

**Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
«Московский физико-технический институт
(национальный исследовательский университет)»**

УТВЕРЖДЕНО

**Директор физтех-школы
электроники, фотоники и
молекулярной физики**

В.В. Иванов

| | |
|----------------------------|--|
| | Рабочая программа дисциплины (модуля) |
| по дисциплине: | Приборы и методы рентгеновской и электронной дифракции |
| по направлению: | Прикладные математика и физика |
| профиль подготовки: | Физика перспективных технологий: электроника и квантовые технологии Физтех-школа Электроники, Фотоники и Молекулярной Физики кафедра нанометрологии и наноматериалов |
| курс: | 1 |
| квалификация: | магистр |

Семестр, формы промежуточной аттестации: 2 (весенний) - Экзамен

Аудиторных часов: 30 всего, в том числе:

лекции: 0 час.

семинары: 30 час.

лабораторные занятия: 0 час.

Самостоятельная работа: 30 час.

Подготовка к экзамену: 30 час.

Всего часов: 90, всего зач. ед.: 2

Программу составил: П.С. Чижов

Программа обсуждена на заседании кафедры нанометрологии и наноматериалов 29.05.2020

Аннотация

Курс "Приборы и методы рентгеновской и электронной дифракции" предусматривает изучение теоретических и практических основ метода рентгеновской дифрактометрии.

Задачи курса:

- Знакомство с основными теоретическими моделями дифракции рентгеновского излучения
- Постановка основных задач рентгеновской дифрактометрии, знакомство с методами их решения.
- Выработка практических навыков регистрации и обработки дифрактограмм.

По результатам освоения курса студент должен:

Знать:

Теоретические основы описания взаимодействия рентгеновского излучения с веществом, основные модели дифракции на идеальных и реальных кристаллах.

Уметь:

Регистрировать и обрабатывать дифрактограммы поликристаллических объектов.

Владеть:

Методами качественного и количественного РФА, индицирования, полнопрофильного анализа дифрактограмм.

Основное содержание курса изложено в следующих разделах:

1. Основы кристаллографии.
2. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Дифракция на идеальном кристалле.
3. Профильный анализ дифрактограмм. Качественный рентгенофазовый анализ.
4. Техника дифракционного эксперимента.
5. Симметрия обратного пространства. Индицирование дифрактограмм.
6. Полнопрофильный анализ дифрактограмм. Метод Ритвельда.
7. Количественный рентгенофазовый анализ.
8. Дифракция на реальных кристаллах. Методы анализа микроструктуры.
9. Анализ тонких пленок. Рентгеновская рефлектометрия.

1. Цели и задачи

Цель дисциплины

- изучение теоретических и практических основ метода рентгеновской дифрактометрии.

Задачи дисциплины

- знакомство с основными теоретическими моделями дифракции рентгеновского излучения;
- постановка основных задач рентгеновской дифрактометрии, знакомство с методами их решения;
- выработка практических навыков регистрации и обработки дифрактограмм.

2. Перечень формируемых компетенций

Освоение дисциплины направлено на формирование следующих компетенций:

| Код и наименование компетенции | Индикаторы достижения компетенции |
|--|--|
| ПК-1 Способен ставить, формализовывать и | ПК-1.1 Способен находить, анализировать и обобщать информацию об актуальных результатах исследований в рамках тематической области своей профессиональной деятельности |

| | |
|--|--|
| решать задачи, в том числе разрабатывать и исследовать математические модели изучаемых явлений и процессов, системно анализировать научные проблемы, получать новые научные результаты | ПК-1.2 Способен выдвигать гипотезы, строить математические модели для описания изучаемых явлений и процессов, оценивать качество разработанной модели |
| | ПК-1.3 Способен применять теоретические и (или) экспериментальные методы исследований к конкретной научной задаче и интерпретировать полученные результаты |

3. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине (модулю)

В результате освоения дисциплины обучающиеся должны

знать:

- теоретические основы описания взаимодействия рентгеновского излучения с веществом, основные модели дифракции на идеальных и реальных кристаллах.

уметь:

- регистрировать и обрабатывать дифрактограммы поликристаллических объектов.

