

# НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ

Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М.Францевича



**ЗАТВЕРДЖЕНО:**

Директор ІПМ НАН України  
Академік НАН України

*Ю.М. Солонін*  
Солонін Ю.М.

**СХВАЛЕНО:**

Вченою радою ІПМ НАН України

Протокол № 4 від 28.09.2021р.

**Силабус із навчальної дисципліни  
«Методи дослідження матеріалів»,  
складається в межах ОПН підготовки доктора філософії  
третього (освітньо-наукового) рівня вищої освіти  
для здобувачів для здобувачів за спеціальностями**

**10 «Природничі науки» - 102 «Хімія», 105 «Прикладна фізика та  
наноматеріали»**

**13 – «Механічна інженерія » - 132 «Матеріалознавство»**

**Київ 2021**

## 1. Загальна характеристика курсу

<b>Назва дисципліни</b>	Методи дослідження матеріалів
<b>Адреса викладання дисципліни</b>	вул. Кржижанівського, 3, Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України, Київ, 03142, Україна
<b>Галузь знань, шифр та назва спеціальності</b>	10 «Природничі науки» - 102 «Хімія», 105 «Прикладна фізика та наноматеріали» 13 – «Механічна інженерія» - 132 «Матеріалознавство»
<b>Викладачі дисципліни</b>	д.х.н., с.н.с., зав. від. А. А. Бондар д.ф.-м.н., проф., пров. н.с. М. В. Карпець к.ф.-м.н., с.н.с., пров. н.с. Т. Г. Рогуль
<b>Контактна інформація викладачів</b>	063 063 5151; <a href="mailto:aa_bondar@ukr.net">aa_bondar@ukr.net</a> – А.А.Бондар 068 081 1722; <a href="mailto:mkarpets@ukr.net">mkarpets@ukr.net</a> – М. В. Карпець 067 220 8543; <a href="mailto:rogul.tamara@gmail.com">rogul.tamara@gmail.com</a> – Т. Г. Рогуль
<b>Консультації з питань навчання по дисципліні відбуваються</b>	В дні лекцій за попередньою домовленістю
<b>Інформація про дисципліну</b>	Курс розроблено таким чином, щоб надати слухачам знання, необхідні для проведення наукових досліджень в рамках виконання дисертаційної роботи. Курс охоплює основи термічного аналізу, методу рентгенівського фазового аналізу, Мессбауерівської спектроскопії та електронної мікроскопії матеріалів, необхідних для становлення науковця, який працює в галузі створення новітніх високотехнологічних матеріалів.
<b>Коротка анотація дисципліни</b>	Дисципліна “Методи дослідження матеріалів” є дисципліною за нормативною частиною підготовки аспірантів зі спеціальності 10 «Природничі науки», 102 «Хімія», 105 – «Прикладна фізика та наноматеріали»; 13 «Механічна інженерія», 132 – «Матеріалознавство» для освітньої програми підготовки доктора філософії, яка викладається в Інституті проблем матеріалознавства ім. І.М.Францевича НАН України в 1-му семестрі в обсязі 2-х кредитів (за Європейською кредитно-трансферною системою ECTS).
<b>Мета та цілі дисципліни</b>	Метою навчальної дисципліни “Методи дослідження матеріалів” є формування фундаментальних знань у початкуючих науковців для розробки матеріалів із заданим та керованим комплексом властивостей. Цілі дисципліни – освоєння методів комп’ютерної обробки дифрактограм і вихідних даних термічного аналізу, Мессбауерівської спектроскопії, спектроскопії вторинних іонів та електронної мікроскопії; формування умінь інтерпретувати отриманні структурні та інші дані і використовувати ці результати для встановлення процесів формування певних структурних станів, виявлення зв’язку структури матеріалів із їх властивостями.
<b>Вимоги навчальної дисципліни</b>	Курс є дисципліною нормативної частини циклу професійної підготовки аспірантів. Обсяг курсу – 2 кредити ECTS, 36 год аудиторних занять (з них 30 год лекційних занять, 6 годин практичних занять) та 24 год самостійної роботи (очна форма навчання). Вивчення наукової дисципліни вимагає обов’язкове відвідування аудиторних занять, активну участь в обговоренні питань, якісне і своєчасне виконання завдань самостійної роботи, а також участь у всіх видах контролю.
<b>Підсумкова форма контролю знань</b>	Іспит

