

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

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО:

И.о. декана химического факультета
А.С. Князев

Рабочая программа дисциплины

Структурные методы исследования материалов

по направлению подготовки

04.03.01 Химия

Направленность (профиль) подготовки:
«Химия»

Форма обучения
Очная

Квалификация
Бакалавр

Год приема
2023

СОГЛАСОВАНО:
Руководитель ОП
В.В. Шелковников

Председатель УМК
Л.Н. Мишенина

1. Цель и планируемые результаты освоения дисциплины

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

- ОПК-1. Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений;
- ОПК-2. Способен проводить с соблюдением норм техники безопасности химический эксперимент, включая синтез, анализ, изучение структуры и свойств веществ и материалов, исследование процессов с их участием;
- ПК-1. Способен выбирать и использовать технические средства и методы испытаний для решения исследовательских задач химической направленности, поставленных специалистом более высокой квалификации.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

- ИОПК-1.2. Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии.
- ИОПК-1.3. Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности.
- ИОПК-2.3. Проводит стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов на их основе.
- ИОПК-2.4. Проводит исследования свойств веществ и материалов с использованием серийного научного оборудования;
- ИПК-1.1. Планирует отдельные стадии исследования при наличии общего плана НИР.
- ИПК-1.3. Выбирает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных задач НИР.
- ИПК-1.4. Готовит объекты исследования.

2. Задачи освоения дисциплины

- формирование представлений о развитии физико-химических методов исследования неорганических соединений;
- изучение теоретических основ электронной микроскопии, рентгеноспектрального микроанализ (РСМА) и рентгенофазового анализа (РФА);
- знакомство с приборной базой и приобретение практических навыков исследований методами РФА, сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и РСМА;
- овладение навыками интерпретации полученных результатов, в том числе с использованием компьютерных программ для обработки полученной информации.

3. Место дисциплины (модуля) в структуре образовательной программы

Дисциплина относится к Блоку 1 «Дисциплины (модули)»

Дисциплина относится к части образовательной программы, формируемой участниками образовательных отношений, предлагается обучающимся на выбор.

Дисциплина входит в Модуль Неорганическая химия и химическое материаловедение

4. Семестр освоения и форма промежуточной аттестации по дисциплине

Семестр 7, экзамен.

5. Входные требования для освоения дисциплины

Для успешного освоения дисциплины требуются результаты обучения по следующим дисциплинам: неорганическая химия, физическая химия, кристаллохимия, физические методы исследований.

6. Язык реализации

Русский

7. Объем дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 5 з.е., 180 часов, из которых:

– лекции: 32 ч.;

– лабораторные работы: 36 ч.

в том числе практическая подготовка: 36 ч.

Объем самостоятельной работы студента определен учебным планом.

8. Содержание дисциплины, структурированное по темам

Тема 1. Растровая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ.

Классификация основных электронно-микроскопических методик. Основные способы получения электронного пучка, базовые принципы электронной оптики. Характеристики электронного пучка. Физические основы растровой электронной микроскопии. Формирование изображения в первичных и вторичных электронах. Спектроскопия характеристических потерь в первичных и вторичных электронах.

Устройство и работа растрового электронного микроскопа. Возможности современных микроскопов. Совместное использование электронного и ионного пучка. Низковакуумные микроскопы. Подготовка объектов для исследований и особые требования к ним. Области применения РЭМ.

Природа и характеристики рентгеновского излучения в электронном микроскопе. Принципы и разновидности РСМА: два варианта регистрации спектров – энергодисперсионная спектроскопия (EDX) и спектроскопия с волновой дисперсией (WDX), сравнение двух методик. Качественный и количественный РСМА, основные расчетные схемы количественного микроанализа.

Тема 2. Сканирующая зондовая микроскопия (СЗМ).

Устройство и физические принципы работы сканирующего зондового микроскопа. Сканирующие элементы зондовых микроскопов. Формирование и обработка СЗМ изображений.

Методы сканирующей зондовой микроскопии. Сканирующая туннельная и атомно-силовая микроскопия (АСМ). Методы изготовления и особенности применения различных видов АСМ-зондов. Области применения сканирующей зондовой и атомно-силовой микроскопии.

Тема 3. Введение в дифракцию и история открытия дифракции рентгеновских лучей.

