



Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Иркутский государственный университет»
(ФГБОУ «ИГУ»)
Физический факультет
Кафедра общей и экспериментальной физики

Декан Физического факультета И.М. Буднев
«22» апреля 2020 г.

Рабочая программа дисциплины (модуля)

Наименование дисциплины (модуля)

Б1.В.ДВ.9.1 Дифракционные методы исследования вещества

Направление подготовки: 03.03.02 Физика

Направленность (профиль): Физика конденсированного состояния

Квалификация (степень) выпускника: Бакалавр (академический бакалавриат)

Форма обучения: Очная

Согласовано с УМК факультета

Протокол № 25 от « 21 » 04 2020 г.

Председатель Чумак В.В. Чумак

Рекомендовано кафедрой:

Протокол № 6

От « 13 » 04 2020 г.

Зав.кафедрой Гаврилюк А.А.

Иркутск 2020 г.

Содержание

1	Цели и задачи дисциплины (модуля)	3
2	Место дисциплины (модуля) в структуре ООП.	3
3	Требования к результатам освоения дисциплины (модуля)	4
4	Объем дисциплины (модуля) и виды учебной работы	5
5	Содержание дисциплины (модуля)	5
5.1	Содержание разделов и тем дисциплины (модуля)	5
5.2	Разделы дисциплины (модуля) и междисциплинарные связи с обеспечиваемыми (последующими) дисциплинами (модулями)	8
5.3	Разделы и темы дисциплин (модулей) и виды занятий	9
6	Перечень семинарских, практических занятий и лабораторных работ.	10
7	Примерная тематика курсовых работ (проектов) (при наличии)	11
8	Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины (модуля) :	11
	а) основная литература;	
	б) дополнительная литература;	
	в) программное обеспечение;	
	г) базы данных, поисково-справочные и информационные системы	
9	Материально-техническое обеспечение дисциплины (модуля).	11
10	Образовательные технологии	12
11	Оценочные средства. (ОС).	12
11.1	Оценочные средства	12
11.2	Оценочные средства текущего контроля	12
11.3	Оценочные средства для промежуточной аттестации в форме зачета.	20

1. ЦЕЛИ И ЗАДАЧИ ДИСЦИПЛИНЫ

Дифракционные методы - это раздел физики, посвященный получению информации о веществе из спектров электромагнитного излучения. В современной науке, технике дифракционные методы являются не только методами исследования, но и методами контроля качества материалов и технологических процессов, их синтеза и обработки, позволяющих осуществлять поэтапный мониторинг качества на разных этапах процессов. Разнообразие методов получения и регистрации дифракционных спектров определяет широкий диапазон применения их как для исследования структуры материалов, так и для контроля качества материалов, установления взаимосвязи структурно-свойства

Цель изучения дисциплины заключается в фундаментальной подготовке дипломированных специалистов в области современных методов исследования структур материалов. Курс предназначен для студентов 4-го года обучения, специализирующихся в области физики конденсированного состояния.

Задачи дисциплины:

- теоретическое и практическое освоение на базе дисциплин циклов ЕН (Математика, Физика), ОПД (физика твердого тела, физика рентгеновских лучей, основы кристаллофизики, информационные технологии) теоретических основ дифракционных методов исследования вещества, экспериментальных методов рентгеноструктурного анализа, методов исследования структурных превращений при различных физических воздействиях.
- выработки у будущего специалиста комплекса навыков и знаний для использования основных дифракционных методов анализа в физике конденсированного состояния как в области исследования структуры материалов, так и для контроля качества материалов.
- Программа ориентирована на развитие у студентов интереса к познанию взаимосвязи физических свойств кристаллических веществ с особенностями их структуры, приобретение навыков самостоятельного изучения фундаментальных основ экспериментальных методов измерения и их практических приложений.

2. Место дисциплины в структуре ООП

Дисциплина «Дифракционные методы исследования вещества» входит в модуль Физика конденсированного состояния вариативной части В1.В.ДВ.9.1 профессионального цикла основной образовательной программы по направлениям: **03.03.02 Физика**. При изучении «Дифракционных методов исследования вещества» используются знания и умения, приобретенные при изучении курсов высшей математики, общей физики, химии, физики конденсированного состояния, владе-

ние информационными технологиями. Материал курса тесно взаимосвязан с курсами кристаллофизики и физики рентгеновского излучения и является их логическим продолжением и завершением.

Знания и умения, приобретаемые студентами после изучения дисциплины, будут использоваться при выполнении НИРС, курсовых и дипломных работ, являются базовыми для выполнения научно-исследовательской работы в области физики конденсированного состояния вещества, диагностики материалов.

Общая трудоемкость дисциплины – 3 зачетных единицы.

