

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский Нижегородский государственный
университет им. Н.И. Лобачевского»**

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО
решением ученого совета ННГУ
протокол от
«16» июня 2021 г. № 8

**Рабочая программа дисциплины
РЕНТГЕНО-ФЛУОРЕСЦЕНТНАЯ
СПЕКТРОСКОПИЯ**

Уровень высшего образования

Специалитет

Направление подготовки / специальность

04.05.01 – Фундаментальная и прикладная химия

Направленность образовательной программы

Неорганическая химия

Форма обучения

Очная

Нижний Новгород
2021 год

Лист актуализации

Визирование РПД для исполнения в очередном учебном году

Председатель МК

04 июня 2021 г.

Рабочая программа пересмотрена, обсуждена и одобрена для
исполнения в 2021-2022 учебном году на заседании кафедры

Протокол от _____ 20__ г. № ____
Зав. кафедрой _____

Визирование РПД для исполнения в очередном учебном году

Председатель МК

_____ 20__ г.

Рабочая программа пересмотрена, обсуждена и одобрена для
исполнения в 20__ -20__ учебном году на заседании кафедры

Протокол от _____ 20__ г. № ____
Зав. кафедрой _____

Визирование РПД для исполнения в очередном учебном году

Председатель МК

_____ 20__ г.

Рабочая программа пересмотрена, обсуждена и одобрена для
исполнения в 20__ -20__ учебном году на заседании кафедры

Протокол от _____ 20__ г. № ____
Зав. кафедрой _____

Визирование РПД для исполнения в очередном учебном году

Председатель МК

_____ 20__ г.

Рабочая программа пересмотрена, обсуждена и одобрена для
исполнения в 20__ -20__ учебном году на заседании кафедры

Протокол от _____ 20__ г. № ____
Зав. кафедрой _____

1. Место и цели дисциплины в структуре ОПОП

Дисциплина «Рентгено-флуоресцентная спектроскопия» относится к вариативной части Блока 1 ОПОП по направлению подготовки 04.05.01 – Фундаментальная и прикладная химия (Б1.В.03.ДВ.04.04), является дисциплиной по выбору для освоения студентами очной формы обучения, специализирующимися по кафедре физической химии, на четвертом году обучения в 8 семестре.

Для освоения дисциплины студенты используют знания, умения и виды деятельности, сформированные в процессе изучения дисциплин «Физика», «Математика». Дисциплина «Рентгено-флуоресцентная спектроскопия» является основой для изучения таких областей знания как полупроводниковая и атомная техника, квантовая микроэлектроника и в производстве оптических материалов.

Целями освоения дисциплины «Рентгено-флуоресцентная спектроскопия» являются:

1. Изучение основных физических закономерностей рентгеновского излучения и аппаратной базы РФС.
2. Усвоение способов определения компонентного состава различных типов анализируемых объектов.

Задачи дисциплины:

1. Развитие методов анализа, обладающих высокой чувствительностью, точностью, экспрессностью.
2. Внедрение методов, позволяющих проводить дистанционный анализ и автоматический контроль на базе современной техники и ЭВМ материалов, без которых невозможно развитие современной полупроводниковой и атомной техники, квантовой микроэлектроники и производства оптических материалов.

2. Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы (компетенциями выпускников)

Формируемые компетенции (код, содержание компетенции)	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), в соответствии с индикатором достижения компетенции		Наименование оценочного средства
	Индикатор достижения компетенции*	Результаты обучения по дисциплине**	
ПК-1-н. Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в области неорганической химии, и/или смежных с химией науках	ПК-1-н-1. Составляет общий план исследования и детальные планы отдельных стадий ПК-1-н-2. Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи исходя из имеющихся материальных и временных ресурсов	<i>З1:</i> Знать теоретические основы и закономерности рентгеновского излучения и основные законы естественнонаучных дисциплин в профессиональной деятельности, а также методы математического анализа и моделирования. <i>У1:</i> Уметь использовать основные физические закономерности	ФОС «Рентгено-флуоресцентная спектроскопия»

