



Рентгенівські методи досліджень

Реквізити навчальної дисципліни

Рівень вищої освіти	Перший (бакалаврський)
Галузь знань	10 Природничі науки
Спеціальність	105 Прикладна фізика та наноматеріали
Освітня програма	Прикладна фізика
Статус дисципліни	Вибіркова
Форма навчання	очна(денна)
Рік підготовки, семестр	III курс, / весняний семестр
Обсяг дисципліни	4 кредити, 120 годин, 36 годин аудиторні, 18 годин лабораторні роботи, 51 година самостійна робота
Семестровий контроль/ контрольні заходи	Модульна контрольна робота, реферат, екзамен.
Розклад занять	http://ipt.kpi.ua/navchalnij-protses
Мова викладання	Українська
Інформація про керівника курсу / викладачів	Лектор: к.т.н, ст. наук. співроб., доцент, Загородній Вячеслав Васильович, V31zagww@gmail.com Лабораторні: професор каф. ВТМІМ Інфіз. КПІ Карпець Мирослав Васильович, iff@kpi.ua
Розміщення курсу	http://ela.kpi.ua/handle/123456789/8139 https://do.ipk.kpi.ua/course/view.php?id=4088

1. Опис навчальної дисципліни, її мета, предмет вивчення та результати навчання

Явища, закони, ефекти, які пов'язані з фізикою рентгенівського випромінювання, визначені та досліджені в основному в першій чверті ХХ століття. Ці закономірності є наріжним каменем для усіх наступних досліджень в цій області. Вони лягли в основу досягнень в дослідженні синхротронного випромінювання, оптики рентгенівських променів, резонансного комбінаційного розсіювання, рентгенівської флуоресценції і спектрографії. Відомості про новий, не відомий раніше, вид випромінювання були опубліковані В. К. Рентгеном в 1895 році. Випромінювання виникло при пропусканні електричного струму («катодні промені») через розріджений газ в місці попадання цих променів на скляний балон розрядної трубки. Випромінювання, назване «ікс-променями», відрізнялося прямолінійністю розповсюдження, відсутністю впливу магнітного поля, світінням (саявом) під їх дією флуоресцентного екрану, високою проникаючою здатністю. Це відкриття викликало величезний інтерес. Про його важливість свідчить той факт, що до 1927 року за дослідження в області нового типу випромінювання було присуджено 6 Нобелівських премій: В.К. Рентген (1901), М. фон Лауе (1914), У. Г. і У. Л. Бреггі (батько і син) (1915), Ч. Г. Баркла (1917), К. М. Зігбан (1924), А. Х. Комптон (1927).

В процесі подальших досліджень були встановлені деякі важливі властивості цього випромінювання, а саме: ці промені мають деяку аналогію з електромагнітним випромінюванням видимої області спектру, найбільш значним доказом його електромагнітного характеру стала встановлена Максом фон Лауе дифракція цього випромінювання на кристалічній ґратці. Відкриття заломлення в 1917 році рентгенівського випромінювання підтвердило висновок про його електромагнітну природу. Дифракція рентгенівського випромінювання на кристалічних структурах свідчила про сумірність його довжини хвилі з міжатомною відстанню в кристалічній ґратці. Важливим етапом дослідження рентгенівського випромінювання було встановлене в 1913

році У. Г. і У. Л. Бреґгами (батько і син) і Г. В. Вульфом інтерференційного відбиття цього випромінювання від атомних площин кристалів; також встановлення зв'язку між напрямком відбитої кристалом хвилі та параметрами кристалічної ґратки. З'явилася можливість розкладання рентгенівського випромінювання в спектр, що дозволило виділити в його складі лінійчату та безперервну складові. У тому ж 1913 році, використовуючи рівняння Вульфа-Бреґга, Г. Д. Мозлі встановив залежність між атомним номером елементу і характерною для нього довжиною хвилі лінійчатого (характеристичного) рентгенівського випромінювання. Ґрунтуючись на законі Мозлі, Д. Гевеші і Д. Костер в 1923 році відкрили 72 елемент (Hf), а в 1926 був відкритий 75 елемент (Re). В. Коссе́лем в 1926 році був запропонований механізм виникнення характеристичного рентгенівського випромінювання. Зусиллями Х. Крамерса, Г. Д. Мозлі, Г. К. Дарвіна була розроблена теорія виникнення безперервного рентгенівського випромінювання. Квантовий характер електромагнітного випромінювання був підтверджений запропонованою А. Комптоном теорією некогерентного розсіювання рентгенівського випромінювання. Одним з основних об'єктів застосування рентгенівського випромінювання щодо вивчення матеріалів є кристалографія, зокрема, рентгенівська кристалографія або рентгенографія. Уявлення про атомну структуру кристалів, опис цієї атомної структури надається методами сучасної фізики, серед яких основне місце займають рентгенівські методи.

