

БЕЛОРУССКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе
и образовательным инновациям

О.И. Чуприс

« » 2018 г.

Регистрационный № УД-5305/уч.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ТВЕРДЫХ ТЕЛ

**Учебная программа учреждения высшего образования
по учебной дисциплине для специальности:
1-31 80 06 Химия**

2018 г.

Учебная программа составлена на основе образовательного стандарта ОСВО 1-31 80 06-2012 и учебных планов G 31-336/уч., и G 31и-337/уч., утвержденных 24.05.2018 г.

СОСТАВИТЕЛИ:

Т.Н. Воробьева, профессор кафедры неорганической химии, доктор химических наук, профессор

Л.С. Ивашкевич, доцент кафедры неорганической химии, кандидат химических наук, доцент

О.Н. Врублевская, доцент кафедры неорганической химии, кандидат химических наук, доцент

Н.Е. Боборико, доцент кафедры неорганической химии, кандидат химических наук, доцент

РЕКОМЕНДОВАНА К УТВЕРЖДЕНИЮ:

Кафедрой неорганической химии Белорусского государственного университета

(протокол №13 от 21.05.2018 г.)

Учебно-методической комиссией химического факультета Белорусского государственного университета

(протокол № 6 от 26 июня 2018 г.)

ПОЯСНИТЕЛЬНАЯ ЗАПИСКА

Учебная дисциплина «Методы исследования твердых тел» цикла дисциплин специальной подготовки, включающая разделы «Инфракрасная спектроскопия», «Сканирующая электронная микроскопия и рентгеновский энергодисперсионный анализ», относится к дисциплинам по выбору магистранта (компонент УВО). Ее изучение призвано обеспечить подготовку студентов к исследованию химического состава веществ в жидком и твердом состоянии, элементного состава, микроструктуры и морфологии твердотельных материалов разной структурной организации. К исследуемым объектам относятся растворы, суспензии, порошки, и массивные твердотельные объекты, пленки и покрытия, монокристаллы, поликристаллические и аморфные материалы, состоящие из простых веществ и разнообразных соединений.

Дисциплина носит научно-прикладной характер. Студенты изучают теоретические основы возникновения колебательных спектров и использования ИК спектров для химического анализа веществ, основы взаимодействия быстрых электронов с веществом, знакомятся с экспериментальными методами подготовки разнообразных объектов к исследованию методами ИК спектроскопии, сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), микрорентгеноспектрального анализа, а также с принципами обработки информации, полученной этими методами, проводят учебную исследовательскую работу на примере объектов, изучавшихся в научных исследованиях сотрудников химического факультета БГУ и НИИ ФХП БГУ. Полученные знания, умения и навыки студенты могут использовать при выполнении курсовых, дипломных, научно-исследовательских работ, а также в будущей профессиональной деятельности на производстве или в лабораторных исследованиях. Успешное изучение данной дисциплины возможно при наличии знаний по дисциплинам «Химия твердого тела», «Физическая химия», «Нанохимия», «Неорганическая химия», «Кристаллохимия». Для изучения дисциплины привлекаются отдельные темы из курса физики (электричество, оптика).

Цель данной учебной дисциплины – ознакомить студентов с основными методами исследования твердых тел.

Задачами учебной дисциплины являются:

- получение студентами фундаментальных физико-химических знаний и представлений о возникновении колебательных спектров и их связи с составом и строением ионов и молекул, о природе взаимодействия быстрых электронов с веществом и их использовании для получения информации о химическом и элементном составе вещества, включая смеси веществ, о морфологии поверхности твердофазных объектов;
- формирование у студентов научного мировоззрения, навыков и умений для проведения научных исследований и контроля качества продукции с применением современных инструментальных методов, включая такие этапы, как грамотная постановка задачи, подготовка объектов для проведения

исследований методами ИК спектроскопии, СЭМ и микрорентгеноспектрального анализа и интерпретация полученных результатов, что важно для подготовки будущих специалистов к работе в заводских лабораториях и научно-исследовательских учреждениях;

– подготовка студентов к выполнению курсовых и дипломных работ, магистерских и кандидатских диссертаций.

