

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДИФРАКЦІЙНІ ТА СПЕКТРАЛЬНІ МЕТОДИ

(назва навчальної дисципліни)

ПРОГРАМА нормативної навчальної дисципліни підготовки МАГІСТРА

(назва освітньо-кваліфікаційного рівня)

спеціальності 102 - хімія

(шифр і назва спеціальності)

2018 рік

РОЗРОБЛЕНО ТА ВНЕСЕНО: ДВНЗ «Прикарпатський національний університет імені
Василя Стефаника»
(повне найменування вищого навчального закладу)

РОЗРОБНИК ПРОГРАМИ:

Татарчук Т.Р., доцент, к.х.н., доцент кафедри хімії.

Обговорено та рекомендовано до видання Президією Науково-методичної комісії з спеціальності 102 – хімія.

“ ___ ” _____ 2018 р., протокол № _____

ВСТУП

Програма вивчення навчальної дисципліни “Дифракційні та спектральні методи” складена відповідно до освітньо-професійної програми підготовки магістра спеціальності 102 – хімія.

Предметом вивчення навчальної дисципліни є основні дифракційних та спектральні методи для дослідження сучасних неорганічних матеріалів із перспективними властивостями.

Міждисциплінарні зв'язки:

Навчальна дисципліна “Дифракційні та спектральні методи” є складовою циклу професійної підготовки фахівців освітньо-кваліфікаційного рівня "магістр". Програма навчальної дисципліни складається з таких змістових модулів:

1. Лабораторні заняття.
2. Контрольна робота.
3. Реферат.

1. Мета та завдання навчальної дисципліни

1.1. Мета викладання навчальної дисципліни “Дифракційні та спектральні методи” полягає в ознайомленні студентів з основними у вивченні основних сучасних дифракційних та спектральних методів аналізу, таких як спектральний, рентгеноструктурний, рентгеноспектральний методи, емісійний та оже - спектральний аналізи, атомна абсорбційна спектроскопія для визначення властивостей матеріалів, їх фазової будови, складу, закономірностей змін структури і властивостей у процесах їх одержання. Слухачі пізнають взаємозв'язки між фізичними та хімічними властивостями сполук та сучасними методами для їх аналізу; ознайомити з обладнанням для проведення дифракційних та спектральних методів аналізу; розширити світогляд студента та виробити навички для самостійної роботи.

1.2. Основними завданнями вивчення дисципліни “Дифракційні та спектральні методи” є розуміння взаємозв'язку між фізичними та хімічними властивостями та сучасними методами для їх аналізу; ознайомити з обладнанням для проведення дифракційних та спектральних методів аналізу; ознайомити з обладнанням для проведення дифракційних та спектральних методів аналізу; розширити світогляд студента та виробити навички для самостійної роботи.

1.3. Згідно з вимогами освітньо-професійної програми студенти повинні:

знати:

- основні принципи класифікації дифракційних та спектральних методів,
- основні етапи проведення дифракційних та спектральних методів аналізу;
- основні типи дифракційних та спектральних методів та їх застосування;
- загальні принципи роботи приладів для дифракційних та спектральних методів аналізу матеріалів;
- основні поняття з суміжних дисциплін (фізика, аналітична хімія, фізико-хімічні методи аналізу та ін.)
- основні поняття про взаємодію атомів, молекул, кристалів з електромагнітним випромінюванням;

- як оцінювати хімічний склад матеріалів за допомогою спектрального аналізу;
- як оцінювати фізико-хімічні властивості матеріалів із застосуванням рентгенівських та емісійних спектральних методів досліджень;
- як оцінювати морфологічні властивості матеріалів за результатами мікрофотографій;
- як визначати придатність матеріалу за результатами оже-спектрального та атомно-абсорбційного методів аналізу;
- як оцінювати розмір областей когерентного розсіювання (ОКР) кристалів за даними X-променевого аналізу.
- як описувати ІЧ-спектри, їх інтерпритувати,

вміти:

- використовувати отримані знання для розв'язання сучасних задач;
- опрацювати дані про хімічний склад та структуру матеріалів, отриманих за допомогою дифракційних та спектральних методів аналізу;
- провести визначення структури, фізичних, фізико-хімічних, хімічних властивостей матеріалів за допомогою дифракційних та спектральних методів аналізу;
- провести розрахунок розміру областей когерентного розсіювання (ОКР) кристалів за даними X-променевого аналізу;
- провести розрахунок розміру частинок за мікрофотографіями скануючої та тунельної електронної мікроскопії;
- проводити ідентифікацію сполук та функціональних груп за спектрами ІЧ-спектроскопії;
- працювати на обладнанні для дифракційних та спектральних методів;
- самостійно опрацювати наукову літературні джерела та підготувати доповідь про сучасний стан розвитку дифракційних та спектральних методів дослідження матеріалів.

На вивчення навчальної дисципліни відводиться 30 годин / 1 кредит ЄКТС.