В курсі «Рентгенівські методи досліджень» розглядається широке коло питань щодо застосування рентгенівського випромінювання для визначення фазового речовинного складу різноманітних матеріалів: кристалічних, аморфних, які знаходяться в конденсованому стані, а також рідких, та визначення їх хімічного складу. Як зазначається в курсі, визначення речовинного складу здійснюється за допомогою дифракції (розсіювання) рентгенівських промінів, електронів, (швидких і повільних), нейтронів. Визначення хімічного складу, а також внутрішньої структури речовини, що досліджується, здійснюється за участю спектроскопічних рентгенівських методів, яким притаманні внутріатомні квантово-механічні переходи, за результатами яких атоми речовини, що досліджується, випромінюють вторинні (флуоресцентні) проміні, або поглинають рентгенівські проміні при здійсненні внутріатомних переходів. Всі ці явища залежать від хімічного складу всієї речовини і кількості хімічного елемента, що досліджується в цієї речовини. Отже, в курсі викладаються основи рентгенографії, електроннографії, нейтроннографії, електронної спектроскопії, Оже-електронної спектроскопії, рентгенівської емісійної спектроскопії, рентгенівських спектрів поглинання, EXAFТ–спектроскопії У курсі подано сучасні теоретичні та експериментальні дифракційні методи досліджень конденсованого стану та внутрішньої структури (внутрішньої побудови) речовин у будь-якому стані. У зв'язку з цим розглядається питання кристалографії, елементів симетрії конденсованих речовин (поняття про точкові, просторові групи симетрії, елементарну комірку, ґратки Браве та інше), особливостей побудови кристалічного стану, вводиться означення прямої, оберненої ґраток, розсіювання рентгенівських промінів на окремому заряді, сукупності зарядів, на вільному атомі, нескінченному кристалі, на кристалі кінцевих розмірів, на спотвореному кристалі та інші важливі питання. Викладаються сучасні методи фазового аналізу (росшифровки кристалічних структур) на основі теорії розсіяння. Розглядаються сучасні методи інтерпретації експериментальних результатів спектроскопічних методів. Дається опис сучасних джерел рентгенівського випромінювання.

Предмет навчальної дисципліни: встановлення закономірностей будови конденсованих тіл; встановлення закономірностей взаємодії рентгенівського випромінювання з речовинами, що досліджуються; встановлення внутрішньої структури та хімічного складу досліджуваних речовин.

Рентгенівські методи досліджень – це перший матеріалознавчий і професійно орієнтований курс, які студенти вивчають на кафедрі прикладної фізики.

Предмет навчальної дисципліни: взаємодія рентгенівського випромінювання з речовинами, що досліджуються. В результаті вивчення навчальної дисципліни «Рентгенівські методи досліджень» студенти зможуть:

ЗНАТИ:

1. основні елементи і перетворення симетрії кінцевих фізичних систем, зокрема, точкових і просторових груп;
2. основи кристалографії, поняття про сингонії, трансляційну симетрію, елементарні комірки, ґратки Браве, будову ідеальних кристалічних конденсованих тіл;

3. застосування математичного апарату Фур'є перетворень для опису інтерференції рентгенівських хвиль при взаємодії з регулярною кристалічною решіткою;
4. кристалографічні позначення: знаходження координат атомів в комірках, на вузловій прямій, в вузлових площинах (індекси Миллера), обернену ґратку та її властивості;
5. теорію розсіяння рентгенівських променів на періодичних структурах, зокрема, на періодичних тривимірних рядах атомів, з яких складаються ґратки;
6. основні експериментальні методи дослідження, з яких складається структурна рентгенографія, нейтронографія, електронна просвічуюча мікроскопія;
7. сучасні джерела рентгенівського випромінювання;
8. основні експериментальні і теоретичні моделі, які застосовують при розшифровки картини розсіяння рентгенівських променів на внутрішньої структури конденсованих тіл;
9. методи дослідження структури некристалічних конденсованих тіл;
10. основи електроннографії та нейтронографії;
11. основи рентгенівської спектроскопії: фотоелектронної та оже-спектроскопії
12. знаходження координат окремих атомів за результатами обробки експериментальних даних щодо дифракції рентгенівського випромінювання;
13. методи розшифрування даних дифракційного експерименту та визначення за отриманими даними конкретну речовину;
14. як виконувати фазовий аналіз речовин з використанням сучасних фізичних приладів та за допомогою пакетів комп'ютерних сучасних програм в режимі on-line;
15. теоретичний опис положення дифракційних максимумів з урахуванням симетрії реального кристала.

ВМІТИ:

1. знаходити координати окремих атомів за результатами обробки експериментальних даних щодо дифракції рентгенівського випромінювання;
2. розшифрувати дані дифракційного експерименту, визначати за отриманими даними конкретну речовину;
3. виконувати фазовий аналіз речовин за допомогою пакетів комп'ютерних сучасних програм в режимі on-line;
4. описувати теоретично з урахуванням симетрії реального кристала положення дифракційних максимумів.

Вивчення курсу є необхідним етапом загальної фізичної освіти, яке закладає базу для подальшої спеціалізації.

2. Пререквізити та постреквізити дисципліни (місце в структурно-логічній схемі навчання за відповідною освітньою програмою)

Завданнями дисципліни є надання необхідного матеріалу для подальшого вивчення всіх дисциплін теоретичної і експериментальної сучасної фізики, яка застосовується в сучасному матеріалознавстві.

Міждисциплінарні зв'язки: атомна фізика, оптика, квантова механіка, методи мат. фізики, фізика твердого тіла, кристалографія, теорія симетрії, електроннографія, нейтронографія.

Навчальна дисципліна належить до циклу дисципліни за вільним вибором, професійна складова.

Вивчення курсу є кроком і необхідним етапом для отримання загальної і спеціальної фізичної освіти, яка закладає взагалі базу для подальшого опанування фізичної спеціалізації.

3. Зміст навчальної дисципліни

ПРОГРАМА КУРСУ «РЕНТГЕНІВСЬКІ МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕНЬ» для студентів спеціальності «Прикладна фізика та наноматеріали» Фізико-технічного інституту КПІ імені Ігоря Сікорського

1. Елементи кристалографії

Конденсований стан речовини. Міжатомні сили. Типи хімічних зв'язків в твердих тілах та їх особистості. Умови рівноваги конденсованих тіл. Ознаки кристалічного стану. Кристалічний простір, кристалічна комірка, будова кристалічного простору, елементарна ґратка. Перетворення симетрії та елементи симетрії скінченних (неперіодичних) структур. Точкові групи, класи симетрії. Категорії кристалів, сингонії. Ґратки Браве. Просторові групи симетрії. Кристалографічні позначення: символи вузлів, рядів (вузлових напрямків), вузлових площин. Індеси Міллера. Система відліку у кристалічному просторі. Базис ґраток Браве. Обернений простір і обернена ґратка. Основні властивості вектора оберненої ґратки.

