

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Пекаревский Борис Владимирович
Должность: Проректор по учебной и методической работе
Дата подписания: 13.03.2024 13:35:02
Уникальный программный ключ:
3b89716a1076b80b2c167df0f27c09d01782ba84



МИНОБРНАУКИ РОССИИ
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Санкт-Петербургский государственный технологический институт
(технический университет)»

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по учебной
и методической работе
_____ Б.В.Пекаревский
«_____» _____ 2023 г.

Рабочая программа дисциплины
РЕНТГЕНОВСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Специальность

04.05.01 Фундаментальная и прикладная химия

Специализация

Химия материалов

Квалификация

Химик. Преподаватель химии

Форма обучения

Очная

Факультет химии веществ и материалов

Кафедра физико-химического конструирования функциональных материалов

Санкт-Петербург

2023

Б1.В.08

ЛИСТ СОГЛАСОВАНИЯ

СОДЕРЖАНИЕ

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы	04
2. Место дисциплины (модуля) в структуре образовательной программы.....	05
3. Объем дисциплины	05
4. Содержание дисциплины.....	06
4.1. Разделы дисциплины и виды занятий.....	06
4.2. Формирование индикаторов достижения компетенций разделами дисциплины...	06
4.3. Занятия лекционного типа.....	07
4.4. Занятия семинарского типа.....	08
4.4.1. Семинары, практические занятия	08
4.4.2. Лабораторные занятия.....	08
4.5. Самостоятельная работа обучающихся.....	09
5. Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине	10
6. Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации	10
7. Перечень учебных изданий, необходимых для освоения дисциплины	11
8. Перечень электронных образовательных ресурсов, необходимых для освоения дисциплины.....	11
9. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины	12
10. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине.....	12
10.1. Информационные технологии.....	12
10.2. Программное обеспечение.....	12
10.3. Базы данных и информационные справочные системы.....	12
11. Материально-техническое обеспечение освоения дисциплины в ходе реализации образовательной программы	12
12. Особенности освоения дисциплины инвалидами и лицами с ограниченными возможностями здоровья	13
Приложения: 1. Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации...	14

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы.

В результате освоения образовательной программы специалитета обучающийся должен овладеть следующими результатами обучения по дисциплине:

Код и наименование компетенции	Код и наименование индикатора достижения компетенции	Планируемые результаты обучения (дескрипторы)
ПК-2 Способен выбирать обоснованные подходы к анализу связи «состав-строение-свойства» и конструированию неорганических и композиционных материалов с заданными функциональными свойствами	ПК-2.4 Владение навыками работы на рентгеновском поликристалльном дифрактометре, навыками обработки и интерпретации полученных рентгеновских данных	Знать: аппаратуру поликристалльного рентгенодифракционного анализа, современные компьютерные технологии при получении и обработке данных рентгеновского анализа (ЗН-1); Уметь: самостоятельно работать на приборах для проведения рентгеновских исследований, выбирать необходимое программное обеспечение для решения исследовательских и прикладных задач рентгеновскими методами и использовать его (У-1); Владеть: основными рентгеновскими методами исследования поликристалльного вещества, современными компьютерными технологиями при обработке рентгеновских порошковых дифрактограмм (Н-1).

2. Место дисциплины в структуре образовательной программы.

Дисциплина относится к дисциплинам части, формируемой участниками образовательных отношений (Б1.В.08), и изучается на 3 курсе в 6 семестре.

В методическом плане дисциплина опирается на элементы компетенций, сформированные при изучении дисциплины «Кристаллография».

Полученные в процессе изучения дисциплины «Рентгеновские методы исследования» знания, умения и навыки могут быть использованы при изучении дисциплин «Методы исследования веществ и материалов», «Высокотемпературный синтез функциональных материалов», «Основы технологии керамики», в научно-исследовательской работе, при прохождении производственной практики, а также при выполнении выпускной квалификационной работы.

3. Объем дисциплины.

