

Министерство науки и высшего образования РФ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«СИБИРСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

Б1.В.ДВ.03.01 Кристаллография, рентгенография и
электронная микроскопия

наименование дисциплины (модуля) в соответствии с учебным планом

Направление подготовки / специальность

22.03.01 Материаловедение и технологии материалов

Направленность (профиль)

22.03.01.32 Физико-химия материалов и процессов

Форма обучения

очная

Год набора

2022

Красноярск 2023

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)

Программу составили _____

Д-р. физ.-мат. наук, Профессор, Якимов И.С.

должность, инициалы, фамилия

1 Цели и задачи изучения дисциплины

1.1 Цель преподавания дисциплины

Кристаллография является одним из базовых разделов наук о материалах, а рентгенография и электронная микроскопия – важнейшими экспериментальными методами исследования и диагностики, имеющими большое практическое значение в материаловедении и многих др. отраслях науки и техники. Предметом дисциплины является кристаллическое строение вещества и дифракционные и электронно-микроскопические методы его исследования.

Целью изучения дисциплины является:

овладение подходами и теоретическими основами геометрической и структурной кристаллографии, экспериментальными методами рентгеновского дифракционного анализа и электронной микроскопии.

1.2 Задачи изучения дисциплины

Задачей изучения дисциплины является формирование компетенций и навыков, позволяющих проводить исследования фазового состава, кристаллического строения и атомной структуры твердофазных веществ и материалов методами рентгенографии и электронной микроскопии.

1.3 Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине (модулю), соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Запланированные результаты обучения по дисциплине
ПК-5: Способен выполнять эксперименты и обработку их результатов по созданию, исследованию и выбору материалов, оценке их технологических и служебных качеств путем анализа их структуры и свойств, механических, коррозионных и других испытаний	
ПК-5.1: Выполняет комплексные исследования и испытания при изучении материалов и изделий, включая стандартные и сертификационные испытания	Знать основные закономерности атомно-кристаллического строения материалов на основе фундаментальных знаний в области кристаллографии. Знать основные закономерности атомно-кристаллического строения вещества, отражающие внутреннее строение и свойства кристаллических структур и их связь с химической природой вещества. Уметь самостоятельно выбирать и использовать на практике источники структурной информации, в т.ч. базы структурных данных, и современные методы исследования кристаллического строения материалов в профессиональной сфере деятельности. Уметь выбирать адекватные экспериментальные методы исследования структурной информации, визуализировать и анализировать полученную кристаллоструктурную информацию.

	<p>Владеть навыками решения производственных и (или) исследовательских материаловедческих задач, стандартных и сертификационных испытаний материалов, связанных с исследованием фазового состава и кристаллического строения материалов.</p>
<p>ПК-5.2: Выполняет эксперименты и оформляет результаты исследований и разработок, анализирует результаты комплексных исследований и испытаний при изучении материалов (изделий)</p>	<p>Знать основы теории дифракционных методов исследования, анализа, диагностики и моделирования свойств кристаллических веществ (материалов). Знать экспериментальные методы исследования фазового состава многофазных материалов. Уметь разрабатывать и применять экспериментальные методики для исследования фазового состава и структуры многофазных материалов. Уметь калибровать приборы для проведения лабораторного анализа проб (образцов) сырья и полуфабрикатов градуировочными методами РФА. Владеть методиками отбора и подготовки проб (образцов) сырья и полуфабрикатов на разных стадиях производства.</p>
<p>ПК-5.3: Применяет компьютерное программное обеспечение для обработки результатов и анализа данных исследования и контроля качества материалов, пленок и покрытий, полуфабрикатов, заготовок, деталей и изделий</p>	<p>Знать современное компьютерное программное обеспечение рентгеновских дифракционных методов исследования, анализа и контроля качества кристаллических веществ и многофазных материалов, покрытий, полуфабрикатов. Знать современное информационное обеспечение (компьютерные базы данных PDF, ICSD, COD) для исследования фазового состава и кристаллической структуры материалов. Уметь применять программное обеспечение рентгеновских дифракционных методов для исследования фазового состава и структуры кристаллических веществ и многофазных материалов с использованием баз данных PDF, ICSD, COD. Владеть программой ИПС РФА для анализа качественного и количественного анализа фазового состава многофазных материалов, покрытий, минерального сырья и полуфабрикатов. Владеть одной из программ полнопрофильного анализа по методу Ритвельда (напр., DDM) для анализа и уточнения количественного фазового состава и кристаллической структуры.</p>
<p>ПК-6: Способен применять навыки использования принципов и методик комплексных исследований и испытаний материалов, изделий и процессов их производства для анализа причин брака и разработки предложений по его предупреждению и устранению</p>	

