

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

Б1.В.04 Кристаллография, рентгенография и электронная
микроскопия

наименование дисциплины (модуля) в соответствии с учебным планом

Направление подготовки / специальность

22.04.01 Материаловедение и технологии материалов

Направленность (профиль)

22.04.01.03 Перспективные материалы и методы их исследования

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

Цель изучения дисциплины: овладение физическими основами, современным программным обеспечением и применением методов рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа поликристаллов и нанокристаллов; овладение современными методами, информационным, математическим и программным обеспечением рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа.

В соответствии с Федеральным государственным образовательным стандартом высшего образования по направлению подготовки 22.04.01 «Материаловедение и технологии материалов» одним из основных объектов профессиональной деятельности магистров являются методы и средства диагностики, исследования и контроля качества материалов, и компьютерное программное обеспечение для обработки результатов и анализа полученных данных. В научно-исследовательских и производственных лабораториях для исследования и контроля поликристаллических материалов неорганической и органической природы различного назначения широко используется комплекс неразрушающих методов и программного обеспечения рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа.

1.2 Задачи изучения дисциплины

Задачами изучения дисциплины являются:

- систематизация комплекса необходимых знаний о кристаллическом строении вещества и дифракции рентгеновского излучения на кристаллах;
- изучение принципов и теоретических основ методов рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа; - изучение математического и программного обеспечения рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа;
- изучение информационных рентгенографических и кристаллоструктурных баз данных; - выработка умений и навыков использования программного и информационного обеспечения для анализа фазового состава и кристаллической структуры различных поликристаллических веществ, многофазных материалов и технологических продуктов.

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-4: Способен организовать проведение анализа и анализировать структуру новых материалов, адаптировать методики исследования свойств материалов к потребностям производства и разрабатывать специальные методики	
ПК-4.1: Организует и проводит рентгеновский структурный, рентгеновский	Знать основные особенности рентгеноструктурного анализа монокристаллов, поликристаллов и нанокристаллов

<p>фазовый и электронно-микроскопический анализ, разрабатывает специальные методики анализа структуры материалов в соответствии с потребностям производства</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 поликристаллических материалов Владеть способами обработки экспериментальных дифракционных данных, получаемых на рентгеновских порошковых дифрактометрах, с помощью программного обеспечения рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа</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:	2,5 (90)		
занятия лекционного типа	1 (36)		
практические занятия	1 (36)		
лабораторные работы	0,5 (18)		
Самостоятельная работа обучающихся:	6,5 (234)		
курсовое проектирование (КП)	Нет		
курсовая работа (КР)	Нет		
Промежуточная аттестация (Зачёт) (Экзамен)	1 (36)		

3 Содержание дисциплины (модуля)

3.1 Разделы дисциплины и виды занятий (тематический план занятий)

№ п/п		Модули, темы (разделы) дисциплины		Контактная работа, ак. час.							
				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. Основы кристаллического строения вещества и дифракции рентгеновского излучения на кристаллах.											
		1. Кристаллографические основы строения кристаллических тел. Три уровня дифракционного исследования кристаллического строения материалов: фазовый состав, микроструктура, атомная кристаллическая структура, их отражение на рентгенограммах. Классификация, методов рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа. Симметрия кристаллов. Закрытые элементы симметрии. Кристаллическая решетка и ячейка. Кристаллографические плоскости, направления и индексы. Классификация кристаллических решеток. Кристаллографические системы координат и операции симметрии. Точечные группы симметрии. Открытые элементы симметрии. Пространственные группы симметрии. Правильная система точек.	2								

