

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ
ІНСТИТУТ ЗАГАЛЬНОЇ ТА НЕОРГАНІЧНОЇ ХІМІЇ ім. В. І. ВЕРНАДСЬКОГО

ЗАТВЕРДЖЕНО

Вченою радою Інституту загальної та неорганічної хімії
ім. В.І. Вернадського НАН України

протокол № 9
від « 4 » жовтня 2024 року

Голова Вченої ради Інституту



Сергій СОЛОПАН

**РОБОЧА ПРОГРАМА НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ (СИЛАБУС)
ДИФРАКЦІЙНІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ ПОЛІКРИСТАЛІЧНИХ
МАТЕРІАЛІВ**

(назва навчальної дисципліни)

Рівень вищої освіти: **Третій (освітньо-науковий)**

Галузь знань: **10 Природничі науки**

Спеціальність: **102 Хімія**

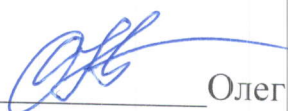
Освітньо- наукова програма: **Неорганічна і координаційна хімія, фізична хімія,
електрохімія**

Київ
2024

Робоча програма навчальної дисципліни «Дифракційні методи дослідження полікристалічних матеріалів» - Київ, 2024. – 10 с.

РОЗРОБНИКИ РОБОЧОЇ ПРОГРАМИ:

Старший науковий співробітник ІЗНХ
ім. В.І. Вернадського НАН України,
кандидат хімічних наук, старший
науковий співробітник


Олег В'ЮНОВ

Погоджено із гарантом ОНП


Анатолій ОМЕЛЬЧУК

Програму затверджено на засіданні Вченої ради
Інституту загальної та неорганічної хімії ім. В.І. Вернадського НАН України
протокол № 9
від «4» жовтня 2024 року

Вчений секретар Інституту


Людмила ЛИСЮК

1. Опис навчальної дисципліни

Найменування показників	Характеристика навчальної дисципліни
Загальна кількість: кредитів – 1 годин – 30 змістових модулів – 1	Обов'язкова дисципліна
	Рік підготовки 2 курс
	Лекції – 8 год
	Практичні – 6 год
	Семінарські – 0 год
	Самостійна робота – 16 год
	Форма підсумкового контролю: залік

2. Мета та завдання навчальної дисципліни

Мета формування у аспірантів цілісної системи знань та навичок, необхідних для розробки та дослідження нових матеріалів дифракційними методами, включаючи встановлення взаємозв'язку хімічного складу, структурних особливостей та електрофізичних властивостей, дослідження особливостей кристалічної структури, мікроструктури неорганічних сполук та твердих розчинів, морфології частинок, деяких характеристик плівкових матеріалів, тощо.

Завдання Освоєння аспірантами, що спеціалізуються в області хімії твердого тіла, теоретичних основ та практичних навичок дослідження неорганічних матеріалів за допомогою дифракційних методів з метою подальшого використання набутих знань для дослідження сучасних матеріалів у вигляді порошків, плівок та кераміки. Зокрема, методами рентгенофазового аналізу багатофазних систем (з використанням баз даних, а також на основі аналізу перетворень, що відбувається в суміші під дією температури, часу витримки, тощо), індексування рентгенограм, засвоєння базових понять та формул розрахунку теоретичних рентгенограм, можливостей уточнення параметрів синтезованих структур, використовуючи метод повнопрофільного аналізу (Рітвельда), визначення співвідношення фаз в суміші, що містить кілька сполук, а також визначення розмірів зерен і механічних напруг в порошках неорганічних матеріалів. Вивчення фізичних та технічних принципів роботи та можливості електронного мікроскопа, отримані навички роботи зі стандартними електронно-

мікроскопічними зображеннями, вивчені можливості аналізу інформації, отриманої з використанням дифракційних електронно-мікроскопічних методів. Засвоєння обмежень методів, визначення похибок під час досліджень, наведення достовірних результатів у наукових публікаціях.