2. Загальна теорія розсіяння рентгенівського випромінювання

Задачі структурного аналізу Джерела рентгенівського випромінювання (рентгенівські трубки: взаємодія рентгенівського випромінювання із речовиною, пружні, не пружні взаємодії та їх наслідки, гальмівне і характеристичне випромінювання; синхротронне випромінювання). Розсіяння рентгенівського випромінювання вільним зарядом у дипольному наближенні. Розсіяння сукупністю зарядів, розподілених дискретно і безперервно. Розсіяння випромінювання ізольованим атомом (атомна амплітуда розсіяння). Температурний фактор (множник) розсіяння. Дифракція від кристалів. Умови Лауе. Рівняння Вульфа-Бреггів. Зв'язок умов Лауе і рівняння Вульфа-Бреггів, векторна форма рівняння Вульфа-Бреггів. Дифракція (амплітуда розсіяння) від нескінченного періодичного кристалу. Величина вузлів оберненої ґратки. Структурна амплітуда розсіяння (структурний фактор). Амплітуда розсіяння випромінювання кристалом скінченного розміру. Інтенсивність розсіяння кристалом скінченного розміру. Закон Фріделя. Зв'язок симетрії кристала і структурній амплітуді розсіяння (згасання рефлексів).

3. Методи рентгеноструктурних досліджень

Основні задачі методів досліджень. Сумісність умов Лауе. Сфера відображення (відбиття) Евальда. Основні експериментальні методи досліджень дифракційних ефектів: метод Лауе, метод обертання кристала, метод Дебая-Шерера та їх можливості. Рентгенівська дифрактометрія.

4. Індекссування порошкових рентгенограм

Квадратичні форми кристалів різних сингоній. Індекссування порошкових рентгенограм речовин з відомою сингонією: кубічна сингонія. Прецензійне визначення параметрів елементарної комірки. Фазовий аналіз.

5. Кінематична теорія розсіяння

Інтегральна інтенсивність кінематичного розсіяння. Множник Лоренца. Інтегральне відображення полікристалів. Множник поглинання. Текстура, макро й мікронапруги. Інтенсивність розсіяння спотвореним кристалом.

6. Розшифровка кристалічних структур. Повнопрофільний аналіз рентгенограм

Поняття про профільний аналіз. Введення в метод Ритвельда. Стратегія повнопрофільного аналізу:

1) визначення шкальних параметрів; 2) визначення параметрів елементарної комірки; 3)

розрахунки профільних параметрів; 4) моделювання текстури; 5) розрахунки структурних параметрів; 6) аналіз якості уточнення.

7. Інші види розсіяння

Розсіяння некристалічними речовинами: близький і далекий порядок, функція радіального розподілу та її властивості. Розсіяння електронів: дифракція швидких і повільних електронів, електронний мікроскоп, можливості методу. Елементи нейтронографії та її можливості. (*Ефект Комптона*).

8. Спектральні методи досліджень

Методи аналізу матеріалів. Взаємодія рентгенівського випромінювання із речовиною. Рентгенівська фотоелектронна спектроскопія (РФС, XPS) і її можливості. Оже-електронна спектроскопія (ОЕС, AES) і її можливості. Рентгенівська спектроскопія: рентгенівські і електронні спектри; характеристичні рентгенівські спектри елементів, закон Мозлі. Лінії спин-дублетів. Форма і ширина ліній рентгенівських емісійних спектрів (емісійних смуг). Рентгеноспектральний флуоресцентний аналіз: вихід флуоресценції; проходження рентгенівського випромінювання скрізь речовину; інтенсивність ліній флуоресцентних спектрів. Рентгенівські спектри поглинання. EXAFS–спектроскопія: походження EXAFS-спектрів; формування та теоретичний опис тонкої структури спектрів поглинання; методи визначення структури за допомогою EXAFS -спектрів.

4. Навчальні матеріали та ресурси

Література

Базова

1. M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 p.
2. A. Rusakov. X-Ray Radiography of Metals. University book, 1977
3. Modern Crystallography. Volume 1: Fundamentals of Crystals Symmetry, and Methods of Structural Crystallography. Edit. By Boris K. Vainsthein Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH. 1994.
4. Chuprunov E.V., Khokhlov A.F., Faddeev M.A. Fundamentals of Crystallography Edit. by Chuprunov E.V. Pub. in Phys.Math. Lit., 2004, 496 p.
5. Сидоренко С.І., Барабаш Р.І. Сучасний рентгеноструктурний аналіз реальних кристалів. Київ. Наукова Думка, 1997 р.
6. М.А. Кривоглаз. Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в идеальных кристаллах. К., Наукова Думка, 1983 с.
7. The Rietveld Method. Edited by R. A. Young. Oxford, University Press., 1993.
8. Пинес Я.Б. Лекции по структурному анализу. Харк. Гос. унив., 1967.
9. Leonard C. Feldman, James W. Mayrs Fundamental of Surface and Thin Film Analysis. North Holl. Publ. Com. – N-Y, 1986.
10. И.Б. Боровский, Р.В. Ведринский, В.Л. Крайзман, В.П. Саченко. EXAFS–спектроскопия–новый метод структурных исследований. Успехи физических наук. Т. 149, вып. 2, 1986 г.
11. Д.И. Кочубей. EXAFS–спектроскопия катализаторов. «Наука», Новосибирск, 1992 г
12. В.В. Загородній, М.В. Карпець. Рентгенівські методи досліджень. НТУУ «КПІ Імені Ігоря Сікорського», 2015. Доступ: <http://ela.kpi.ua/handle/123456789/8139>