2. Інформаційний обсяг навчальної дисципліни

Основні поняття та визначення. Характеристика спектру та спектральні методи аналізу. Основний принцип дії приладів для спектрального аналізу. Атомний та молекулярний спектральний аналіз в ідентифікації речовин. Основні області застосування спектрального аналізу. Поділ спектральних методів за діапазоном електромагнітного випромінювання. Оптичні методи аналізу: емісійний спектральний аналіз (ЕСА), атомно-абсорбційний спектральний аналіз (ААС). X-променеві методи аналізу: рентгеноспектральний (локальний) аналіз (РСА); рентгеноспектральний флуоресцентний аналіз (РСФА або РФА), рентгено-радіометричний метод. Гамма-методи аналізу: активаційний аналіз (АА); радіометричні, радіографічні та радіохімічні методи.

Взаємодія електронного пучка з речовиною. Властивості електронів. Генерування електронних пучків. Відхилення електронів та розсіяння атомами. Пружне розсіяння. Непружне розсіяння. Розсіяння на фотонах. Розсіяння на плазмонах. Збудження одного валентного електрона. Збудження основних орбіталей. Непружне розсіяння і поглинання. Вторинні ефекти. Вторинні електрони. Зворотно розсіяні (пружно відбиті) електрони.

Кристали та особливості їх структури. Поняття кристали. Елементи внутрішньої будови кристалічних речовин. Елементи структури кристалів та їх взаємозв'язок з елементами просторових ґраток. Властивості кристалічних речовин. Аморфні тіла та Рентгеноструктурні дослідження. Закон сталості кутів кристалів. Гоніометри. Формула Вульфа-Брегга. Метод кристалографічного індицирування. Закон цілих чисел. Символи вузлів. Символи площин (граней). Параметри Вейса й індекси Міллера. Визначення ретикулярних щільностей атомних площин кристала.

Основи спектральних методів аналізу. Особливості спектральних методів аналізу. Області використання інструментальних методів аналізу. Аналіз речовини високої чистоти. Підвищення чутливості та точності методів визначення слідів домішок. Інструментальні методи титрування. Використання фізико-хімічних методів аналізу для визначення індивідуальних сполук та сумішей речовин. Класифікація інструментальних кількісних методів аналізу: електрохімічні, спектральні, хроматографічні, радіометричні, мас-спектрометричні та ін..

Спектральні методи аналізу. Класифікація спектральних методів аналізу. Поглинання світла забарвленими сполуками. Закон Бугера-Ламберта: зв'язок інтенсивності світлового потоку, який падає, зі світловим потоком, що проходить крізь шар забарвленої речовини. Закон Бера: зв'язок між концентрацією розчину, що поглинає, та його оптичною густиною. Об'єднаний закон Бугера-Ламберта-Бера: залежність між інтенсивністю світлового потоку, концентрацією забарвленої речовини та товщиною шару розчину. Оптична густина, коефіцієнт поглинання.

Емісійний спектральний аналіз: класифікація методів, теоретичні основи, апаратура і техніка виконання методу. Спектрофотометрія полум'я. Атомно-абсорбційний спектральний аналіз: загальна характеристика методу. Молекулярно-абсорбційний спектральний аналіз: теоретичні основи методів, апаратура, техніка виконання аналізів.

Інфрачервона спектроскопія. Характеристика теоретичних основ інфрачервоної спектрометрії: коливання атомів в просторі, взаємодія коливань, геометрія молекул. Оптична схема ІЧ-спектрофотометра. Інтерпретація спектрів по характеристичним груповим частотам органічних молекул.

ЯМР-спектрометрія. Теоретичні основи методу, апаратура та приготування зразків для аналізу. Характеристика протонного магнітного резонансу. Основні параметри ЯМР-спектрів: число сигналів, положення сигналів, інтенсивність сигналів, розщеплення сигналів. Встановлення будови органічних речовин по ЯМР-спектрам та навпаки, складання ЯМР-спектрів, виходячи з структурних формул органічних сполук. ЯМР-спектри на ядрах ^{19}F , ^{18}O , ^{13}C , ^{31}P .

Мас-спектроскопія. Характеристика теоретичних основ методів мас-спектроскопії, апаратура. Визначення молекулярної формули речовини по мас-спектрам.

Дифракційні методи аналізу. X-променево випромінювання. X-променевий аналіз (X-променева кристалографія). Дифракція X-променів кристалічною речовиною. Дослідження структури монокристалічних матеріалів методом Лауе. Лауериграми. Дослідження структури полікристалічних матеріалів методом Дебая-Шеррера. Дебаєграмми. Дифракція електронів. Електронोगрамми. Дослідження структури дефектних кристалів. Рентгеноспектральний аналіз. Рентгенівська мікроскопія. Апаратура для рентгеноспектрального аналізу. Дифракція у просвічувальному мікроскопі. Дифрактограми та їх аналіз.

Просвічувальна електронна мікроскопія. Просвічувальний електронний мікроскоп. Будова приладу. Електронна гармата. Конденсорна камера. Камера зразків. Об'єктивна та проміжна лінзи. Проекторна система. Зображення. Камера. Юстування. Механізм контрасту. Контраст маса-товщина. Дифракційний контраст. Електронна мікроскопія високої напруги. Приготування зразків для ПЕМ.

