

**AGH**AGH UNIVERSITY OF SCIENCE  
AND TECHNOLOGY

Nazwa modułu: Metody badań strukturalnych

Rok akademicki: 2012/2013      Kod: CTC-1-604-s      Punkty ECTS: 3

Wydział: Inżynierii Materiałowej i Ceramiki

Kierunek: Technologia Chemiczna      Specjalność: —

Poziom studiów: Studia I stopnia      Forma i tryb studiów: Stacjonarne

Język wykładowy: Polski      Profil kształcenia: Ogólnoakademicki (A)      Semestr: 6

Strona www: <http://kckizw.ceramika.agh.edu.pl/>

Osoba odpowiedzialna: prof. dr hab. inż. Mozgawa Włodzimierz (mozgawa@agh.edu.pl)

Osoby prowadzące: dr inż. Adamczyk Anna (aadamcz@agh.edu.pl)  
dr Handke Bartosz (bhandke@agh.edu.pl)  
dr Jastrzębski Witold (witjas@agh.edu.pl)  
dr inż. Król Magdalena (mkrol@agh.edu.pl)  
prof. dr hab. inż. Mozgawa Włodzimierz (mozgawa@agh.edu.pl)  
dr inż. Rokita Magdalena (rokita@agh.edu.pl)  
dr hab. inż. Sitarz Maciej (msitarz@agh.edu.pl)

## Opis efektów kształcenia dla modułu zajęć

Kod EKM	Student, który zaliczył moduł zajęć wie/umie/potrafi	Powiązania z EKK	Sposób weryfikacji efektów kształcenia (forma zaliczeń)
Wiedza			
M_W001	Posiada wiedzę z podstawowych praw fizyki i chemii wykorzystywanych w dyfrakcyjnych i spektroskopowych metodach pomiarowych. W szczególności rentgenowskiej dyfrakcji proszkowej oraz spektroskopii w podczerwieni.	TC1A_W07	Aktywność na zajęciach, Wykonanie ćwiczeń laboratoryjnych, Wynik testu zaliczeniowego
M_W002	Ma rozszerzoną wiedzę w zakresie budowy i działania spektrometrów IR, Ramana oraz podstawową wiedzę o budowie i działaniu spektrometrów NMR i EPR. Zapoznał się z budową i działaniem proszkowych dyfraktometrów rentgenowskich na poziomie rozszerzonym, posiada również podstawową wiedzę na temat budowy i zasad działania dyfraktometrów do pomiarów monokryształów.	TC1A_W07	Aktywność na zajęciach, Wykonanie ćwiczeń laboratoryjnych, Wynik testu zaliczeniowego

Umiejętności			
M_U001	Posiada umiejętność przygotowania próbek i zaplanowania warunków pomiarowych w zależności od techniki pomiarowej jak i szukanych właściwości strukturalnych materiałów.	TC1A_U07, TC1A_U06	Aktywność na zajęciach, Sprawozdanie, Wykonanie ćwiczeń laboratoryjnych, Zaangażowanie w pracę zespołu
M_U002	Posiada umiejętność interpretacji i analizy dyfraktogramów – potrafi dokonać analizy fazowej jakościowej i ilościowej.	TC1A_U07, TC1A_U06	Aktywność na zajęciach, Kolokwium, Sprawozdanie, Wykonanie ćwiczeń laboratoryjnych, Zaangażowanie w pracę zespołu
M_U003	Posiada umiejętność interpretacji i analizy widm IR, Ramana oraz NMR.	TC1A_U07, TC1A_U06	Aktywność na zajęciach, Kolokwium, Sprawozdanie, Wykonanie ćwiczeń laboratoryjnych, Zaangażowanie w pracę zespołu
M_U004	Posiada umiejętność wyciągania wniosków dotyczących podstawowych własności strukturalnych badanych materiałów.	TC1A_U07, TC1A_U06	Aktywność na zajęciach, Kolokwium, Sprawozdanie, Wykonanie ćwiczeń laboratoryjnych, Zaangażowanie w pracę zespołu
Kompetencje społeczne			
M_K001	Aktywnie zdobywa wiedzę oraz umiejętności analityczne wykorzystując pracę zespołową jak i indywidualną.	TC1A_K01	Aktywność na zajęciach, Wykonanie ćwiczeń laboratoryjnych, Zaangażowanie w pracę zespołu
M_K002	W sposób kreatywny potrafi rozwiązywać problemy i z determinacją poszukiwać odpowiedzi na zadane pytanie.	TC1A_K01	Aktywność na zajęciach, Sprawozdanie, Udział w dyskusji, Wykonanie ćwiczeń laboratoryjnych, Zaangażowanie w pracę zespołu