Вид учебной работы	Всего, ЗЕ/академ. часов
Общая трудоемкость дисциплины (зачетных единиц/ академических часов)	4/ 144
Контактная работа с преподавателем:	81
занятия лекционного типа	18
занятия семинарского типа, в т.ч.	54
семинары, практические занятия (в том числе практическая подготовка)	18 (-)
лабораторные работы (в том числе практическая подготовка)	36 (18)
курсовое проектирование (КР или КП)	-
КСР	9
другие виды контактной работы	-
Самостоятельная работа	36
Форма текущего контроля (Кр, реферат, РГР, эссе)	3 индивидуальных задания
Форма промежуточной аттестации (КР, КП, зачет, экзамен)	Экзамен/27

4. Содержание дисциплины.

4.1. Разделы дисциплины и виды занятий.

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Занятия лекционного типа, академ. часы	Занятия семинарского типа, академ. часы		Самостоятельная работа, академ. часы	Формируемые компетенции	Формируемые индикаторы
			Семинары и/или практические занятия	Лабораторные работы			
1	Получение и обработка порошковых дифрактограмм	4	4	8	8	ПК-2	ПК-2.4
2	Качественный и количественный фазовый анализ	4	4	8	8	ПК-2	ПК-2.4
3	Определение и уточнение параметров элементарной ячейки, атомной структуры	4	4	8	8	ПК-2	ПК-2.4
4	Определение средних размеров кристаллитов	4	4	6	6	ПК-2	ПК-2.4
5	Высокотемпературная дифрактометрия	2	2	6	6	ПК-2	ПК-2.4

4.2. Формирование индикаторов достижения компетенций разделами дисциплины

№ п/п	Код индикаторов достижения компетенции	Наименование раздела дисциплины
1	ПК-2.4	Получение и обработка порошковых дифрактограмм Качественный и количественный фазовый анализ Определение и уточнение параметров элементарной ячейки, атомной структуры Определение средних размеров кристаллитов Высокотемпературная дифрактометрия

4.3. Занятия лекционного типа.

№ раздела дисциплины	Наименование темы и краткое содержание занятия	Объем, акад. часы	Инновационная форма
1	Тема 1. Получение и обработка порошковых дифрактограмм Рентгеновское излучение. Источники, детекторы рентгеновского излучения. Уравнение Брегга-Вульфа. Обратная решетка. Сфера Эвальда. Методы получения порошковых рентгенограмм. Компоненты дифрактометра. Первичная обработка рентгенограмм. Профильные функции, положение и	4	ЛВ
2	Тема 2. Качественный и количественный фазовый анализ Качественный фазовый анализ, работа с порошковыми базами данных. Идентификация фаз. Методы качественного фазового анализа двухфазных и многофазных смесей. Метод внутреннего стандарта. Метод корундовых чисел.	4	ЛВ
3	Тема 3. Уточнение параметров элементарной ячейки, атомной структуры Автоиндексирование. Приведение ячейки по Делане. Уточнение параметров элементарной ячейки. Атомная структура и построение теоретической дифрактограммы. Уточнение атомной структуры и количественный фазовый анализ на основе метода Ритвельда. Представление структурной информации в Chemical Information File (CIF).	4	Л
4	Тема 4. Определение средних размеров кристаллитов Определение среднего размера кристаллитов (ОКР) и микронапряжений. Определение распределения размеров элементарных частиц (в приложении к наноразмерным кристаллам).	4	Л
5	Тема 5. Высокотемпературная дифрактометрия Методы высокотемпературной дифрактометрии. Зависимость изменения параметров элементарной ячейки от температуры. Коэффициент термического расширения	2	Л

4.4. Занятия семинарского типа.

4.4.1. Семинары, практические занятия.