владеть:

- методами качественного и количественного РФА, индиферирования, полнопрофильного анализа дифрактограмм.

4. Содержание дисциплины (модуля), структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и видов учебных занятий

4.1. Разделы дисциплины (модуля) и трудоемкости по видам учебных занятий

| № | Тема (раздел) дисциплины | Трудоемкость по видам учебных занятий, включая самостоятельную работу, час. | | | |
|-----------------------|--|---|----------|-----------------|----------------|
| | | Лекции | Семинары | Лаборат. работы | Самост. работа |
| 1 | Основы кристаллографии. | | 2 | | |
| 2 | Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Дифракция на идеальном кристалле. | | 4 | | |
| 3 | Профильный анализ дифрактограмм. Качественный рентгенофазовый анализ. | | 4 | | |
| 4 | Техника дифракционного эксперимента. | | 4 | | |
| 5 | Симметрия обратного пространства. Индиферирование дифрактограмм. | | 4 | | 10 |
| 6 | Полнопрофильный анализ дифрактограмм. Метод Ритвельда. | | 4 | | 5 |
| 7 | Количественный рентгенофазовый анализ. | | 4 | | 5 |
| 8 | Дифракция на реальных кристаллах. Методы анализа микроструктуры. | | 2 | | 5 |
| 9 | Анализ тонких пленок. Рентгеновская рефлектометрия. | | 2 | | 5 |
| Итого часов | | | 30 | | 30 |
| Подготовка к экзамену | | 30 час. | | | |
| Общая трудоёмкость | | 90 час., 2 зач.ед. | | | |

4.2. Содержание дисциплины (модуля), структурированное по темам (разделам)

Семестр: 2 (Весенний)

1. Основы кристаллографии.

Трансляционная симметрия как основной вид симметрии кристаллов. Понятие о кристаллической решетке. Симметрия кристаллической решетки, основная теорема кристаллографии. Решетки Браве. Закрытые и открытые элементы симметрии в кристаллах. Квазикристаллы. Математическое описание операций симметрии. Федоровские группы. Симметрия физических свойств кристалла. Основные данные о кристаллической структуре. Формат CIF, структурные базы данных.

2. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Дифракция на идеальном кристалле.

Рентгеновское излучение (РИ) как электромагнитное излучение. Типы источников РИ. Взаимодействие РИ с веществом. Томсоновское рассеяние, комптоновское рассеяние, фотоэффект. Линейный коэффициент поглощения. Зависимость коэффициента поглощения от длины волны – край полосы поглощения. Уравнения Гамильтона-Дарвина. Когерентное упругое рассеяние – дифракция РИ, вывод формулы для определения комплексной амплитуды рассеянного РИ.

Основные приближения кинематической теории дифракции. Рассеяние на атоме, на цепочке электронов, цепочке атомов. Интерференционная функция Лауэ. Трансляционная симметрия кристалла, переход к рядам Фурье. Обратная решетка. Закон Брегга в векторной и скалярной формах. Сфера Эвальда. Форм-факторы атомов, параметры атомного смещения, заселенность. Структурная амплитуда. Аномальное рассеяние.

Параметры, влияющие на интенсивность рефлекса при дифракции на реальных объектах. Поляризационный фактор, влияние монохроматоров. Порошковая дифрактограмма как 1D проекция 3D дифракционной картины, рассмотрение дифракции на поликристаллической пробе с помощью построения Эвальда. Лоренц-фактор, геометрический фактор. Поглощение РИ в пробе (случай дифракции «на отражение»), абсорбционный фактор. Понятие о текстуре образца, текстурный фактор. Коэффициент экстинкции. Фактор повторяемости рефлексов.

3. Профильный анализ дифрактограмм. Качественный рентгенофазовый анализ.

Форматы дифракционных данных, программы конвертации форматов. Описание фона в профильном анализе. «Базовые» аппроксимирующие функции (Гаусса, Лоренца). Реалистичные аппроксимирующие функции (pseudo-Voigt, Pearson VII). Учет асимметрии профиля. Случай немонахроматического излучения ($1/2$). Понятие о методе фундаментальных параметров. Угловая зависимость полуширины рефлекса. Критерии качества профильного анализа. Типичный вид разностной дифрактограммы при различных ошибках описания. Практические советы по проведению профильного анализа. Программный комплекс «WinXPow».