2. Обратная решетка и ее основные свойства. Скалярные и векторные уравнения Лауэ. Сферы отражения (Эвальда) и ограничения. Формула Вульфа-Брэггов. Способы регистрации рентгеновского излучения, метод вращения монокристалла, метод Лауэ, метод порошка. Индицирование рентгенограмм и уточнение параметров кристаллической решетки.	2							
3. Дифракция рентгеновских лучей на кристаллах. Интенсивность рентгеновских дифракционных линий. Основные факторы, влияющие на интенсивность рентгеновской линии. Поглощение рентгеновских лучей веществом. Атомный фактор. Структурная амплитуда и структурный множитель интенсивности. Угловой фактор, множитель повторяемости, температурный фактор. Систематические погасания. Интегральная интенсивность линии. Формулы для расчета интегральной интенсивности дифракционных линий однофазных и многофазных поликристаллических веществ.	2							
4. Символы и представление пространственных групп симметрии (с использованием анимации в Power Point).			6					
5.							18	
2. Качественный и количественный рентгенофазовый анализ.								
1. Рентгенофазовый анализ. Фазовая идентификация материалов (ФИ) с использованием баз данных PDF2/PDF4 ICDD. Информационно-поисковая система рентгенофазового анализа (ИПС РФА). Использование данных др. методов анализа при ФИ. Метод кластерной ФИ.	2							

2. Количественный рентгенофазовый анализ. Классификация методов КРФА. Методы внешнего и внутреннего стандарта, стандартные образцы фазового состава. Бесстандартный КРФА, методы ссылочных интенсивностей (корундовых чисел), использование количественного химического состава, КРФА аморфно-кристаллических смесей. Факторы точности КРФА: текстура, структурные и микроструктурные эффекты, микронапряжения и размеры частиц, микропоглощение. Методики пробоподготовки образцов. Схемы регистрации дифрактограмм. Применение ИПС РФА для КРФА.	2							
3. Рентгенографические базы данных PDF2/PDF4 ICDD и ИПС РФА.			6					
4. Количественный и количественный рентгенофазовый анализ с использованием информационно-поисковой системы ИПС РФА (авторская разработка).					6			
5.							36	
3. Рентгеноструктурный анализ моно-, поли- и нанокристаллов.								
1. Рентгеноструктурный анализ поликристаллических материалов. Кристаллическая структура. Основные структурные типы элементов и соединений. Базы кристаллоструктурных данных. Рентгеноструктурный анализ нанокристаллических материалов. Зависимость уширения линий от размеров (ОКР) и микродеформаций наночастиц. Выделение физического уширения линий, методы Сеякова-Шерера и Уоррена-Авербаха.	2							

<p>2. Назначение и этапы структурного исследования. Первый этап - определение параметры решетки и симметрия кристалла. Индицирование порошковых рентгенограмм. Прецизионное уточнение параметров кристаллической решетки. Определение пространственной группы по погасаниям рефлексов. Современное математическое обеспечение. Второй этап – поиск структурной модели. Методы поиска структурных моделей по порошковым рентгенограммам. Генетические алгоритмы (ГА) и методы имитации отжига для поиска структурных моделей в прямом пространстве. Современное математическое обеспечение. Третий этап - уточнение структуры методами полнопрофильного анализа порошковых рентгенограмм по методу Ритвельда. Современное математическое обеспечение. Четвертый этап - верификация структуры. Поиск аналогов в структурных базах данных. Кристаллохимический анализ структуры. Современное математическое обеспечение.</p>	2							
--	---	--	--	--	--	--	--	--

<p>3. Метод Ритвельда уточнения кристаллической структуры по профилю порошковой рентгенограммы. Моделирование профиля рентгенограммы, функции профиля, полуширины и асимметрии линий, моделирование влияния преимущественной ориентации на интенсивность, уширения линий от размеров частиц и микронапряжений. Декомпозиция интенсивности линий и уточнение параметров профиля и решетки (метод Ле Бэйла). Расчет и уточнение кристаллической структуры. Применение метода Ритвельда для уточнения структуры и изучения твердых растворов. Многофазный вариант метода Ритвельда. Количественный рентгенофазовый анализ методом Ритвельда. Современное математическое обеспечение метода.</p>	2							
<p>4. Кристаллоструктурные базы данных ICSD и COD (открытая БД с доступом через Интернет). Визуализаторы кристаллических структур (Diamond, Mercury).</p>			6					
<p>5. Вариант 1. Определение и уточнение неизвестной кристаллической структуры вещества по профилю порошковой рентгенограммы с использованием интерактивной визуально-графической программы GA_DDM (авторская разработка).</p>				6				
6.							36	
<p>4. Применение методов рентгенофазового и рентгено-структурного анализа к исследованию поли-кристаллических</p>								