3. Требования к результатам освоения дисциплины:

Процесс изучения дисциплины направлен на формирование следующих компетенций:

- способность использовать специализированные знания в области физики для освоения профильных физических дисциплин (ПК-1);
- способность проводить научные исследования в избранной области экспериментальных и (или) теоретических физических исследований с помощью современной приборной базы (в том числе сложного физического оборудования) и информационных технологий с учетом отечественного и зарубежного опыта (ПК-2).

В результате изучения дисциплины студент должен:

знать: теоретические и физические основы дифракционных методов анализа вещества; базовые методики рентгеноструктурного анализа кристаллов; конструктивные особенности установок для рентгеноструктурного анализа;

уметь: осуществлять адекватный стоящей задаче выбор экспериментального метода исследования структурного состояния вещества; критически анализировать базовую общезначимую информацию; пользоваться теоретическими основами, основными понятиями, законами и моделями физики (ПК-2);

владеть: методами обработки и анализа экспериментальной и теоретической информации (ПК-1,2).

4. Объем дисциплины (модуля) и виды учебной работы (разделяется по формам обучения)

Вид учебной работы	Всего часов / зачетных единиц	Семестры			
		8	-	-	-
Аудиторные занятия (всего)	70/1,94	70/1,94	-	-	-
В том числе:	-	-	-	-	-

Лекции	30/0,83	30/0,83	-	-	-
Практические занятия (ПЗ)	40/1,11	40/1,11	-	-	-
Коллоквиум	-	-	-	-	-
Лабораторные работы (ЛР)		-	-	-	-
Контроль самостоятельной работы (КСР)	8/0,22	8/0,22	-	-	-
Самостоятельная работа (всего)	30/0,83	30/0,83	-	-	-
В том числе:	-	-	-	-	-
Курсовой проект (работа)	-	-	-	-	-
Расчетно-графические работы	30/0,83	30/0,83	-	-	-
Реферат (при наличии)	-	-	-	-	-
<i>Домашние контрольные работы</i>			-	-	-
Вид аттестации зачет			-	-	-
Общая трудоемкость часы	108	108	-	-	-
зачетные единицы	3	3	-	-	-

Примечание: В соответствии с Типовым положением о вузе к видам учебной работы отнесены: лекции, консультации, семинары, практические занятия, лабораторные работы, контрольные работы, коллоквиумы, самостоятельные работы, научно-исследовательская работа, практики, курсовое проектирование (курсовая работа). Высшее учебное заведение может устанавливать другие виды учебных занятий.

Другие виды самостоятельной работы могут включать написание эссе, аннотаций, докладов и т.п., а также подготовки к экзаменам и зачетам.

5. СОДЕРЖАНИЕ ПРОГРАММЫ

5.1 Содержание разделов и тем дисциплины

Тема 1. Дифракционные методы как методы мониторинга структурных особенностей веществ.

Значение современных методов исследования структуры вещества, их классификация. Основные этапы структурного анализа. Дифракционные методы как методы мониторинга структурных особенностей конденсированных объектов в различных физических условиях.

Тема 2. Свойства рентгеновского излучения и их практическое использование.

2.1. Свойства рентгеновского излучения и их практическое использование. 2.2. Преломление рентгеновских лучей и его практическое использование (коллиматоры, параллельная оптика).

Поляризация рентгеновских лучей. 2.3. Интенсивность рентгеновского излучения. Методы защиты от воздействия ионизирующего излучения. 2.4. Способы регистрации рентгеновских лучей, детекторы рентгеновского излучения.

3. Сплошной и характеристический спектр. Их использование в рентгеноструктурном анализе.

3.1. Сплошной спектр рентгеновского излучения. Энергия спектра. Граничная частота.. Факторы, влияющие на интенсивность сплошного спектра. 3.2. Характеристический спектр. Получение характеристического излучения. Интенсивность характеристического излучения. Соотношение интенсивностей непрерывного и линейчатого спектров.

Тема 4. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом.

4.1. Виды взаимодействия. Когерентное рассеяние. Некогерентное рассеяние. Рентгеновская флюоресценция. Фотоэффект. Механизмы рассеяние и поглощение рентгеновского излучения. Закон ослабления рентгеновского излучения 4.2. Поглощение рентгеновского излучения. Массовый коэффициент поглощения, его физический смысл. Зависимость массового коэффициента поглощения от порядкового номера элемента и длины волны. Край (скачок) полосы поглощения. 4.3. Выбор излучения. Фильтры рентгеновского излучения. 4.4. Физиологическое действие рентгеновского излучения.

Тема 5. Рассеяние рентгеновских лучей.

5.1. Когерентное рассеяние рентгеновских лучей – основа рентгеноструктурного анализа. Рассеяние свободным электроном (классическая теория). Формула Томсона. Рассеивающая способность объекта. 5.2. Рассеяние рентгеновских лучей двумя электронами. Интерференция. Дифракционный эффект. Рассеяние атомом. Атомная амплитуда, атомный фактор. Теоретический расчет фактора атомного рассеяния. Аномалии фактора атомного рассеяния. 5.3. Понятие электронной плотности. Понятие рассеивающего центра.

