

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ЛЬВІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ ІВАНА ФРАНКА
КАФЕДРА АНАЛІТИЧНОЇ ХІМІЇ

Затверджено

На засіданні кафедри аналітичної хімії
хімічного факультету
Львівського національного
університету імені Івана Франка
(протокол № 1 від 29 серпня 2022 р.)

Завідувачка кафедри


доц. Лілія ДУБЕНСЬКА

РОБОЧА ПРОГРАМА НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ
РЕНТГЕНІВСЬКІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Освітній рівень: Магістр

Галузь знань: 10 Природничі науки

Спеціальність: 102 Хімія

Спеціалізація:

Освітня програма: освітньо-наукова програма «Хімія»

Факультет: хімічний

2022 рік

Робоча програма навчальної дисципліни «Рентгенівські методи аналізу» для студентів освітнього рівня «Магістр» спеціальності 102 Хімія. – 2022. – 13 с.

Розробники: *доктор хімічних наук, професор кафедри аналітичної хімії,
професор Каличак Я.М.*

*кандидат хімічних наук, доцент кафедри аналітичної хімії,
доцент Стельмахович Б.М.*

*кандидат хімічних наук, доцент кафедри аналітичної хімії,
доцент Жак О.В.*

Робочу програму схвалено на засіданні кафедри аналітичної хімії

Протокол № 1 від “ 29 ”серпня 2022 р.

© Каличак Я.М., 2022
Стельмахович Б.М., 2022
Жак О.В., 2022

1. Опис навчальної дисципліни

Найменування показників	Галузь знань, освітній рівень	Характеристика навчальної дисципліни	
		денна форма здобуття освіти	заочна форма здобуття освіти
Кількість кредитів – 4	Галузь знань 10 Природничі науки	Дисципліна за вибором	
Модулів – 1	Освітній рівень: Магістр	Рік підготовки	
Змістових модулів – 2		1-й	
Індивідуальне науково-дослідне завдання – немає		Семестр	
Загальна кількість годин – 120	Спеціальність: 102 Хімія	Лекції	
Тижневих годин для денної форми здобуття освіти : аудиторних – 2 год самостійної роботи студента – 5,5 год		16 год.	
		Практичні, семінарські	
		год.	
		Лабораторні	
		16 год.	
		Самостійна робота	
		88 год.	
		Індивідуальні завдання:	
		.	
	Вид контролю:		
	залік		

Співвідношення кількості годин аудиторних занять до самостійної і індивідуальної роботи становить (%):

для денної форми здобуття освіти – 36,4 %

для заочної форми здобуття освіти – 15,4 %

2. Мета та завдання навчальної дисципліни

Мета: опанування засад практичного використання рентгенівських методів аналізу для дослідження будови твердих тіл, якісного та кількісного визначення елементів методами рентгенівської спектроскопії.

Завдання: теоретичне і практичне ознайомлення із основами рентгенівських методів аналізу для дослідження якісного та кількісного складу хімічних сполук, їхньої структури, в т. ч. об'єктів доквілля (геологічних, біологічних), металів і сплавів, продуктів металургійного виробництва,

радіоелектроніки тощо; проведення фазового аналізу складного об'єкта за дифракційними даними порошку, вибір необхідного методу і програмного забезпечення для розрахунку кристалічної структури сполуки.

Загальні компетентності (ЗК):

ЗК 2. Здатність вчитися і оволодівати сучасними знаннями.

ЗК 4. Здатність застосовувати знання у практичних ситуаціях.

ЗК 7. Здатність використовувати інформаційні та комунікаційні технології.

ЗК 8. Здатність оцінювати та забезпечувати якість виконуваних робіт.

ЗК 14. Здатність до пошуку, критичного аналізу та обробки інформації з різних джерел.

Спеціальні (фахові, предметні) компетентності (СК):

СК 3. Здатність організовувати, планувати та реалізовувати хімічний експеримент.