ПК-6.2: Осуществляет лабораторно-аналитическое	Знать основы аналитического рентгеновского контроля технологии производства кристаллических
сопровождение разработки наноструктурированных композиционных материалов	<p>материалов.</p> <p>Знать оборудование лаборатории и правила его эксплуатации.</p> <p>Уметь выбирать метод проведения испытаний, обработку и анализ результатов исследования, анализа и диагностики материалов и изделий.</p> <p>Уметь контролировать достоверность анализа сырья и основных кристаллических материалов.</p> <p>Владеть определением параметров измерения качественных и количественных характеристик проб (образцов) кристаллических материалов, сырья и полуфабрикатов.</p> <p>Владеть программным обеспечением для исследования фазового состава и структуры многофазных материалов при проведении лабораторного анализа.</p>
ПК-6.3: Проводит анализ сырья, полуфабрикатов и готовой продукции производства наноструктурированных композиционных материалов, составляет отчетную документацию, записи и протоколы хода и результатов экспериментов, документацию по технике безопасности и безопасности жизнедеятельности	<p>Знать основные порошковые рентгенодифракционные методы анализа материалов.</p> <p>Уметь использовать современное программное и информационное обеспечение основных методов рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа поликристаллов для экспериментального изучения атомно-кристаллической структуры, фазового и элементного состава веществ и многофазных материалов.</p> <p>Уметь оперировать с терминологией, выражать научным языком постановку исследовательской аналитической задачи и результаты дифракционного анализа.</p> <p>Уметь выполнять сравнительный анализ фазового состава и структуры материалов для оценки их связи с физическими и химическими свойствами или технологическими процессами производства материалов.</p> <p>Владеть навыками измерения и методиками обработки экспериментальных дифракционных данных, получаемых на рентгеновских порошковых дифрактометрах, с помощью программного обеспечения рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа.</p> <p>Владеть навыками использования современных глобальных информационных ресурсов, баз данных и технологий при интерпретации экспериментальных дифракционных данных.</p>

1.4 Особенности реализации дисциплины

Язык реализации дисциплины: Русский.

Дисциплина (модуль) реализуется без применения ЭО и ДОТ.

2. Объем дисциплины (модуля)

Вид учебной работы	Всего, зачетных единиц (акад.час)	Сем естр	
		1	2
Контактная работа с преподавателем:	3 (108)		
занятия лекционного типа	1 (36)		
практические занятия	1 (36)		
лабораторные работы	1 (36)		
Самостоятельная работа обучающихся:	3 (108)		
курсовое проектирование (КП)	Нет		
курсовая работа (КР)	Нет		
Промежуточная аттестация (Экзамен)	2 (72)		

3 Содержание дисциплины (модуля)

3.1 Разделы дисциплины и виды занятий (тематический план занятий)