Тема 6. Дифракция рентгеновского излучения в кристаллах.

6.1. Кинематическое и динамическое приближения в теории дифракции. 6.2. Рассеяние рентгеновских лучей группой атомов. Понятие единичного рассеивающего центра. 6.3. Дифракция рентгеновских лучей в обратном пространстве. Построение Эвальда. Формула Вульфа –Брэгга. Обратное пространство идеального кристалла, аморфного объекта, поликристалла. Понятие структурной амплитуды.

Тема 7. Интенсивность дифракционных максимумов.

7.1. Формулы структурной амплитуды для кристаллов с разными ячейками Браве. Преобразование формул при наличии элементов симметрии в кристалле.

7.2. Факторы, влияющие на интенсивность рентгеновского луча. Фактор поляризации. Фактор Лоренца. Геометрический фактор. Фактор повторяемости. Температурный фактор. Фактор абсорбции. Практические приемы расчета структурной амплитуды и структурного фактора.

Тема 8. Методы расшифровки структуры кристаллов. Метод проб и ошибок .

8.1. Принципы плотнейшей упаковки. Правила Полинга. 8.2. Учет симметрии кристаллов при построении структурной модели. 8.3. Использование физических свойств кристалла при построении моделей. 8.4. Критерий выбора модели.

Тема 9. Методы расшифровки структуры кристаллов. Метод Фурье.

9.1. Принципы метода. Физический смысл разложения электронной плотности в ряд Фурье. 9.2. Определение положения атомов на распределении электронной плотности. 9.3. Сечения и проекции электронной плотности. 9.4. Практические приемы построения проекций электронной плотности.

Тема 10. Методы расшифровки структуры кристаллов. Метод межатомной функции.

10.1. Метод Паттерсона (межатомная функция). Переход от пространства кристалла к векторному пространству. 10.2. Проекция и сечения межатомной функции. 10.3. Заострение максимумов межатомной функции. 10.4. Удаление максимумов в начале координат. 10.5. Использование различия в «весе» атомов при расшифровке распределения межатомной функции. Особенности межатомной функции. 10.6. Квадратизированный кристалл. Сравнение методов расшифровки структуры кристаллов методами рентгеноструктурного анализа.

Тема 11. Сравнение методов структурного анализа.

11.1. Характеристика возможностей и недостатков методов расшифровки структуры кристаллов. Современное состояние методов. 11.2. Программное сопровождение методов структурного анализа.

Тема 12. Методы рентгеноструктурного анализа дисперсных систем.

12.1. Методы рентгеноструктурного анализа поликристаллов. Метод Дебая. Представление метода в обратном пространстве. Техника получения рентгенограмм. Рентгеновские камеры и дифрактометры. 12.2. Индексирование рентгенограмм поликристаллов аналитическим и графическим методами. Определение параметров элементарной ячейки кристаллов. 12.3. Качественный фазовый анализ. Физические основы качественного фазового анализа. Требования к эксперименту. Картоотека JCPDS. 12.4. Количественный фазовый анализ. Физические основы количественного фазового анализа. Методы количественного фазового анализа. Чувствительность фазового анализа. 12.5. Анализ структуры аморфных и дисперсных веществ. Ближний и дальний порядок. Функция радиального распределения. Рассеяние аморфными веществами, жидкостями и дисперсными системами.

Тема 13. Рентгенографические исследования микродеформаций и размеров ОКР.

13.1. Классификация кристаллических дефектов по их влиянию на рентгенограмму. 13.2. Анализ дефектов кристаллического строения по уширению рентгеновских линий. Методы выде-

ления физического уширения. 13.3 Методы разделения вклада дисперсности и микродеформации в физическое уширение.

Тема 14. Методы температурной рентгенографии.

14.1 Задачи метода. Возможности температурной рентгенографии. Особенности низко- и высокотемпературной рентгенографии. 14.2 Высоко и низкотемпературные камеры. 14.3 Рентгеновская дилатометрия. Динамика термических изменений дисперсности и микродеформаций кристаллов.

Тема 15. Методы электронографии, нейтронографии в структурном анализе.

15.1. Физические особенности методов электронографии, нейтронографии. 15.2. Математический аппарат методов. 15.3. Границы применения и сравнение с рентгенографическими методами.

Тема 16. Заключение. Роль структурных исследований.