Основы рентгенофазового анализа: рентгенограмма как отпечаток пальцев химического соединения. Базы данных ICDD. Структура «карточки» в базе данных PDF-2. «Уровни качества» стандартов. Алгоритмы поиска по базе данных. Окончательный анализ данных качественного РФА: критерии определения наличия фаз в пробе. Реализация рентгенофазового анализа в программном комплексе «WinXPow». Программа «Crystallographica Search-Match».

4. Техника дифракционного эксперимента.

Источники и детекторы РИ. Основные элементы рентгеновской оптики: коллиматоры, монохроматоры, рентгеновские зеркала. Понятие о геометрии съемки. Выбор оптимальной геометрии. Планирование эксперимента: выбор излучения, детектора, параметров съемки. Юстировка прибора для решения разных типов задач. Понятие инструментальной функции и спектральной функции. Систематические погрешности в дифракционном эксперименте.

5. Симметрия обратного пространства. Индексирование дифрактограмм.

Соотношение операций симметрии в прямом и обратном пространствах. Закон Фриделя. Лауэ-класс кристалла. Фактор повторяемости как соотношение порядков точечных групп. Центрировки, матрицы преобразования в прямом и обратном пространствах. Систематические погасания для структур с центрировками. Влияние открытых элементов симметрии на структурную амплитуду. Систематические погасания для открытых элементов симметрии. Правила выбора пространственной группы по данным анализа дифрактограмм.

Постановка задачи индексирования рентгенограмм. Влияние качества эксперимента. Систематические ошибки определения положения пиков на рентгенограмме. Индексирование рентгенограммы кубической сингонии. Влияние систематических погасаний. Индексирование рентгенограммы средних сингоний (тетрагональной / гексагональной). Три “классические” программы автоиндексирования (Treor, Ito, Dcvol). Критерии корректности индексирования (Де Вольфа, Смита-Снайдера). Сложные случаи для индексирования. Неоднозначность выбора элементарной ячейки (geometrical ambiguities). Проблема “dominant zone”. Уточнение параметров элементарной ячейки методом МНК.

6. Полнопрофильный анализ дифрактограмм. Метод Ритвельда.

«Три уровня понимания» метода Ритвельда. Математическая основа метода. Уточняемые параметры в методе Ритвельда. Профильная функция: практические советы по схеме уточнения профильных коэффициентов. Рекомендованная последовательность уточнения параметров. Факторы недостоверности, ограничения. «Проблема отрицательных тепловых». Корреляция между параметрами: примеры, матрица корреляции. Стандартные отклонения уточняемых параметров. Разностный Фурье-синтез. Программы для уточнения структуры методом Ритвельда (GSAS, Fullprof, Rietan, Topas, Jana, Siroquant): их особенности.

7. Количественный рентгенофазовый анализ.

Распространение РИ в поликристаллическом образце. Средний коэффициент поглощения. Микроабсорбция. Взаимосвязь между объемной долей фазы и интенсивностью рефлекса. Основные «стандартные» методы количественного фазового анализа: метод прямой калибровки, метод добавок, метод внутреннего стандарта. Метод корундовых чисел (внешнего стандарта). Метод Ритвельда как нестандартный количественный рентгенофазовый анализ. Метод k, определение абсолютных содержаний кристаллических фаз.

8. Дифракция на реальных кристаллах. Методы анализа микроструктуры.

Три вклада в уширение дифракционных пиков. Инструментальное уширение и его экспериментальное определение. Теория дифракции на конечном кристалле. Уширение, обусловленное малым размером ОКР. Формула Шерера, её ограничения. Уширение, обусловленное микронапряжениями. Разделение вкладов, метод Вильямсона-Холла. Реализация в методе Ритвельда, интерпретация профильных коэффициентов. Понятие о методах гармонического анализа (Уоррена-Авербаха). Влияние полидисперсности, подходы к определению распределения по размерам ОКР. Понятие о методе WPPM.