Сканувальна електронна мікроскопія. Сканувальний електронний мікроскоп. Принцип роботи. Отримання сигналу в СЕМ. Реєстрація вторинних електронів. Реєстрація зворотно розсіяних електронів. Оптика СЕМ. Робота СЕМ. Граничне розділення СЕМ. Мінімальний розмір зонда. Мінімальний корисний струм пучка. Високоєфективні мікроскопи. Топографічні зображення. Композиційні зображення. Кристалографічна інформація в СЕМ. Дифракційні картини в СЕМ. Використання інших сигналів у СЕМ. Режим поглинутого струму. Катодолюмінесценція. Використання інших сигналів та режимів контрасту. Отримання, опрацювання та збереження зображення. Інтегративне опрацювання даних. Опрацювання даних аналогового мікроскопа. Опрацювання даних цифрового мікроскопа. Приготування зразків для дослідження СЕМ. Мікроскопія низьких напруг. Сканувальна мікроскопія в середовищі.

Аналіз за допомогою електронного мікроскопа. Генерування Х-випромінювання у зразку. Реєстрування та підрахунок Х-квантів. Спектрометр з дисперсією по енергії. Спектрометр з дисперсією по довжині хвилі. Порівняння спектрометрів з дисперсією по довжині хвилі та з дисперсією по енергії. Якісний рентгенівський аналіз тонких зразків у ПЕМ. Кількісний аналіз в електронному мікроскопі. Межа чутливості. Кількісний аналіз об'ємних зразків. Кількісний аналіз тонких зразків. Спектроскопія енергетичних втрат електронів. Реєстрація спектра енергетичних втрат електронів. Якісний аналіз спектра. Кількісний аналіз спектра. Додаткова інформація зі спектра енергетичних втрат електронів. Коротке порівняння методик.

Зондова мікроскопія. Загальні принципи роботи і поняття сканувальної зондової мікроскопії. Сканери зондових мікроскопів. Будова і робота сканера. Неідеальність сканера. Власна нелінійність. Сканувальна тунельна мікроскопія. Поняття про явище тунелювання. Робота сканувального тунельного мікроскопа. Режими роботи сканувального тунельного мікроскопа. Сканувальна тунельна спектроскопія. Зонди для сканувального тунельного мікроскопа. Сканувальна силова мікроскопія. Контактна атомно-силова мікроскопія. Безконтактна та напівконтактна атомно-силова мікроскопія. Зонди для атомно-силової мікроскопії. Дослідження властивостей поверхні методами атомно-силової мікроскопії. Приготування зразків для зондової мікроскопії.

Електронна мікроскопія та інші методики. Досягнення в електронній мікроскопії. Доповнювальні методики отримання зображення. Світлова конфокальна мікроскопія. Польова іонна мікроскопія. Додаткові аналітичні методики – альтернативні системи аналізу. Польовий іонний мікроскоп з атомним зондом. Мас-спектрометрія вторинних іонів. Спектроскопія резерфордівського зворотнього розсіяння. Фотоелектронна та оже-електронна спектроскопії. Раманівська спектроскопія. Доповнювальні дифракційні методики. Порівняння методик.

3. РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

Базова

1. Тузяк О. Я. Основи електронної та зондової мікроскопії : навч. посібник / О. Я. Тузяк, В. Ю. Курляк. – Львів : ЛНУ імені Івана Франка, 2012. – 296 с.

2. Мохорт В.А. Методи спектрального аналізу: Навчальний посібник.— К: ІВЦ Вид-во «Політехніка», 2003.-60 с.
3. Троян В.И., Пушкин М.А., Борман В.Д., Тронин В.Н. Физические основы методов исследования наноструктур и поверхности твердого тела / Под ред. В.Д. Бормана: Учебное пособие. – М.: МИФИ, 2008. – 260 с.

Допоміжна

1. Куницький Ю.А., Кутина Я. І. Електронна мікроскопія. – К.: Либідь, 1998.-390 с.
2. Кириллова Е.А. Методы спектрального анализа: учебное пособие / Е. А. Кириллова, В. С. Маряхина; Оренбургский гос. ун-т. – Оренбург : ОГУ, 2013. – 105 с.
3. Будова рідких, аморфних та кристалічних матеріалів: Підручник/ С.І. Сидоренко, М.В. Білоус, М.О. Васильєв та ін. – Миколаїв:Вид-во УДМТУ, 1999.-265 с
4. В.Л.Миронов. Основы сканирующей зондовой микроскопии. - М.: Мир, 2004.
5. . Д.Синдо, Т.А.Огкава. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия для материаловедения. - М.: Мир, 2006, 256 с

4. Форма підсумкового контролю успішності навчання : екзамен.

5. Засоби діагностики успішності навчання : комплекти завдань для практичних занять, контрольних завдань, індивідуальних завдань.