Роль структурных исследований в диагностике структурных особенностей кристаллических объектов и для развития общефизических представлений о процессах в конденсированных средах. Связь дифракционной кристаллографии с другими разделами физики конденсированных сред

5.2 Разделы дисциплины и междисциплинарные связи с обеспечиваемыми (последующими) дисциплинами

№ п/п	Наименование обеспечиваемых дисциплин	№ № тем данной дисциплины, необходимых для изучения обеспечиваемых дисциплин (вписываются разработчиком)								
		Темы 2-9	Темы 12-15							
1.	Физика конденсированного состояния									
2.	Выпускные квалификационные работы	Тема 7	Тема 9	Тема 10	Тема 12	Тема 13	Тема 14			

5.3. Разделы и темы дисциплин и виды занятий

№ п/п	Наименование раздела Наименование темы	Виды занятий в часах					
		Лекц.	Практ. зан.	Семина	Лаб. зан.	СРС	Всего

1	Введение	1				1	2
2	Природа, свойства, получение и регистрация рентгеновского излучения. (ПК1)	1	2			2	5
3	Сплошной и характеристический спектр. Их использование в рентгеноструктурном анализе. (ПК1)	1				1	2
4	Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. (ПК1)	1				1	2
5	Рассеяние рентгеновских лучей. (ПК1)	1				1	2
6	Дифракция рентгеновского излучения в кристаллах. (ПК1,ПК2)	2	3			1	6
7	Интенсивность дифракционных максимумов. (ПК1,ПК2)	2	3			2	7
8	Методы расшифровки структуры кристаллов. Метод проб и ошибок. (ПК1)	2				2	4
9	Методы расшифровки структуры кристаллов. Метод Фурье. (ПК1, ПК2)	3	6			5	14
10	Методы расшифровки структуры кристаллов. Метод меж-атомной функции. (ПК1)	2				1	3
11	Сравнение методов структурного анализа. (ПК1)	1					1
12	Методы рентгеноструктурного анализа дисперсных систем. (ПК1,ПК2)	4	12			6	22
13	Рентгенографические исследования микродеформаций и размеров ОКР. (ПК1,ПК2)	2	6			2	10

14	Методы температурной рентгенографии. (ПК1,ПК2)	4	8			4	16
15	Методы электронографии, нейтронографии в структурном анализе. (ПК1)	2				1	3
16	Заключение. Роль структурных исследований. (ПК2)	1					1

6. Перечень семинарских, практических занятий и лабораторных работ

№ п/п	№ раздела и темы дисциплины (модуля)	Наименование семинаров, практических и лабораторных работ	Трудоемкость (часы)	Оценочные средства	Формируемые компетенции
1	2	3	4	5	6
1	Тема 2	Изучение устройства установок рентгеноструктурного анализа.	2	ПЗ №1, О, КВ	(ПК1)
2	Тема 6	Расчет теоретических и экспериментальных структурных амплитуд	3	ПЗ №2, О, КВ	(ПК1,ПК2)
3	Тема 7	Расчет экспериментальных структурных амплитуд	3	ПЗ №3, О, КВ	(ПК1,ПК2)
3	Тема 9	Построение проекции распределения электронной плотности	6	ПЗ №3, О, КВ	(ПК1,ПК2)
4	Тема 12	Получение рентгенограмм порошковых материалов на дифрактометре.	4	ПЗ №4, О, КВ	(ПК1,ПК2)
5	Тема 12	Качественный рентгенофазовый анализ	4	ПЗ №4, О, КВ	(ПК1,ПК2)
6	Тема 12	Индицирование порошковых рентгенограмм	4	ПЗ №5, О, КВ	(ПК1,ПК2)
7	Тема 13	Определение размеров областей когерентного рассеяния (блоков мозаики) методом аппроксимации..	6	ПЗ №6, О, КВ	(ПК1,ПК2)
8	Тема 14	Терморентгенография. Определение		ПЗ №7,	(ПК1,ПК2)

		коэффициентов термического расширения структуры кристаллических объектов	8	О, КВ	
--	--	--	---	-------	--

7. Примерная тематика курсовых работ (проектов) (при наличии): не предусмотрено

8. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины (модуля):

а) основная литература:

1. Практическая рентгеновская дифрактометрия : учеб. пособие / В. А. Лиопо, Г. А. Кузнецова, В. М. Калихман, В. В. Война. – Иркутск : Изд-во Иркут. гос. ун-та, 2010. – 159 с..
2. Шалаев А.А. Основы физического материаловедения. Иркутск: Изд-во ИГУ, 2013. – 159с.

б) дополнительная литература:

Сверено с №5 ЧГД

1. Бокий Г.Б. Рентгеноструктурный анализ.Т.1/ Г.Б. Бокий, М.А. Порай-Кошиц. М.: Изд-во МГУ, 1964. – 489с.
2. Русаков А.А. Рентгенография металлов / А.А. Русаков. – М.: Атомиздат, 1977. –480с.
3. Бокий Г.Б. Кристаллохимия / Г.Б. Бокий Г.Б. – М.: Наука, 1971. –400с.
4. Уманский Я.С. Рентгенография металлов и полупроводников / Я.С. Уманский. – М.: Металлургия, 1969. – 496с.
5. Гусев А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. – М.:ФИЗМАТЛИТ, 2007. –416с.
6. Современная кристаллография. Под редакцией Б.К.Вайнштейна. Т.1 – 4. М.: Наука, М., 1979.
7. Е.В. Чупрунов, А.Ф. Хохлов, М.А. Фаддеев. Основы кристаллографии: Учебник для вузов.- М.:ФМ, 2004.– 500с.