Предмет дисципліни: властивості матеріалів

Процес вивчення дисципліни спрямований на формування елементів наступних **компетентностей:**

а) загальних :

ЗК1, ЗК2, ЗК4, ЗК5, ЗК7

б) спеціальних/фахових (СК/ФК):

СК1, СК2, СК5, СК7, СК8, СК9.

Програмні результати навчання (ПРН): ПРН2, ПРН3, ПРН5, ПРН16, ПРН17, ПРН20.

У результаті вивчення навчальної дисципліни здобувач вищої освіти повинен

знати: Базові принципи роботи приладів, що використовують дифракційні методи дослідження неорганічних матеріалів, зокрема, рентгенівську дифракцію та електронну мікроскопію. Мати навички роботи зі стандартними порошковими дифрактограмами та електронно-мікроскопічними зображеннями, знати, які завдання можна вирішити на основі аналізу цих даних. Розуміти обмеження вказаних методів, знати типи похибок та вміти їх розраховувати для отриманих даних з метою оцінки достовірності результатів;

вміти: використовувати набуті знання при вирішенні практичних задач дослідження неорганічних матеріалів у вигляді порошків, плівок та кераміки.

Міждисциплінарні зв'язки.

Дисципліна «Дифракційні методи дослідження полікристалічних матеріалів» згідно з навчальним планом належить до циклу дисциплін професійної підготовки, яка викладається на 2 курсі аспірантури. Базою для вивчення даної дисципліни є курси “Неорганічна хімія”, “Функціональні матеріали”, “Хімія твердого тіла”, “Кристалохімія”, «Фізико-хімічні методи аналізу» що вивчаються за напрямками підготовки спеціалістів, магістрів спеціальності “Хімія”.

Матеріал курсу слугує теоретичною основою для формування умінь і навичок, необхідних для ефективної самостійної науково-дослідницької роботи, аналізу прикладних аспектів в галузі неорганічної хімії із застосуванням фундаментальних знань для розв'язання практичних задач, обробки результатів із залученням необхідного програмного забезпечення та аналізу їх з використанням сучасних літературних джерел.

3. Зміст навчальної дисципліни

Змістовий модуль 1.

Тема 1. Рентгенівські, синхротронні та нейтронні методи

Утворення дифракційних зображень. Фізичні принципи, що використовуються для дифракційних методів досліджень. Основні завдання дифракційних методів дослідження. Теоретичний розрахунок профілю дифрактограми, основні складові та формули. Програмне забезпечення для розрахунків, переваги та недоліки. Принципи роботи та порівняльний аналіз можливостей використання дифракційних методів (рентгенівських, синхротронних, нейтронографічних, електронно-мікроскопічних). Обмеження дифракційних методів при дослідженнях неорганічних сполук. Достовірність результатів та наведення даних в публікаціях.

Тема 2. Дифракційна електронна мікроскопія

Типи електронних мікроскопів, їх можливості. Типи випромінювання під дією пучка електронів. Підготовка зразків. Розмір кристалітів, границі зерен, дислокації, дефекти.

Методи мікродифракції (одиначні рефлекси) і електронографії (кругова дифрактограма). Завдання електронної дифракції (кристалічність, симетрія ґратки, надструктури, двійнювання кристалів) та електронографії (мікрофазовий склад, параметри кристалічної ґратки, дисперсність зразка).

Обмеження об'єктів за розміром. Хімічні елементи, які можна аналізувати. Випадки збігу енергій рівнів елементів, що аналізуються. Достовірність результатів. Похибки визначення розміру зерен за зображенням.

