

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова
Факультет наук о материалах

УТВЕРЖДАЮ
Зам. декана ФНМ по учебной
работе
_____/А.В. Кнотько /
«__» _____ 2016 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Наименование дисциплины:

Спецпрактикум «Методы диагностики материалов»

Уровень высшего образования:
магистратура

Направление подготовки:
04.04.02 Химия, физика и механика материалов

Направленность (профиль)/специализация ОПОП:
Фундаментальное материаловедение

Форма обучения:
очная

Рабочая программа рассмотрена и одобрена
Методической комиссией факультета наук о материалах
(протокол №_____, дата)

Москва 2016

Рабочая программа дисциплины разработана в соответствии с самостоятельно установленным МГУ образовательным стандартом (ОС МГУ) для реализуемых основных профессиональных образовательных программ высшего образования по направлению подготовки «Химия, физика и механика материалов» (программы бакалавриата, магистратуры, реализуемых последовательно по схеме интегрированной подготовки) в редакции приказа МГУ от _____20__ г.

1. Место дисциплины в структуре ОПОП ВО: Базовая часть, профессиональная подготовка, модуль «Химия материалов», курс предназначен для студентов магистратуры факультета наук о материалах **1-го года обучения (2-й семестр)**, курс является обязательным

2. Входные требования для освоения дисциплины, предварительные условия (если есть):

не требуется

3. Результаты обучения по дисциплине:

Знать: принципы работы, области и ограничения применения, основных приборных физико-химических методов диагностики материалов

Уметь: планировать необходимый набор диагностических методов при решении научной задачи, обрабатывать получаемые первичные результаты

Владеть: навыками обработки результатов анализов и измерений

4. Объем дисциплины составляет 4 з.е. (144 ак.ч.)

5. Содержание дисциплины, структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и виды учебных занятий:

5.1. Структура дисциплины по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и виды учебных занятий (в строгом соответствии с учебным планом)

Вид работы	Семестр				Всего
	2				
Общая трудоёмкость, акад. Часов	144				144
Аудиторная работа:	96				96
Лекции, акад. Часов	16				16
Семинары, акад. Часов					
Лабораторные работы, акад. часов	80				80
Самостоятельная работа, акад. Часов	48				48
Вид итогового контроля (зачёт, экзамен)	Зач..				

5.2. Содержание разделов (тем) дисциплины

Задача 1. Название задачи Рентгенофазовый анализ (8 ч. практические работы)

Содержание задачи Профильный анализ экспериментальной дифрактограммы смеси двух или трех неорганических соединений с использованием программного пакета WinXrow. Фазовый анализ на основе рентгенографической базы PC PDF-2 с использованием метода Ханавальта. В случае необходимости - фазовый анализ с учетом выборки отдельных рефлексов и поиска фаз с заранее заданными условиями. Количественная оценка содержания фаз в данном экспериментальном образце.

Задача 2. Название задачи Термические методы анализа. (2 ч. лекция, 8 ч. практические работы)

Содержание задачи Повторение физико-химических основ методов термогравиметрии (ТГ), дифференциально-термического анализа (ДТА), дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), масс-спектрометрии (МС) как метода анализа состава отходящих газов, дилатометрии (ДИЛ). Знакомство с основными узлами и характеристиками приборов. Изучение влияния различных факторов на вид термических кривых в методах ТГ и ДТА. Анализ методом МС состава газовой фазы, образующейся при термическом разложении различных неорганических

веществ. Исследование методом ДИЛ изменения длины образцов при нагревании, расчет коэффициентов термического расширения.

Задача 3. Название задачи Исследование реакционной способности поверхности твердых веществ методом ИК-спектроскопии. (2 ч. лекция, 8 ч. практические работы)

Содержание задачи Основы метода ИК-спектроскопии. Изучение устройства и техники работы на ИК-Фурье спектрометре (Perkin Elmer). Запись ИК-спектров в режиме диффузного отражения на воздухе при комнатной температуре. Исследование процессов адсорбции – десорбции различных газов (O_2 , H_2O , NO_2 , NH_3 , H_2S) на поверхности твердых веществ в температурном интервале 20 – 800 °С. Запись ИК-спектров в режиме диффузного отражения в атмосфере, содержащей целевой газ в указанном температурном интервале. Отнесение полос в ИК-спектре. Анализ активных центров на поверхности твердого вещества. Полуколичественная оценка изменения концентрации адсорбированных молекул на поверхности в зависимости от температуры.