Допоміжна

1. L.D. Landau, E.M. Lifshits. The Clasical Theori of fild. N-Y Pergamon Press, 1971
2. Antony R West. Solid State Chemistry and its Applications . N-Y, John Willy&Sons Ltd. 1986
3. Microstructural Characterizations of Materials. Methods of research and Controls. N-Y, John Willy&Sons Ltd. , 1999
4. John N. Cowley. Diffractions Physics. North Holl. Publ. Com. – N-Y, 1978
5. Ch. Barret, T. Massalski. Structure od Metals. V. 1, 2. Pergamon Press, 1980.

6. V. Prutton. Introductions to Surface Physics. Oxford, 1994.
7. D.P. Voodruff, N.A. Delchar. Modern Techniques of Surface Science. Cambridge Univ. Press.1986.
8. Practical Surface Analysis by Auger and X-ray Spectroscopy. Edit. by D. Briggs. N-Y, John Willy&Sons Ltd. 1983.
9. Фетисов Г.В. Синхротронное излучение М., Физматлит, 2007 г.
10. Иверонова В.И., Ревкевич Г.П. Теория рассеяния рентгеновских лучей. МГУ, 1972 г.
11. Лебедев А.И., Случинская И.А. Применение XAFS-спектроскопии в материаловедении. В сб. «Методы исследования структуры и субструктуры материалов». Воронеж, 2001, с. 180-246.
12. Андрюшечкин Б.В., Ельцов К.Н., Климов А.Н. Экспериментальная техника и методика работы с галогенами на поверхности металлов. Труды института общей физики им. А.Н. Прохорова РАН, 2003, т. 59, с.23-44.
13. М. Мазалов. Рентгеновская и рентгенэлектронная спекторскопия. НГУ, 1979 г

Навчальний контент

5. Методика опанування навчальної дисципліни (освітнього компонента)

Назви розділів і тем	Кількість годин				
	Всього	у тому числі			
		Лекції	Практичні (семінарські)	Лабораторні (комп'ютерний практикум)	СРС
1	2	3	4	5	6
Розділ 1. Елементи кристалографії. Загальна теорія розсіяння рентгенівського випромінювання.					
Тема 1. Елементи кристалографії. Конденсований стан речовини. Міжатомні сили. Типи хімічних зв'язків в твердих тілах та їх особистості. Умови рівноваги конденсованих тіл. Кристалічний стан, кристал. Кристалічна комірка. Елементарна комірка. Елементи симетрії кінцевих (неперіодичних) структур. Категорії, сингонії, точкові групи і класи симетрії. Гратки Браве. Просторові групи симетрії. Кристалографічні позначення. Індеси вузлів, рядів, вузлових площин (індекси Міллера). Система відліку в кристалічному просторі. Базис ґраток Браве. Обернений простір і обернена ґратка	22	9			5
Тема 2. Загальна теорія розсіяння рентгенівського випромінювання. Структурний аналіз. Задачі структурного аналізу. Амплітуда розсіяння. Розсіяння рентгенівського випромінювання вільним зарядом. Розсіяння сукупністю зарядів. Розсіяння	22	9			5

<p>рентгенівського випромінювання ізольованим атомом. Температурний фактор (множник) розсіяння. Дифракція від кристалів. Умови Лауе. Рівняння Вульфа-Бреггів. Зв'язок умов Лауе і рівняння Вульфа-Бреггів. Фур'є-трансформанта конфігурації об'єктів. Інтенсивність розсіяння нескінченним періодичним кристалом. Величина вузлів оберненої ґратки. Структурна амплітуда розсіяння або структурний фактор. Амплітуда розсіяння випромінювання кристалом кінцевого розміру. Інтенсивність розсіяння кристалом кінцевого розміру. Закон Фриделя. Зв'язок симетрії кристала і структурній амплітуді розсіяння.</p>					
Разом за розділом 1	44	18			10
Розділ 2. Рентгеноструктурний аналіз. Методи рентгеноструктурних досліджень.					
<p>Тема 3. Методи рентгеноструктурних досліджень.</p> <p>Джерела рентгенівського випромінювання (рентгенівські трубки, синхротронне випромінювання). Основні задачі методів досліджень Сумісність умов Лауе. Сфера розповсюдження Евальда. Основні еспериментальні методи досліджень дифракційних ефектів: метод Лауе, метод обертання кристала, метод Дебая-Шерера. Рентгенівська дифрактометрія. Квадратичні форми. Розшифрування кристалічних структур і його окремі етапи. Приклад: індексування порошкових рентгенограм кубічних кристалів. Індекссування порошкових рентгенограм кристалів інших сингоній Фазовий аналіз. Інтегральна інтенсивність і її множники. Інтенсивність і геометрія дифракційних максимумів. Інтенсивність розсіяння спотвореним кристалом. Розшифровка кристалічних структур за методом Рітвельда. Фур'є-сінтез розподілу електронної густини за ґратками.</p>	22	9			10