СК 4. Здатність інтерпретувати, об'єктивно оцінювати і презентувати результати свого дослідження.

СК 5. Здатність застосовувати методи комп'ютерного моделювання для вирішення наукових, хіміко-технологічних проблем та проблем хімічного матеріалознавства.

СК 6. Здатність здобувати нові знання в галузі хімії та інтегрувати їх із уже наявними.

СК 11. Здатність орієнтуватися на достатньому рівні в галузі хімії поза межами обраного напрямку науково-дослідної роботи.

Програмні результати навчання (ПРН):

ПРН 1. Знати і розуміти наукові концепції та сучасні теорії хімії, а також фундаментальні основи суміжних наук.

ПРН 2. Глибоко розуміти основні факти, концепції, принципи і теорії, що стосуються предметної області, опанованої у ході магістерської програми, використовувати їх для розв'язання складних задач і проблем, а також проведення досліджень з відповідного напрямку хімії.

ПРН 3. Застосовувати отримані знання і розуміння для вирішення нових якісних та кількісних задач хімії.

ПРН 5. Володіти методами комп'ютерного моделювання структури, параметрів і динаміки хімічних систем.

ПРН 6. Знати методологію та організації наукового дослідження.

ПРН 9. Збирати, оцінювати та аналізувати дані, необхідні для розв'язання складних задач хімії, використовуючи необхідні методи та інструменти роботи з даними.

ПРН 10. Планувати, організовувати та здійснювати експериментальні дослідження з хімії з використанням сучасного обладнання, грамотно обробляти їх результати та робити обґрунтовані висновки.

ПРН 12. Оцінювати ризики у професійній діяльності та здійснювати запобіжні дії.

ПРН 15. Інтерпретувати експериментально отримані дані та співвідносити їх з відповідними теоріями в хімії.

ПРН 19. Використовувати здобуті знання та досвід для вирішення прикладних задач з хімії та впровадження інновацій.

У результаті вивчення цієї дисципліни студент повинен

знати:

- природу рентгенівського випромінювання;
- класифікацію рентгенівських методів аналізу;
- основи рентгеноспектральних (рентгеноадсорбційного, рентгено-емісійного) та дифракційних рентгенівських методів;
- основні вузли та принцип роботи рентгенівських установок;
- правила відбору і підготовки об'єктів для рентгенівських досліджень;
- основні сучасні комп'ютерні програми для обробки експериментальних даних;
- послідовність уточнення кристалічної структури сполуки за дифракційними даними порошку та монокристалу;
- основні способи представлення результатів обчислень.

вміти:

- підготувати зразок до рентгеноспектрального аналізу;
- підготувати порошкоподібний або монокристалічний зразок до рентгенівського дослідження;
- провести фазовий аналіз складного об'єкта за дифракційними даними порошку;
- вибрати необхідний метод розрахунку кристалічної структури сполуки;
- обчислити вміст визначуваного компонента або склад твердої фази за даними рентгенівського аналізу та оформити отримані результати.

3. Програма навчальної дисципліни

Змістовий модуль 1. Загальна характеристика рентгенівських методів аналізу. Дифракційні методи рентгенівського аналізу та їхнє застосування при визначенні фазового складу та внутрішньої будови кристалічних речовин.

Тема 1. Загальна характеристика методів аналізу, які ґрунтуються на використанні рентгенівського випромінювання: методи рентгенівської дифракції та рентгеноспектральні методи. Природа рентгенівського випромінювання, рентгенівські спектри. Джерела рентгенівського випромінювання: генератори рентгенівського випромінювання, рентгенівські трубки, синхротрон, радіоактивні випромінювачі. Диспергувальні елементи в рентгенівському аналізі. Фільтри рентгенівського випромінювання, кристали-монохроматори, повне зовнішнє відбивання. Реєстрація рентгенівських променів: приймачі рентгенівського випромінювання, іонізаційні лічильники, сцинтиляційні лічильники, енергодисперсійні лічильники, інші приймачі рентгенівського випромінювання.

