЭМ (или МРСА), грамотно использует научную терминологию, имеет четкое представление об излагаемом вопросе.

4 балла – уверенно применяет теоретические знания для описания результатов СЭМ (или МРСА), грамотно использует научную терминологию, имеет некоторые недочеты об излагаемом вопросе.

3 балла – ответ неполный, но правильный ответ, изложенный грамотным языком, студент владеет терминологией, отвечает после наводящих вопросов преподавателя.

2 балла – ответ неполный, есть ошибки в описании результатов эксперимента, которые обучающийся исправляет после вопроса преподавателя.

1 балл – ответ практически отсутствует, после вопросов преподавателя студент формулирует некоторые основные результаты.

0 баллов – нет ответа.

Вопросы для подготовки к коллоквиуму №2 по теме «Основы кинематической теории рассеяния рентгеновских лучей. Основные этапы рентгеноструктурного анализа» (РООПК 2.2, РОПК 1.2, РОПК 2.2)

1. Рентгеновская трубка (устройство). Генерация излучения в рентгеновской трубке. Спектр рентгеновской трубки.

2. Рентгеновский диапазон длин волн. Параметры рентгеновских волн. Рассеяние рентгеновских лучей (упругое (когерентное) и неупругое (комптоновское) рассеяние).

3. Условия дифракции на пространственной решетке по Лауэ, уравнения Лауэ (с выводом).

4. Дифракция рентгеновских лучей как отражение от кристаллографических плоскостей. Формула Вульфа – Брегга (с выводом)

5. Понятие обратной решетки и её свойства, вывод уравнения Вульфа-Брегга с использованием понятия обратной решетки.

6. Сфера Эвальда (определение, связь с дифракционной картиной).

7. Интерференционное уравнение (с выводом).

8. Интенсивность дифракционных максимумов (характер поляризации рентгеновской волны (поляризационный фактор Р), кинематическая схема прибора (фактор Лоренца L), степень поглощения рентгеновских лучей в кристалле (адсорбционный фактор

А), степень совершенства кристалла (первичная и вторичная экстинкции E_{hkl}), текстура (T_{hkl}), фактор повторяемости (ρ_{hkl}), температурный фактор, структурный фактор).

9. Методы получения дифракционного эффекта (объяснение возможных способов, на основании условий Лауэ).

10. Представление экспериментальных данных. Шкала интенсивностей, шкала углов. Информация, извлекаемая из рентгенограммы кристаллов.

11. Обработка экспериментальных данных. Определение положения дифракционных максимумов. Качественный фазовый анализ. Подходы к количественному фазовому анализу.

12. Определение и уточнение параметров решетки. Анализ уширения дифракционных линий. Формула Шерера, её ограничения. Уширение, обусловленное микронапряжениями. Метод Вильямсона-Холла.

Пример билета коллоквиума №2

Вариант 1

1. Рентгеновская трубка (устройство). Генерация излучения в рентгеновской трубке. Спектр рентгеновской трубки.

2. Интенсивность дифракционных максимумов (характер поляризации рентгеновской волны (поляризационный фактор Р), кинематическая схема прибора (фактор Лоренца L), степень поглощения рентгеновских лучей в кристалле (адсорбционный фактор А), степень совершенства кристалла (первичная и вторичная экстинкции E_{hkl}), текстура (T_{hkl}), фактор повторяемости (ρ_{hkl}), температурный фактор, структурный фактор).

Критерии оценивания коллоквиума №2

Коллоквиум проводится преподавателем, ведущим практические занятия по дисциплине. Во время сдачи коллоквиума обучающиеся могут пользоваться рабочей программой дисциплины. Время подготовки ответа должно составлять не менее 30 минут (по желанию обучающегося ответ может быть досрочным). Время ответа – не более 15 минут. Преподавателю предоставляется право задать дополнительные вопросы в рамках текущего раздела программы. Оценка результатов устного коллоквиума объявляется сразу после окончания ответа.

Коллоквиум оценивается в 25 баллов.

Вопросы 1 и 2. Максимальная оценка 13 (12) баллов.