<p><b>Очікувані результати навчання</b></p>	<p><i>Після завершення цього курсу студент буде:</i></p> <p><b>- знати:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- підходи до створення новітніх матеріалів, володіти концептуальними та методологічними знаннями в галузі хімії та бути здатним застосовувати їх до професійної діяльності на межі предметних галузей</li> <li>- основи процесів, що відбуваються у твердому тілі при його взаємодії з електронним пучком; типи, будову та принципи роботи електронних мікроскопів; основи теорій формування контрасту; основні методи досліджень, що використовуються в електронній мікроскопії;</li> </ul> <p><b>- вміти:</b></p> <p>інтегрувати існуючі методики та методи отримання сучасних матеріалів та адаптувати їх для розв'язання наукових завдань при проведенні дисертаційних досліджень.</p>
<p><b>Ключові слова</b></p>	<p><i>ДТА, фазове перетворення, калориметр, РФА, дифрактограма, мікроструктура, фаза, сплав, електронна мікроскопія, електронограма</i></p>
<p><b>Пререквізити</b></p>	<p>Для вивчення курсу аспіранти потребують базових знань з основних розділів фізики (молекулярна фізика, динаміка, кінематика); закони механіки (робота, потужність, одиниці їх вимірювання (зв'язок одиниць вимірювання різних систем); розділи математики (алгебра, елементи аналізу, геометрія, диференціальне та інтегральне числення); розділи загальної і неорганічної хімії (екзотермічні і ендотермічні процеси, теплові ефекти, швидкості хімічних реакцій, хімічна рівновага); здатність демонструвати розуміння питань використання технічної літератури; вміння застосовувати отримані дані про структуру матеріалів і фазові перетворення при їх синтезі для створення металевих та керамічних композиційних матеріалів через виявленні взаємозв'язки між фазовими перетвореннями та структурою і структурою та властивостями; розуміти особливості організації та планування наукової діяльності.</p> <p>Аспіранту необхідні базові знання з курсу загальної фізики, квантової механіки, кристалографії, фізики конденсованого стану. Зокрема, знати фізичну сутність явищ в досліджуваних матеріалах і елементах; кристалічну структуру твердого тіла; дефекти в кристалах; поняття оберненої ґратки і основи теорії дифракції.</p>
<p><b>Навчальні методи та техніки, які будуть використовуватися під час викладання курсу</b></p>	<p>Презентація, лекції, дискусія</p>
<p><b>Необхідне обладнання</b></p>	<p>Мультимедійне обладнання, обладнання для диференційного термічного аналізу, ізопериметричний калориметр, рентгенівський дифрактометр Ultima IV фірми Rigaku, трансмісійний (просвічуючий) електронний мікроскоп JEM-100C, скануючий електронний мікроскоп "Superprob-733".</p>