Тема 2. Взаємодія рентгенівського випромінювання з речовиною. Розсіювання рентгенівських променів. Розсіювання вільним електроном. Ефект Комптона. Фотоефект. Сумарне поглинання рентгенівського випромінювання речовиною. Спектри поглинання рентгенівського випромінювання. Рентгенівська дифракція та інтерференція. Рівняння Лауе. Формула Вульфа-Бреггів.

Тема 3. Використання методів рентгенівської дифракції при дослідженні будови речовини. Методи дослідження моно- та полікристалічних зразків: метод Лауе; метод обертання (коливання); рентгенгонометричні методи монокристалу; дифрактометричні методи; методи Дебая-Шеррера, Брегга-Брентано, Гіньє.

Тема 4. Чинники, які впливають на інтенсивність інтерференції: кутовий множник інтенсивностей; адсорбційний множник; множники повторюваності; структурний чинник; температурний чинник (вплив статичного атомного зміщення) та переважаючої орієнтації полікристалітів (текстура). Основні підходи до розшифрування кристалічної структури невідомої речовини. Вихідна інформація. Встановлення просторових груп за даними дослідження монокристалу. Причини виникнення систематичних погасань рефлексів в рентгенівській дифракції. Проблема вихідних фаз структурних амплітуд в рентгеноструктурному аналізі та методи її розв'язання. Функція розподілу міжатомних векторів в структурі (синтез Патерсона), його інтерпретація. Статистичні методи. Функція розподілу електронної густини (синтез Фур'є).

Тема 5. Методи рентгенофазового аналізу. Кількісний рентгенофазовий аналіз. Використання методів рентгенофазового аналізу при дослідженні об'єктів довкілля.

Змістовий модуль 2. Рентгеноспектральні методи аналізу та їхнє використання для визначення якісного та кількісного складу речовин.

Тема 6. Рентгеноспектральний аналіз. Види рентгеноспектрального аналізу. Класифікація методів за способами їхнього одержання та реєстрації: WDX та EDX аналіз; електронна спектроскопія та рентгенівська флюоресценція.

Тема 7. Апаратура рентгеноспектральних методів. Принципові схема конструкції рентгеноспектральних приладів. Рентгенівські спектрографи і спектрометри. Квантометри. Рентгенівський мікроаналіз (локальний рентгеноспектральний аналіз). Будова і робота рентгеноспектрального мікроаналізатора. Використання методу трьох поправок (метод Кастета) при розрахунках в рентгеноспектральних методах аналізу. Підготовка об'єктів для досліджень і особливі вимоги до них. Використання стандартних зразків у методі. Метрологічні характеристики рентгеноспектральних методів аналізу.

Тема 8. Рентгенабсорбційні методи аналізу. Спектральні прилади абсорбційного аналізу. Використання методів рентгенабсорбційного аналізу при аналізі об'єктів довкілля. EXAFS-спектроскопія, фізичні основи методу. Методи дослідження атомної структури речовини за EXAFS-спектрами.

4. Структура навчальної дисципліни

Назви змістових модулів і тем	Кількість годин							
	денна форма				заочна форма			
	усього	у тому числі			усього	у тому числі		
		лк	лаб	с.р.		лк	лаб	с.р.
Модуль 1								
Змістовий модуль 1. Загальна характеристика рентгенівських методів аналізу. Дифракційні методи рентгенівського аналізу								
Тема 1. Природа рентгенівського випромінювання. Джерела рентгенівського випромінювання. Реєстрація рентгенівських променів	14	2	2	10	14	1	1	12
Тема 2. Взаємодія рентгенівського випромінювання з речовиною. Дифракція рентгенівських променів.	16	2	4	10	16	1	2	13
Тема 3. Методи рентгенівської дифракції при дослідженні будови речовини	14	2	-	12	14	1	-	13
Тема 4. Основні підходи до розшифрування кристалічної структури невідомої речовини.	16	2	4	10	16	1	2	13
Тема 5. Рентгенофазовий аналіз	16	2	2	12	16	1	1	14
Разом за змістовим модулем 1	76	10	12	54	76	5	6	65
Змістовий модуль 2. Рентгеноспектральні методи аналізу								
Тема 6. Рентгеноспектральні методи аналізу	26	4	4	18	26	2	2	22
Тема 7. Рентгенабсорбційні методи аналізу	18	2	-	16	18	1	-	17
Разом за змістовим модулем 2	44	6	4	34	44	3	2	39
<i>Усього годин</i>	120	16	16	88	120	8	8	104