		<p>рентгеновского излучения и основные законы естественнонаучных дисциплин в профессиональной деятельности.</p> <p><i>В1: Владеть</i> навыками применения методов рентгенофлуоресцентного (РФ) исследования однокомпонентных и многокомпонентных тонкопленочных систем.</p>	
<p>ПК-2-н. Способен проводить информационные исследования в области неорганической химии и/или смежных с химией науках</p>	<p>ПК-2-н-1. Проводит поиск специализированной информации в информационных базах данных</p> <p>ПК-2-н-2. Анализирует и обобщает результаты поиска по тематике проекта в области неорганической химии и/или смежных с химией науках</p>	<p><i>З1: Знать</i> об особенностях информации в области физической химии исследования компонентного состава и толщины тонкопленочных систем рентгеноспектральным флуоресцентным методом; какие информационные (сетевые) ресурсы существуют в РФС.</p> <p><i>У1: Уметь</i> применять специализированную информацию в информационных базах данных для РФС тонкопленочных и массивных материалов.</p> <p><i>В1: Владеть</i> приемами работы в информационных сетях по поиску новой химической информации в области РФС; приемами анализа результатов информационного поиска в области исследования компонентного состава современных функциональных материалов.</p>	<p>ФОС «Рентгено-флуоресцентная спектроскопия»</p>
<p>ПК-3-н. Способен на основе</p>	<p>ПК-3-н-1. Систематизирует</p>	<p><i>З1: Знать</i> сущность и назначение</p>	<p>ФОС «Рентгено-</p>

критического анализа результатов НИР оценивать перспективы их практического применения и продолжения работ в области неорганической химии и/или смежных с химией науках	<p>информацию, полученную в ходе НИР, анализирует ее и сопоставляет с литературными данными</p> <p>ПК-3-н-2. Определяет возможные направления развития работ и перспективы практического применения полученных результатов</p>	<p>программного обеспечения рентгеновского анализатора в развитии современной неорганической химии и спектроскопии и внедрении методов анализа, обладающих высокой точностью и экспрессностью.</p> <p><i>У1: Уметь</i> работать с программным обеспечением рентгеновского анализатора на уровне пользователя и способность применять полученные навыки в области познавательной и профессиональной деятельности.</p> <p><i>В1: Владеть</i> основными методами и способами РФС для определения компонентного состава различных объектов окружающей среды и интерпретации результатов экспериментов, полученных при работе на современном физическом и физико-химическом оборудовании.</p>	флуоресцентная спектроскопия»
<p>ПК-1-т.</p> <p>Способен определять способы, методы и средства решения технологических задач в рамках прикладных НИР в области неорганической химии</p>	<p>ПК-1-т-1. Готовит детальные планы отдельных стадий прикладных НИР</p> <p>ПК-1-т-2. Готовит документацию по подготовке, проведению и результатам прикладных НИР</p> <p>ПК-1-т-3. Предлагает технические средства и методы испытаний (из набора имеющихся) для решения поставленных</p>	<p><i>Знать</i> об использовании спектральных методов (атомно-абсорбционный, атомно-эмиссионный и рентгенофлуоресцентный) исследования для совершенствования современных функциональных материалов и технологии изготовления изделий микроэлектроники, наноэлектроники и принципах планирования прикладных НИР.</p> <p><i>Уметь</i> использовать результаты</p>	<p>ФОС</p> <p>«Рентгено-флуоресцентная спектроскопия»</p>

	<p>задач в рамках прикладных НИР</p> <p>ПК-1-т-4. Проводит испытания инновационной продукции</p>	<p>спектральных методов исследований для поиска новых технологий и материалов;</p> <p>использовать высокоточные методы для прогноза характеристик и свойств новых технологий и материалов;</p> <p>разрабатывать новые функциональные материалы для изготовления изделий микроэлектроники, нанoeлектроники.</p> <p><i>Владеть</i> приемами деятельности по поиску прикладных решений на основе результатов, полученных при спектральном анализе новых функциональных материалов современными методами спектроскопии.</p>	
--	---	---	--

Окончательное завершение формирования компетенций, предусмотренных в рамках данной дисциплины, происходит при прохождении производственных практик и выполнения ВКР.