Функція міжатомних відстаней Паттерсона.. Розсіяння електронів, дифракція швидких і повільних електронів, електронограф. Елементи нейтронографії. Розсіяння на некристалічних матеріалах, близький і далекий порядок. Ефект Комптона.					
Разом за розділом 2	22	9			10
Розділ 3. Спектральні методи досліджень					
Тема 4. Спектральні методи досліджень. Методи аналізу матеріалів. Рентгенівська фотоелектронна спектроскопія. Оже-електронна спектроскопія. Характеристичні рентгенівські спектри. Закон Мозлі. Вихід флуоресценції. Поглинання рентгенівського випромінювання. Проходження рентгенівського випромінювання через речовину. Гальмівне і характеристичне випромінювання (інтенсивність первинного спектру). Рентгенівська емісійна спектроскопія та її можливості. Рентгенівські спектри поглинання. Інтенсивність спектрів рентгенівської флуоресценції (вторинного характеристичного спектру) та їх застосування. EXAFТ–спектроскопія.	24	9			9
Разом за розділом 3	24	9			9
Екзамен Залік					25
Всього годин має бути 120	120			18	51

Лекційні заняття

№ з/п	Назва теми лекції та перелік основних питань (перелік дидактичних засобів, посилання на літературу та завдання на СРС)
1	<p>Лекція 1 Конденсований стан речовини. Міжатомні сили. Типи хімічних зв'язків в твердих тілах та їх особистості. Умови рівноваги конденсованих тіл. Кристалічний стан, кристал.</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА:</p> <p>M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp.</p> <p>A. Rusakov. X-Ray Radiography of Metals. University book, 1977</p> <p>Modern Crystallography. Volume 1: Fundamentals of Crystals Symmetry, and Methods of Structural Crystallography. Edit. By Boris K. Vainsthein Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH. 1994 .</p>

	<p>Chuprunov E.V., Khokhlov A.F., Faddeev M.A. Fundamentals of Crystallography Edit. by Chuprunov E.V. Pub. in Phys.Math. Lit., 2004, 496 pp</p> <p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: Fundamentals of Crystallography Edit. by Carmelo Giacovazzo. Published to Oxford Scholarship Online. December 2013, 846 pp.</p>
2	<p>Лекція 2 Кристалічна комірка. Елементарна комірка. Елементи симетрії кінцевих (неперіодичних) структур. Категорії, сингонії, точкові групи і класи симетрії. Гратки Браве. Просторові групи симетрії. Кристалографічні позначення. Індеси вузлів, рядів, вузлових площин (індекси Міллера).</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: № у списку літератури</p> <p>M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp.</p> <p>Modern Crystallography. Volume 1: Fundamentals of Crystals Symmetry, and Methods of Structural Crystallography. Edit. By Boris K. Vainsthein Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH.</p> <p>Пинес Я.Б. Лекции по структурному аналізу. Харк. Гос. унів., 1967.</p> <p>Chuprunov E.V., Khokhlov A.F., Faddeev M.A. Fundamentals of Crystallography Edit. by Chuprunov E.V. Pub. in Phys.Math. Lit., 2004, 496 pp</p> <p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: Fundamentals of Crystallography Edit. by Carmelo Giacovazzo. Published to Oxford Scholarship Online: December 2013, 846 pp. А. Вест. Химия твёрдого тела. М., Мир, 1988 г.</p>
3	<p>Лекція 3 Система відліку в кристалічному просторі. Базис ґраток Браве. Обернений простір і обернена ґратка</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: далі також подати тільки посилання на номери у списку літератури</p> <p>M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp.</p> <p>A. Rusakov. X-Ray Radiography of Metals. University book, 1977</p> <p>Modern Crystallography. Volume 1: Fundamentals of Crystals Symmetry, and Methods of Structural Crystallography. Edit. By Boris K. Vainsthein Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH.</p> <p>М.А. Кривоглаз. Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в идеальных кристаллах. К., Наукова Думка, 1983 г.</p> <p>Пинес Я.Б. Лекции по структурному аналізу. Харк. Гос. унів., 1967.</p> <p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: Fundamentals of Crystallography Edit. by Carmelo Giacovazzo. Published to Oxford Scholarship Online: December 2013, 846 pp.</p> <p>Antony R West. Solid State Chemistry and its Applications . N-Y, John Willy&Sons Ltd. 1986.</p>
4	<p>Лекція 4 Задачі структурного аналізу. Амплітуда розсіяння. Розсіяння рентгенівського випромінювання вільним зарядом.</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp.</p> <p>Modern Crystallography. Volume 1: Fundamentals of Crystals Symmetry, and Methods of Structural Crystallography. Edit. By Boris K. Vainsthein Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH.</p> <p>A. Rusakov. X-Ray Radiography of Metals. University book, 1977</p> <p>Пинес Я.Б. Лекции по структурному аналізу. Харк. Гос. унів., 1967.</p>