## 2. План викладання дисципліни

Тема, план	Кількість годин		
	усього	у тому числі	
		аудиторні	Самостійна робота
<b>Змістовний модуль 1. «Термічний аналіз» А. А. Бондар</b>			
<b>Тема 1 «Вимірювання температури».</b> <i>Термодинамічна температурна шкала. Міжнародна практична температурна шкала (МІТШ). Датчики температури.</i>	3	2	1
<b>Тема 2. «Види термічного аналізу».</b> <i>Визначення. Пірометрія – типи пірометрів. Внесення поправок на випромінювальну здатність зразків. Дилатометрія. Вимірювання електроопору та магнітних властивостей.</i>	3	2	1
<b>Тема 3. «Диференційний термічний аналіз».</b> <i>Принципова схема. Загальний вигляд вимірювальної комірки і апаратури. Вибір сенсорів і тиглів. Дериватографія. Інтерпретація результатів. Сучасні прилади і області використання.</i>	3	2	1
<b>Тема 4. «Калориметрія».</b> <i>Типи калориметрів. Визначення термодинамічних характеристик матеріалів. Сучасні прилади і області використання.</i>	3	2	1
<b>Тема 5. «Використання даних про термічні властивості матеріалів Використання даних про термічні властивості матеріалів».</b> <i>Зв'язок термічних ефектів на кривих ДТА та інших термічних залежностях із діаграмами стану. Політермічні перерізи потрійних систем. Використання даних термічного аналізу для вибору температур відпалу, спікання та інших видів термообробки матеріалів.</i>	4	2	2
<b>Практичне заняття 1.</b> <i>Побудова кривих ДТА і визначення температур фазових перетворень. Використання ефектів ДТА для побудови політермічних перерізів.</i>	4	2	2
<b>Всього за модулем</b>	20	12	8
<b>Змістовний модуль 2. «Рентгенівський фазовий аналіз і Мессбауерівська спектроскопія» М. В Карпець</b>			
<b>Тема 6. «Основи рентгенодифракційних методів».</b> <i>Рентгенографія – методи дослідження кристалічної структури. Основні положення. Елементи структурної кристалографії.</i>	3	2	1
<b>Тема 7. «Обробка дифрактограм».</b> <i>Сучасні програмні комплекси по обробці дифракційних даних (PowderCell, PDXL, Match!3). Бази даних (PDF-2, ICSD, COD).</i>	4	2	2
<b>Тема 8. «Обробка дифрактограм – продовження».</b> <i>Повнопрофільний аналіз дифракційних спектрів та метод Рітвельда.</i>	4	2	2
<b>Тема 9. «Мессбауерівська спектроскопія».</b> <i>ЯГР-спектроскопія: елементи теорії ядерних спектрів, суть ефекту Мессбауера. Конверсійні ЯГР-спектри.</i>	2	2	–
<b>Тема 10. «ВІМС – мас-спектроскопія вторинних іонів».</b> <i>Іонізація в індуктивно зв'язаній плазмі. Основні типи мас-аналізаторів: Магнітні (секторні), квадрупольні, часопроботні, трьохмірна іонна ловушка.</i>	2	2	–
<b>Практичне заняття 2.</b> <i>Комп'ютерна обробка дифрактограм.</i>	5	2	3
<b>Всього за модулем</b>	20	12	8
<b>Змістовний модуль 3. «Електронна мікроскопія» Т. Г. Рогуль</b>			
<b>Тема 11. «Теоретичні основи електронної мікроскопії»</b> <i>Предмет електронної мікроскопії. Історична справка. Фізичні основи взаємодії електронів з речовиною. Локальні методи дослідження. Роздільна здатність. Типи електронних мікроскопів.</i>	3	2	1
<b>Тема 12. «Просвічуюча електронна мікроскопія (ПЕМ)».</b> <i>Принципова схема будови просвічуючого електронного мікроскопу та принцип роботи (світле, темне поле; перехід від зображення до дифракції). Дифракція від вибраної ділянки. Постійна приладу.</i>	3	2	1

<b>Тема 13. «Підготовка зразків для дослідження методом ПЕМ».</b> <i>Виготовлення тонких фольг, електро- та хімічне полірування, іонне бомбардування, метод реплік; артефакти, що виникають внаслідок препарування об'єктів. Техніка безпеки.</i>	3	2	1
<b>Тема 14. «Дослідження дислокаційних структур, двофазних матеріалів та інших дефектних структур методом ПЕМ».</b> <i>Основи кінематичної та динамічної теорії контрасту. Абсорбційний, дифракційний, амплітудний, фазовий (інтерференційний) контраст. Аналіз зображень. Точкові та кільцеві електронограми. Розшифровка стандартних електронограм.</i>	3	2	1
<b>Тема 15. «Растрова (скануюча) електронна мікроскопія (РЕМ). Оже електронна спектроскопія (ОЕС). Зондова мікроскопія (растровий тунельний мікроскоп (РТМ), атомний силовий мікроскоп (АСМ))».</b> <i>Принципи дії та принципові схеми будови мікроскопів, їх застосування. Підготовка зразків. Фрактографія.</i>	4	2	2
<b>Практичне заняття 3.</b> <i>Інтерпретація електронномікроскопічних зображень та розшифровка стандартних електронограм.</i>	4	2	2
<b>Всього за модулем</b>	20	12	8
<b>Всього</b>	60	36	24

### 3. Контроль знань

В основі методів контролю знань використовуються поточне індивідуальне опитування та залік.

#### Шкала оцінювання: національна та ECTS

Сума балів за навчальну діяльність	Оцінка ECTS	Оцінка за національною шкалою
90-100	-A, A, +A	відмінно
82-89	-B, B, +B	добре
74-81	-C, C, +C	задовільно
64-73	-D, D, +D	
60-63	E	незадовільно з можливістю повторного складання іспиту
35-59	FX	незадовільно з обов'язковим повторним вивченням дисципліни
0-34	F	

### 4. Список базової літератури

1. Ивлев В. И., Фомин Н. Е., Юдин В. А., Окин М. А., Панькин Н. А. Термический анализ. Ч. 1: Методы термического анализа. – Саранск: Изд-во Мордов. ун-та, 2017. – 44 с.
2. Ярышев Н.Г., Медведев Ю.Н., Токарев М.И., Камкин Н. Н., Родякина С. Н. Физические методы исследования и их практическое применение в химическом анализе: Издание второе, переработанное и дополненное. – Москва : Прометей, 2015. – 196 с.
3. Журавлев Л. Г., Филатов В. И. Физические методы исследования металлов и сплавов: Учеб. пособие для студентов металлург. специальностей. – Челябинск: Изд-во ЮУрГУ, 2004. – 157 с.