5. Теми лабораторних робіт

№ з/п	Назва теми	К-ть годин
1.	Правила техніки безпеки при роботі в рентгенівській лабораторії. Підготовка зразків до аналізу методами порошку і монокристалу.	2
2.	Обладнання для одержання масиву даних у методах порошку і монокристалу. Зйомка дифрактограми на порошковому дифрактометрі STOE STADI P.	2
3.	Інтерпретація порошкової рентгенограми та рентгенограми від монокристалу (індексування, визначення періодів комірки).	2
4.	Фазовий аналіз зразка. Програмні комплекси WinCSD, Powder Cell, WinXPOW.	2
5.	Уточнення кристалічної структури зразка за даними рентгенівського методу порошку .	4
6.	Визначення фазового складу зразка та кількісного складу фаз методом рентгенівської спектроскопії (ЕДРС).	2
7.	Визначення якісного та кількісного складу фаз методом рентгенівської флуоресценції.	2
РАЗОМ		16

6. Самостійна робота

№ з/п	Назва теми	К-сть годин
1.	Природа рентгенівського випромінювання. Джерела рентгенівського випромінювання. Реєстрація рентгенівських променів.	10
2.	Взаємодія рентгенівського випромінювання з речовиною. Дифракція рентгенівських променів.	10
3.	Методи рентгенівської дифракції при дослідженні будови речовин	12
4.	Основні підходи до розшифрування кристалічної структури невідомої речовин	10
5.	Рентгенофазовий аналіз.	12
6.	Рентгеноспектральні методи аналізу.	18
7.	Рентгенабсорбційні методи аналізу	16
Разом		88

7. Методи навчання

Використовуються такі методи навчання:

а) *словесні* – лекція, пояснення, бесіда, інструктаж (вступний та поточний) під час виконання лабораторних робіт;

б) *наочні* – ілюстрування лекційного матеріалу таблицями, схемами, графіками та демонстрація дослідів на лабораторних заняттях;

в) *практичні* – виконання лабораторних робіт, що передбачає організацію навчальної роботи з використанням спеціального обладнання та за визначеною технологією для отримання нових знань, формування вмій і навичок виконання лабораторних досліджень різноманітних об'єктів з використанням рентгенівських методів аналізу.

8. Методи контролю

Контроль вивчення цієї дисципліни ведеться шляхом контрольних опитувань з теоретичних питань, а також за результатами практичного виконання і захисту лабораторних робіт.

Враховуються бали, набрані за результатами поточних і підсумкової (модульної) контрольних робіт, та бали за виконання і захист лабораторних робіт. При цьому обов'язково враховуються присутність на заняттях та активність студента під час лабораторного заняття; недопустимість пропусків та запізнь на заняття; користування мобільним телефоном, планшетом чи іншими мобільними пристроями під час заняття в цілях, не пов'язаних з навчанням; списування та плагіат; несвоєчасне виконання поставленого завдання і т. ін.

№	Вид контролю	Кількість форм контролю	Максимальний бал	Сумарний бал
1	Контрольна робота	2	8	16
2	Виконання і захист лабораторних робіт	7	10	70
3	Модульна контрольна робота (підсумкова)	1	14	14
Загальна сума балів				100

9. Розподіл балів, які отримують студенти

Бали нараховуються за наступним співвідношенням:

Змістовий модуль 1: 1 контрольна робота (8 балів) + 5 лабораторних робіт (разом 50 балів). Разом 58 балів за модуль 1.