Выпускник университета, усвоивший спецкурс «Методы исследования твердых тел должен

знать:

– эффекты, возникающие при взаимодействии электромагнитного излучения и быстрых электронов с веществом, и способы их использования для получения информации о химическом и элементном составе веществ в твердом и жидком состоянии, о морфологии поверхности твердотельных объектов, форме, размерах и взаимном расположении частиц вещества;

– принципы получения ИК спектров и спектров рентгеновского излучения, возникающего под действием быстрых электронов, а также электронномикроскопических изображений и влияние разных факторов на их качество;

– способы подготовки объектов к проведению исследований методами ИК спектроскопии, сканирующей электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа;

– методы интерпретации и описания полученных при исследовании результатов;

уметь:

– ставить задачу исследования;

– подготавливать образцы разными способами для проведения исследований;

– обрабатывать полученную информацию, описывать результаты проведенного исследования;

владеть:

– навыками выбора метода и постановки задачи исследования, подготовки объектов к исследованию методами ИК спектроскопии, микрорентгеноспектрального анализа и электронной микроскопии, обработки полученной информации и описания результатов исследования.

В результате изучения учебной дисциплины студент должен закрепить и развить следующие компетенции, предусмотренные образовательным стандартом высшего образования ОСВО 1-31 80 06-2012:

АК-1. Способность к самостоятельной научно-исследовательской деятельности (анализ, сопоставление, систематизация, абстрагирование, моделирование, проверка достоверности данных, принятие решений и др.), готовность генерировать и использовать новые идеи.

АК-2. Методологические знания и исследовательские умения, обеспечивающие решение задач научно-исследовательской, научно-педагогической, управленческой и инновационной деятельности.

АК-3. Способность самостоятельно изучать новые методы проектирования, исследований, организации производства, изменять научный и производственный профиль своей профессиональной деятельности.

Требования к профессиональным компетенциям магистра:

ПК-1. Квалифицированно проводить научные исследования в области химических и смежных областей естественных наук.

ПК-2. Представлять результаты научных исследований в виде отчетов, статей, презентаций, докладов.

ПК-3. Доводить результаты до внедрения в производство, оформлять сопроводительную отчетную и научно-техническую документацию.

ПК-8. Осуществлять поиск, систематизацию и анализ информации по перспективам развития отрасли, инновационным технологиям, проектам и решениям.

ПК-9. Определять цели инноваций и способы их достижения.

ПК-10. Оценивать конкурентоспособность и экономическую эффективность разрабатываемых продуктов и технологий.

ПК-11. Готовить проекты лицензионных договоров о передаче прав на использование объектов интеллектуальной собственности.

Необходимым условием успешного усвоения дисциплины «Методы исследования твердых тел» является систематический текущий контроль знаний студентов. Он осуществляется в форме составления отчетов по лабораторным работам и опроса студентов преподавателем по этим работам и соответствующим разделам программы курса на лабораторных занятиях, в процессе осуществления УСР, сдачи коллоквиумов, компьютерной презентации результатов исследования. Для общей оценки качества усвоения студентами учебного материала используется рейтинговая система.

Индивидуальная работа со студентами проводится в процессе выполнения ими многовариантных лабораторных работ, сдачи коллоквиума, выполнения индивидуальных письменных заданий.

Программа задает объем материала, подлежащего изучению в данном спецкурсе, и объем сведений по каждому изучаемому вопросу.

Для организации самостоятельной работы студентов по курсу в конце программы приведен список рекомендованной литературы.

Учебная дисциплина «Методы исследования твердых тел» преподается во 2 семестре обучения в магистратуре. Общее количество часов, отводимых на изучение учебной дисциплины, составляет 112, аудиторных часов – 34, из них 18 часов – лекционные, 2 часа – семинарские, 12 часов – лабораторные занятия и 2 часа – УСР.