История открытия дифракции рентгеновских лучей. «Дорентгеновская эпоха»: связь формы кристаллов с упаковкой сфер внутри их. Закон постоянства углов и закон кратных отношений. «Послерентгеновская эпоха»: опыты Лауэ, основные виды рентгеновского излучения, методы рентгеновской дифракции, основные области их применения: преимущества и ограничения.

Тема 4. Основы кинематической теории рассеяния рентгеновских лучей.

Рентгеновский диапазон длин волн. Дифракция рентгеновских лучей. Источники рентгеновского излучения (рентгеновские трубки, синхротронное излучение). Рассеяние рентгеновских лучей. Условия дифракции на пространственной решетке по Лауэ и по

Брэггу, формула Брэгга-Вульфа. Обратная решетка. Сфера Эвальда. Интерференционное уравнение. Интенсивность дифракционных максимумов. Атомный фактор рассеяния. Электронная плотность. Структурная амплитуда и структурный фактор. Условия эксперимента: расходимость пучка, поглощение, поляризация. Способы получения дифракционной картины.

Тема 5. Экспериментальная техника порошковой дифракции.

Компоненты дифрактометра. Источники рентгеновского излучения. Спектр лабораторной рентгеновской трубки. К- β фильтры. Детекторы рентгеновского излучения. Схема фокусировки рентгеновского излучения по Брэггу-Брентано. Коллимация рентгеновского излучения. Монохроматоры. Зеркало Гёбеля. Схема с параллельным пучком. Систематические погрешности дифракционного эксперимента: сдвиг нуля, смещение эффективной отражающей плоскости, аксиальная расходимость пучка. Планирование эксперимента в порошковой дифракции.

Тема 6. Основные этапы рентгеноструктурного анализа.

Определение пространственной группы симметрии кристалла по дифракционным данным. Дифракционные классы (Лауэ классы) симметрии. Систематические погасания рефлексов, определение типа ячейки Бравэ и открытых элементов симметрии из условий погасания.

Представление экспериментальных данных. Шкала интенсивностей, шкала углов. Информация, извлекаемая из рентгенограммы кристаллов. Обработка экспериментальных данных. Определение положения дифракционных максимумов. Качественный фазовый анализ. Подходы к количественному фазовому анализу. Определение и уточнение параметров решетки. Анализ уширения дифракционных пиков. Влияние формы и размеров частиц на рентгеновские дифракционные картины. Распределение частиц по размерам. Анализ уширения дифракционных линий. Формула Шерера, её ограничения. Уширение, обусловленное микронапряжениями. Метод Вильямсона-Холла. Расчёт ОКР и микронапряжений методом фундаментальных параметров. Влияние различного рода нарушений кристаллической структуры на порошковую дифракционную картину. Проблема раздельного определения размеров частиц и параметров, характеризующих микродеформации структуры.

Тема 7. Рентгеноструктурный анализ поликристаллов.

Метод Ритвельда и альтернативные методы уточнения кристаллических структур. основное уравнение метода Ритвельда. Способы описания фона. профильная функция для описания рентгеновского максимума. Асимметрия. Преимущественная ориентация (текстура). структурный и температурный факторы. Факторы Лоренца и поляризация. Фактор повторяемости. Факторы расходимости (R-фактор). Выбор стартовой модели. Стратегия уточнения в методе Ритвельда. Корреляционная матрица. Понятие глобального и ложного минимумов. Вопросы однозначности и точности установления модели структуры по порошковым данным.

9. Текущий контроль по дисциплине

Текущий контроль по дисциплине проводится путем контроля посещаемости, оценивания тестов по лекционному материалу, ответов и заданий на семинарских занятиях, проведения двух устных коллоквиумов, включающих теоретические вопросы и практические задания, выполнения и защиты отчётов лабораторных работ и фиксируется в форме контрольной точки не менее одного раза в семестр.

В курсе используется балльно-рейтинговая система оценки знаний.

№	Виды контроля	Максимальное количество баллов
1	Работа на семинарах	25
2	Выполнение тестовых заданий	30

3	Коллоквиум «СЭМ и РСМА»	25
4	Коллоквиум «Основы кинематической теории рассеяния рентгеновских лучей»	25
5	Практические работы	70
6	Рейтинг текущего контроля	175

Для допуска к экзамену необходимо получить оценку текущего контроля знаний и набрать 138 баллов (50% баллов от рейтинга текущего контроля)

10. Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

Экзаменационный билет состоит из двух теоретических вопросов, проверяющих ИОПК-3. 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).