1. Применение методов рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа материалов в научных исследованиях и производственном контроле. Современные рентгеновские порошковые дифрактометры научного и производственного назначения. Синхротронное излучение. Исследование материалов в особых условиях, высокие температуры и давления, анализ в реальном времени. Применение методов рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа в аналитическом контроле производства (на примерах авторских разработок для алюминиевой и золотодобывающей промышленности).	2							
2. Решение материаловедческих технологических задач с использованием методов рентгенофазового и рентгеноструктурного анализа и программ ИПС РФА и DDM.					6			
3.							36	
5. Растровая электронная микроскопия								
1. Взаимодействие электронов с веществом. Принцип и особенности формирования изображения в отраженных, поглощенных, вторичных электронах. Оптическая схема микроскопа. Абберации и разрешение микроскопа. Детекторы. Топографический и композиционный контраст. Методы приготовления объектов исследования. Программное обеспечение. Исследовательские возможности и задачи.	6							

<p>2. Возможности и задачи световой и электронной микроскопии. Типы электронных микроскопов. Растровая электронная микроскопия (РЭМ). Формирования изображения в отраженных, поглощенных, вторичных электронах. Типовые задачи исследования материалов и сплавов по данным РЭМ. Типовые задачи исследования руд и технологических продуктов по данным РЭМ.</p>			6					
3.							36	
6. Растровая электронная микроскопия								
<p>1. Формирование характеристического рентгеновского излучения и его использование для локального микрорентгеноспектрального анализа. Принцип действия энергодисперсионных и волнодисперсионных анализаторов. Методы качественного и количественного микрорентгеноспектрального анализа. Сканирование и принцип цветокодирования, вещественный микроанализ. Программное обеспечение. Особенности пробоподготовки. Исследовательские возможности и задачи.</p>	6							

2. Электронный микрорентгеноспектральный анализ (МРСА). Программное обеспечение МРСА и обработка рентгенограмм. Типовые задачи анализа состава материалов и технологических продуктов методами качественного и количественного МРСА. Цветодокодирование и микроанализ вещественного состава материалов и технологических продуктов методами МРСА.			6					
3.							36	
7. Другие микроскопические методы изучения								
1. Электронография. Принципы и методы дифракционной электронной микроскопии. Исследовательские возможности и задачи. Обзор других микроскопических методов изучения состава и структуры. Оже-спектроскопия, туннельная, атомно-силовая, рентгеновская дифракционная и абсорбционная микроскопия.	6							
2. Возможности и задачи дифракционной электронной микроскопии. Возможности и задачи других микроскопических методов изучения состава и структуры.			6					
3.							36	
Всего	36		36		18		234	

4 Учебно-методическое обеспечение дисциплины

4.1 Печатные и электронные издания:

1. Зеер Г. М., Астафьева Е. А., Масанский О. А., Ларионова Н. В. Методы структурного анализа и контроль качества изделий: учебно-методическое пособие для самостоят. работ [для студентов спец. 150600.62 «Материаловедение и технология новых материалов», 150100.62 «Материаловедение и технология материалов», 050501.65 «Профессиональное обучение» («Материаловедение и обработка материалов»)](Красноярск: СФУ).
2. Егоров-Тисменко Ю. К. Кристаллография и кристаллохимия: учебник для вузов по спец. "Геология"(Москва: КДУ).
3. Порай-Кошиц М. А. Основы структурного анализа химических соединений: учебное пособие для химических специальностей университетов(Москва: Высшая школа).
4. Якимов И. С., Дубинин П. С. Рентгенофазовый и рентгеноструктурный анализ поликристаллов: учеб.-метод. пособие для самостоят. работы [для студентов спец. 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 Power Point (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 индентирования, определения типа и параметров кристаллической решетки.
5. Программа GA_DDM 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.

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)

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).