## Matryca efektów kształcenia w odniesieniu do form zajęć

Kod EKM	Student, który zaliczył moduł zajęć wie/umie/potrafi	Forma zajęć										
		Wykład	Ćwiczenia audytoryjne	Ćwiczenia laboratoryjne	Ćwiczenia projektowe	Konwersatorium	Zajęcia seminaryjne	Zajęcia praktyczne	Zajęcia terenowe	Zajęcia warsztatowe	Inne	E-learning
Wiedza												
M_W001	Posiada wiedzę z podstawowych praw fizyki i chemii wykorzystywanych w dyfrakcyjnych i spektroskopowych metodach pomiarowych. W szczególności rentgenowskiej dyfrakcji proszkowej oraz spektroskopii w podczerwieni.	+	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

M_W002	Ma rozszerzoną wiedzę w zakresie budowy i działania spektrometrów IR, Ramana oraz podstawową wiedzę o budowie i działaniu spektrometrów NMR i EPR. Zapoznał się z budową i działaniem proszkowych dyfraktometrów rentgenowskich na poziomie rozszerzonym, posiada również podstawową wiedzę na temat budowy i zasad działania dyfraktometrów do pomiarów monokryształów.	+	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Umiejętności												
M_U001	Posiada umiejętność przygotowania próbek i zaplanowania warunków pomiarowych w zależności od techniki pomiarowej jak i szukanych właściwości strukturalnych materiałów.	-	-	+	-	-	-	-	-	-	-	-
M_U002	Posiada umiejętność interpretacji i analizy dyfraktogramów – potrafi dokonać analizy fazowej jakościowej i ilościowej.	-	-	+	-	-	-	-	-	-	-	-
M_U003	Posiada umiejętność interpretacji i analizy widm IR, Ramana oraz NMR.	-	-	+	-	-	-	-	-	-	-	-
M_U004	Posiada umiejętność wyciągania wniosków dotyczących podstawowych własności strukturalnych badanych materiałów.	-	-	+	-	-	-	-	-	-	-	-
Kompetencje społeczne												
M_K001	Aktywnie zdobywa wiedzę oraz umiejętności analityczne wykorzystując pracę zespołową jak i indywidualną.	-	-	+	-	-	-	-	-	-	-	-
M_K002	W sposób kreatywny potrafi rozwiązywać problemy i z determinacją poszukiwać odpowiedzi na zadane pytanie.	-	-	+	-	-	-	-	-	-	-	-

## Treść modułu zajęć (program wykładów i pozostałych zajęć)

### Wykład

Elektronowy rezonans paramagnetyczny EPR.

Podstawy teoretyczne metod dyfrakcyjnych.

Rentgenografia proszkowa.

Rentgenografia monokryształów, powłok i cienkich filmów.

Neutronowe i elektronowe metody dyfrakcyjne.

Pojęcie struktury oraz uporządkowania bliskiego i dalekiego zasięgu.

Oddziaływanie fali elektromagnetycznej z materią. Podział i klasyfikacja metod badań strukturalnych.

Podstawy teoretyczne spektroskopii oscylacyjnej.

Absorpcyjna spektroskopia w podczerwieni.

Spektroskopia efektu Ramana.

Magnetyczny rezonans jądrowy i jądrowy rezonans kwadrupolowy.

Budowa i działanie spektrometrów.

Metody i techniki pomiarowe.

Zastosowanie spektroskopii oscylacyjnej.

Interpretacja i analiza widm spektroskopowych.

### **Ćwiczenia laboratoryjne**

#### XRD-1. Ćwiczenia wstępne - tablicowe.

Przypomnienie podstaw dyfraktometrii: równanie Bragga, wskaźnikowanie, analiza fazowa jakościowa, parametry komórki elementarnej, metoda wzorca wewnętrznego.

#### XRD-2. Nauka obsługi rentgenowskiego dyfraktometru proszkowego.

Zapoznanie się z budową urządzenia oraz z podstawami optyki rentgenowskiej. Nauka oprogramowania do analizy fazowej jakościowej z użyciem baz danych strukturalnych.

#### XRD-4. Analiza dyfraktogramów cz.I

Analiza fazowa jakościowa dyfraktogramów oparta na porównaniu z bazami danych strukturalnych. Wskaźnikowanie dyfraktogramu.

#### XRD-5. Analiza dyfraktogramów cz.II

Analiza fazowa ilościowa metodą wzorca wewnętrznego.

#### NMR-2. Analiza wyników pomiarowych.

Interpretacja widm MAS NMR.

#### IR-2. Omówienie problemu artefaktów na widmach.

Samodzielne usuwanie artefaktów ze zmierzonego widma: korekta linii bazowej i gładzenie.