Форма обучения – очная.

Форма текущей аттестации по учебной дисциплине – экзамен.

СОДЕРЖАНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

1. Инфракрасная спектроскопия: применение в химии

1.1. Место колебательной спектроскопии среди других физических методов исследования. Инфракрасная (ИК) спектроскопия и спектроскопия комбинационного (КР) рассеяния: общие черты и различия.

Классическая задача о колебаниях многоатомных молекул. Частоты и формы нормальных колебаний молекул. Моделирование колебательных спектров. Естественные координаты. Коэффициенты кинематического взаимодействия. Силовые постоянные. Электрооптические параметры. Влияние эффекта Доплера на колебательный спектр.

1.2. Учет симметрии молекулы. Симметрия нормальных колебаний. Разложение колебательного представления молекул по неприводимым представлениям.

Определение симметрии и структуры молекул. Определение силовых полей (обратная колебательная задача) и проблема их неоднозначности. Использование изотопозамещения. Корреляция силовых постоянных с другими параметрами и свойствами молекул. Колебательные спектры и химическая связь.

Характеристичность нормальных колебаний. Структурно-групповой анализ. Ограничения концепции групповых частот.

1.3. Специфичность колебательных спектров. Идентификация соединений и качественный анализ смесей. Особенности анализа кристаллических веществ. Применение методов колебательной спектроскопии для количественного анализа.

Использование колебательной спектроскопии в конформационном анализе. Исследование динамической изомерии, равновесий, кинетики реакций. Заторможенное внутренне вращение. Крутильные колебания. Определение потенциальных барьеров заторможенного внутреннего вращения. Расчет колебательной составляющей термодинамических функций.

1.4. Исследование комплексов с водородными связями. Внутри- и межмолекулярные водородные связи. Правило Иогансена.

Исследование координационных соединений. Признаки комплексообразования в ИК спектрах. Влияние симметрии координации на колебательный спектр.

1.5. Техника и методики ИК спектроскопии. Классификация ИК спектрометров. Принципы устройства одно- и двухлучевых ИК спектрометров. Источники и приемники ИК излучения, монохроматоры. ИК-прозрачные материалы. Интерферометр Майкельсона, регистрация интерферограмм. Фурье спектрометры, принцип работы и преимущества.

Приготовление образцов (газообразные, жидкие, твердые). Иммерсионные среды, их роль при регистрации спектров. Метод матричной изоляции.

Нарушенное полное внутренне отражение (НПВО), использование для регистрации колебательных спектров. Элементы НПВО.

2. Сканирующая (растровая) электронная микроскопия

2.1. Механизмы взаимодействия пучка электронов с мишенью в растровой электронной микроскопии (РЭМ), упругое и неупругое взаимодействие. Механизмы образования вторичных электронов, плазмонов, фононов, рентгеновского тормозного и характеристического излучения, Оже-электронов, катодoluminesценции. Области упругого и неупругого взаимодействия электронного пучка с мишенью, области генерации сигнала. Способы определения областей взаимодействия электронного пучка с мишенью.

2.2. Разрешение растрового электронного микроскопа. Виды контраста: композиционный, топографический, магнитный, потенциальный, контраст каналирования электронов.

Устройство и принцип действия сканирующего электронного микроскопа. Диапазон увеличений. Генераторы электронного пучка в РЭМ, принцип их действия, сравнительная характеристика. Детекторы вторичных, отраженных, поглощенных электронов (детектор Эверхарта-Торнли, полупроводниковый детектор). Дефекты изображения в РЭМ, способы их устранения.

2.3. Подготовка образцов для исследования методом РЭМ. Технические возможности растрового электронного микроскопа.

3. Микрорентгеноспектральный (энергодисперсионный рентгеновский) анализ

3.1. Спектр рентгеновского излучения, возникающего под действием быстрых электронов. Отбор линий для энергодисперсионного (EDX) анализа. Закон Мозли. Качественный химический (элементный) анализ вещества.