4. Уэндландт У. Термические методы анализа. М.: Мир. 1978. 573с.
5. Шестак Я. Теория термического анализа: физико-химические свойства твёрдых неорганических веществ. М.: Мир. 1987. 455с.
6. Топор Н. В., Огородова Л. П., Мельчакова Л. В. Термический анализ минералов и неорганических соединений. М.: МГУ. 1987. – 190 с.
7. Boettinger W.J., Kattner U.R., Moon K.-W., Perepezko J.H. DTA and Heat-flux DSC Measurements of alloy Melting and Freezing, NIST recommended practice guide, Special publication 960–15, NIST, 2006. – 90 p.
8. Магунов А. Н. Спектральная пирометрия. ЛитРес, 2018. (М: Физматлит, 2012. – 248 с.)
9. Скворцов Л.А. Основы фототермической радиометрии и лазерной термографии. – М.: Техносфера, 2017. – 220 с.
10. Свет Д.Я. Оптические методы измерения истинных температур. – 1982. – 295 с.
11. Емелина А.Л. Дифференциальная сканирующая калориметрия. – Лаборатория химического факультета МГУ, 2009. – 42 с. <https://www.twirpx.com/file/196212/>
12. Хейкер Д.М., Зевин Л.С. Рентгеновская дифрактометрия. -М, 1963, -326 с.
13. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов В.И., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная спектроскопия. -М., "Металлургия", 1982, -368 с.
14. Русаков А.А. Рентгенография металлов. -М., "Металлургия", 1982, - 378 с.
15. Литвинов В.С., Каракишев С.Д., Овчинников В.В. Ядерная гамма-резонансная спектроскопия сплавов. -М., "Металлургия", 1982, - 342 с.
16. Вертхейм Г. Эффект Мессбауэра. -М., "Мир", 1966, - 276 с.
17. Програмный комплекс Match!3. - <http://crystalimpact.com/match/download.htm>
18. Томас Г. Гориндж М. Дж. Просвечивающая электронная микроскопия материалов. М. Наука, 1978, с.317.
19. Хирш П. И др. Электронная микроскопия тонких кристаллов, М., Мир, 1968.
20. Утевский Л.М. и др. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении, М. Metallurgia, 1973.
21. Практическая растровая электронная микроскопия. Под ред. Гоулдстейна и Яковица. М.Мир, 1978, с. 656.
22. Фульц Б., Хау Дж. М. Просвечивающая электронная микроскопия и дифрактометрия материалов, Москва: Техносфера, 2011. – 904 с.
23. Сканирующая электронная микроскопия и рентгеноспектральный микроанализ, Москва: Техносфера, 2009. –208 с.
24. Эндрюс К., Дайсон Д., Киоун С. Электронограммы и их интерпретация. М. Мир. 1971.-300 с.
25. Вудраф Д., Делчар Т. Современные методы исследования поверхности. - М: Мир, 1989. - 564 с.

#### **Додаткова література:**

1. Берг. Л. Г. Введение в термографию. Второе дополненное издание М.: Наука. 1969. –395 с.
2. Петров Д. А. Двойные и тройные системы: 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Metallurgia, 1986. – 256 с.
3. Глазов В. М., Павлова Л. М. Химическая термодинамика и фазовые равновесия. М.: Metallurgia. 1988. 550с.
4. Микроанализ и электронная микроскопия. Под ред. Ф. Морис, Л. Менц, Р. Тискье. М., Metallurgia, 1985, с.408.

5. Гоулдстейн Дж. И др. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ, М. Мир, 1984 в 2 книгах.
6. Амелинкс и др. Дифракционные и микроскопические методы в материаловедении. М. Металлургия, 1984.
7. Williams D.B. and Carter C.B. Transmission Electron Microscopy, Plenum Press. New York and London, 1996.
8. Г. Шиммель. Методика электронной микроскопии. М.: Мир. 972.
9. Куницький Ю.А. Електронна мікроскопія, Київ, Либідь, 1998.
10. Майзель А., Леонхардт Г., Сарган Р. Рентгеновские спектры и химическая связь. Киев, "Наукова думка", 1981, -419 с.
11. Немошкаленко В.В., Алешин В.Г. Электронная спектроскопия кристаллов. Киев, "Наукова думка", 1976, -335 с.