№ раздела дисциплины	Наименование темы и краткое содержание занятия	Объем, акад. часы		Инновационная форма
		всего	в том числе на практическую подготовку	
1	Порошковая рентгенограмма. Атомное рассеяние. Структурная амплитуда. Интегральная интенсивность дифракционного максимума. Поляризация. Фактор Лоренца и поляризации. Текстура.	4	-	АТД
2	Рентгенофазовый анализ образцов. Уточнение структуры и количественный фазовый анализ методом Ритвельда. Факторы согласия. Оценка содержания аморфной фазы в образце.	4	-	МШ
3	Расчет теоретических дифрактограмм из структурных данных.	4	-	МШ
4	Определение размеров кристаллитов и микронапряжений. Формула Шеррера. Микронапряжения решетки. Метод Вильямсона-Холла.	4	-	-
5	Определение коэффициентов термического расширения	2	-	-

4.4.2. Лабораторные работы

№ раздела дисциплины	Наименование темы и краткое содержание занятия	Объем, акад. часы		Примечание
		всего	в том числе на практическую подготовку	
1	Лабораторная работа 1. Получение и первичная обработка рентгеновской дифрактограммы	8	4	Т
2	Лабораторная работа 2. Качественный фазовый анализ трехфазной смеси и идентификация фаз с помощью порошковой базы данных (ICDD)	8	4	Т

№ раздела дисциплины	Наименование темы и краткое содержание занятия	Объем, акад. часы		Примечание
		всего	в том числе на практическую подготовку	
3	Лабораторная работа 3. Автоиндентификация монофазной дифрактограммы и уточнение параметров элементарной ячейки	4	2	-
3	Лабораторная работа 4. Построение теоретической дифрактограммы на основе структурных данных из кембриджского структурного банка и банка ICSD	4	2	-
4	Лабораторная работа 5. Определение размеров областей когерентного рассеяния и их распределение методом Уоррена- Абрахамса	6	3	-
5	Лабораторная работа 6. Построение зависимости изменения параметров элементарной ячейки от температуры на примере ромбических, тетрагональных и гексагональных кристаллов	6	3	-

4.5. Самостоятельная работа обучающихся.

№ раздела дисциплины	Перечень вопросов для самостоятельного изучения	Объем, акад. часы	Форма контроля
1	Тема 1. Получение и обработка порошковых дифрактограмм.	8	Индивидуальн ое задание №1
2	Тема 2. Качественный и количественный фазовый анализ. База данных ICDD. Методы качественного фазового анализа.	8	Индивидуальн ое задание №2
3	Тема 3. Уточнение параметров элементарной ячейки, атомной структуры. Правило Вегарда. Правило Ретгерса.	8	Устный опрос
4	Тема 4. Определение средних размеров кристаллитов. Уширение дифракционного максимума.	6	Индивидуальн ое задание №3
5	Тема 5. Высокотемпературная дифрактометрия	6	Устный опрос

4.5.1. Темы индивидуальных заданий.

1. Получить и провести первичную обработку рентгеновской дифрактограммы заданного монофазного или полифазного образца, выданного преподавателем, либо синтезированного самостоятельно в рамках научно-исследовательской работы.
2. Провести качественный фазовый анализ трехфазной смеси и идентификацию фаз с помощью порошковой базы данных. Провести качественный фазовый анализ образца, синтезированного самостоятельно в рамках научно-исследовательской работы. Провести автоиндексирование монофазной дифрактограммы и уточнение параметров элементарной ячейки.
3. Определить размеры областей когерентного рассеяния для образца, выданного преподавателем, либо синтезированного самостоятельно в рамках научно-исследовательской работы.

5. Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине.

Методические указания для обучающихся по организации самостоятельной работы по дисциплине, включая перечень тем самостоятельной работы, формы текущего контроля по дисциплине и требования к их выполнению размещены в электронной информационно-образовательной среде СПбГТИ(ТУ) на сайте: <https://media.technolog.edu.ru>

6. Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации

Промежуточная аттестация по дисциплине проводится в форме экзамена.

Экзамен предусматривает выборочную проверку освоения предусмотренных элементов компетенций и комплектуются вопросами (заданиями) двух видов: теоретический вопрос (для проверки знаний) и комплексная задача (для проверки умений и навыков).