Детектирование рентгеновского излучения: кристалл-дифракционный и энергодисперсионный методы. Количественный элементный микрорентгеноспектральный анализ. Точность количественного анализа. Роль стандартов.

3.2. Подготовка образцов к EDX исследованию.

Локальный качественный и количественный элементный анализ. Изучение процессов выделения новых фаз, фазовых переходов.

4. Обработка результатов электронномикроскопического исследования

4.1. Факторы, определяющие контраст изображения, получаемого методами просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии. Предельное разрешение электронного микроскопа, поле зрения, глубина резкости электронного изображения, факторы, определяющие эти характеристики.

Светлопольное и темнопольное изображения, получаемая информация. Картины Муара и их использование при исследовании твердых тел. Выявление дефектной структуры образцов методом ПЭМ.

Влияние метода препарирования объектов на получаемую информацию. Выбор методики препарирования в зависимости от природы и микроструктуры исследуемых объектов. Влияние методики препарирования на контраст изображения, разрешающую способность реплик, характер получаемой информации. Влияние толщины объекта на характер получаемой информации.

4.2. Качественная и количественная обработка результатов электронномикроскопических исследований. Построение гистограмм и кривых распределения элементов изображения. Интерпретация полученных результатов.

УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКАЯ КАРТА

Номер раздела, темы	Название раздела, темы	Количество аудиторных часов					Количество часов	Форма контроля знаний
		Лекции	практические занятия	семинарские занятия	лабораторные занятия	Иное		
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	Инфракрасная спектроскопия: применение в химии	6			6		1	
1.1	Колебательная спектроскопия. Задача о колебаниях молекул. Описание и моделирование спектров.	2						Устный опрос
1.2	Учет симметрии молекул. Колебательные спектры и химическая связь.	2						Устный опрос, письменное задание
1.3	Идентификация соединений, качественный и количественный анализ смесей. Конформационный анализ.	1			2			Устный опрос, письменный отчет о лаб. работе
1.4	Исследование соединений с внутримолекулярными и межмолекулярными водородными связями и координационными соединениями.	1			1		1	Контрольная работа, письменный отчет о лаб. работе
1.5	Техника и методики ИК спектроскопии. Спектрометры. Приготовление образцов.				3			Контрольная работа, письменный отчет о лаб. работе
2; 3	Сканирующая (растровая) электронная микроскопия. Микрорентгеноспектральный (энергодисперсионный рентгеновский) анализ	8			4		1	
2.1;	Механизмы взаимодействия	2						Устный

2.2	пучка электронов с мишенью. Устройство и принцип действия сканирующего электронного микроскопа.							опрос, коллоквиум
3.1	Спектр рентгеновского излучения, возникающего под действием быстрых электронов. Качественный и количественный элементный анализ вещества.	2			2			Письменный отчет о лаб. работе, устный опрос
2.3; 3.2	Подготовка образцов и их исследование методами ПЭМ, РЭМ и энергодисперсионного элементного анализа.	4			2		1	Письменный отчет о лаб. работе, компьютерная презентация результатов исследования
4	Обработка результатов электронномикроскопического исследования	4		2	2			
4.1	Влияние методики препарирования образцов и условий получения изображений на контраст и разрешение изображения.	2		2				Устный опрос, письменное задание
4.2	Качественная и количественная обработка результатов электронномикроскопических исследований.	2			2			Письменный отчет о лаб. работе, устный опрос
	Итого	18		2	12		2	

ТЕМАТИКА ЛАБОРАТОРНЫХ ЗАНЯТИЙ

Лабораторная работа 1. Идентификация соединений методом ИК-спектроскопии, качественный и количественный анализ смесей. Изучение водородных связей соединений.

Лабораторная работа 2. Проведение конформационного анализа по ИК спектрам. Определение потенциальных барьеров внутреннего вращения.

Лабораторная работа 3. Техника и методики регистрации ИК спектров. Приготовление образцов в различных агрегатных состояниях.

Лабораторная работа 4. Подготовка образцов и их исследование методами ПЭМ, РЭМ и энергодисперсионного элементного анализа.