9. Анализ тонких пленок. Рентгеновская рефлектометрия.

Геометрия скользящего пучка (grazing angle geometry). Проблема дефокуса, инструментальное оформление метода. Влияние толщины/плотности пленки на вид дифрактограммы при симметричной дифракции. Текстурирование пленок. Преломление РИ, коэффициент преломления РИ. Явление полного внешнего отражения, понятие о рентгеновской рефлектометрии. Отражение от подложки, системы пленка-подложка, гетероструктуры. Осцилляции Киссига. Рефлектограмма и ее связь с Фурье-образом распределения электронной плотности в образце.

5. Описание материально-технической базы, необходимой для осуществления образовательного процесса по дисциплине (модулю)

учебная аудитория, доска, маркеры, компьютер и мультимедийное оборудование (проектор).

6. Перечень рекомендуемой литературы

Основная литература

1. Вест А. Химия твёрдого тела. Т.1.
2. Ковба Л. М., Трунов В. К. Рентгенофазовый анализ
3. Pecharsky V.K., Zavalij P.Y. Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials

Дополнительная литература

1. Bacon G.E. Neutron diffraction
2. Structure Determination from Powder Diffraction Data / edited by W.I.F. David [et al.]

7. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети "Интернет", необходимых для освоения дисциплины (модуля)

1. <http://www.elsevier.com>
2. <http://www.elibrary.ru>
3. <http://www.books.google.ru>

8. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине (модулю), включая перечень необходимого программного обеспечения и информационных справочных систем (при необходимости)

на семинарских занятиях используются мультимедийные технологии, включая демонстрацию презентаций.

9. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины (модуля)

Студент, прослушавший курс семинаров, должен овладеть общим понятийным аппаратом и научиться применять теоретические знания на практике.

Успешное освоение курса требует:

- 1) посещения всех семинаров, предусмотренных учебным планом; ведение конспектов занятий; активное участие в обсуждении семинаров;
- 2) важно добиться понимания изучаемого материала, а не механического его запоминания. При затруднении изучения отдельных тем, вопросов, следует обращаться за консультацией к докладчику на семинаре.

ОЦЕНОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ПО ДИСЦИПЛИНЕ (МОДУЛЮ)

| | |
|---|--|
| по направлению: | Прикладные математика и физика |
| профиль подготовки: | Физика перспективных технологий: электроника и квантовые технологии Физтех-школа Электроники, Фотоники и Молекулярной Физики кафедра нанометрологии и наноматериалов |
| курс: | <u>1</u> |
| квалификация: | магистр |
| Семестр, формы промежуточной аттестации: 2 (весенний) - Экзамен | |
| Разработчик: | П.С. Чижов |

1. Компетенции, формируемые в процессе изучения дисциплины

| Код и наименование компетенции | Индикаторы достижения компетенции |
|---|--|
| ПК-1 Способен ставить, формализовывать и решать задачи, в том числе разрабатывать и исследовать математические модели изучаемых явлений и процессов, системно анализировать научные проблемы, получать новые научные результаты | ПК-1.1 Способен находить, анализировать и обобщать информацию об актуальных результатах исследований в рамках тематической области своей профессиональной деятельности |
| | ПК-1.2 Способен выдвигать гипотезы, строить математические модели для описания изучаемых явлений и процессов, оценивать качество разработанной модели |
| | ПК-1.3 Способен применять теоретические и (или) экспериментальные методы исследований к конкретной научной задаче и интерпретировать полученные результаты |

2. Показатели оценивания компетенций

В результате изучения дисциплины «Приборы и методы рентгеновской и электронной дифракции» обучающийся должен:

знать:

- теоретические основы описания взаимодействия рентгеновского излучения с веществом, основные модели дифракции на идеальных и реальных кристаллах.

уметь:

- регистрировать и обрабатывать дифрактограммы поликристаллических объектов.

владеть:

- методами качественного и количественного РФА, индирования, полнопрофильного анализа дифрактограмм.

3. Перечень типовых (примерных) вопросов, заданий, тем для подготовки к текущему контролю

С целью контроля освоения обучающимися учебного материала проводится устный опрос в начале занятия.