	<p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: Fundamentals of Crystallography Edit. by Carmelo Giacovazzo. Published to Oxford Scholarship Online: December 2013, 846 pp. L.D. Landau, E.M. Lifshits. The Classical Theory of field. N-Y Pergamon Press, 1971</p>
5	<p>Лекція 5 Розсіяння сукупністю зарядів. Розсіяння рентгенівського випромінювання ізольованим атомом. Температурний фактор (множник) розсіяння. ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp. Modern Crystallography. Volume 1: Fundamentals of Crystals Symmetry, and Methods of Structural Crystallography. Edit. By Boris K. Vainsthein Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH. Chuprunov E.V., Khokhlov A.F., Faddeev M.A. Fundamentals of Crystallography Edit. by Chuprunov E.V. Pub. in Phys.Math. Lit., 2004, 496 pp. Пинес Я.Б. Лекции по структурному аналізу. Харк. Гос. унів., 1967 ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: Microstructural Characterizations of Materials. Methods of research and Controls. N-Y, John Willy&Sons Ltd. , 1999</p>
6	<p>Лекція 6 Дифракція від кристалів. Умови Лауе. Рівняння Вульфа-Бреггів. Зв'язок умов Лауе і рівняння Вульфа-Бреггів. Фур'є-трансформанта конфігурації об'єктів. ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp. Modern Crystallography. Volume 1: Fundamentals of Crystals Symmetry, and Methods of Structural Crystallography. Edit. By Boris K. Vainsthein Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH. Пинес Я.Б. Лекции по структурному аналізу. Харк. Гос. унів., 1967 Chuprunov E.V., Khokhlov A.F., Faddeev M.A. Fundamentals of Crystallography Edit. by Chuprunov E.V. Pub. in Phys.Math. Lit., 2004, 496 pp. Fundamentals of Crystallography Edit. by Carmelo Giacovazzo. Published to Oxford ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: Сидоренко С.І., Барабаш Р.І. Сучасний рентгеноструктурний аналіз реальних кристалів. Київ. Наукова Думка, 1997 р. М.А. Кривоглаз. Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в идеальных кристаллах. К., Наукова Думка, 1983 г.</p>
7	<p>Лекція 7 Інтенсивність розсіяння нескінченним періодичним кристалом. Величина вузлів оберненої ґратки. Структурна амплітуда розсіяння або структурний фактор. ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp. Modern Crystallography. Volume 1: Fundamentals of Crystals Symmetry, and Methods of Structural Crystallography. Edit. By Boris K. Vainsthein Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH. Пинес Я.Б. Лекции по структурному аналізу. Харк. Гос. унів., 1967. Fundamentals of Crystallography Edit. by Carmelo Giacovazzo. Published to Oxford ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: Сидоренко С.І., Барабаш Р.І. Сучасний рентгеноструктурний аналіз реальних кристалів. Київ. Наукова Думка, 1997 р.</p>

	М.А. Кривоглаз. Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в идеальных кристаллах. К., Наукова Думка, 1983 р.
8	<p>Лекція 8 Амплітуда розсіяння випромінювання кристалом кінцевого розміру. Інтенсивність розсіяння кристалом кінцевого розміру. Закон Фриделя. Зв'язок симетрії кристала і структурній амплітуді розсіяння.</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp. Modern Crystallography. Volume 1: Fundamentals of Crystals Symmetry, and Methods of Structural Crystallography. Edit. By Boris K. Vainsthein Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH. Antony R West. Solid State Chemistry and its Applications . N-Y, John Willy&Sons Ltd. 1986.. Пинес Я.Б. Лекции по структурному аналізу. Харк. Гос. унів., 1967.</p> <p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: John N. Cowley. Diffractions Physics. North Holl. Publ. Com. – N-Y, 1978</p>
9	<p>Лекція 9 Джерела рентгенівського випромінювання (рентгенівські трубки, синхротронне випромінювання). Основні задачі методів дослідження. Сфера розповсюдження Евальда.</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp. Modern Crystallography. Volume 1: Fundamentals of Crystals Symmetry, and Methods of Structural Crystallography. Edit. By Boris K. Vainsthein Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH. A. Rusakov. X-Ray Radiography of Metals. University book, 1977</p> <p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: Fundamentals of Crystallography Edit. by Carmelo Giacovazzo. Published to Oxford</p>
10	<p>Лекція 10 Основні еспериментальні методи досліджень дифракційних ефектів: метод Лауе, метод обертання кристала, метод Дебая-Шерера. Рентгенівська дифрактометрія.</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: Пинес Я.Б. Лекции по структурному аналізу. Харк. Гос. унів., 1967. A. Rusakov. X-Ray Radiography of Metals. University book, 1977</p> <p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: Fundamentals of Crystallography Edit. by Carmelo Giacovazzo. Published to Oxford</p>
11	<p>Лекція 11 Квадратичні форми. Розшифрування кристалічних структур і його окремі етапи. Індексунання порошкових рентгенограм кубічних кристалів. Індексунання порошкових рентгенограм кристалів інших сингоній. Фазовий аналіз. Інтегральна інтенсивність і її множники. Інтенсивність і геометрія дифракційних максимумов.</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp. A. Rusakov. X-Ray Radiography of Metals. University book, 1977 Пинес Я.Б. Лекции по структурному аналізу. Харк. Гос. унів., 1967.</p> <p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: Modern Crystallography. Volume 1: Fundamentals of Crystals Symmetry, and Methods of Structural Crystallography. Edit. By Boris K. Vainsthein Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH.</p>
12	<p>Лекція 12 Інтенсивність розсіяння спотвореним кристалом. Розшифровка</p>

	<p>кристалічних структур за методом Рітвельда. Фур'є-синтез розподілу електронної густини за ґраткої. Функція міжатомних відстаней функція Паттерсона..</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp. Modern Crystallography. Volume 1: Fundamentals of Crystals Symmetry, and Methods of Structural Crystallography. Edit. By Boris K. Vainsthein Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH. The Rietveld Method. Edited by R.A. Young. Oxford University Press, 1993.</p> <p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: John N. Cowley. Diffractions Physics. North Holl. Publ. Com. – N-Y, 1978 Сидоренко С.І., Барабаш Р.І. Сучасний рентгеноструктурний аналіз реальних кристалів. Київ. Наукова Думка, 1997 р. М.А. Кривоглаз. Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в идеальных кристаллах. К., Наукова Думка, 1983 р.</p>
13	<p>Лекція 13 Розсіяння електронів, дифракція швидких і повільних електронів, електронний мікроскоп. Елементи нейтронографії Розсіяння на некристалічних матеріалах, близький і далекий порядок. Ефект Комптона.</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp. Modern Crystallography. Volume 1: Fundamentals of Crystals Symmetry, and Methods of Structural Crystallography. Edit. By Boris K. Vainsthein Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH. The Rietveld Method. Edited by R.A. Young. Oxford University Press, 1993.</p> <p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: Сидоренко С.І., Барабаш Р.І. Сучасний рентгеноструктурний аналіз реальних кристалів. Київ. Наукова Думка, 1997 р. М.А. Кривоглаз. Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в идеальных кристаллах. К., Наукова Думка, 1983 р.</p>
14	<p>Лекція 14 Методи аналізу матеріалів. Рентгенівська фотоелектронна спектроскопія. Оже-електронна спектроскопія.</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: Leonard C. Feldman, James W. Maurs Fundamental of Surface and Thin Film Analysis. North Holl. Publ. Com. – N-Y, 1986. Practical Surface Analysis by Auger and X-ray Spectroscopy. Edit. by D. Briggs. N-Y, John Willy&Sons Ltd. 1983. M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp.</p> <p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: D.P. Voodruff, N.A. Delchar. Modern Techniques of Surface Science. Cambridge Univ. Press. 1986.</p>
15	<p>Лекція 15 Характеристичні рентгенівські спектри. Закон Мозлі. Вихід флуоресценції. Поглинання рентгенівського випромінення.</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: Leonard C. Feldman, James W. Maurs Fundamental of Surface and Thin Film Analysis. North Holl. Publ. Com. – N-Y, 1986.</p> <p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: Сидоренко С.І., Барабаш Р.І. Сучасний рентгеноструктурний аналіз реальних кристалів. Київ. Наукова Думка, 1997 р.</p>