Задача 4. Название задачи Исследование кристаллической структуры неорганических соединений методом ИК-спектроскопии (8 ч. практические работы)

Содержание задачи Повторение основ метода ИК-спектроскопии. Теоретический анализ кристаллической структуры образцов: определение количества нормальных колебаний небольших молекул или ионов, их неприводимых представлений и активности в ИК-спектрах при помощи таблиц характеров. Изучение устройства и техники работы на ИК-Фурье спектрометре (Perkin Elmer Spectrum One). Выбор и обоснование режима записи ИК-спектров образцов. Подготовка образцов и запись ИК-спектров в выбранном режиме (пропускание, нарушенное полное внутреннее отражение, диффузное отражение). Отнесение полос в спектрах.

Задача 5. Название задачи Исследование электронных переходов в полупроводниковых наночастицах. (2 ч. лекция, 8 ч. практические работы)

Содержание задачи Физико-химические основы используемых в работе методов: спектроскопия поглощения, электронные переходы, зонная структура полупроводников, квантово-размерный эффект. Изучение устройства и техники работы на спектрофотометре УФ-видимого диапазона Cary50 (Varian). Подготовка образцов. Выбор условий съемки. Снятие спектров поглощения образцов полупроводниковых наночастиц. Определение спектрального положения полос поглощения и оптической плотности. Оценка ширины полос поглощения. Анализ спектров поглощения. Разложение спектров поглощения на компоненты в спектральной и энергетической шкалах. Определение основных характеристик нижнего по энергии экситонного перехода (положение максимума, уширение, оптическую плотность). Расчет размеров, относительной дисперсии размеров, концентрации квантовых точек в исследуемом образце.

Задача 6. Название задачи Метод масс-спектрометрии в неорганической химии. (2 ч. лекция, 8 ч. практические работы)

Содержание задачи Теоретические основы метода: способы ионизации, фокусировки образующихся ионов, дифференциация ионного пучка по массовым числам и регистрация масс-спектра. Основные функциональные части масс-спектрометра. Принципы работы на приборе МИ-1201. Построение и обработка экспериментальных зависимостей ионных токов исследуемых молекул от времени и температуры. Обработка полученных зависимостей в соответствии с методикой задачи. Выполняется одна из предложенных задач. а) Определение энтальпии сублимации по II закону. Знакомство с методикой проведения эксперимента. Фокусировка и съемка масс-спектра остаточных газов: H_2O , N_2 , O_2 . Изотопное распределение ртути. Получение экспериментальной зависимости ионных токов от температуры для указанного вещества. Нахождение ΔH_{subl}^0 по тангенсу угла наклона прямолинейной зависимости $\ln(I/T) = f(T^{-1})$. б) Определение подвижности кислорода методом обмена $^{16}O/^{18}O$. Знакомство с

методикой проведения эксперимента. Фокусировка и съемка масс-спектра остаточных газов: H_2O , N_2 , O_2 . Определение относительного содержания молекул $^{16}\text{O}^{18}\text{O}$ (f_{34}) и содержания изотопа ^{18}O в газообразном O_2 (α_{18}) по соотношению интенсивностей ионных токов с 32, 34 и 36 а.е.м.. Получение экспериментальной зависимости ионных токов кислорода от температуры при пропускании газовой смеси O_2/Ag над сложным оксидом. Построение зависимостей f_{34} и α_{18} от времени и температуры. Аппроксимация полученных зависимостей теоретическими кривыми с целью установления характеристик кислородного обмена (коэффициентов диффузии и энергий активации).