ИОПК-1.2, ИОПК-2.3, ИОПК-2.4, ИПК-1.1, ИПК-1.3, ИПК-1.4 проверяются при выполнении практических работ, оцениваются текущим контролем, отраженным в бально-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 – 393 балла.

Соответствие баллов экзаменационной оценке:

- 275 – 220 баллов – «отлично» (80%)
 219 – 143 баллов – «хорошо» (65%)
 142 – 138 баллов – «удовлетворительно» (50%)
 менее 138 баллов – «неудовлетворительно»

11. Учебно-методическое обеспечение

а) Электронный учебный курс по дисциплине в электронном университете «Moodle» - <https://moodle.tsu.ru/course/view.php?id=21490>

12. Перечень учебной литературы и ресурсов сети Интернет

а) основная литература:

– Рыков С. А. Сканирующая зондовая микроскопия полупроводниковых материалов и наноструктур / С. А. Рыков; Общ. ред. В. И. Ильин, А. Я. Шик – СПб : Наука, 2001. – 52 с.

– Эгертон Р. Ф. Физические принципы электронной микроскопии. Введение в просвечивающую, растровую и аналитическую электронную микроскопию – М : Феникс, 2010. – 304 с.

– Богдан Т. В. Основы рентгеновской дифрактометрии. М. : Изд-во МГУ, 2012. – 64 с.

б) дополнительная литература:

1. Порай-Кошиц М. А. Основы структурного анализа химических соединений. М. : Высш. шк., 1986. – 192 с.

2. Ковба Л. М., Трунов В. К. Рентгенофазовый анализ. – М. : Изд-во МГУ, 1976. – 231 с.

1. Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эчлин П. и др. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ – М. : МИР, 1984. – 303 с.

2. Избранные методы исследования в металловедении / Под ред. Г. Й. Унгера. – М. : Металлургия, 1985. – 408 с.

3. Криштал М. М. Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ – М. : Техносфера, 2009. – 208 с.

в) ресурсы сети Интернет:

– Visualization for Electronic and Structural Analysis (VESTA) <https://jp-minerals.org/vesta/en/>

– ReX powder diffraction <http://www.rexpd.org/>

13. Перечень информационных технологий

а) лицензионное и свободно распространяемое программное обеспечение:

– Microsoft Office Standart 2013 Russian: пакет программ. Включает приложения: MS Office Word, MS Office Excel, MS Office PowerPoint, MS Office OneNote, MS Office Publisher, MS Outlook, MS Office Web Apps (Word Excel MS PowerPoint Outlook);

– публично доступные облачные технологии (Google Docs, Яндекс диск и т.п.).

б) информационные справочные системы:

– Электронный каталог Научной библиотеки ТГУ – <http://chamo.lib.tsu.ru/search/query?locale=ru&theme=system>

– Электронная библиотека (репозиторий) ТГУ – <http://vital.lib.tsu.ru/vital/access/manager/Index>

– ЭБС Лань – <http://e.lanbook.com/>

– ЭБС Консультант студента – <http://www.studentlibrary.ru/>

– Образовательная платформа Юрайт – <https://urait.ru/>

– ЭБС ZNANIUM.com – <https://znanium.com/>

– ЭБС IPRbooks – <http://www.iprbookshop.ru/>

в) профессиональные базы данных (*при наличии*):

– Crystallography Open Database <http://www.crystallography.net/cod/search.html>

14. Материально-техническое обеспечение

Аудитории для проведения занятий лекционного типа.

Аудитории для проведения занятий семинарского типа, индивидуальных и групповых консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации.

Помещения для самостоятельной работы, оснащенные компьютерной техникой и доступом к сети Интернет, в электронную информационно-образовательную среду и к информационным справочным системам.

Лаборатории, оборудованные сканирующим электронным микроскопом Hitachi TM 3000 с приставкой для энергодисперсионного микроанализа Quantax-70 и рентгеновским дифрактометром Rigaku MiniFlex 600.

15. Информация о разработчиках

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