

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
Львівський національний університет імені Івана Франка
Хімічний факультет
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

Силабус з навчальної дисципліни
вільного вибору студента
«РЕНТГЕНІВСЬКІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ»,
що викладається в межах освітньо-наукової програми
другого (магістерського) рівня вищої освіти
для здобувачів зі спеціальності 102 «ХІМІЯ»

Львів 2022 р.

Назва дисципліни	Рентгенівські методи аналізу
Адреса викладання дисципліни	м. Львів, вул. Кирила і Мефодія, 6/8, кафедра аналітичної хімії
Факультет та кафедра, за якою закріплена дисципліна	Хімічний факультет, Кафедра аналітичної хімії
Галузь знань, шифр та назва спеціальності	Природничі науки, 102 «Хімія»
Викладачі дисципліни	Каличак Ярослав Михайлович, доктор хімічних наук, професор, професор кафедри аналітичної хімії Жак Ольга Володимирівна, кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри аналітичної хімії Стельмахович Богдан Мирославович, кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри аналітичної хімії
Контактна інформація викладачів	yaroslav.kalychak@lnu.edu.ua , кафедра аналітичної хімії, кім.424. olha.zhak@lnu.edu.ua , кафедра аналітичної хімії, кім. 425. bogdan.stelmakhovych@lnu.edu.ua , кафедра аналітичної хімії, кім.208.
Консультації з питань навчання по дисципліні відбуваються	Консультації відбуваються щоп'ятниці, 15:00-16:00 год. (вул. Кирила і Мефодія, 6/8, хімічний факультет, ауд. 6). Або на платформі ZOOM (за попередньою домовленістю зі студентами).
Сторінка курсу	https://e-learning.lnu.edu.ua/course/view.php?id=4381&notifyeditingon=1
Інформація про дисципліну	Дисципліна «Рентгенівські методи аналізу» є вибірковою дисципліною освітньо-наукової програми підготовки магістрів зі спеціальності 102 «Хімія», яка викладається в І(Х) семестрі в обсязі 4 кредитів (за Європейською Кредитно-Трансферною Системою ECTS).
Коротка анотація дисципліни	Програму навчальної дисципліни «Рентгенівські методи аналізу» розроблено так, щоб надати студентам знання, необхідні для проведення фазового аналізу твердих кристалічних об'єктів. У курсі представлено загальну характеристику 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; синхротронне випромінювання: огляд концепцій, методів та обладнання, потрібного для проведення досліджень.
Мета та цілі дисципліни	Метою вивчення вибіркової дисципліни «Рентгенівські методи аналізу» є теоретичне і практичне ознайомлення із основами рентгенівських методів аналізу під час дослідження якісного та кількісного складу хімічних сполук, їхньої структури, в т. ч. об'єктів докільця (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.

<p>Література для вивчення дисципліни</p>	<p style="text-align: center;"><i>Методичне забезпечення:</i></p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Стельмахович Б.М. Фізичні методи аналізу (Електронний посібник), Львів, 2015, - 120 с. 2. Методичні вказівки та інструкції до виконання лабораторних робіт. <p style="text-align: center;"><i>Основна література:</i></p> <ol style="list-style-type: none"> 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. Fundamentals of powder diffraction and structural characterization of materials. – Springer, 2005. – 715 p. <p style="text-align: center;"><i>Додаткова література</i></p> <ol style="list-style-type: none"> 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. <i>PowderCell for Windows (Version 2.4)</i>, Federal Institute for Materials Research and Testing, Berlin, Germany. 3. Yvon K., Jeitschko W., Parthé E. Lazy Pulverix package. <i>J. Appl. Crystallogr.</i> 1977, 10, 73–74. 4. Akselrud L., Grin Yu. Win CSD program package. <i>J. Appl. Crystallogr.</i> 2014, 47, 803–805. 5. Попович Н.І. Застосування методів фотоелектронної спектроскопії для дослідження структури приповерхневих шарів некристалічних халькогенідних матеріалів. <i>Наук. вісн. Ужгород. ун-ту, серія Фізична</i>, 2015, № 38, С. 8-17. <p><i>Інформаційні ресурси</i></p> <ul style="list-style-type: none"> • http://uk.wikipedia.org • http://www.iucr.ac.uk/iucr-top/journals/tocsearch.html • http://www.sciencedirect.com/ • http://www.wincsd.eu/
<p>Обсяг курсу</p>	<p>120 годин, в тому числі 32 години аудиторних занять (з них 16 годин лекцій, 16 годин лабораторних робіт) та 88 годин самостійної роботи.</p>
<p>Очікувані результати навчання</p>	<p><i>Загальні компетентності (ЗК):</i></p> <p>ЗК 2. Здатність вчитися і оволодівати сучасними знаннями.</p> <p>ЗК 4. Здатність застосовувати знання у практичних ситуаціях.</p> <p>ЗК 7. Здатність використовувати інформаційні та комунікаційні</p>

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 організувати, планувати та реалізувати 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, організувати 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.