4. Теми лекційних занять

№, з/п	Назва теми	Кількість годин
Лекція 1	Утворення дифракційних зображень. Фізичні принципи, що використовуються для дифракційних методів досліджень. Основні завдання дифракційних методів дослідження. Теоретичний розрахунок профілю дифрактограми, основні складові та формули.	2 год
Лекція 2	Програмне забезпечення для розрахунків, переваги та недоліки. Принципи роботи та порівняльний аналіз можливостей використання дифракційних методів (рентгенівських, синхротронних, нейтронографічних, електронно-мікроскопічних).	2 год
Лекція 3	Обмеження дифракційних методів при дослідженнях неорганічних сполук. Достовірність результатів та наведення даних в публікаціях. Типи випромінювання під дією пучка електронів. Підготовка зразків. Розмір кристалітів, границі зерен, дислокації, дефекти.	2 год
Лекція 4	Методи мікродифракції (одиначні рефлекси) і електроннографії (кругова дифрактограма). Завдання електронної дифракції (кристалічність, симетрія ґратки, надструктури, двійникування кристалів) та електроннографії (мікрофазовий склад, параметри кристалічної ґратки, дисперсність зразка).	2 год

5. Теми семінарських занять

Семінарські заняття не передбачені.

6. Теми практичних занять

№, з/п	Назва теми	Кількість годин
--------	------------	--------------------

1	Проведення ідентифікації фаз в багатофазному зразку. Визначення параметрів елементарної комірки зразка.	2 год
2	Визначення похибки розрахунку параметрів елементарної комірки зразка. Методи зменшення похибок. Визначення розмірів зерен полікристалічного зразка та похибки експерименту.	2 год
3	Обмеження об'єктів за розміром. Хімічні елементи, які можна аналізувати. Випадки збігу енергій рівнів елементів, що аналізуються. Достовірність результатів.	2 год

7. Теми лабораторних занять

Лабораторні заняття не передбачені.

8. Самостійна робота

№, з/п	Назва теми	Кількість годин
1	Загальна характеристика дифракційних методів. Застосування дифракційних методів для вирішення практичних задач	2 год
2.	Огляд характеристик дифракційних методів згідно за запропонованою літературою.	2 год
3.	Визначення параметрів кристалічної структури за порошкограмами зразків. Параметри елементарної комірки, координати атомів, теплові фактори. Розміри зерен та внутрішні механічні напруги.	2 год
4.	Ближній та дальній порядок. Аморфність та рентгеноаморфність. Вміст аморфної та кристалічної фази.	2 год
5.	Визначення елементного складу однофазного зразка. Базова лінія, вибір елементів, порівняння з заданим елементним складом.	2 год
6.	Типи електронних мікроскопів, їх можливості. Дифракція у просвічуючому мікроскопі.	2 год
7.	Види дифрактограм та їх аналіз. Похибки визначення розміру зерен за зображенням.	2 год
8.	Визначення можливостей застосування дифракційних методів для вирішення практичних задач дисертаційної роботи.	2 год

9. Форми контролю і методи оцінювання

(у т. ч. критерії оцінювання результатів навчання)

Діагностика успішності навчання аспірантів під час проведення лекційних та практичних занять:

- участь в обговоренні дискусійних питань (2-3 балів)

- доповіді, презентації на запропоновані теми практичних занять (5-10 балів).

10. Питання для підсумкового контролю

1. Фізичні принципи, що використовуються для дифракційних методів досліджень.
2. Основні закономірності взаємодії електронів з речовиною мішені, як витрачається енергії електронів.
3. Пружні і непружні взаємодії, типи випромінювання після взаємодії.
4. Типи та завдання дифракційних рентгенівських досліджень.
5. Особливості синхротронних та нейтронних методів порівняно з рентгенівськими.
6. Методи ідентифікація та індексування фаз.
7. Визначення параметрів елементарної комірки за порошкограмами зразків.
8. Етапи та вихідні дані розрахунку профілю рентгенограми. Вимоги до рентгенограм.
9. Які дані можна отримати в результаті розрахунку повного профілю рентгенограми?
10. Які методи (рентгенівські, синхротронні, нейтронні) треба використати визначити структурні дані сполук Zr ($a=2,95\text{\AA}$; $c=4,7\text{\AA}$), TiO_2 ($a=4,6\text{\AA}$; $c=2,96\text{\AA}$) та $Na_3V_2(PO_4)_2F_3$ ($a\approx b=9,03\text{\AA}$; $c=10,7\text{\AA}$)? Дайте розгорнуту відповідь.
11. Метод оцінки розмірів кристалів (ОКР) за розширенням дифракційної лінії. Принципи, формула, послідовність визначення.
12. Різниця між поняттями аморфність та рентгеноаморфність.
13. Яким буде результат дослідження рентгеноаморфного зразка методами дифракції, мікродифракції, електронографії?
14. Достовірність результатів при проведенні рентгенівських досліджень. Похибки вимірювань, їх визначення та наведення в публікаціях.
15. Характеристичне випромінювання та його використання для дослідження речовин.
16. Типи випромінювання під дією пучка електронів. Підготовка зразків. Розмір кристалітів, границі зерен, дислокації, дефекти.
17. Фактори, які визначають ширину дифракційної рентгенівської лінії.
18. Взаємозв'язок (формула) ширини лінії і відносної мікродеформації. Методика визначення величини мікродеформації.
19. Метод мікродифракції, поняття, базові явища, використання.
20. Точність рентгенівського мікроаналізу складу матеріалів, фактори, фізичні обмеження. Застосування еталонів.