в) программное обеспечение:

г) рентгеновская картотека, справочники по рентгеноструктурному анализу, базы данных, информационно-справочные и поисковые системы: интернет ресурсы в свободном доступе и на сайте ИГУ www.isu.ru и физического факультета ИГУ.

9. Материально-техническое обеспечение дисциплины:

- лаборатория рентгеноструктурного анализа (установки ДРОН-2.0, ДРОН-3М, УВД-2000);
- сетевой сервер (компьютерный класс)
- персональные компьютеры (компьютерный класс)

10. Образовательные технологии:

(Указываются образовательные технологии, используемые при реализации различных видов учебной работы).

11. Оценочные средства (ОС):

11.1. Оценочные средства для входного контроля (могут быть в виде тестов с закрытыми или открытыми вопросами).

11.2. Оценочные средства текущего контроля формируются в соответствии с Положением о балльно-рейтинговой системе университета (могут быть в виде тестов, ситуационных задач, деловых и ролевых игр, диспутов, тренингов и др. Назначение оценочных средств ТК - выявить сформированность компетенций - (ПК-1,2) указать каких конкретно). Контрольные вопросы по практическим занятиям.

(Указываются темы эссе, рефератов и др. Приводятся контрольные вопросы и задания для проведения текущего контроля и промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины, а также для контроля самостоятельной работы студента по отдельным разделам дисциплины).

Контрольные вопросы по практическим занятиям.

Тема 2. Практическое занятие 1

Цель: ознакомиться с приборной базой дифракционных методов исследования вещества.

Задание- изучить:

- конструктивные особенности устройств источников генерированного рентгеновского излучения ДРОН-2.0,
- конструкцию рентгеновской трубки,
- условия получения сплошного и характеристического рентгеновского излучения,
- люминесцентный, фотографический, ионизационный способы регистрации рентгеновского излучения,
- конструктивные особенности принципы действия детекторов рентгеновского излучения,
- оптическую схему дифрактометрических установок, требования к юстировке прибора, выбору фильтров рентгеновского излучения, установке монохроматоров излучения
- требования по технике безопасности при работе на установках рентгеноструктурного анализа,
- ответить на контрольные вопросы,
- оформить отчет

Контрольные вопросы:

1. Что представляет собой рентгеновское излучение?
2. Перечислить источники рентгеновского излучения.
3. Сплошной (тормозной) спектр рентгеновского излучения. Факторы, определяющие интенсивность тормозного излучения. Коротковолновая граница тормозного спектра λ_0 .

4. Механизм возникновения характеристического рентгеновского излучения. Спектр характеристического рентгеновского излучения, его вид.
5. Источники рентгеновских лучей для структурных исследований. Устройство рентгеновских трубок. Маркировка рентгеновских трубок.
6. Способы регистрации рентгеновского излучения. Фотографический метод регистрации рентгеновских лучей. Ионизационный метод регистрации рентгеновских лучей. Их преимущества и недостатки.
7. Детекторы рентгеновского излучения. Типы, устройство, принцип действия.
8. Устройство рентгеновского дифрактометра.
9. Перечислить основные блоки дифрактометра.
10. Чем обусловлена необходимость охлаждения рентгеновской трубки?
11. Условие возникновения K_{α} - излучения?
12. Назначение фильтров рентгеновского излучения и правило их выбора.

Тема 6. Практическое занятие 2

Цель: Освоить способы расчета теоретических структурных амплитуд

Задание: ознакомиться с методом «проб и ошибок»,

выполнить расчет теоретических структурных амплитуд базальных отражений кристалла с известной структурной моделью, используя табличные значения рассеивающих способностей и координат атомов.

- ответить на контрольные вопросы,
- оформить отчет

Контрольные вопросы:

1. Что такое структурная амплитуда?
2. Как значение структурной амплитуды связано с рассеивающими способностями атомов?
3. Какова связь между структурной амплитудой и электронной плотностью кристаллов?
4. Записать формулы для расчета структурной амплитуды.
5. Для чего необходим расчет теоретических значений структурных амплитуд?
6. Что такое трансформанты Фурье?
7. Как влияет выбор начала координат на значения структурных амплитуд?
8. Что такое структурная амплитуда?
9. Как значение структурной амплитуды связано с рассеивающими способностями атомов?
10. Какова связь между структурной амплитудой и электронной плотностью кристаллов?
11. Записать формулы для расчета структурной амплитуды.
12. Для чего необходим расчет теоретических значений структурных амплитуд?
13. Что такое трансформанты Фурье?
14. Как влияет выбор начала координат на значения структурных амплитуд?