	М.А. Кривоглаз. Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в идеальных кристаллах. К., Наукова Думка, 1983 р.
16	<p>Лекція 16 Проходження жмутка електронів через речовину. Гальмове і характеристичне випромінювання (інтенсивність первинного спектру).</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: Leonard C. Feldman, James W. Mayers Fundamental of Surface and Thin Film Analysis. North Holl. Publ. Com. – N-Y, 1986. M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp. A. A. Rusakov. X-Ray Radiography of Metals. University book, 1977</p> <p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: D.P. Voodruff, N.A. Delchar. Modern Techniques of Surface Science. Cambridge Univ. Press. 1986. Armin Meisel, Gunter Leonhardt, Rudiger Szargah. Rontgen Spectrum und Chemische Bindung. Leipzig, 1977.</p>
17	<p>Лекція 17 Рентгенівська емісійна спектроскопія та її можливості. Рентгенівські спектри поглинання. Інтенсивність спектрів рентгенівської флуоресценції (вторинного характеристичного спектру) та їх застосування.</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: Leonard C. Feldman, James W. Mayers Fundamental of Surface and Thin Film Analysis. North Holl. Publ. Com. – N-Y, 1986. Armin Meisel, Gunter Leonhardt, Rudiger Szargah. Rontgen Spectrum und Chemische Bindung. Leipzig, 1977.</p> <p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: Rusakov. X-Ray Radiography of Metals. University book, 1977</p>
18	<p>Лекція 18 EXAFS–спектроскопія</p> <p>ОСНОВНА ЛІТЕРАТУРА: Leonard C. Feldman, James W. Mayers Fundamental of Surface and Thin Film Analysis. North Holl. Publ. Com. – N-Y, 1986. Armin Meisel, Gunter Leonhardt, Rudiger Szargah. Rontgen Spectrum und Chemische Bindung. Leipzig, 1977. M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp.</p> <p>ДОДАТКОВА ЛІТЕРАТУРА: D.P. Voodruff, N.A. Delchar. Modern Techniques of Surface Science. Cambridge Univ. Press. 1986.</p>

Лабораторні роботи

Лекційний курс супроводжується лабораторними роботами, які проводяться в лабораторії кафедри МТО Інженерно-фізичного факультету КПІ імені Ігоря Сікорського. Мета лабораторних робіт – отримання навичок роботи на сучасному фізичному приладі, ознайомлення студентів із сучасним приладом для проведення дифракційних досліджень з розшифровки якісного складу речовини, ознайомлення із сучасною базою даних для розшифровки, а також з методами комп'ютерної обробки картин дифракції від невідомої речовини. В лабораторії встановлений сучасний дифрактометр ULTIMAIV японської фірми Rigaku, з програмним забезпеченням PDXL. Лабораторні роботи проводяться за окремою програмою, яка додається і проводяться викладачем кафедри МТО Інженерно-фізичного факультету. Нижчі наведена програма лабораторних робіт.

**Лабораторні роботи по курсу «Рентгенівські методи дослідження»
з використанням порошкового дифрактометра ULTIMAIV (Rigaku)
та його програмного забезпечення PDXL**

№	Найменування лабораторної роботи	Кількість ауд. годин
1.	Автоматична настройка дифрактометра. Зйомка дифрактограм в фокусуєчій та паралельно-пучковій геометрії.	2
2.	Первинна обробка дифрактограм. Визначення розмірів кристалітів по методу Шерера.	2
3.	Розділення ефектів розширення дифракційних максимумів від областей когерентного розсіювання (ОКР) та мікронапруг II роду методом апроксимації Вільямсона – Холла.	2
4.	Якісний фазовий аналіз (автоматичний і ручний) за допомогою бази даних дифрактограм ICDD PDF-2 та бази кристалографічних даних COD. Кількісний фазовий аналіз методом корундових чисел (RIR).	3
5.	Кількісний аналіз фазового складу. Метод внутрішнього стандарту. Метод зовнішнього стандарту. Метод добавок.	2
6.	Метод повнопрофільного аналізу дифрактограм (метод Рітвельда). Визначення параметрів елементарної комірки, безеталонний кількісний фазовий аналіз.	4
7.	Застосування методу асиметричної зйомки для дослідження тонких плівок на монокристалічних підкладках.	3

6. Самостійна робота студента

Кожен студент отримує обов'язкове семестрове завдання у вигляді рефератів. Завдання складається із рефератів, які студент має виконувати самостійно протягом семестру за всіма лекційними темами. Завдання надається з метою закріплення лекційного теоретичного курсу, поглиблення засвоєння матеріалу, який обговорюється та викладається на лекції. Темі рефератів заздалегідь узгоджуються з кожним студентом і надаються із джерел, які наведені у списку літератури, та із інших джерел. Завдання на СРС за лекційним курсом стосуються окремих питань і пов'язані з самостійним доведенням деякого лекційного матеріалу. Реферат оформлюється як текстовий файл і подається в визначений термін викладачеві на перевірку з подальшою процедурою захисту, яка проводиться з метою закріплення отриманих знань і навичок. Приклад і тематика завдань наведені нижче.