13 (12)-10 баллов – ответ полный, краткий, правильный ответ, изложенный грамотным химическим языком, студент владеет терминологией, имеет четкое представление об излагаемом вопросе.

9-8 баллов – ответ полный, краткий, правильный ответ, изложенный грамотным химическим языком, студент владеет терминологией, имеет некоторые недочеты в представлении об излагаемом вопросе.

6-5 баллов – ответ неполный, правильный ответ, изложенный грамотным химическим языком, студент владеет терминологией.

4-3 балла – ответ неполный, изложен без четкого знания терминологии.

2-1 балл – ответ неполный, изложен без четкого знания терминологии, имеет существенные искажения правильности изложения материала.

0 баллов – нет ответа.

Практические работы (РООПК 1.2, РООПК 1.3, РООПК 2.2, РООПК 2.3, РОПК 1.2, РОПК 2.2, РОПК 6.1)

Практическая работа 1. Анализ проводящего образца методами РЭМ и МРСА.

Практическая работа 2. Анализ непроводящего образца методами РЭМ и МРСА.

Самостоятельная работа на приборе: сканирующий электронный микроскоп Hitachi TM 3000 с приставкой для энергодисперсионного микроанализа Quantax-70

Цель работы: методами РЭМ и МРСА провести качественный и количественный анализ проводящего и непроводящего образца.

Задачи:

- получить СЭМ-изображения поверхности образцов и определить размеры частиц;
- провести качественный и количественный МРСА.

Критерии оценивания практических работ 1 и 2.

По каждой практической работе выполняется:

1) отчет, содержащий: дату, тему, цель и задачи работы, краткое теоретическое введение, описание порядка выполнения работы и представление результатов с подробным их анализом;

2) презентация основных результатов, которая защищается в форме доклада на практическом занятии.

Отчет и презентация оцениваются отдельно. Максимальный балл – $5+5 = 10$ баллов, для зачета каждой части работы необходимо набрать 3 балла.

5 баллов, материалы грамотно оформлены, сформулированы цели и задачи исследования, выводы соответствуют цели и задачам, студент полностью владеет научной терминологией и знает теоретический материал по теме работы.

4 балла, материалы грамотно оформлены, сформулированы цели и задачи исследования, выводы соответствуют цели и задачам, студент полностью владеет научной терминологией и знает теоретический материал по теме работы, но есть некоторые недочеты, которые студент исправляет после замечаний преподавателя.

3 балла, материалы грамотно оформлены, сформулированы цели и задачи исследования, выводы соответствуют цели и задачам, студент полностью владеет научной терминологией и знает теоретический материал по теме работы, но есть некоторые недочеты.

Практическая работа 3. Качественный фазовый анализ вещества. Определение параметра элементарной ячейки кристалла кубической сингонии.

Цель работы: по данным рентгенофазового анализа определить фазовый состав и параметр элементарной ячейки кристаллах кубической сингонии.

Задачи:

- определить индексы отражающих плоскостей вещества кубической сингонии;
- определить фазовый состав вещества кубической сингонии;
- установить тип решётки Бравэ и рассчитать её параметр;
- рассчитать число формульных единиц в элементарной ячейке.

Практическая работа 4. Определение размеров кристаллитов и наличия микронапряжения методами Шеррера и Вильямсона-Холла.

Цель: по данным рентгенофазового анализа определить область когерентного рассеяния и наличие микронапряжений в кристалле.

Задачи:

- определить размер области когерентного рассеяния по уравнению Шеррера;
- оценить ОКР и микронапряжения методом Вильямсона-Холла:
 - а) в приближении Лоренца
 - б) в приближении Гаусса.

Практическая работа 5. Визуализация кристаллической структуры в программе Vesta.

Цель: найти, проанализировать и визуализировать структурную информацию неорганического соединения (выбор соединения студент делает самостоятельно).

Задачи:

- научиться искать структурную информацию в Базе данных COD (Crystallography Open Database);

– визуализировать структуру в программе Vesta.

Практическая работа 6. Уточнение кристаллической структуры однофазного образца в программе ReX.

Практическая работа. Уточнение кристаллической структуры многофазного образца в программе ReX.