Тема 7. Практическое занятие 3

Цель: Освоить способы расчета экспериментальных структурных амплитуд

Задание :

Измерить полученную рентгенограмму монокристалла, определить 2θ , I_{hkl} , рассчитать значения d_{hkl} для всех линий,

- проиндексировать рентгенограмму, определить экспериментальные значения структурных амплитуд для зафиксированных отражений; сравнить экспериментальные величины с расчетными значениями, полученными при выполнении первого задания.

- ответить на контрольные вопросы,
- оформить отчет

Контрольные вопросы:

15. Что такое структурная амплитуда?
16. Как значение структурной амплитуды связано с рассеивающими способностями атомов?
17. Какова связь между структурной амплитудой и электронной плотностью кристаллов?
18. Записать формулы для расчета структурной амплитуды.
19. Для чего необходим расчет теоретических значений структурных амплитуд?
20. Что такое трансформанты Фурье?
21. Как влияет выбор начала координат на значения структурных амплитуд?
22. Что такое структурная амплитуда?
23. Как значение структурной амплитуды связано с рассеивающими способностями атомов?
24. Какова связь между структурной амплитудой и электронной плотностью кристаллов?
25. Записать формулы для расчета структурной амплитуды.
26. Для чего необходим расчет теоретических значений структурных амплитуд?
27. Что такое трансформанты Фурье?
28. Как влияет выбор начала координат на значения структурных амплитуд?

Тема 9. Практическое занятие 3.

Цель: освоить применение метода Фурье для расшифровки структуры кристаллов, - освоить математические приемы построения проекций электронной плотности на ось, - научиться строить разностные синтезы, - научиться определять координаты атомов, научиться анализировать полученные распределения $\rho(z)$, оценивать степень изменения структуры в результате воздействия внешних факторов

Задание:

- измерить экспериментальные углы и интенсивности базальных отражений исследуемого кристалла на рентгенограммах до и после физического воздействия;
- произвести расчет экспериментальных структурных амплитуд;
- выполнить расчет электронной плотности по обеим рентгенограммам;
- построить оба распределения электронной плотности;
- определить координаты атомов;
 - построить разностный синтез;
 - оценить степень изменения структуры в результате воздействия внешних факторов;
- ответить на контрольные вопросы,
- оформить отчет

Контрольные вопросы:

1. Какие методы используются для расшифровки структуры кристаллов?
2. В чем суть метода Фурье?
3. Физические основы метода?
4. Записать формулу для расчета трехмерной электронной плотности.
5. Как упрощается формула расчета ρ при наличии центра симметрии в структуре?
6. На каком основании для расчета электронной плотности используются интенсивности дифракционных отражений?
7. Как связаны интенсивности дифракционных отражений и структурные амплитуды?

8. Для чего вводится *PLG*- фактор, что он учитывает?
9. Каковы требования к определению интенсивности отражений при построении электронной плотности?
10. Как влияет разбиение ячейки на погрешность определения координат атомов?
11. Каково влияние способа измерения интенсивности на вид распределения электронной плотности
12. Проанализировать влияние погрешности измерения интенсивности дифракционных отражений на точность определения структуры кристаллов.

Тема 12. Практическое занятие 4

Цель: освоить базовые порошковые методы исследования вещества

Задание: - изучить рекомендации по методикам приготовления порошковых проб в зависимости от конкретных особенностей исследуемого объекта,

- выбрать и обосновать сделанный выбор методики,
- приготовить образец для получения рентгенограммы на дифрактометре,
- провести регистрацию дифракционного спектра исследуемого образца в заданном угловом диапазоне,
- оформить полученную рентгенограмму. В журнале отметить:
 - а. название (формулу) исследуемого вещества;
 - б. время регистрации рентгенограммы (число, месяц год);
 - с. длину волны используемого излучения;
 - д. режимы регистрации рентгенограммы: ускоряющее напряжение на трубке, ток через трубку, щели, скорость сканирования. (чувствительность прибора (число имп/сек), постоянную времени *RC*; скорость съёмки если регистрация осуществляется на диаграммную ленту);
 - е. связующий материал (если он применялся) при помещении образца в рентгеновскую кювету;
- качественно оценить полученную рентгенограмму: определить, в аморфном или кристаллическом состоянии находится изучаемое вещество;
- измерить 2θ , I_{hkl} , рассчитать по формуле (1) значения d_{hkl} для всех линий.
- составить таблицу результатов измерений,
- ответить на контрольные вопросы,
- оформить отчет

Контрольные вопросы:

1. Какого размера кристаллиты должны быть в образце для получения качественных спектров РФА?
2. Каким требованиям предъявляются к образцам для рентгеноструктурного фазового анализа?
3. Перечислить способы приготовления образцов для получения рентгенограмм?
4. Что такое текстура? Как она проявляется на рентгенограммах?
5. Зачем производят вращение образца?
6. От чего зависит число линий на рентгенограмме?
7. Какова точность определения углового положения линий на спектре РФА?
8. От чего зависит погрешность определения межплоскостных расстояний?
9. Какая область углов является прецизионной?