		Контактная работа, ак. час.							
№ п/п	Модули, темы (разделы) дисциплины	Занятия лекционного типа		Занятия семинарского типа				Самостоятельная работа, ак. час.	
				Семинары и/или Практические занятия		Лабораторные работы и/или Практикумы			
		Всего	В том числе в ЭИОС	Всего	В том числе в ЭИОС	Всего	В том числе в ЭИОС	Всего	В том числе в ЭИОС
1. Установочная лекция.									
	1. Строение вещества. Предмет и содержание дисциплины.	2							
	2.							4	
2. Рентгеновская дифрактометрия.									
	1. Физика рентгеновских лучей. Получение и свойства рентгеновских лучей. Формула Вульфа-Брегга. Рентгеновские спектры. Рентгеновские трубки, синхротронное излучение. Способы регистрации рентгеновского излучения, монохроматизация, типы детекторов. Взаимодействие рентгеновских лучей с веществом. Линейные и массовые коэффициенты ослабления, поглощения и рассеяния рентгеновских лучей. Получение и расчет рентгенограмм. Устройство современных дифрактометров.	4							

2. Рентгеновский фазовый анализ (РФА). Базы рентгенофазовых стандартов PDFICDD. Фазовая идентификация. Методы стандартного и нестандартного количественного фазового анализа (КРФА). Точность и чувствительность КРФА. Влияние текстуры и дисперсности. Пробоподготовка. Современное программное обеспечение РФА. Принципы автоматизированного производственного контроля методом КРФА.	6							
3. Физика рентгеновских лучей. Рентгеновская дифрактометрия.			2					
4. Базы рентгенофазовых стандартов PDF ICDD.			2					
5. Изучение устройства рентгеновского дифрактометра, приготовление образца, съемка и обработка дифрактограмм.					2			
6. Рентгенофазовый качественный и количественный анализ материалов и производственных продуктов с помощью ИПС РФА (авторская программа) и БД PDF2.					8			
7.							26	
3. Кристаллография.								

<p>1. Геометрическая и структурная кристаллография. Элементы симметрии и их взаимодействие. Элементарная ячейка, категории и сингонии. Индексы плоскостей и направлений. Рост и форма кристаллов. Проекция кристалла. Кристаллографический базис. Система трансляций Браве. Понятия теории групп. Классы симметрии (точечные группы). Симметрия дисконтинуума. Пространственные группы. Правильные системы точек. Формальная запись атомной структуры кристаллического вещества.</p>	2							
<p>2. Дифракция на кристаллах. Рассеяние кристаллами малого размера. Обратная решетка и ее основные свойства. Радиус-вектор обратной решетки и его свойства. Уравнение Лауэ. Геометрическая интерпретация уравнения Лауэ (сферы Эвальда и разрешения). Уравнение Вульфа-Брегга. Связь обратной решетки со структурой, размером и формой кристалла. Принципы основных методов рентгеноструктурного анализа.</p>	2							
<p>3. Основы кинематической теории дифракции. Рассеяние рентгеновских лучей электроном и атомом. Атомная функция рассеяния. Рассеяние непримитивной ячейкой. Структурная амплитуда. Электронная плотность. Интегральные, зональные и сериальные погасания. Влияние поглощения и тепловых колебаний на интенсивность интерференционных максимумов. Формулы для расчета интегральной интенсивности в кинематической теории. Интегральная интенсивность рассеяния поликристаллом.</p>	2							

4. Геометрическая и структурная кристаллография. Аннимационное изучение некоторых групп симметрии			6					
5. Дифракция на кристаллах.			4					
6. Основы кинематической теории дифракции.			4					
7.							24	
8.								
4. Рентгеноструктурный анализ.								
1. Основы рентгеновского структурного анализа. Методы исследования монокристаллов (метод Лауэ, метод вращения, 4-х кружные дифрактометры). Понятие дифракционного класса симметрии. Метод поликристалла. Основные этапы определения атомно-кристаллической структуры. Определение пространственной группы. Определение модели кристаллической структуры. Уточнение кристаллической структуры.	2							
2. Основы кристаллохимии. Атомный (ионный) радиус. Плотные упаковки, их поры. Представление структуры через плотные упаковки, координационные полиэдры и сетки. Понятие структурного типа. Стандартная информация о структурном типе. Основные структурные типы элементов и соединений. Базы структурных данных.	2							