При сдаче экзамена студент получает два вопроса из перечня, приведенного выше, и комплексную задачу.

Время подготовки студента к устному ответу на вопросы - до 45 мин.

Пример варианта вопросов на экзамене:

Вариант № 1

1. Условия возникновения рефлексов на дифрактограмме.
2. Зависимость изменения параметров элементарной ячейки от температуры.

Комплексная задача. Провести первичную обработку рентгеновской дифрактограммы монофазного образца, провести качественный фазовый анализ и определить размеры кристаллитов.

Фонд оценочных средств по дисциплине представлен в Приложении № 1.

Результаты освоения дисциплины считаются достигнутыми, если для всех элементов компетенций достигнут пороговый уровень освоения компетенции на данном этапе – оценка «удовлетворительно».

7. Перечень учебных изданий, необходимых для освоения дисциплины

а) печатные издания:

1. Павлова, Е. А. Рентгенофазовый анализ: учебное пособие / Е. А. Павлова, О. В. Карпинская, Л. И. Михайлова ; СПбГТИ(ТУ). Каф. технологии стекла и общ. технологии силикатов. - СПб. : [б. и.], 2011. - 62 с.

б) электронные учебные издания:

1. Павлова, Е. А. Определение размера наночастиц по области когерентного рассеяния методом рентгеновской дифракции [Текст]: методические указания к лабораторной работе / Е. А. Павлова, С. Г. Изотова ; СПбГТИ(ТУ). Кафедра физической химии. - Санкт-Петербург : СПбГТИ(ТУ), 2014. – 30 с. // СПбГТИ. Электронная библиотека. - URL: <https://technolog.bibliotech.ru> (дата обращения: 17.05.2023). - Режим доступа: для зарегистрир. пользователей.

2. Павлова, Е.А. Определение фазового состава кристаллического вещества с помощью рентгенофазового анализа : методические указания к лабораторной работе / Е.А.Павлова, О.В.Проскурина ; СПбГТИ(ТУ). Кафедра физической химии. - Санкт-Петербург : СПбГТИ(ТУ), 2014. - 24 с. // СПбГТИ. Электронная библиотека. - URL: <https://technolog.bibliotech.ru> (дата обращения: 17.05.2023). - Режим доступа: для зарегистрир. пользователей.

8. Перечень электронных образовательных ресурсов, необходимых для освоения дисциплины.

Интернет-ресурсы: проводить поиск в различных системах, таких как www.yandex.ru, www.google.ru, www.rambler.ru, www.yahoo.ru и использовать материалы сайтов, рекомендованных преподавателем на лекционных занятиях.

С компьютеров института открыт доступ к:
<http://media.technolog.edu.ru> Учебный план, РПД и учебно-методические материалы.

Электронно-библиотечные системы:

<https://technolog.bibliotech.ru> «Электронный читальный зал – БиблиоТех»;
<http://e.lanbook.com> - Электронно-библиотечная система издательства «Лань», коллекции «Химия» (книги издательств «Лань», «Бином»), «Нанотехнологии» (книги издательства «Бином. Лаборатория знаний»);

www.elibrary.ru - eLIBRARY - научная электронная библиотека периодических изданий;

www.scopus.com - База данных рефератов и цитирования Scopus издательства Elsevier;

<http://webofknowledge.com> - Универсальная реферативная база данных научных публикаций Web of Science компании Thomson Reuters;

<http://iopscience.iop.org/journals?type=archive>, <http://iopscience.iop.org/page/subjects> - Издательство IOP (Великобритания);

www.oxfordjournals.org - Архив научных журналов издательства Oxford University Press;

<http://www.sciencemag.org/> - Полнотекстовый доступ к журналу Science (The American Association for the Advancement of Science (AAAS));

<http://www.nature.com> - Доступ к журналу Nature (Nature Publishing Group);

<http://pubs.acs.org> - Доступ к коллекции журналов Core + издательства American Chemical Society;

<http://journals.cambridge.org> - Полнотекстовый доступ к коллекции журналов Cambridge University Press.

9. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины.

Все виды занятий по дисциплине «Рентгеновские методы исследования» проводятся в соответствии с требованиями следующих СТП:

СТП СПбГТИ 040-02. КС УКДВ. Виды учебных занятий. Лекция. Общие требования;

СТО СПбГТИ 018-2014. КС УКДВ. Виды учебных занятий. Семинары и практические занятия. Общие требования к организации и проведению.

СТО СПбГТИ 020-2011. КС УКДВ. Виды учебных занятий. Лабораторные занятия. Общие требования к организации и проведению.

СТП СПбГТИ 048-2009. КС УКДВ. Виды учебных занятий. Самостоятельная планируемая работа студентов. Общие требования к организации и проведению.

СТП СПбГТИ 016-2015. КС УКДВ. Порядок проведения зачетов и экзаменов.

Планирование времени, необходимого на изучение данной дисциплины, лучше всего осуществлять на весь семестр, предусматривая при этом регулярное повторение пройденного материала.

Основными условиями правильной организации учебного процесса для студентов является:

- плановость в организации учебной работы;
- серьезное отношение к изучению материала;
- постоянный самоконтроль.

На занятия студент должен приходить, имея знания по уже изученному материалу.

10. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине.

10.1. Информационные технологии.

В учебном процессе по данной дисциплине предусмотрено использование информационных технологий:

- чтение лекций с использованием слайд-презентаций;
- взаимодействие с обучающимися посредством ЭИОС.

10.2. Программное обеспечение.

Microsoft Office (Microsoft Excel);

Программа Vesta (для графического представления атомных структур неорганических веществ) – в свободном доступе.

10.3. Базы данных и информационные справочные системы.

База данных журналов РИНЦ.

База данных COD, Minicrist.

11. Материально-техническое обеспечение освоения дисциплины в ходе реализации образовательной программы.

Учебная аудитория для проведения лекционных занятий, групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации.

Основное оборудование: столы; стулья; доска; демонстрационный экран, проектор, компьютер.

Учебная аудитория для проведения занятий семинарского типа.

Основное оборудование: столы; стулья; доска; демонстрационный экран; проектор; компьютер; рентгеновский дифрактометр XRD-7000 (Shimadzu), высокотемпературная камера НТК-1200N (Anton Paar).

Помещение для самостоятельной работы.

Основное оборудование: столы; стулья; проектор; экран; компьютеры с доступом к информационно-телекоммуникационной сети «Интернет».

12. Особенности освоения дисциплины инвалидами и лицами с ограниченными возможностями здоровья.

Для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями учебные процесс осуществляется в соответствии с Положением об организации учебного процесса для обучения инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья СПбГТИ(ТУ), утвержденным ректором 28.08.2014.

**Фонд оценочных средств
для проведения промежуточной аттестации по
дисциплине «Рентгеновские методы исследования»**

1. Перечень компетенций и этапов их формирования.

Индекс компетенции	Содержание	Этап формирования
ПК-2	Способен выбирать обоснованные подходы к анализу связи «состав-строение-свойства» и конструированию неорганических и композиционных материалов с заданными функциональными свойствами	начальный

2. Показатели и критерии оценивания компетенций на различных этапах их формирования, шкала оценивания