#### IR-3. Omówienie ważności określania pozycji pasm.

Samodzielne szukanie na zmierzonym widmie pozycji pasm za pomocą drugiej pochodnej przy zastosowaniu różnych stopni jej gładzenia.

#### IR-6. c.d. Omówienie problemów związanych z identyfikacją i przypisaniami.

Kontynuacja samodzielnej próby identyfikacji zmierzonego widma na podstawie tabel korelacji i baz danych. Kontynuacja samodzielnej próby przypisania pasm na podstawie otrzymanych w materiałach do zajęć wyników obliczeń widm teoretycznych dla modeli molekuł.

#### XRD-6. Obliczanie podstawowych parametrów strukturalnych.

Na podstawie takich wyników pomiarowych jak położenie refleksów dyfrakcyjnych, szerokości połówekowych, wskaźników HKL oraz składu fazowego obliczanie parametrów komórek elementarnych oraz wielkości kryształitów metodą Scherrer'a. Demonstracja analizy fazowej ilościowej metodą pełnego dopasowania (metoda

Rietvelda).

IR-4. Omówienie problemu nakładania się pasm.

Samodzielne wykonanie rozkładu wybranego ze zmierzonego widma pasma o złożonej obwiedni na pasma składowe.

IR-5. Omówienie problemów związanych z identyfikacją i przypisaniami.

Samodzielna próba identyfikacji zmierzonego widma na podstawie tabel korelacji i baz danych. Samodzielna próba przypisania pasm na podstawie otrzymanych w materiałach do zajęć wyników obliczeń widm teoretycznych dla modeli molekuł.

XRD-3. Przygotowanie próbek oraz warunków pomiarowych.

Przygotowanie próbek o odpowiednim uziarnieniu oraz zawierających wzorzec wewnętrzny do analizy fazowej jakościowej. Przygotowanie warunków pomiarowych i optymalizacja parametrów pomiarowych.

IR-1. Wstęp teoretyczny o metodzie IR.

Demonstracja budowy i omówienie zasad działania spektrometru FTIR. Samodzielne wykonanie pomiarów widm IR techniką pastylki KBr.

NMR-1. Wstęp teoretyczny.

Podstawy spektroskopii MAS NMR

Zajęcia końcowe.

Student ma możliwość dokończenia zadań laboratoryjnych. Przedstawienie raportu z dokonanych ćwiczeń laboratoryjnych.

### **Sposób obliczania oceny końcowej**

Na ocenę z laboratorium składają się trzy oceny cząstkowe (wagi podane w nawiasach): ocena raportu z laboratorium XRD (30%), ocena raportu z laboratorium IR (30%) oraz ocena kolokwium zaliczeniowego (40%).

Ocena końcowa jest średnią arytmetyczną ocen z laboratorium uzyskanych w poszczególnych terminach i nie może być mniejsza niż 3.0.

### **Wymagania wstępne i dodatkowe**

- Bezwzględne dostosowanie się do wymogów bezpieczeństwa pracy w laboratoriach IR i XRD.
- Obowiązkowe uczestnictwo w zajęciach laboratoryjnych.

### **Zalecana literatura i pomoce naukowe**

Z. Trzaska Durski i H. Trzaska Durska, „Podstawy krystalografii strukturalnej i rentgenowskiej”, PWN

J. Chojnacki „Elementy krystalografii chemicznej i fizycznej”, PWN

Z. Kęcki, „Podstawy spektroskopii molekularnej”, PWN

A. Bolewski, W. Żabiński (red) „Metody badań minerałów i skał”, Wyd. Geologiczne

A. Oleś, „Metody doświadczalne fizyki ciała stałego”, Wyd. Naukowo-Techniczne

J. Stankowski, W. Hilczer, „Wstęp do spektroskopii rezonansów magnetycznych”, PWN

### **Publikacje naukowe osób prowadzących zajęcia związane z tematyką modułu**

Nie podano dodatkowych publikacji

### **Informacje dodatkowe**

Brak

**Nakład pracy studenta (bilans punktów ECTS)**

Forma aktywności studenta	Obciążenie studenta
Dodatkowe godziny kontaktowe z nauczycielem	4 godz
Egzamin lub kolokwium zaliczeniowe	2 godz
Samodzielne studiowanie tematyki zajęć	15 godz
Przygotowanie do zajęć	6 godz
Udział w ćwiczeniach laboratoryjnych	30 godz
Udział w wykładach	15 godz
Przygotowanie sprawozdania, pracy pisemnej, prezentacji, itp.	10 godz
Sumaryczne obciążenie pracą studenta	82 godz
Punkty ECTS za moduł	3 ECTS