3. Рентгеноструктурный анализ поликристаллических веществ. Индексирование рентгенограмм. Прецизионное измерение периодов кристаллической решетки. Методы поиска структурных моделей в прямом пространстве. Метод полнопрофильного анализа Ритвельда. Применение метода Ритвельда для КРФА. Анализ твердых растворов.	2							
4. Рентгеноструктурный анализ нанокристаллических веществ. Микроструктурные эффекты на рентгенограммах, методы анализа размеров кристаллитов (областей когерентного рассеяния) и микроискажений.	2							
5. Основы рентгеновского структурного анализа.			2					
6. База структурных данных неорганических веществ COD или ICSD. Представление и кристаллохимический анализ структур.			4					
7. Рентгеноструктурный анализ поликристаллических веществ.			2					
8. Рентгеноструктурный анализ нанокристаллических веществ.			4					
9. Визуализация и кристаллохимический анализ структур с использованием программ Mercury или Diamond.					4			
10. Индексирование рентгенограмм и уточнение параметров решетки поликристаллических фаз с использованием программ ITO, POWDER и ИПС РФА.					4			
11. Поиск структурных моделей веществ в прямом пространстве с использованием программ FOX или МПГА (авторский генетический алгоритм).					4			

12. Метод полнопрофильного анализа Ритвельда. Уточнение кристаллических структур.					2			
13. Применение метода Ритвельда для КРФА многофазных смесей (авторская программа МПР).					2			
14.							28	
5. Электронная микроскопия.								
1. Растровая электронная микроскопия. Взаимодействие электронов с веществом. Особенности формирования изображения в отраженных, поглощенных, вторичных электронах. Типы электронных микроскопов. Принцип формирования изображения. Оптическая схема микроскопа. Аберрации линз и разрешение микроскопа. Детекторы. Топографический и композиционный контраст. Пробоподготовка. Задачи.	2							
2. Электронный микрорентгеноспектральный анализ. Качественный и количественный микроанализ (МРСА). Сканирование и принцип цветокодирования в МРСА. Пробоподготовка. Задачи.	2							
3. Оже-спектроскопия. Принципы. Качественная и количественная Оже-спектроскопия. Задачи.	2							

4. Дифракционная электронная микроскопия. Уравнения дифракции электронов. Атомная амплитуда рассеяния электронов. Структурная амплитуда рассеяния электронов, условия погасания. Анализ интенсивности дифрагирования электронов, рассеянных на кристалле. Индексирование точечных электронограмм. Эффекты неупругого рассеяния, линии Кикучи. Применение линий Кикучи для уточнения ориентировки кристаллов. Оптическая схема просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ). Типы контраста в ПЭМ. Определение дифракционных условий формирования изображения кристаллов в ПЭМ. Анализ точечных электронограмм. Программное обеспечение QxfordCryoSystem методов электронной микроскопии.	2							
5. Другие микроскопические методы изучения состава и структуры. Туннельная, атомно-силовая, рентгеновская дифракционная и абсорбционная микроскопия.	2							
6. Растровая электронная микроскопия.			2					
7. Электронный микрорентгеноспектральный анализ.			2					
8. Дифракционная электронная микроскопия.			2					
9. Изучение устройства растрового электронного микроскопа; программная обработка микроскопических изображений.					6			
10. Методы качественного и количественного микроанализа; система электронно-зондового микроанализа ИНКА (OxfordInstr.).					4			
11.							26	
12.								

Bcero	36		36		36		108	
-------	----	--	----	--	----	--	-----	--

4 Учебно-методическое обеспечение дисциплины

4.1 Печатные и электронные издания:

1. Якимов И. С., Дубинин П. С. Кристаллография, рентгенография и микроскопия: метод. указания к практ. занятиям для студентов напр. 150100 "Материаловедение и технология новых материалов"(Красноярск: СФУ).
2. Якимов И. С., Дубинин П. С. Кристаллография, рентгенография и микроскопия: учеб.-метод. пособие для самостоят. работы [для студентов спец. 150100 «Материаловедение и технология новых материалов»](Красноярск: СФУ).
3. Горелик С. С., Скаков Ю. А., Расторгуев Л. Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ: учеб. пособие(Москва: МИСИС).
4. Егоров-Тисменко Ю. К. Кристаллография и кристаллохимия: учебник для вузов по спец. "Геология"(Москва: КДУ).
5. Якимов И. С., Дубинин П. С., Залого А. Н. Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ поликристаллов: Ч. 1. Качественный рентгенофазовый анализ: лаб. практикум: в 2-х ч.(Красноярск: СФУ).
6. Якимов И. С., Дубинин П. С., Залого А. Н. Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ поликристаллов: Ч. 2. Количественный рентгенофазовый анализ: лаб. практикум: в 2-х ч.(Красноярск: СФУ).
7. Якимов И. С., Дубинин П. С. Кристаллография, рентгенография и микроскопия: метод. указ. к практ. занятиям студентов напр. 150100 "Материаловедение и технология новых материалов"(Красноярск: СФУ).

4.2 Лицензионное и свободно распространяемое программное обеспечение, в том числе отечественного производства (программное обеспечение, на которое университет имеет лицензию, а также свободно распространяемое программное обеспечение):

1. Sym&SG – анимационное представление пространственных групп симметрии в PowerPoint (авторская разработка).
2. Визуализатор кристаллических структур Mercury.
3. Информационно-поисковая система качественного и количественного рентгенофазового анализа "ИПС РФА" (авторская разработка).
4. Программы ITO и POWDER для индексирования, определения типа и параметров кристаллической решетки.
5. ПрограммаMPGA для поиска и уточнения атомной кристаллической структуры химических соединений по порошковым рентгенограммам на базе метода Ритвельда (авторская разработка).
6. Компьютерный тренажер для решения задач РФА на базе ИПС РФА (авторская разработка).

4.3 Интернет-ресурсы, включая профессиональные базы данных и информационные справочные системы:

1. А.С. Храмов, Р.А. Назипов. Рентгеноструктурный анализ поликристаллов. Краткий терминологический электронный словарь. – Казань: Изд. Казанского государственного университета, - 2009. - 72 с. http://shelly.kpfu.ru/portal/docs/F1031488164/14_rsa5_2.pdf
2. Базы данных дифракционных рентгеновских стандартов фаз PDF2 ICDD или ИПС РФА(авторская разработка).
3. Базы кристаллоструктурных данных веществ ICSD или COD (Crystallography Open Database: <http://www.crystallography.net/search.html>).

5 Фонд оценочных средств

Оценочные средства находятся в приложении к рабочим программам дисциплин.

6 Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине (модулю)

Кафедра располагает материально-технической базой, обеспечивающей проведение всех видов образовательной деятельности по дисциплине ««Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия», в соответствии с требованиями государственного образовательного стандарта подготовки бакалавров по направлению 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов».

Учебные классы и лаборатории кафедры оснащены необходимым оборудованием, позволяющим проводить лекционные, практические и лабораторные занятия в инновационной форме с применением активных методов обучения. Компьютерный класс с интерактивной доской и компьютерами с вышеописанным программным обеспечением дисциплины (есть).

Рентгеновский дифрактометр для подготовки рентгенограмм материалов для лабораторных и самостоятельных работ (есть: XRD-7000 Shimadzu).

Лабораторные занятия проводятся в аудитории 202 л.к. площадью 45,9 м². Площадь, занимаемая лабораторным оборудованием и мебелью, составляет от 6 до 15 м² (в зависимости от аудиторной мебели для размещения студентов). Норма площади на одного студента, согласно ГОСТ 12.4.113-82 «Система стандартов безопасности труда. Работы учебные лабораторные. Общие требования безопасности», составляет 4,5 м². Таким образом, вместимость лаборатории – порядка 12 человек. При необходимости за счет задействования для размещения студентов учебной аудитории 203 л.к. можно повысить число занятых в занятии студентов до 15 человек, не более. В связи с изложенным, учебные группы численностью 16 человек и более делятся на подгруппы, состав которых сохраняется до окончания лабораторного практикума. Деление на подгруппы фиксируется в педагогической нагрузке преподавателя.