3. Структура и содержание дисциплины «Рентгено-флуоресцентная спектроскопия»

3.1 Трудоемкость дисциплины

	очная форма обучения
Общая трудоемкость	9 ЗЕТ
Часов по учебному плану	324
в том числе	
аудиторные занятия (контактная работа):	
- занятия лекционного типа	64
- занятия семинарского типа	64
-лабораторные занятия	96
-КСИРФ	2
самостоятельная работа	62
Промежуточная аттестация – экзамен	36

3.2. Структура дисциплины

Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины	Всего (часы)	в том числе				
		Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем), часы из них				Самостоятельная работа обучающегося, часы
		Занятия лекционного типа	Занятия семинарского типа	Занятия лабораторного типа	Всего	
Тема 1. Физические основы РФС.	42	14	—	16	30	12
Тема 2. Аппаратура для РФС.	48	10	12	16	38	10
Тема 3. Проблемы при определении концентраций с помощью РФС.	50	10	14	16	40	10
Тема 4. Определение концентраций с помощью РФС.	48	10	12	16	38	10
Тема 5. Техника подготовки образцов для РФС.	50	10	14	16	40	10
Тема 6. Рабочие характеристики методик анализа	48	10	12	16	38	10
Контроль самостоятельной работы	2					
Промежуточная аттестация – экзамен	36					
Итого	324	64	64	96	224	62

Текущий контроль успеваемости реализуется в рамках выполнения практических заданий. Промежуточный контроль осуществляется при проведении **экзамена**.

3.3. Содержание разделов дисциплины

Тема 1. Физические основы РФС.

Общая характеристика рентгеновского излучения. Основной принцип РФС. Общая характеристика возможностей метода. Закономерности первичного рентгеновского излучения. Тормозное рентгеновское излучение. Характеристическое рентгеновское излучение. Влияние электрических параметров. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Ослабление. Фотоабсорбция. Оже-эффект. Рассеяние. Дифракция на монокристаллах. Интенсивность рентгено-

флуоресцентного излучения анализируемого образца. Интенсивность K –линии при монохроматическом возбуждении. Интенсивность K –линии при полихроматическом возбуждении. Оптимальные условия возбуждения. Влияние толщины анализируемого образца.

Тема 2. Аппаратура для РФС.

Принципиальное устройство прибора для РФС. Измеряемые величины. Возбуждение первичного излучения. Спектральное разложение флуоресцентного излучения. Измерение излучения. Детекторы. Регистрирующие электронные блоки. Обработка результатов измерений и представление данных. Функциональный контроль.

Тема 3. Проблемы при определении концентраций с помощью РФС.

Влияние матрицы. Проблема, связанная с величиной зерна и качеством поверхности. «Эффективный» объем образца для РФС. Влияние величины зерен и их распределения на интенсивность флуоресценции. Влияние состояния поверхности на интенсивность флуоресценции. Требования к стандартным образцам и образцам сравнения.

Тема 4. Определение концентраций с помощью РФС.

Расчетные возможности метода без специальной подготовки образцов. Графическое представление градуировочной характеристики и линейные градуировки. Модель корректировки по интенсивности флуоресценции. Регрессия и определение коэффициентов регрессии (МНК). Пример определения концентраций элементов в стали. Модель корректировки по концентрации. Метод фундаментальных параметров (МФП). Экспериментальные возможности. Применение внешних и внутренних стандартов. Использование рассеянного первичного излучения. Метод разбавления пробы.

Тема 5. Техника подготовки образцов для РФС.

Компактные металлические образцы для анализа. Порошкообразные образцы. Порошки в виде насыпного материала. Прессованные образцы без связующих добавок. Прессованные образцы со связующими добавками. Подготовка малых количеств вещества. Подготовка растворов. Сплавление.

Тема 6. Рабочие характеристики методик анализа.