Тема 12. Практическое занятие 5

Задание: - ознакомиться с методами индирования рентгенограмм кристаллов различных сингоний,

- приготовить образец для получения рентгенограммы на дифрактометре,
- выбрать условия регистрации рентгенограммы,
- провести регистрацию дифракционного спектра исследуемого образца,
- оформить полученную рентгенограмму,
- измерить 2θ , I_{hkl} , рассчитать значения d_{hkl} для всех линий,
- составить таблицу результатов измерений,
- выполнить индирование рентгенограммы аналитическим способом,
- осуществить индирование рентгенограммы с помощью логарифмической линейки,
- по полученным экспериментальным данным рассчитать параметры элементарной ячейки исследуемого кристаллического вещества,
- для уточнения параметров элементарной ячейки построить экстраполяционный график,
- ответить на контрольные вопросы,
- оформить отчет

Контрольные вопросы:

1. Понятие обратной решетки, ее связь с кристаллической решеткой.
2. Как строится обратная решетка кристалла?
3. Индексы Миллера, их физический смысл.
4. На основе каких закономерностей осуществляется процедура индирования рентгенограмм?
5. Какие параметры связывают квадратичные формы?
6. Назвать методы индирования.
7. В чем суть графических методов индирования рентгенограмм?
8. Для кристаллов каких сингоний возможно применение графического метода индирования рентгенограмм.
9. В чем заключаются преимущества и недостатки графического метода индирования рентгенограмм.
10. Для кристаллов каких сингоний желательно применение аналитических методов индирования рентгенограмм?
11. Каковы преимущества и недостатки аналитических методов индирования рентгенограмм?
12. Для кристаллов каких сингоний применимо индирование с помощью логарифмической линейки.
13. В чем суть этого метода?

Тема 13. Практическое занятие 6

Задание: - приготовить образец для получения рентгенограммы на дифрактометре,

- подобрать эталонный образец, обосновать правильность его выбора,
- выбрать условия регистрации рентгенограммы исследуемого и эталонного (идеально мозаичного кристалла) образцов,
- провести регистрацию дифракционного спектра исследуемого и идеально мозаичного кристалла,
- на полученных рентгенограммах выбрать необходимые для дальнейшей работы аналитические отражения,
- произвести разделение линий на компоненты, выделяет α_1 компоненту,

- определить полуширину отражений эталона и исследуемого объекта,
- определить причину уширения по реперным отношениям,
- затем произвести расчеты согласно методическому указанию и определить искомые параметры.

Задания выполняются для нескольких образцов

- ответить на контрольные вопросы,
- оформить отчет

Контрольные вопросы:

1. Какие факторы влияют на ширину рентгеновских отражений?
2. Как проявляется наличие микроискажений структуры?
3. К чему приводит уменьшение размеров ОКР?
4. Какими зависимостями связаны величины уширения, истинного физического уширения в случаях 2 и 3?
5. Каковы требования к эталонному образцу?
6. Рассказать последовательность обработки рентгенограмм для решения поставленной задачи
7. Какие отражения следует выбирать для решения поставленной задачи

Тема 14. Практическое занятие 7

Задание: - освоить методику рентгенографического исследования твердофазных высокотемпературных изменений кристаллических объектов,

- освоить методику рентгенографического определения коэффициентов термического расширения (КТР) кристаллических объектов;

- определить температуру фазового перехода, КТР;

- ответить на контрольные вопросы,
- оформить отчет

Контрольные вопросы:

1. Что такое рентгеновская дилатометрия?
2. Какую информацию о веществе можно получить при терморентгенографических исследованиях?
3. Каковы требования к выбору отражений в терморентгенографии?
4. Каковы требования к точности измерения углов θ
5. Записать формулы для расчета коэффициента термического расширения.
6. Записать формулы для определения погрешности расчета коэффициента термического расширения.
7. Для чего используется в данной работе МНК?
8. О чем свидетельствует изменение полуширины отражений при термообработке?
9. Как может меняться интенсивность отражений при нагревании в чем причина этих изменений?

Требования к отчету

Отчет по практическим занятиям работе должен, содержать:

- титульный лист, оформленный в соответствии с требованиями,
- цели и задачи выполненной работы,
- краткое описание существующих методов расшифровки структуры кристаллов,

- описание исследуемого объекта,
- условия регистрации рентгенограммы,
- таблицы экспериментальных результатов и расчетов
- графики полученных зависимостей;
- ответы на контрольные вопросы (можно устно),
- список использованной литературы

Отчет предоставляется в электронном виде.