Змістовий модуль 2: 1 контрольна робота (8 балів) + 2 лабораторних роботи (разом 20 балів). Разом 28 балів за модуль 2.

Модульна контрольна робота (підсумкова): 14 балів.

Поточне тестування та самостійна робота							Сума	
Змістовий модуль 1				Змістовий модуль 2				
T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	МКР	100
11	12	11	12	12	14	14	14	

МКР – модульна контрольна робота.

Шкала оцінювання: національна та ЄКТС

Оцінка ЄКТС	Сума балів за всі види навчальної діяльності	Оцінка за національною шкалою	
		для екзамену, курсового проекту (роботи), практики	для заліку
A	90 – 100	відмінно	зараховано
B	81 – 89	добре	
C	71 – 80		
D	61 – 70	задовільно	
E	51 – 60		
FX	21 – 50	незадовільно з можливістю повторного складання	не зараховано з можливістю повторного складання
F	0 – 20	незадовільно з обов'язковим повторним вивченням дисципліни	не зараховано з обов'язковим повторним вивченням дисципліни

10. Методичне забезпечення

1. Стельмахович Б.М. Фізичні методи аналізу (Електронний посібник), Львів, 2015, - 120 с.
2. Методичні вказівки та інструкції до виконання лабораторних робіт.

11. Рекомендована література

Базова

1. Шевченко Л.Л. Кристалохімія. – Київ: Вища школа, 1993. – 174 с.
2. Загородній В.В. Локальні методи дослідження. - Київ: КПІ ім. І. Сікорського, 2019. - 323 с.
3. Лутай А.М. Фізичні методи досліджень (електронне навчальне видання). - К. НТУУ “КПІ”, 2013. - 118 с.
4. Беліков К.М., Юрченко О.І. Рентгенфлуоресцентний аналіз. - Харків: В-во ХНУ ім. В.Н. Каразіна, 2012. - 52 с.
5. Спасьонова Л.М., Яценко А.П. Інструментальні методи дослідження в технології кераміки і скла. - Київ: КПІ ім. І. Сікорського, 2018. - 85 с.
6. Giacovazzo C. Fundamentals of Crystallography. – Oxford University Press. Oxford. – 1994. – 654 p.
7. Hammond Ch. The basics of Crystallography and Diffraction. – Oxford University Press. Oxford. – 1997. – 249 p.
8. International Tables of Crystallography. – Reidel Publishing Comany, Dordrecht. – 1983. – 854 p.
9. Pecharsky V.K., Zavalij P.Y. Fundametals of powder diffraction and structural characterization of materials. – Springer, 2005. – 715 p.

Допоміжна

1. Гірін О.Б., Овчаренко В.І., Колесник Є.В. Методичні вказівки до виконання лабораторного практикуму “Рентгенівський контроль виробів”, Д., ДВНЗ УДХТУ, 2015, 36 с.
2. Kraus W., Nolze G. *PowderCell for Windows (Version 2.4)*, Federal Institute for Materials Research and Testing, Berlin, Germany.
3. Yvon K., Jeitschko W., Parthé E. Lazy Pulverix package. *J. Appl. Crystallogr.* 1977, 10, 73–74.

4. Akselrud L., Grin Yu. Win CSD program package. *J. Appl. Crystallogr.* 2014, 47, 803–805.
5. Попович Н.І. Застосування методів фотоелектронної спектроскопії для дослідження структури приповерхневих шарів некристалічних халькогенідних матеріалів. *Наук. вісн. Ужгород. ун-ту, серія Фізична*, 2015, № 38, С. 8-17.

12. Інформаційні ресурси

1. <http://uk.wikipedia.org>
2. <http://www.iucr.ac.uk/iucr-top/journals/tocsearch.html>
3. <http://www.sciencedirect.com/>
4. <http://www.wincsd.eu/>