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Показатели сформированности (дескрипторы)	Критерий оценивания	Уровни сформированности (описание выраженности дескрипторов)		
			«удовлетворительно» (пороговый)	«хорошо» (средний)	«отлично» (высокий)
ПК-2.4 Владение навыками работы на рентгеновском поликристалльном дифрактометре, навыками обработки и интерпретации полученных рентгеновских данных	Перечисляет аппаратуру поликристалльного рентгенодифракционного анализа, современные компьютерные технологии при получении и обработке данных рентгеновского анализа (ЗН-1)	Правильные ответы на вопросы №1-19 к экзамену	Имеет представление об аппаратуре поликристалльного рентгенодифракционного анализа, путается в современных компьютерных технологиях при получении и обработке данных рентгеновского анализа.	Перечисляет аппаратуру поликристалльного рентгенодифракционного анализа, современные компьютерные технологии при получении и обработке данных рентгеновского анализа, но с наводящими вопросами.	Правильно перечисляет аппаратуру поликристалльного рентгенодифракционного анализа, современные компьютерные технологии при получении и обработке данных рентгеновского анализа.
	Работает на приборах для проведения рентгеновских исследований, выбирает необходимое программное обеспечение для решения исследовательских и прикладных задач рентгеновскими методами и использует его (У-1)	Защита индивидуальных заданий и лабораторных отчетов	Слабо ориентируется в приборах для проведения рентгеновских исследований, с ошибками использует необходимое программное обеспечение для решения задач рентгеновскими методами.	Работает на приборах для проведения рентгеновских исследований, выбирает и использует необходимое программное обеспечение для решения задач рентгеновскими методами с небольшими ошибками.	Уверенно работает на приборах для проведения рентгеновских исследований, правильно использует необходимое программное обеспечение для решения задач рентгеновскими методами.

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Показатели сформированности (дескрипторы)	Критерий оценивания	Уровни сформированности (описание выраженности дескрипторов)		
			«удовлетворительно» (пороговый)	«хорошо» (средний)	«отлично» (высокий)
	Демонстрирует навыки использования основных рентгеновских методов исследования поликристалльного вещества, современных компьютерных технологий при обработке рентгеновских порошковых дифрактограмм (Н-1)	Защита индивидуальных заданий и лабораторных отчетов	С ошибками демонстрирует навыки использования основных рентгеновских методов исследования поликристалльного вещества, современных компьютерных технологий при обработке рентгеновских порошковых дифрактограмм.	Имеет навыки использования основных рентгеновских методов исследования поликристалльного вещества, современных компьютерных технологий при обработке рентгеновских порошковых дифрактограмм, но допускает 1-2 ошибки.	Уверенно и без ошибок демонстрирует навыки использования основных рентгеновских методов исследования поликристалльного вещества, современных компьютерных технологий при обработке рентгеновских порошковых дифрактограмм.

3. Типовые контрольные задания для проведения промежуточной аттестации
Вопросы для оценки знаний, умений и навыков, сформированных у студента
по компетенции ПК-2:

1. Методы получения порошковых рентгенограмм.
2. Первичная обработка дифрактограммы.
3. Угловое положение дифракционного максимума.
4. Интенсивность дифракционного максимума.
5. Методы высокотемпературной дифрактометрии.
6. Зависимость изменения параметров элементарной ячейки от температуры.
7. Определение коэффициента термического расширения.
8. Профильные функции, положение и интенсивность дифракционных пиков.
9. Условия возникновения рефлексов на дифрактограмме.
10. Принципы качественного фазового анализа. Порошковые базы данных.
11. Принципы количественного анализа смесей.
12. Автоиндицирование. Приведение ячейки по Делане.
13. Уточнение параметров элементарной ячейки.
14. Атомная структура и построение теоретической дифрактограммы.
15. Метод Ритвельда.
16. Ширина дифракционных пиков.
17. Определение среднего размера кристаллитов.
18. Определение микронапряжений.
19. Определение распределения частиц по размерам.

При сдаче экзамена студент получает два вопроса из перечня, приведенного выше, и комплексную задачу.

Время подготовки студента к устному ответу на вопросы - до 45 мин.

4. Методические материалы для определения процедур оценивания знаний, умений и навыков, характеризующих этапы формирования компетенций.

Промежуточная аттестация по дисциплине проводится в соответствии с требованиями СТП СТО СПбГТИ(ТУ) 016-2015. КС УКДВ Порядок проведения зачетов и экзаменов.

По дисциплине промежуточная аттестация проводится в форме экзамена.

Шкала оценивания на экзамене балльная («отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно»).