Систематические и случайные погрешности при РФС. Статистические параметры для оценки случайных погрешностей. Оценка воспроизводимости методики. Оценка правильности методики. Оценка чувствительности методики. Определение предела обнаружения и определения. Определение дисперсии градуировочной функции. Затраты времени и трудоемкость.

3.4. Лабораторный практикум

№ п/п	Наименование лабораторных работ
1	Определение толщины двухслойных однокомпонентных пленок
2	Определение состава и толщины двухслойных многокомпонентных пленок
3	Определение плотности тонких однокомпонентных пленок рентгенофлуоресцентным методом
4	Определение поверхностной плотности (толщины) тонких однослойных пленок
5	Рентгено-флуоресцентный метод определения состава и толщины

	тонких пленок
6	Рентгено-спектральный флуоресцентный анализ сплавов

4. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся

Самостоятельная работа студентов в процессе изучения дисциплины «Рентгенофлуоресцентная спектроскопия» предполагает чтение учебной и научной литературы, решение задач по тематическим разделам дисциплины. Учебники и задачки имеют в наличии в библиотеке в необходимом количестве, а также доступны на соответствующих Интернет-сайтах. Средствами для текущего контроля успеваемости являются контрольные работы и коллоквиумы, которые проводятся по итогам изучения тематических разделов дисциплины. По итогам изучения дисциплины в каждом семестре предусмотрен экзамен в качестве средства промежуточной аттестации студентов.

К формам текущего контроля успеваемости дисциплины относится следующее:

- Регулярные консультации и собеседования.
- Контрольные работы

Промежуточная аттестация по итогам освоения дисциплины проходит в форме экзамена.

5. Фонд оценочных средств для промежуточной аттестации по дисциплине (модулю), включающий

5.1. Описание шкал оценивания результатов обучения по дисциплине

Промежуточный контроль качества усвоения студентами содержания дисциплины проводится в виде комплексного экзамена, на котором определяется:

- уровень усвоения студентами основного учебного материала по дисциплине;
- уровень понимания студентами изученного материала;
- способности студентов использовать полученные знания для решения конкретных задач.

Экзамен проводится в устной форме в виде ответа обучающегося на теоретические вопросы курса (с предварительной подготовкой) и последующим собеседованием в рамках тематики курса.

Уровень сформированности компетенций (индикатора достижения компетенций)	Шкала оценивания сформированности компетенций						
	плохо	неудовлетворительно	удовлетворительно	хорошо	очень хорошо	отлично	превосходно
	Не зачтено		зачтено				
<u>Знания</u>	Отсутствие знаний теоретического материала. Невозможность оценить полноту знаний	Уровень знаний ниже минимальных требований. Имели место грубые ошибки.	Минимально допустимый уровень знаний. Допущено много негрубых ошибок.	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Допущено несколько негрубых	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Допущено несколько негрубых	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки, без ошибок.	Уровень знаний в объеме, превышающем программу

	вследствие отказа обучающегося от ответа			ошибок	ых ошибок		подготовки.
<u>Умения</u>	Отсутствие минимальных умений . Невозможность оценить наличие умений вследствие отказа обучающегося от ответа	При решении стандартных задач не продемонстрированы основные умения. Имели место грубые ошибки.	Продemonстрированы основные умения. Решены типовые задачи с негрубыми ошибками. Выполнены все задания но не в полном объеме.	Продemonстрированы все основные умения. Решены все основные задачи с негрубыми ошибками. Выполнены все задания, в полном объеме, но некоторые с недочетами.	Продemonстрированы все основные умения. Решены все основные задачи . Выполнены все задания, в полном объеме, но некоторые с недочетами.	Продemonстрированы все основные умения, решены все основные задачи с отдельными несущественным недочетами, выполнены все задания в полном объеме.	Продemonстрированы все основные умения,. Решены все основные задачи. Выполнены все задания, в полном объеме без недочетов
<u>Навыки</u>	Отсутствие владения материалом. Невозможность оценить наличие навыков вследствие отказа обучающегося от ответа	При решении стандартных задач не продемонстрированы базовые навыки. Имели место грубые ошибки.	Имеется минимальный набор навыков для решения стандартных задач с некоторыми недочетами	Продemonстрированы базовые навыки при решении стандартных задач с некоторыми недочетами	Продemonстрированы базовые навыки при решении стандартных задач без ошибок и недочетов.	Продemonстрированы навыки при решении нестандартных задач без ошибок и недочетов.	Продemonстрирован творческий подход к решению нестандартных задач