11. Розподіл балів

Форма для заліку

Поточний та періодичний контроль	Сума балів
Змістовий модуль №1	100
100	

Шкала оцінювання: національна та ECTS

Сума балів за всі види навчальної діяльності	Оцінка ECTS	Оцінка за національною шкалою	
		для іспиту	для заліку
90-100	A	відмінно	зараховано
82-89	B	добре	
74-81	C		
64-73	D	задовільно	
60-63	E		
35-59	Fx	незадовільно з можливістю повторного складання	не зараховано з можливістю повторного складання
0-34	F	незадовільно з обов'язковим повторним вивченням дисципліни	не зараховано з обов'язковим повторним вивченням дисципліни

12. Рекомендована література

Основна

1. Данильченко С. М. Д Рентгенодифракційні методи дослідження кристалічних матеріалів: навчальний посібник / С.М. Данильченко, В. М. Кузнецов, І. Ю. Проценко.- Суми: Сумський державний університет, 2019.-135 с.
2. Методи дослідження фізико-механічних властивостей матеріалів: Навчальний посібник / Веселовська Н. Р., Посвятенко Е. К. Солоня О. В., Будяк Р. В. - Вінниця 2018. - 150 с.

Додаткова

1. Методи мінералогічних досліджень. Цикл лекцій. Частина 2 / Бекеша С., Сливко Є., Білик Н. – Львів: ЛНУ імені Івана Франка, 2013. – 192 с.
2. Основи електронної та зондової мікроскопії / Тузяк О. Я., Курляк В. Ю. – Львів: Вид. ЛНУ ім. Івана Франка, 2012. – 295 с.
3. Методи та засоби мікроскопії / Антонюк В. С., Тимчик Г. С., Бондаренко Ю. Ю., Петльований П. В., Білокінь С. О., Бондаренко М. О. – Київ: НТТУ "КПІ", 2013. – 333 с.
4. Лобода П. І. Рентгеноструктурний аналіз матеріалів у дисперсному стані: навч. посіб. / П. І. Лобода, О. П. Карасевська, І. Ю. Троснікова. - Київ. Центр учбової літератури, 2021. - 140 с. ISBN 978-617-673-528-1
5. Мікроскопія в нанотехнологіях / Антонюк В. С., Тимчик Г. С., Варцанова О. В., Бондаренко Ю. Ю., Білокінь С. О., Бондаренко М. О. – Київ: НТТУ "КПІ", 2014. – 260 с.

6. Рентгенографические методы изучения полимерных систем / Липатов Ю. С., Шилов В. В., Гомза Ю. П., Кругляк Н. Е. – Киев: Наук. думка, 1982. – 296 с.

Інформаційні ресурси

1. Dr. Patric Woodward (курс лекцій)
https://www.youtube.com/watch?v=hLL9rPPXL20&ab_channel=Pat%27sPerovskites
2. Аналіз дифракційних даних (онлайн-сервіс) <http://nanoair.dii.unitn.it:8080/sfpm/>