4. Перечень типовых (примерных) вопросов и тем для проведения промежуточной аттестации обучающихся

Вопросы для подготовки к экзамену:

1. Основы кристаллографии.
2. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Дифракция на идеальном кристалле.
3. Профильный анализ дифрактограмм. Качественный рентгенофазовый анализ.
4. Техника дифракционного эксперимента.
5. Симметрия обратного пространства. Индирование дифрактограмм.
6. Полнопрофильный анализ дифрактограмм. Метод Ритвельда.
7. Количественный рентгенофазовый анализ.
8. Дифракция на реальных кристаллах. Методы анализа микроструктуры.
9. Анализ тонких пленок. Рентгеновская рефлектометрия.

Примеры экзаменационных билетов.

Пример 1.

1. Симметрия обратного пространства. Индирование дифрактограмм.
2. Полнопрофильный анализ дифрактограмм. Метод Ритвельда.

Пример 2.

1. Основы кристаллографии.

2. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом. Дифракция на идеальном кристалле.

Критерии оценивания

10 баллов — (ПРЕВОСХОДНО):

- систематизированные, глубокие и полные знания по всем разделам учебной программы, а также по основным вопросам, выходящим за ее пределы;
- точное использование научной терминологии (в том числе на иностранном языке), стилистически грамотное, логически правильное изложение ответа на вопросы;
- безупречное владение инструментарием учебной дисциплины, умение его эффективно использовать в постановке и решении научных и профессиональных задач;
- выраженная способность самостоятельно и творчески решать сложные проблемы в нестандартной ситуации;
- полное и глубокое усвоение основной и дополнительной литературы, рекомендованной учебной программой дисциплины;
- умение ориентироваться в теориях, концепциях и направлениях по изучаемой дисциплине и давать им критическую оценку, использовать научные достижения других дисциплин;
- творческая самостоятельная работа на практических, лабораторных занятиях, активное участие в групповых обсуждениях, высокий уровень культуры исполнения заданий.

9 баллов — (ОТЛИЧНО):

- систематизированные, глубокие и полные знания по всем разделам учебной программы;
- точное использование научной терминологии (в том числе на иностранном языке), стилистически грамотное, логически правильное изложение ответа на вопросы;
- владение инструментарием учебной дисциплины, умение его эффективно использовать в постановке и решении научных и профессиональных задач;
- способность самостоятельно и творчески решать сложные проблемы в нестандартной ситуации в рамках учебной программы, полное усвоение основной и дополнительной литературы, рекомендованной учебной программой дисциплины;
- умение ориентироваться в основных теориях, концепциях и направлениях по изучаемой дисциплине и давать им критическую оценку;
- самостоятельная работа на практических, лабораторных занятиях, творческое участие в групповых обсуждениях, высокий уровень культуры исполнения заданий.

8 баллов — (ПОЧТИ ОТЛИЧНО):

- систематизированные, глубокие и полные знания по всем поставленным вопросам в объеме учебной программы;
- использование научной терминологии, стилистически грамотное, логически правильное изложение ответа на вопросы, умение делать обоснованные выводы;
- владение инструментарием учебной дисциплины (методами комплексного анализа, техникой информационных технологий), умение его использовать в постановке и решении научных и профессиональных задач; способность самостоятельно решать сложные проблемы в рамках учебной программы;
- усвоение основной и дополнительной литературы, рекомендованной учебной программой дисциплины;
- умение ориентироваться в основных теориях, концепциях и направлениях по изучаемой дисциплине и давать им критическую оценку с позиций государственной идеологии (по дисциплинам социально-гуманитарного цикла);
- активная самостоятельная работа на практических, лабораторных занятиях, систематическое участие в групповых обсуждениях, высокий уровень культуры исполнения заданий.

