

Краткое описание задачи № 1

Знакомство с методами рентгеновской дифракции

(доц. М.Г. Розова, Химический факультет МГУ)

Методы, основанные на дифракции рентгеновских лучей, являются наиболее широко используемыми в химии твердого тела. Правильное их применение может существенно облегчить задачи по исследованию кристаллических веществ. Задачей практического курса является ознакомление с основными методами практической рентгеновской дифракции с использованием современных подходов и программного обеспечения.

Практический курс включает 4 задачи:

1). Качественный и количественный рентгенофазовый анализ смеси двух неизвестных веществ. Для работы используется база рентгенографических стандартов ICDD PDF2 и программный пакет WinXPow. Количественный анализ проводится без стандарта методом корундового числа.

2). Индицирование рентгенограмм веществ, кристаллизующихся в кубической и средней сингонии. Индицирование кубической ячейки проводится аналитическим методом, а рентгенограммы для средней сингонии - с использованием программ автоиндицирования. В обоих случаях проводится уточнение параметров элементарных ячеек и систематических ошибок методом МНК. Определяется тип центрировки найденных ячеек.

При выполнении первых двух задач для определения положения и интенсивности дифракционных линий используется профильный анализ.

3). Уточнение структуры нового соединения методом Ритвельда. При помощи рентгенофазового анализа осуществляется поиск изоструктурного соединения. Далее по известной модели проводится уточнение кристаллической структуры нового соединения. Расчёты ведутся в программе JANA2006.

4). Расчёт размеров кристаллитов и микронапряжений в образце дисперсного серебра. Задача включает построение инструментальной функции, используя рентгенограмму стандарта LaB₆, и последующее определение средних размеров кристаллитов и среднеквадратичных микронапряжений при помощи построения Уильямсона-Холла. Расчёты осуществляют с использованием программы JANA2006.

Краткое описание задачи № 2

Знакомство с методом сканирующей туннельной микроскопии

(доц. С.Ю. Васильев, Химический факультет МГУ)

На примере простейшего воздушного сканирующего туннельного микроскопа "Умка" студенты знакомятся с принципами зондовых методов исследований, устройством микроскопа, получают возможность собственноручно получить топографические изображения и локальные туннельные спектры поверхности, синтезировать простейшую наноструктуру (на примере иммобилизованных на поверхности коллоидных частиц золота) и изучить ее строение. На каждой стадии обучения особое внимание уделяется обсуждению различных проблем, искажений, связанных с несовершенством строения острия зонда, наличием в туннельном зазоре тонкой пленки воды и т.д., которые могут приводить к существенным искажениям топографической и спектроскопической информации, получаемой этим методом.

Задача включает:

1) Получение изображений поверхности высокоориентированного пирографита, получение атомарного разрешения в режиме постоянной высоты, оценку параметра решетки пирографита по полученным изображениям и анализ причин наблюдаемых отклонений от теоретических значений.

2) Получение изображений поверхности золота, напыленной на слюду, иммобилизация на этой поверхности индивидуальных коллоидных частиц (цитратный золь золота), получение топографических изображений полученной наноструктуры, количественный анализ размерных распределений частиц и разбор различных типов искажений, наблюдаемых на изображениях.

3) Получение локальных вольтамперных спектров поверхности, оценка величин туннельного барьера, анализ причин, приводящих к неэкспоненциальной зависимости туннельного тока от напряжения в зазоре или приводящих к очень низким значениям высоты эффективного туннельного барьера.

Краткое описание задачи № 3

Просвечивающая электронная микроскопия

(к.х.н. А.В. Кнотько, Химический факультет МГУ)

Цель работы: научить студентов анализировать простые электронно-микроскопические изображения высокого разрешения с привлечением базы данных дифракционных стандартов, предсказывать вид картин электронной дифракции для заданной ориентации кристалла относительно падающего на него электронного пучка, что необходимо при ориентировании образца в колонне просвечивающего электронного микроскопа.

Содержание работы: студентам дается электронно-микроскопическое изображение высокого разрешения (экспериментально полученное или рассчитанное) известного вещества, необходимо а) с использованием базы данных дифракционных стандартов (карточка базы выдается в качестве справочного материала) определить ориентацию кристалла относительно электронного пучка, соответствующую данному изображению; б) рассчитать (положения рефлексов с учетом погасаний но без учета относительной интенсивности) и изобразить вид картины электронной дифракции для данного кристалла и определенной в п. (а) его ориентации при заданной постоянной камеры (произведении длины волны электрона и длины камеры микроскопа).