Задача 7. Название задачи Электронная микроскопия и электронная дифракция. (2 ч. лекция, 8 ч. практические работы)

Содержание задачи Краткие сведения об основных принципах работы современных электронных микроскопов и реализуемых на них методах исследования веществ и материалов. Практическое ознакомление студентов с основными элементами работы пользователя на растровом и просвечивающем электронных микроскопах, включая настройку и получение микроскопических изображений и дифракционных картин с выделенной области. В ходе выполнения самостоятельной работы студенты осваивают основные методы кристаллографического анализа электронограмм.

Задача 8. Название задачи Магнитные измерения. (2 ч. лекция, 8 ч. практические работы)

Содержание задачи Измерение магнитных характеристик методом Фарадея. Освоение методов определения магнитных свойств материалов методом Фарадея и их интерпретация. Расчет намагниченности и коэрцитивной силы для ферромагнетиков, и расчет магнитной восприимчивости для диа- и парамагнетиков. В отчете приводятся петли гистерезиса для ферромагнетиков и значения магнитной восприимчивости для диа- и парамагнетиков, делаются выводы о связи полученных результатов со строением исследованного вещества. Измерение динамической магнитной восприимчивости на индукционном магнитометре. Освоение методов определения динамической магнитной восприимчивости материалов и их интерпретация. Изучение зависимости комплексной магнитной восприимчивости от температуры. Расчет T_c для ферромагнетиков (для суперпарамагнетиков - температуры блокировки) и сверхпроводников. В отчете студенты делают выводы о связи полученных результатов с природой исследованного вещества.

Задача 9. Название задачи Определение химического состава образца методом АЭС. (2 ч. лекция, 8 ч. практические работы)

Содержание задачи Приготовление стандартных растворов с учетом матрицы для проверки линейности калибровки и определение пределов обнаружения для определяемых элементов. Пробоподготовка с учетом химических особенностей образца: подбор растворителя, учет pH среды, добавление ПАВ и т.д. Выбор аналитических линий и проведение анализа.

Задача 10. Название задачи. Исследование материалов методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) (2 ч. лекция, 8 ч. практические работы)

Содержание задачи Обзорный спектр. Характерные особенности обзорного спектра. Первичная структура РФЭ спектров. Основные уровни. Спектральный фон. Спектральные линии. Интенсивность спектральной линии. Ширина спектральной линии. Экспериментальный спектр валентной зоны. Ультрафиолетовое излучение. Первичная структура, серии оже-переходов, возбуждаемых рентгеновским излучением. Химический сдвиг энергии связи. Рентгеновские сателлиты. Сателлиты встряски, стряхивания и асимметрия спектров. Энергия плазмонных колебаний. Плазмонные сателлиты в РФЭ спектрах. Эффект статической зарядки непроводящих образцов. В отчете студенты делают выводы о связи полученных результатов с природой исследованного вещества.

6. Фонд оценочных средств (ФОС, оценочные и методические материалы) для оценивания результатов обучения по дисциплине (модулю).

6.1. Типовые контрольные задания или иные материалы для проведения текущего контроля успеваемости, критерии и шкалы оценивания (в отсутствие утвержденных соответствующих локальных нормативных актов на факультете)

1. Рентгенофазовый анализ

1. Каков спектральный состав рентгеновского излучения?
2. От чего зависит длина волны рентгеновского излучения?
3. Как влияет выбор материала анода на вид рентгенограммы?
4. Закон Брэгга-Вульфа.
5. Какие факторы влияют на положение и интенсивность линий на рентгенограмме?
6. Базы рентгенографических данных. Основные ключевые параметры для поиска соединений в автоматическом режиме.
7. Какие критерии можно использовать для фазового анализа смеси веществ?

2. Термические методы анализа

1. Преимущества проведения термического анализа в динамической атмосфере.
2. Особенности проведения анализа металлов и сплавов для определения их температур плавления.
3. В каких условиях нужно проводить анализ образца для а) определения промежуточных стадий разложения; б) получения пиков ДТА с хорошим разрешением; в) обнаружения слабо выраженных переходов.
4. Как определить, какой газ образовался при разложении образца, если массовые числа различных ионов одинаковые?

3. Исследование реакционной способности поверхности твердых веществ методом ИК спектроскопии.