Лабораторная работа 5. Качественный и количественный элементный микрорентгеноспектральный анализ вещества.

Лабораторная работа 6. Качественная и количественная обработка результатов электронномикроскопических исследований.

ТЕМАТИКА СЕМИНАРСКИХ ЗАНЯТИЙ

Семинар 1. Влияние методики препарирования образцов и условий получения изображений на контраст и разрешение изображения.

ИНФОРМАЦИОННО-МЕТОДИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Рекомендуемая учебная литература

1. Вест А. Химия твердого тела. Теория и приложения. Ч.1. М. Мир. 1988. 556 с.
2. Вилков Л.В., Пентин Ю.А. Физические методы исследования в химии. Структурные методы и оптическая спектроскопия. М.: Высшая школа, 1987.
3. Власов А.И., Елсуков К.А., Косолапов И.А. Электронная микроскопия. Учебно-методический комплекс по тематическому направлению деятельности ННС «Наноинженерия». Москва. 2011. С. 166.
4. Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эчлин П., Джой Д., Фиори Ч., Лифшин Э. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ: в 2-ух т. Мир, 1984. С 303.
5. Кнотько А. В., Пресняков И.А., Третьяков Ю.Д. Химия твердого тела: Учеб.пособие для студентов вузов / А. В. Кнотько, И. А. Пресняков, Ю. Д. Третьяков. М.: Академия, 2006. 304 с.
6. Накамото К. ИК спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений. М.: Мир, 1991.
7. Оджаев В.Б., Свиридов Д.В., Карпович И.А., Понарядов В.В. Современные методы исследования конденсированных материалов. Минск: БГУ, 2003.
8. Рид С.Дж.Б. Электронно-зондовый микроанализ и растровая электронная микроскопия в геологии. Москва, Техносфера, 2008. С.232.
9. Трофимов А.Н., Кузнецова Я.В. Взаимодействие электронного пучка с образцом: Вводная часть к пособиям по лабораторным работам РЭМ, РСМА, КЛ. С.-Петербург. 2011. С.15.
10. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. Учебник для вузов. М. Металлургия. 1982. 632 с.
11. Хохштрассер Р. Молекулярные аспекты симметрии. М.: Мир, 1968.
12. Шиммель Г. Методика электронной микроскопии. М. Мир. 1972.

ПЕРЕЧЕНЬ ЗАДАНИЙ УПРАВЛЯЕМОЙ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ СТУДЕНТОВ

Тема: Инфракрасная спектроскопия: применение в химии.

Задание 1. Определить задачи, решаемые методом колебательной спектроскопии.

Задание 2. Описать ИК спектр заданного вещества.

Задание 3. Идентифицировать соединение по его ИК спектру.

Задание 4. Провести качественный и количественный анализ смеси.

Задание 5. Описать технику и методики регистрации ИК спектров. Способы приготовления образцов для исследования. Иммерсионные среды.

Перечень средств диагностики:

1. Устный опрос на семинарском занятии.
2. Письменное задание.
3. Письменный отчет о лабораторной работе.
4. Контрольная работа.

Тема: Сканирующая электронная микроскопия. Микрорентгено-спектральный анализ.

Задание 1. Рассмотреть механизмы взаимодействия пучка электронов с мишенью.

Задание 2. Описать устройство и принцип действия сканирующего электронного микроскопа, приставки для элементного анализа.

Задание 3. Провести качественный вещества и количественный элементный анализ по спектру рентгеновского излучения.

Задание 4. Подготовить образцы и исследовать их методами ПЭМ, РЭМ и энергодисперсионного элементного анализа.

Задание 5. Провести компьютерную презентацию результатов исследования по заданию 4.

Перечень средств диагностики:

1. Устный опрос на семинарском занятии.
2. Письменное задание.
3. Коллоквиум.
4. Письменный отчет о лабораторной работе.
5. Компьютерная презентация результатов исследования.