Критерии оценки работы на практических занятиях:

- качество подготовки к лабораторной работе – ответы на контрольные вопросы;
- формулировка целей и задач работы;
 - полнота теоретического обоснования применяемого метода исследования; четкость структуры работы;
 - самостоятельность, логичность изложения;
 - достоверность полученных результатов;
 - наличие выводов, сделанных самостоятельно.

Оценка работы на практических занятиях осуществляется по 10-балльной системе.

- При выполнении всех перечисленных требований –10 баллов, из них 4 балла –ответы на контрольные вопросы; 1 балла – оформление отчета; 5 балла - достоверность полученных результатов; наличие самостоятельно выводов,

Примечание: Студент готов к зачету, если он знает и понимает теоретические основы дифракционных методов исследования вещества, умеет их применять для решения практических задач.

11.3. Оценочные средства для промежуточной аттестации в форме зачета.

Вопросы к зачету:

1. Становление и этапы развития рентгеноструктурного анализа. Основные понятия физики рентгеновских лучей.
2. Природа рентгеновского излучения. Преломление рентгеновских лучей. Полное отражение рентгеновских лучей и его практическое использование. Интенсивность рентгеновского излучения (определения).
3. Сплошной спектр рентгеновского излучения. Энергия спектра. Граничная частота. Факторы, влияющие на интенсивность сплошного спектра.
4. Характеристический спектр. Получение характеристического излучения.. Интенсивность характеристического излучения.
5. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Виды взаимодействия. Когерентное рассеяние рентгеновского излучения. Некогерентное рассеяние рентгеновского излучения. Рентгеновская флюоресценция. Фотоэффект.
6. Механизмы рассеяния и поглощения рентгеновских лучей.

7. Поглощение рентгеновских лучей. Зависимость массового коэффициента поглощения от порядкового номера элемента и длины волны. Край (скачок) полосы поглощения. Выбор излучения. Фильтры для рентгеновского излучения.
8. Физиологическое действие рентгеновского излучения.
9. Когерентное рассеяние рентгеновских лучей – основа рентгеноструктурного анализа. Рассеяние свободным электроном. Формула Томсона.
10. Понятие рассеивающей способности объекта. Интерференция. Дифракционный эффект.
11. Рассеяние рентгеновских лучей атомом, группой атомов. Атомная амплитуда, атомный фактор.
12. Понятие электронной плотности. Понятие рассеивающего центра.
13. Обратное пространство и дифракция рентгеновских лучей на кристаллах.
14. Кинематическая теория интерференции рентгеновских лучей в кристаллах. Кинематическое и динамическое приближения в теории дифракции.
15. Геометрическое толкование условий интерференции с помощью обратной решетки. Обратная решетка как поле интерференционных функций. Сфера Эвальда.
16. Интегральная интенсивность и факторы, на нее влияющие.
17. Атомный множитель. Структурная амплитуда и структурный фактор
18. Формулы структурной амплитуды для кристаллов с различными ячейками Бравэ.
19. Преобразование формул структурной амплитуды при наличии элементов симметрии.
20. Определение рентгеновской и пространственной групп.
21. “Рабочие” формулы для расчета структурной амплитуды.
22. Фактор поляризации, его зависимость от условий эксперимента. Кинематический множитель. Фактор Лоренца. Геометрический фактор.
23. Температурный фактор, учет его анизотропности. Фактор поглощения, его расчет. Введение экстинкционных поправок. Фактор повторяемости, его связь с симметрией кристалла и условиями регистрации рентгенограмм.
24. Экспериментальные приемы определения интенсивности, расчета структурного фактора и структурной амплитуды.
25. Метод проб и ошибок. Сущность метода. Принципы плотнейшей упаковки. Общие принципы метода. Учет сведений о симметрии кристалла при построении его структурной модели.
26. Выбор структурной модели. Фактор расходимости.
27. Разложение электронной плотности в ряд Фурье. Физический смысл разложения электронной плотности в ряд Фурье.
28. Определение положения атомов на распределении электронной плотности. Проекция и сечение электронной плотности.

29. Метод Патерсона. Суть метода. Переход от пространства кристалла к векторному пространству. Заострение максимумов межатомной функции. Удаление максимумов в начале координат из распределения Патерсона. Квадратизированный кристалл
30. Сравнение методов структурного анализа.

Разработчики:



к.ф.-м.н., доцент Г.А. Кузнецова

Программа рассмотрена на заседании кафедры общей и экспериментальной физики

«_13_» _апреля _2020 г.

Протокол № 7

Зав. кафедрой



д.ф.-м.н., профессор Гаврилюк А.А.