1. Какую информацию об адсорбционной/реакционной способности поверхности вещества по отношению к молекулам газа удалось получить?
2. Какая пробоподготовка потребовалась для проведения измерений и почему?
3. Особенности съемки ИК-спектров с использованием высокотемпературной проточной камеры: ограничение диапазона регистрируемых волновых чисел, из-за чего?
4. Достоинства и недостатки метода ИК-спектроскопии при исследовании химических процессов на поверхности твердых веществ.

4. Исследование кристаллической структуры неорганических соединений методом ИК-спектроскопии.

1. Какую информацию об исследуемых образцах удалось получить при анализе их ИК-спектров в ходе выполнения практикума?
2. Какую пробоподготовку было необходимо провести перед измерениями и почему?
3. Каково влияние дисперсности образца и его коэффициента поглощения на вид ИК-спектра?
4. Какие особенности фонового спектра необходимо учитывать при измерении спектров образцов и обработке данных?
5. Является ли полученная информация уникальной для метода ИК-спектроскопии или может быть получена/дополнена результатами других методов.

5. Исследование электронных переходов в полупроводниковых наночастицах.

1. Эффект размерного квантования.
2. Основные характеристики спектра поглощения квантовых точек.
3. Типичные растворители и спектральные границы их использования.
4. Расчет концентрации квантовых точек из спектральных данных.

5. Основные типы уширения полос поглощения для квантовых точек.

6. Метод масс-спектрометрии в неорганической химии.

Подготовить письменный отчет, в котором представить результаты работы на масс-спектрометре по выполнению учебной задачи (а или б).

Наряду с расчетами и полученными результатами, в отчете представить обоснование задачи, литературный обзор по одной из тем, указанных в разделе «самостоятельная работа» (в п. VII настоящей программы) и провести сопоставление полученных результатов с литературными данными.

7. Электронная микроскопия и электронная дифракция.

1. Проиндицировать электронограмму
2. Как будет выглядеть электронограмма при другой ориентации кристалла?
3. Как соотносятся кристаллографические характеристики исследуемого кристалла и наблюдаемая картина электронной дифракции?
4. Как изменится картина электронной дифракции при небольшом наклоне кристалла?
5. Каков был бы вид дифракционной картины, если бы вместо электронного пучка использовали Cu - Ka рентгеновское излучение? В чем причина различий?

8. Магнитные измерения

1. Основные типы магнитных материалов, используемых в настоящее время.
2. Ферромагнитные материалы с рекордными свойствами.
3. Опишите основные участки петли гистерезиса.
4. Приведите примеры магнитомягких и магнитожестких материалов.
5. Какими кристаллическими структурами обладают ферриты?
6. Где практически используются ферриты и материалы на их основе?

9. Определение химического состава образца методом АЭС

1. Сформулируйте закон Бугера-Ламберта-Бера.
2. Объясните понятие - чувствительность обнаружения элементов.
3. Какие преимущества и недостатки имеет индуктивно-связанная плазма.
4. Как правильно провести пробоподготовку твердого образца в случае анализа его водного раствора..
5. Требования к калибровочным растворам.

10. Исследование материалов методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС)

1. Чем полезен Оже-параметр при анализе химического состояния атома на поверхности?
2. С чем связано увеличение погрешности определения относительной атомной концентрации?
3. Что возможно предпринять, если в интересующем энергетическом диапазоне происходит наложение линий нескольких элементов?
4. Какие методы используются для калибровки спектров по энергии?
5. Как провести неразрушающий анализ элементного состава по глубине?
6. С чем связан нарастающий фон на обзорном спектре?
7. Какую информацию можно получить из анализа спектров потерь фотоэлектронов?
8. С чем связано появление дублетных линий на спектрах p-, d- и f – уровней?

6.2. Типовые контрольные задания или иные материалы для проведения промежуточной аттестации по дисциплине (модулю), критерии и шкалы оценивания (в отсутствие утвержденных соответствующих локальных нормативных актов на факультете)

Зачет ставится при условии успешного выполнения всех задач.