Цель: используя программу ReX, выполнить полнопрофильный дифракционный анализ для однофазного и многофазного образца, определить параметры кристаллической решетки.

Критерии оценивания практических работ 3-4.

По каждой практической работе:

1) выполняется отчет, содержащий: дату, тему, цель и задачи работы, краткое теоретическое введение, описание порядка выполнения работы и представление результатов с подробным их анализом;

2) проводится устное собеседование с преподавателей.

Отчет и устное собеседование оцениваются отдельно. Максимальный балл – 5+5 = 10 баллов, для зачета каждой части работы необходимо набрать 3 балла.

5 баллов, материалы грамотно оформлены, сформулированы цели и задачи исследования, выводы соответствуют цели и задачам, студент полностью владеет научной терминологией и знает теоретический материал по теме работы.

4 балла, материалы грамотно оформлены, сформулированы цели и задачи исследования, выводы соответствуют цели и задачам, студент полностью владеет научной терминологией и знает теоретический материал по теме работы, но есть некоторые недочеты, которые студент исправляет после замечаний преподавателя.

3 балла, материалы грамотно оформлены, сформулированы цели и задачи исследования, выводы соответствуют цели и задачам, студент полностью владеет научной терминологией и знает теоретический материал по теме работы, но есть некоторые недочеты.

3. Оценочные материалы итогового контроля (промежуточной аттестации) и критерии оценивания

Экзаменационный билет состоит из двух теоретических вопросов, проверяющих РООПК 2.2, РОПК 1.2, РОПК 2.2. Продолжительность экзамена 1,5 часа, из них 1 час на подготовку ответа, 30 минут на устный ответ. Ответ на вопросы дается в развернутой форме. Содержание вопросов соответствует содержанию дисциплины (п.8).

РООПК 1,2, РООПК 1,3, РООПК 2,3, РОПК 6.1 проверяются при выполнении практических работ, оцениваются текущим контролем, отраженным в балльно-рейтинговой системе.

Примеры экзаменационных билетов

Экзаменационный билет №1

1. Физические принципы взаимодействия электронного пучка с образцом. Основные регистрируемые сигналы.

2. Условия дифракции на пространственной решетке по Лауэ, уравнения Лауэ (с выводом).

Экзаменационный билет №2

1. Устройство и работа рентгеноспектрального микроанализатора. Спектрометры волновой дисперсии и энергетический дисперсионный спектрометр.

2. Условия дифракции на пространственной решетке по Брэггу, формула Брэгга-Вульфа (с выводом).

Критерии оценивания

Максимальный балл за экзамен – 100, 1 и 2 вопрос оценивается в 50 баллов.

Критерии оценивания 1 и 2 вопросов:

50-42. Полный безошибочный ответ с правильным применением понятий и определений, с грамотным использованием необходимых терминов и понятий.

41-33. Правильный и достаточно полный, не содержащий существенных ошибок ответ. Оценка может быть снижена за отдельные несущественные ошибки.

32-24. Недостаточно полный объем ответа, наличие ошибок и некоторых пробелов в знаниях.

24-16. Неполный объем ответов, наличие ошибок и пробелов в знаниях.

15-0. Отсутствие необходимых знаний, отрывочный, поверхностный ответ.

Итоговая оценка определяется как суммирование баллов за ответы на 2 экзаменационных вопроса.

Результаты дисциплины определяются оценками «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно». Итоговая оценка учитывает результаты экзамена и рейтинга семестра: суммарный рейтинг курса – 260 балла.

Соответствие баллов экзаменационной оценке:

260 – 208 баллов – «отлично» (80%)

207 – 169 баллов – «хорошо» (65%)

168 – 130 баллов – «удовлетворительно» (50%)

менее 130 баллов – «неудовлетворительно»

Информация о разработчиках

Автор программы: Мишенина Людмила Николаевна, канд. хим. наук, доцент, кафедра неорганической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент.

Рецензент: Кузнецова Светлана Анатольевна, канд. хим. наук, доцент, кафедра неорганической химии Национального исследовательского Томского государственного университета, доцент.