Краткое описание задачи № 4

Изучение физико-химических свойств наноразмерных структур методом КР-спектроскопии

(к. ф.-м. н. А.Н. Харланов, Химический факультет МГУ)

Цель задачи – ознакомление учащихся с методом спектроскопии комбинационного рассеяния. В процессе выполнения работы студенты знакомятся с современным спектральным оборудованием, с теоретическими основами метода и областью его применения по отношению к наноразмерным объектам. В ходе выполнения работы студенты самостоятельно готовят образцы и регистрируют спектры КР пользуясь приведенным в описании работы кратким описанием программного обеспечения прибора. В качестве объекта исследования предлагаются одностенные углеродные нанотрубки (ОУНТ). Поскольку КР-спектроскопия графита и ОУНТ дает однозначную информацию об особенностях 2D-структуры углеродных материалов, студентам предлагается по прилагаемым таблицам и формулам интерпретировать полученные данные и рассчитать диаметр исследуемых нанотрубок.

Краткое описание задачи № 5

СПЕКТРОСКОПИЯ ЯКР: ИЗМЕРЕНИЕ СПЕКТРА ЯДЕРНОГО КВАДРУПОЛЬНОГО РЕЗОНАНСА В СОЕДИНЕНИИ Cu_2O

(проф. А.А. Гиппиус, физический факультет МГУ)

В настоящее время радиоспектроскопические методы исследования находят все более широкое применение в физике, химии, геологии, биологии, а также в производстве для контроля за ходом технологических процессов. Метод ядерного квадрупольного резонанса (ЯКР) является одним из наиболее информативных современных методов исследования конденсированного состояния вещества. Благодаря высокой чувствительности к зарядовому состоянию иона и его локальному окружению, метод ЯКР оказывается весьма эффективным в исследовании особенностей кристаллической и электронной структуры и их эволюции при фазовых переходах. Методы ядерного резонанса находятся на стыке трех крупных разделов современной физики: в основе наблюдаемых явлений лежат свойства атомного ядра; при этом исследуются объекты физики твердого тела и молекулярной физики, а также различные наносистемы; методика исследований является радиофизической.

Цель данной задачи – изучение спектроскопии ЯКР на примере измерения спектра ЯКР в соединении Cu_2O на ядрах $^{63,65}\text{Cu}$ при температуре 300 К.

В теоретическом описании задачи дается подробное изложение основ метода ЯКР, включая определение квадрупольного момента ядра, градиента электрического поля, энергии квадрупольного взаимодействия, схемы энергетических уровней ядра, а также векторной модели спинового эха Хана. В экспериментальной части задачи описан принцип действия и блок-схема современного импульсного спектрометра ЯКР/ЯМР, предназначенного для исследования конденсированного состояния вещества.

Краткое описание задачи № 6

Знакомство с принципами регистрации и интерпретации спектров ЭПР

(проф. В.И. Фельдман, в.н.с. Д.А. Тюрин, химический факультет МГУ)

Цель работы: знакомство с основами измерения спектров ЭПР и возможностями метода для получения разнообразной структурной и физико-химической информации.

В процессе выполнения работы студенты получают представление об устройстве современного спектрометра ЭПР X-диапазона, принципах настройки СВЧ-тракта и особенностях выбора условий измерения для решения различных задач, а также самостоятельно анализируют полученные спектры ЭПР (в том числе – с применением компьютерного моделирования).

Задача может быть реализована в нескольких вариантах (по типу исследуемых объектов и характеру целевой информации). Порядок выполнения работы:

1. Знакомство с устройством спектрометра ЭПР X-диапазона, процедурой настройки СВЧ-тракта и измерения спектров ЭПР.
2. Регистрация спектров образцов, содержащих парамагнитные ионы (варианты: Mn^{2+} в MgO , Cu^{2+} в полиэлектролитных комплексах) и органические стабильные радикалы (варианты: растворы гальвиноксила и нитроксила различных концентраций).
3. Обработка результатов. Интерпретация сверхтонкой структуры спектров ЭПР (с применением компьютерного моделирования в случае гальвиноксила) и анализ концентрационного уширения линий (в рамках простой модели спинового обмена).
4. Беседа с преподавателем по результатам работы («зачет по задаче»).