7. Ресурсное обеспечение:

7.1. Перечень основной и дополнительной литературы

1. Рентгенофазовый анализ

№ п/п	Автор	Название книги / статьи	Отв. редактор (для коллективных работ)	Место издания	Издательство	Год издания
1	Ковба Л.М., Трунов В.К.	Рентгенофазовый анализ		Москва	Изд-во МГУ	1976
2	Сиенко М., Плейн Р., Хестер Р.	Структурная неорганическая химия		Москва	Мир	1968
3	Вест А.	Химия твердого тела. Теория и приложения.		Москва	Мир	1988

2. Термические методы анализа

№ п/п	Автор	Название книги / статьи	Отв. редактор (для коллективных работ)	Место издания	Издательство	Год издания
1	Егунов В.П.	Введение в термический анализ		Москва	Мир	1996
2	Шестак Я.	Теория термического анализа		Москва	Мир	1987

3. Исследование реакционной способности поверхности твердых веществ методом ИК спектроскопии

№ п/п	Автор	Название книги / статьи	Отв. редактор (для коллективных работ)	Место издания	Издательство	Год издания
1	Накамото К.	ИК-спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений		Москва	Мир	1991
2	Давыдов А.А	ИК-спектроскопия в химии поверхности окислов.		Москва	Наука	1984

4. Исследование кристаллической структуры неорганических соединений методом ИК-спектроскопии.

№ п/п	Автор	Название книги / статьи	Отв. редактор (для коллективных работ)	Место издания	Издательство	Год издания
1	Накамото К.	ИК-спектры и спектры КР неорганических и координационных соединений		Москва	Мир	1991
2	Пентин Ю.А., Курамшина Г.М.	Основы молекулярной спектроскопии		Москва	Мир	2008

5. Исследование электронных переходов в полупроводниковых наночастицах

№ п/п	Автор	Название книги / статьи	Отв. редактор (для коллективных)	Место издания	Издательство	Год издания	Название журнала (сборника)	Том (выпуск) журнала/сборника	Номер журнала
1	Пентин Ю.А.,	Физические методы		Москва	Мир	2009			
2	Суздалев И.П.	Физикохимия нанокластеров, наноструктур и		Москва	КомКнига	2006			
3	Уханов Ю.И.	Оптические свойства		Москва	Наука	1977			

6. Метод масс-спектрометрии в неорганической химии

№ п/п	Автор	Название книги / статьи	Отв. редактор (для коллективных)	Место издания	Издательство	Год издания	Название журнала (сборника)	Том (выпуск) журнала/сборника	Номер журнала
1	Сидоров Л.Н., Коробов М.Р.	Масс-спектральные термодинамические исследования		Москва	Изд-во МГУ	1985			
2	Семенов Г. А., Николаев	Применение масс-спектрометрии в неорганической		Ленинград		1976			

7. Электронная микроскопия и электронная дифракция

№ п/п	Автор	Название книги / статьи	Отв. редактор (для коллективных)	Место издания	Издательство	Год издания	Название журнала (сборника)	Том (выпуск) журнала/сборника	Номер журнала
1	Хирш П., Хови А., Николсон Р., Пэшли	Электронная микроскопия тонких кристаллов.		Москва	Мир	1968			
4	Синто Д., Оикава Т.	Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия		Москва	Техносфера	2006			
6	Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н.	Рентгенографический и электроннооптический анализ		Москва	МИСиС	1994			

8. Магнитные измерения

№ п/п	Автор	Название книги / статьи	Отв. редактор (для коллективных)	Место издания	Издательство	Год издания	Название журнала (сборника)	Том (выпуск) журнала/сборника	Номер журнала
1	Карлин Р.	Магнетохимия		Москва	Мир	1989			
2	Калинников В.Г., Ракитин	Введение в магнетохимию. Метод		Москва	Мир	1984			

3	Вонсовский	Магнетизм		Москва	Наука	1971			
---	------------	-----------	--	--------	-------	------	--	--	--