ПЕРЕЧЕНЬ ИСПОЛЬЗУЕМЫХ СРЕДСТВ ДИАГНОСТИКИ

1. Устный опрос в формате вопрос – ответ по темам:
 - 1.1. Колебательная спектроскопия. Задача о колебаниях молекул. Описание и моделирование спектров.
 - 1.2. Учет симметрии молекул Колебательные спектры и химическая связь.
 - 1.3. Идентификация соединений, качественный и количественный анализ смесей. Конформационный анализ.
 - 2.1. Механизмы взаимодействия пучка электронов с мишенью.
 - 2.2. Устройство и принцип действия сканирующего электронного микроскопа.
 - 3.1. Спектр рентгеновского излучения, возникающего под действием быстрых электронов.
 - 4.1. Влияние методики препарирования образцов и условий получения изображений на контраст и разрешение изображения.
 - 4.2. Обработка результатов электронномикроскопических исследований.
2. Коллоквиум по темам:
 - 2.1 Механизмы взаимодействия пучка электронов с мишенью.
 - 2.2. Устройство и принцип действия сканирующего электронного микроскопа.
3. Письменное задание по темам:
 - 1.2. Учет симметрии молекул Колебательные спектры и химическая связь.
 - 4.1. Влияние методики препарирования образцов и условий получения изображений на контраст и разрешение изображения.
4. Контрольная работа по темам:
 - 1.4. Исследование соединений с внутримолекулярными и межмолекулярными водородными связями и координационных соединений.
 - 1.5. Техника и методики ИК спектроскопии. Спектрометры. Приготовление образцов.
5. Письменный отчет о лабораторной работе по темам:
 - 1.3. Идентификация соединений, качественный и количественный анализ смесей. Конформационный анализ.
 - 1.4. Исследование соединений с внутримолекулярными и межмолекулярными водородными связями и координационных соединений.
 - 1.5. Техника и методики ИК спектроскопии. Приготовление образцов.
 - 3.1. Качественный и количественный элементный анализ вещества методом EDX.

2.3 и 3.2. Подготовка образцов и их исследование методами ПЭМ, РЭМ и энергодисперсионного элементного анализа.

4.2. Качественная и количественная обработка результатов электронномикроскопических исследований.

6. Компьютерная презентация результатов исследования по темам:

2.3 и 3.2. Подготовка образцов и их исследование методами ПЭМ, РЭМ и энергодисперсионного элементного анализа.

7. Экзамен.

ПРОТОКОЛ СОГЛАСОВАНИЯ УЧЕБНОЙ ПРОГРАММЫ УВО

Название учебной дисциплины, с которой требуется согласование	Название кафедры	Предложения об изменениях в содержании учебной программы по изучаемой дисциплине	Решение, принятое кафедрой, разработавшей учебную программу (с указанием даты и номера протокола)
Химия твердого тела	Кафедра неорганической химии	Нет изменений	Вносить изменения не требуется. Протокол №13 от 21.05.2018 г.
Нанохимия	Кафедра неорганической химии	Нет изменений	Вносить изменения не требуется. Протокол №13 от 21.05.2018 г.
Неорганическая химия	Кафедра неорганической химии	Нет изменений	Вносить изменения не требуется. Протокол №13 от 21.05.2018 г.
Кристаллохимия	Кафедра неорганической химии	Нет изменений	Вносить изменения не требуется. Протокол №13 от 21.05.2018 г.

ДОПОЛНЕНИЯ И ИЗМЕНЕНИЯ К УЧЕБНОЙ ПРОГРАММЕ УВО

на ____ / ____ учебный год

№ п/п	Дополнения и изменения	Основание

Учебная программа пересмотрена и одобрена на заседании кафедры неорганической химии Белорусского государственного университета (протокол № ____ от _____ г.)

Заведующий кафедрой

к.х.н., доцент

Е.И. Василевская

УТВЕРЖДАЮ

Декан химического факультета,

доктор химических наук,

член-корр. НАН Беларуси

Д.В. Свиридов