В результаті вивчення даного спецкурсу студент повинен **знати:**

- природу рентгенівського випромінювання;
- класифікацію рентгенівських методів аналізу;

	<ul style="list-style-type: none"> • основи рентгеноспектральних (рентгенадсорбційного, рентгеномісійного) 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. <p>вміти:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 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.
Ключові слова	Рентгенівські промені, дифракція, фазовий аналіз, структура, рентгенівські спектри
Формат курсу	Очний
	Проведення лекцій, лабораторних робіт та консультації для ліпшого розуміння тем
Теми	Подано нижче у формі СХЕМИ КУРСУ** (Додаток 1).
Підсумковий контроль, форма	залік в кінці семестру, комбінований.
Пререквізити	Для вивчення курсу студенти потребують базових знань з таких дисциплін, як вища математика, фізика, основні розділи хімії, кристалохімія, фізичні методи дослідження та фізичні методи аналізу.
Навчальні методи та техніки, які будуть використовуватися під час викладання курсу	Презентація, лекції, лабораторні роботи (форми – групові завдання, спільні розробки, тьюторство, навчальні спільноти), дискусія.
Необхідне обладнання	Рентгенівські апарати (порошкові і монокристалічні), комп'ютерна техніка, програмне забезпечення для розрахунку структур, електронний мікроскоп з приставкою для локального спектрального аналізу, рентгенфлуоресцентний аналізатор.
Критерії оцінювання (окремо для кожного виду навчальної діяльності)	Оцінювання проводиться за 100-бальною шкалою. 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. За семестр всього — 100 балів. При цьому оцінка за лабораторну роботу включає в себе:

	<ul style="list-style-type: none"> - оцінку за теоретичну підготовку (усне або письмове опитування): 0 – 3 бали (0 – незадовільно, 1 – задовільно, 2 – добре, 3 – відмінно); - виконання роботи: 0 – 3 бали (0 – незадовільно, 1 – задовільно, 2 – добре, 3 – відмінно); - оформлення звіту і захист виконаної роботи: 0 – 4 бали (0 – незадовільно, 1 – задовільно, 2 – посередньо, 3 – добре, 4 – відмінно). <p>Очікується, що студенти дотримуються принципів академічної доброчесності: роботи студентів будуть їхніми оригінальними дослідженнями чи міркуваннями. Відсутність посилань на використані джерела, фабрикування джерел, списування, втручання в роботу інших студентів становлять, але не обмежують, приклади можливої академічної недоброчесності. Виявлення ознак академічної недоброчесності в письмовій роботі студента є підставою для її незарахування викладачем, незалежно від масштабів плагіату чи обману.</p> <p>Відвідання занять є важливою складовою навчання. Очікується, що всі студенти відвідають усі лекції і практичні заняття курсу. Студенти мають інформувати викладача про неможливість відвідати заняття. У будь-якому випадку студенти зобов'язані дотримуватися усіх строків визначених для виконання усіх видів письмових робіт, передбачених курсом.</p> <p>Література. Уся література, яку студенти не зможуть знайти самостійно, буде надана викладачем виключно в освітніх цілях без права її передачі третім особам. Студенти заохочуються до використання також й іншої літератури та джерел, яких немає серед рекомендованих.</p> <p>Політика виставлення балів. 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.</p> <p>Жодні форми порушення академічної доброчесності не толеруються.</p>
<p>Питання до контрольних робіт</p>	<p>Перелік питань до поточних та модульної контрольних робіт наведено нижче (Додаток 2).</p>
<p>Опитування</p>	<p>Анкету-оцінку з метою оцінювання якості курсу буде надано по завершенню курсу.</p>

** Схеми курсу

Тиж.	Тема	Форма заняття	Короткі тези	Год.
1/2	Природа рентгенівського випромінювання. Джерела рентгенівського випромінювання. Реєстрація рентгенівських променів.	лк	Загальна характеристика методів аналізу, які ґрунтуються на використанні рентгенівського випромінювання: методи рентгенівської дифракції та рентгеноспектральні методи.	2
	Техніка безпеки. Підготовка зразків до аналізу методами порошку і монокристалу.	лб	Природа рентгенівського випромінювання, рентгенівські спектри. Джерела рентгенівського випромінювання, рентгенівські трубки, синхротрон, радіоактивні випромінювачі. Фільтри рентгенівського випромінювання, кристали-монохроматори. Реєстрація рентгенівських променів, лічильники, с	2
3/4	Взаємодія рентгенівського випромінювання з речовиною. Дифракція рентгенівських променів	лк	Взаємодія рентгенівського випромінювання з речовиною. Розсіювання рентгенівських променів. Розсіювання вільним електроном. Ефект Комптона. Фотоефект. Сумарне поглинання рентгенівського випромінювання речовиною. Спектри поглинання рентгенівського випромінювання.	2
	Обладнання для одержання масиву даних у методах порошку і монокристалу. Зйомка дифрактограми на порошковому дифрактометрі STOE.	лб	Рентгенівська дифракція та інтерференція. Рівняння Лауе. Формула Вульфа-Бреггів.	2
5/6	Методи рентгенівської дифракції при дослідженні будови речовини.	лк	Використання методів рентгенівської дифракції при дослідженні будови речовини. Методи дослідження моно- та полікристалічних зразків: метод Лауе; метод обертання (коливання); рентгенгоніометричні методи монокристалу;	2
	Інтерпретація порошкової рентгенограми та рентгенограми від монокристалу (індексування, визначення періодів ґратки).	лб	дифрактометричні методи; методи Дебая-Шерера, Брегга-Брентано, Гінґе. Обладнання.	2