9. Определение химического состава образца методом АЭС

№ п/п	Автор	Название книги / статьи	Отв. редактор (для коллективных работ)	Место издания	Издательство	Год издания	Название журнала (сборника)	Том (выпуск) журнала/сборника
1	Томпсон М., Уолш Д.Н.	Руководство по спектрометрическому анализу с		Москва	Недра	1988		
2	Васильева И.Е., Шабанова Е.В.,	Диагностика материалов		Москва	Мир	2001	Заводская лаборатория	67

10. Исследование материалов методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС)

1. Немошколенко В.В, Алешин В.Г. Электронная спектроскопия кристаллов. Киев, Наукова думка, 1976. 336с.
2. Нефедов В.И. Рентгеноэлектронная спектроскопия химических соединений. Справочник. М. Химия. 1984, 256 с.
3. В.А. Трапезников, И.Н. Шабанова. Рентгеноэлектронная спектроскопия сверхтонких поверхностных слоев конденсированных систем. М. Наука. 1988, 200с.

7.2. Перечень лицензионного программного обеспечения, в том числе отечественного производства (подлежит обновлению при необходимости)

Программное обеспечение для работы с приборами

7.3. Описание материально-технического обеспечения.

1. Рентгенофазовый анализ

Используются дифрактограммы, снятые на различных приборах.

2. Термические методы анализа

Синхронный термоанализатор STA 409 PC Luxxs.

3. Исследование реакционной способности поверхности твердых веществ методом ИК спектроскопии

ИК-Фурье спектрометр Perkin Elmer Frontier с приставкой диффузного отражения и высокотемпературной проточной камерой

Источники газов: генератор чистого воздуха, баллоны с аттестованными газовыми смесями, содержащими целевой газ (NH₃, H₂S, NO₂), источник влажности (насыщенный раствор MgCl₂ или LiCl)

Формирователь газовых потоков

4. Исследование кристаллической структуры неорганических соединений методом ИК-спектроскопии.

ИК-спектрометр Perkin Elmer Spectrum One, с приставками для измерения спектров на просвет, методами диффузного отражения и нарушенного полного внутреннего отражения.

Весы аналитические.

5. Исследование электронных переходов в полупроводниковых наночастицах

УФ-ВИД спектрометр Cary50 (Varyan).

6. Метод масс-спектрометрии в неорганической химии

Масс-спектрометр МИ1201, оборудованный системой напуска, а также источником кислорода ^{18}O , термопрограммируемой печью с реактором для проведения экспериментов по изучению кинетики изотопного обмена кислорода в оксидных образцах.

7. Электронная микроскопия и электронная дифракция

Просвечивающий электронный микроскоп Carl Zeiss Libra 200 с возможностью работы в режиме электронной дифракции с выделенной области, держатель образцов с собственной степенью свободы (наклон или вращение) для ориентации образца. Растровый электронный микроскоп LEO SUPRA 50 VP (Carl Zeiss) с энергодисперсионным рентгеноспектральным микроанализатором INCA Energy+ (Oxford Instruments, Великобритания)

8. Магнитные измерения

Магнетометр типа "весы Фарадея". Измерения проводятся в магнитных полях с максимальной напряженностью 18 кЭ при комнатной температуре.

Индукционный магнетометр с криогенной установкой APD Cryogenics. Измерения проводятся в переменном магнитном поле с частотой 27 Гц и напряженностью 10 – 100 Э при охлаждении от 290 К до 18 К.

Аналитические весы с чувствительностью 10^{-5} г.

9. Определение химического состава образца методом АЭС

Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно-связанной плазмой Optima 5300DV (Perkin-Elmer, США).

Весы аналитические

10. Исследование материалов методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС)

В задаче используются спектры, записанные на различных спектрометрах

8. Соответствие результатов обучения по данному элементу ОПОП результатам освоения ОПОП указано в Общей характеристике ОПОП.

8. Разработчик (разработчики) программы.

Васильев Роман Борисович, к.х.н.

Путляев Валерий Иванович, к.х.н.

Кнотько Александр Валерьевич, д.х.н.

Шаталова Татьяна Борисовна, к.х.н.

Казин Павел Евгеньевич, д.х.н.

Яшина Лада Валерьевна, д.х.н.

Колесник Ирина Валерьевна, к.х.н.