

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

Химический факультет



УТВЕРЖДАЮ:

И.о. декана химического факультета

И.С. А.С. Князев

« 26 » августа 2022 г.

Рабочая программа дисциплины

**Структурные методы исследования материалов**

специальности

**04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия**

специализация:

**Фундаментальная и прикладная химия**

Форма обучения

**Очная**

Квалификация

**Химик. Преподаватель химии**

Год приема

**2022**

Код дисциплины в учебном плане: Б1.В.ДВ.01.02.02

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП

В.В. Шелковников В.В. Шелковников

Председатель УМК

В.В. Хасанов В.В. Хасанов

Томск – 2022

## **1. Цель и планируемые результаты освоения дисциплины**

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

– ОПК-1. Способен анализировать, интерпретировать и обобщать результаты экспериментальных и расчетно-теоретических работ химической направленности.

– ОПК-2. Способен проводить химический эксперимент с использованием современного оборудования, соблюдая нормы техники безопасности.

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

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

ИОПК-1.1. Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений, а также результаты расчетов свойств веществ и материалов.

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-2.1. Работает с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности.

ИОПК-2.2. Использует существующие и разрабатывает новые методики получения и характеристики веществ и материалов для решения задач профессиональной деятельности.

ИОПК-2.3. Проводит исследования свойств веществ и материалов с использованием серийного научного оборудования.

ИПК-1.1. Разрабатывает стратегию научных исследований, составляет общий план и детальные планы отдельных стадий.

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

ИПК-6.1. Выполняет стандартные операции на высокотехнологическом оборудовании для характеристики сырья, промежуточной и конечной продукции химического производства.

## **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 навыков 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 части образовательной программы, формируемой участниками образовательных отношений, предлагается обучающимся на выбор. Дисциплина входит в модуль Неорганическая химия и химия материалов.

#### **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- $\beta$  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 ОПК-1. Продолжительность экзамена 1,5 часа, из них 1 час на подготовку ответа, 30 минут на устный ответ. Ответ на вопросы даётся в развёрнутой форме. Содержание вопросов соответствует содержанию дисциплины (п.8).

ИОПК-1.1, ИОПК-1.2, ИОПК-2.2, ИОПК-2.3, ИПК-1.1, ИПК-1.2, ИПК-6.1 проверяются при выполнении практических работ, оцениваются текущим контролем, отражённым 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 – 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 On-eNote, 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.