Для оценивания результатов обучения в виде знаний используются следующие процедуры и технологии:

- *письменные ответы* на вопросы контрольных работ и коллоквиумов;
- *устные ответы на вопросы при фронтальном опросе* на семинарских занятиях;
- *собеседование* на экзамене

Для оценивания результатов обучения в виде умений и владений используются следующие процедуры и технологии:

- *практические контрольные задания*, включающие выполнение одной или нескольких задач;

5.2. Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки результатов обучения.

Примерный перечень вопросов (для экзамена) для оценки сформированности знаний компетенции ПК-1-н:

Раздел 1. Физические основы РФС.

1. Первичное и флуоресцентное рентгеновское излучение.
2. Закон Вульфа-Бреггов.
3. Устройство и принцип действия рентгеновской трубки.
4. Спектральное распределение интенсивности тормозного и характеристического рентгеновского излучений.

5. Закон Мозли. Поглощение и отражение рентгеновского излучения.
6. Влияние химического состава излучателя на интенсивность флуоресценции.
7. Эффекты избирательного возбуждения и поглощения.

Примерный перечень вопросов (для экзамена) для оценки сформированности знаний компетенции ПК-2-н:

Раздел 2. Аппаратура для РФС.

1. Оптическая и блок-схемы рентгеновского спектрометра. Устройство и назначение каждого блока схемы.
2. Кристалл-анализаторы для РФ спектрометров.
3. Детекторы рентгеновского излучения. Сцинтилляционный и проточно-пропорциональный счетчики.
4. Спектрометры с волновой и энергетической дисперсиями.

Раздел 3. Проблемы при определении концентраций с помощью РФС.

1. Образцы сравнения и стандартные образцы (ОС и СО).
2. Отбор проб для анализа.
3. Приготовление образцов сравнения (ОС).
4. Подготовка проб к анализу.

Раздел 4. Определение концентраций с помощью РФС.

1. Способы внешнего и внутреннего стандарта.
2. Использование уравнений связи в РФС.
3. Регрессионные уравнения связи.
4. Способ стандарта-фона.
5. Учет фона.

Примерный перечень вопросов (для экзамена) для оценки сформированности знаний компетенции ПК-3-н:

Раздел 5. Техника подготовки образцов для РФС.

1. Определение поверхностной плотности тонких однокомпонентных пленок.
2. Расчет плотности материала пленки.
3. Рентгено-флуоресцентный анализ тонких пленок. Определение компонентного состава и толщины многокомпонентных пленок.
4. Рентгено-флуоресцентное определение толщины слоев многослойных пленок.
5. Определение компонентного состава массивных образцов методом РФС.

Примерный перечень вопросов (для экзамена) для оценки сформированности знаний компетенции ПК-1-т:

Раздел 6. Рабочие характеристики методик анализа.

1. Оценка воспроизводимости и правильности методик анализа.
2. Экспрессность, производительность и информативность методик.

6. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

Теоретическая подготовка к практическим занятиям и промежуточной аттестации может осуществляться по следующим литературным источникам:

6.1. Основная литература:

1. Нипрук О.В. Рентгенофлуоресцентная спектрометрия. Учебно-методическое пособие.- Н.Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2013.-72 с. (УДК 543.4, ББК 24.4, Н-67).

6.2. Дополнительная литература:

1. Афонин В.П., Комяк Н.И., Николаев Р.И. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ.- Новосибирск: Наука, Сиб. Отделение, 1991. 173 с.

2. Лосев Н.Ф., Смагунова А.Н. Основы рентгеноспектрального флуоресцентного анализа. - М.: Химия, 1982. 208 с.