7/8	Основні підходи до розшифрування кристалічної структури невідомої речовини.	лк	Чинники, які впливають на інтенсивність інтерференції: кутовий множник інтенсивностей; адсорбційний множник; множник повторюваності; структурний чинник; температурний чинник та переважаючої орієнтації полікристалітів. Основні підходи до розшифрування кристалічної структури невідомої речовини. Встановлення просторових груп за даними дослідження монокристалу. Систематичні погасання рефлексів. Проблема вихідних фаз структурних амплітуд в рентгеноструктурному аналізі та методи її розв'язання. Статистичні методи. Функція розподілу електронної густини.	2
	Фазовий аналіз зразка. Програмні комплекси WinCSD, Powder Cell, WinXPOW.	лб		2
9/10	Рентгенофазовий аналіз.	лк	Методи рентгенофазового аналізу. Кількісний рентгенофазовий аналіз. Використання методів рентгенофазового аналізу при дослідженні об'єктів довілля. Аналіз кристалічної структури.	2
	Уточнення кристалічної структури зразка за даними рентгенівського методу порошку.	лб		2
11/12	Рентгеноспектральні методи аналізу.	лк	Види рентгеноспектрального аналізу. Класифікація методів за способами їх одержання та реєстрації: WDX та EDX аналізи; електронна спектроскопія та рентгенівська флюоресценція.	2
	Уточнення кристалічної структури зразка за даними рентгенівського методу порошку.	лб		2
13/14	Рентгеноспектральні методи аналізу (продовження)	лк	Принципова схема конструкції рентгеноспектральних приладів. Рентгенівські спектрографи і спектрометри. Квантометри. Будова і робота рентгеноспектрального мікроаналізатора. Підготовка об'єктів для досліджень і особливі вимоги до них. Стандартні зразки у рентгеноспектральних методах. Метрологічні характеристики рентгеноспектральних методів аналізу.	2
	Визначення фазового складу зразка та кількісного складу фаз методом енергодисперсійної рентгенівської спектроскопії (ЕДРС).	лб		2

15/16	Рентгенабсорбційні методи аналізу	<i>лк</i>	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.	2
	Визначення якісного та кількісного складу фаз методом рентгенівської флуоресценції.	<i>лб</i>		2

Перелік питань до поточних та модульної контрольних робіт

1. Загальна характеристика методів аналізу, які ґрунтуються на використанні рентгенівського випромінювання.
2. Загальна характеристика методів рентгенівської дифракції.
3. Загальна характеристика рентгеноспектральних методів аналізу.
4. Природа рентгенівського випромінювання.
5. Біле і характеристичне випромінювання.
6. Закон Мозлі. Визначення довжини хвилі випромінювання.
7. Монохроматизація рентгенівського випромінювання.
8. Реєстрація рентгенівського випромінювання (лічильники).
9. Синхротронне випромінювання.
10. Параметри рентгенівських хвиль; розсіювання рентгенівського випромінювання.
11. Дифракція рентгенівського випромінювання. Умови Лауе.
12. Формула Вульфа-Бреггів.
13. Рентгеноспектральний аналіз. Суть методу.
14. Якісний рентгеноспектральний аналіз.
15. Кількісний рентгеноспектральний аналіз.
16. Практичне застосування рентгеноспектрального аналізу.
17. Сканувальна електронна мікроскопія та мікроаналіз. Методи електронної та хвильової дисперсійної спектроскопії (EDS і WDS).
18. Оже-електронна спектроскопія.
19. Рентгенівська фотоелектронна спектроскопія.
20. Рентгеноемісійний та рентгенофлуоресцентний методи аналізів.
21. Рівняння Бреґга та інтерференційне рівняння.
22. Закон центросиметричності рентгенівської оптики. Визначення просторової групи симетрії.
Правила погашення.
23. Стратегія визначення структури за даними порошкової дифракції.
24. Перший етап аналізу структури. Визначення періодів ґратки та числа формульних одиниць в комірці.
25. Загальна схема другого етапу аналізу структури.
26. Структурна амплітуда і координати атомів.
27. Структурні амплітуди і розподіл електронної густини по комірці.
28. Метод міжатомної функції Паттерсона.
29. Чинники, що впливають на інтенсивність дифракційних променів в методі монокристалу.
30. Чинники, що впливають на інтенсивність дифракційних променів в методі порошку.
31. Опис обладнання, що використовується в методі порошку.
32. Опис обладнання для монокристалічних досліджень.
33. Метод Лауе, коротка характеристика.
34. Метод обертання, коротка характеристика.
35. Методи Вайсенберґа і фотографування оберненої ґратки, коротка характеристика.
36. Метод Дебая-Шерера, коротка характеристика.