7 баллов — (ОЧЕНЬ ХОРОШО):

- систематизированные, глубокие и полные знания по всем разделам учебной программы;
- использование научной терминологии (в том числе на иностранном языке), лингвистически и логически правильное изложение ответа на вопросы, умение делать обоснованные выводы;
- владение инструментарием учебной дисциплины, умение его использовать в постановке и решении научных и профессиональных задач;
- усвоение основной и дополнительной литературы, рекомендованной учебной программой дисциплины;

- умение ориентироваться в основных теориях, концепциях и направлениях по изучаемой дисциплине и давать им критическую оценку;
- самостоятельная работа на практических, лабораторных занятиях, участие в групповых обсуждениях, высокий уровень культуры исполнения заданий.

6 баллов — (ХОРОШО):

- достаточно полные и систематизированные знания в объеме учебной программы;
- использование необходимой научной терминологии, стилистически грамотное, логически правильное изложение ответа на вопросы, умение делать обоснованные выводы;
- владение инструментарием учебной дисциплины, умение его использовать в решении учебных и профессиональных задач; способность самостоятельно применять типовые решения в рамках учебной программы;
- усвоение основной литературы, рекомендованной учебной программой дисциплины;
- умение ориентироваться в базовых теориях, концепциях и направлениях по изучаемой дисциплине и давать им сравнительную оценку; активная самостоятельная работа на практических, лабораторных занятиях, периодическое участие в групповых обсуждениях, высокий уровень культуры исполнения заданий.

5 баллов — (ПОЧТИ ХОРОШО):

- достаточные знания в объеме учебной программы;
- использование научной терминологии, стилистически грамотное, логически правильное изложение ответа на вопросы, умение делать выводы;
- владение инструментарием учебной дисциплины, умение его использовать в решении учебных и профессиональных задач;
- способность самостоятельно применять типовые решения в рамках учебной программы;
- усвоение основной литературы, рекомендованной учебной программой дисциплины;
- умение ориентироваться в базовых теориях, концепциях и направлениях по изучаемой дисциплине и давать им сравнительную оценку;
- самостоятельная работа на практических, лабораторных занятиях, участие в групповых обсуждениях, высокий уровень культуры исполнения заданий.

4 балла — (УДОВЛЕТВОРИТЕЛЬНО), ЗАЧТЕНО:

- достаточный объем знаний в рамках образовательного стандарта;
- усвоение основной литературы, рекомендованной учебной программой дисциплины;
- использование научной терминологии, стилистическое и логическое изложение ответа на вопросы, умение делать выводы без существенных ошибок;
- владение инструментарием учебной дисциплины, умение его использовать в решении стандартных (типовых) задач;
- умение под руководством преподавателя решать стандартные (типовые) задачи;
- умение ориентироваться в основных теориях, концепциях и направлениях по изучаемой дисциплине и давать им оценку;
- работа под руководством преподавателя на практических, лабораторных занятиях, допустимый уровень культуры исполнения заданий.

3 балла — (НЕУДОВЛЕТВОРИТЕЛЬНО), НЕЗАЧТЕНО:

- недостаточно полный объем знаний в рамках образовательного стандарта;
- знание части основной литературы, рекомендованной учебной программой дисциплины;
- использование научной терминологии, изложение ответа на вопросы с существенными лингвистическими и логическими ошибками;
- слабое владение инструментарием учебной дисциплины, некомпетентность в решении стандартных (типовых) задач;
- неумение ориентироваться в основных теориях, концепциях и направлениях изучаемой дисциплины;
- пассивность на практических и лабораторных занятиях, низкий уровень культуры исполнения заданий.

2 балла — (НЕУДОВЛЕТВОРИТЕЛЬНО):

- фрагментарные знания в рамках образовательного стандарта;
- знания отдельных литературных источников, рекомендованных учебной программой дисциплины;
- неумение использовать научную терминологию дисциплины, наличие в ответе грубых стилистических и логических ошибок;

- пассивность на практических и лабораторных занятиях, низкий уровень культуры исполнения заданий.

1 балл — (НЕУДОВЛЕТВОРИТЕЛЬНО):

- отсутствие знаний и компетенций в рамках образовательного стандарта или отказ от ответа.

5. Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности

При проведении экзамена обучающемуся предоставляется 30 минут на подготовку. Опрос обучающегося по билету не должен превышать двух астрономических часов в устной и (или) письменной форме.