3. Блохин М.А. Физика рентгеновских лучей.-М: Физматгиз, 1957. 518 с.

4. Блохин М.А. Методы рентгеноспектральных исследований. -М: Физматгиз, 1959. 366 с.

5. Лосев Н.Ф. Количественный рентгеноспектральный флуоресцентный анализ.-М: Наука, 1969.-336 с.

6. Методы рентгеноспектрального анализа.-Новосибирск: Наука, 1986. 176 с.

6.3. Дополнительная литература:

1. Рентгено-флуоресцентный анализ. Применение в заводских лабораториях. Сб.науч.трудов: пер. с нем./под ред. Эрхарда Х.-М: Металлургия, 1985. 256 с.

2. Мазалв Л.Н. Рентгеновские спектры и химическая связь.-Новосибирск: Наука, 1982. 112 с.

3. Афонин В.П., Гуничева Т.Н. Рентгеноспектральный флуоресцентный анализ горных руд и минералов.-Новосибирск: Наука, 1977. 262 с.

4. Блохин М.А., Швейцер И.Г. Рентгеноспектральный справочник. -М: Наука, 1982. 376 с.

5. Вольдсет Р. Прикладная спектрометрия рентгеновского излучения. -М: Атомиздат. 1977. 192 с.

6. Тейлор Дж. Введение в теорию ошибок.-М: Мир, 1985. 272 с.

7. Алексеев Р.И., Коровин Ю.И. Руководство по вычислению и обработке результатов количественного анализа.-М: Атомиздат, 1979. 72 с.

8. Рудневский Н.К., Максимов Д.Е., Демарин В.Т., Машин Н.И. Спектральный анализ пленок и тонких слоев/Учебное пособие/.-Горький, 1986. 72 с.

6.4. Интернет-ресурсы:

1. <https://www.coursera.org/browse/computer-science>

Учебно-методическая литература для данной дисциплины имеется в наличии в электронно-библиотечной системе "ZNANIUM.COM", доступ к которой предоставлен студентам. ЭБС "ZNANIUM.COM" содержит произведения крупнейших российских учёных, руководителей государственных органов, преподавателей ведущих вузов страны, высококвалифицированных специалистов в различных сферах бизнеса. Фонд библиотеки сформирован с учетом всех изменений образовательных стандартов и включает учебники, учебные пособия, монографии, авторефераты, диссертации, энциклопедии, словари и справочники, законодательно-нормативные документы, специальные периодические издания и издания, выпускаемые издательствами вузов. В настоящее время ЭБС ZNANIUM.COM соответствует всем требованиям федеральных государственных образовательных стандартов высшего образования (ФГОС) нового поколения.

Учебно-методическая литература для данной дисциплины имеется в наличии в электронно-библиотечной системе Издательства "Лань", доступ к которой также предоставлен студентам. ЭБС

Издательства "Лань" включает в себя электронные версии книг издательства "Лань" и других ведущих издательств учебной литературы, а также электронные версии периодических изданий по естественным, техническим и гуманитарным наукам. ЭБС Издательства "Лань" обеспечивает доступ к научной, учебной литературе и научным периодическим изданиям по максимальному количеству профильных направлений.

7. Материально-техническое обеспечение дисциплины

Для обучения студентов названной дисциплине имеются в наличии специальный кабинет с необходимым оборудованием и программным обеспечением (к. 301, ауд. 306, 5 корпус).

Материально-техническое обеспечение лекционных и семинарских занятий: видеопроектор, ноутбук, переносной экран, проектор, доска..

Программа составлена в соответствии с требованиями ОС ВО ННГУ. Приказ ННГУ от 13.05.2020г. № 275-ОД «О введении в действие образовательного стандарта высшего образования – специалитет по специальности 04.05.01 «Фундаментальная и прикладная химия»

Автор:

к.х.н., доцент _____ Машин Н.И.

Рецензент:

Доцент ИИТММ, к.ф.-м.н. _____ Разуваев А.Г.

Заведующий кафедрой физической химии

д.х.н, профессор _____ Маркин А.В.