Індивідуальні завдання

Кожен студент отримує обов'язкове індивідуальне семестрове завдання – реферат. Завдання передбачає теоретичні розрахунки кутового положення дифракційних максимумів речовини, яка має кубічну ґратку. Студент самостійно вибирає речовину, матеріал аноду, напруженість рентгенівській трубки, інші параметри, передбачені розрахунками. Крім цього, передбачені розрахунки кутових положень дифракційних максимумів при розсіянні повільних та швидких електронів. Вибір експериментальних умов розсіяння студент здійснює самостійно. Третє завдання реферату – це розшифровка речовини за результатами дифракційного експерименту:

студент отримує дифрактограму, яку за допомогою сучасної програми в режимі on-line здійснює розшифровку. Опис завдання для підготовки реферату наведено нижче.

Типовий приклад завдання для підготовки реферату.

ЗАВДАННЯ № 1

Ідентифікація однофазних речовин по рентгенівській дифрактограмі. Фазовий аналіз

Мета роботи – освоїти навички ідентифікації матеріалів по рентгенівській дифрактограмі з використанням стандартної комп'ютерної програми. Одне з основних завдань рентгеноструктурного аналізу – визначення речовинного або фазового складу матеріалу. Кожна термодинамічна фаза має свою певну кристалічну структуру і характеризується визначеним, придатним тільки цій фазі, набором дискретних значень міжплощинних відстаней. З рівняння Вульфа-Бреггів виходить, що кожному значенню міжплощинної відстані d_{hkl} відповідає лінія на рентгенограмі полікристалічної речовини під певним кутом θ при заданому значенні λ . Певному набору d_{hkl} відповідатиме певна система ліній (дифракційних максимумів). Визначивши положення ліній на дифрактограмі (кут 2θ) і знаючи λ , можна визначити значення d_{hkl} по формулі Вульфа-Бреггів.

Практична частина і порядок виконання завдання

1. Усі виміри і розрахунки виконувати по дифрактограмі, що додається до завдання. Нумерація ліній (дифракційних максимумів) проводити від малих кутів до великих.

2. Інтенсивність найбільшої лінії прийняти за 100 %, і по ній нормувати відносні інтенсивності усіх інших ліній.

3. Визначити кутове положення ліній (кут 2θ) з точністю до 0.1 градуса, вчислити кут θ , $\sin\theta$, d_{hkl} . Обчислення виконувати з врахуванням третього знака після коми. Результати усіх обрахунків оформити у вигляді таблиці.

4. Визначити тип ґрат, перевіряючи з врахуванням співвідношення

$\sin^2 \theta_i : \sin^2 \theta_j = \sum h_i^2 : \sum h_j^2$ та можливих згасань. Якщо це кубічні ґрати, це відношення для кожної з ліній являється const. Щоб знайти індекси усіх ліній, треба правильно підібрати одну тільки суму

квадратів індексів першої лінії, а потім відношення $\frac{\sin^2 \theta_2}{\sin^2 \theta_j}$ має бути цілим числом (вірніше дуже мало відрізнитися від цілого числа, оскільки виміри і розрахунки проводяться з похибками). В цьому випадку визначити величину періоду ґратки з будь-якого кута відбиття за формулою

$$a = \frac{\lambda}{2\sin\theta_i} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad \frac{\Delta d}{d} = \frac{\Delta a}{a} = -\text{ctg}\theta d\theta$$

і погрішність її обчислення

5. Якщо виявилось, що ґратка не кубічна, далі структурний аналіз виконувати за допомогою ряду каталогів (картотек) рентгенограм, де зібрані дані ~ 500000 речовин, ці бази даних продовжують поповнюватися. Невідома речовина може бути ідентифікована шляхом порівняння його дифракційної картини з тими, які знаходяться в картотеці; процедура зводиться до пошуку співпадання з досліджуваною рентгенограмою. На основі отриманого набору міжплощинних відстаней (d) і відповідних їм інтенсивностей піків (I), приступають до ідентифікації кристалічних фаз у досліджуваному зразку. Для цього, як правило, використовують табличні значення зібрані в спеціальних базах даних. Найпоширеніша з них є база PDF (Powder Diffraction File) започаткована в 1941 році «American Society for Testing Materials» - ASTM (на сьогоднішній день «International Centre for Diffraction Data» - ICDD). Додатково в цій базі міститься інформація про просторову

групу симетрії та періоди елементарної комірки, індекси Міллера відбиттів, умови синтезу даної сполуки, бібліографічне посилання із вказівкою умов дифракційного експерименту. База PDF щороку оновлюється, розміщається на DVD-ROM і на сьогодні («PDF-4 + 2020») містить 350653 сполуки. В PDF-4+ входить 243065 статті з розрахованими відношеннями інтенсивностей з еталоном корунду - Al_2O_3 (I/Ic - Reference Intensity Ratio - RIR), а параметри атомних координат можна знайти в 227102 статтях. Особливістю останніх випусків бази PDF є наявність у ній теоретично розрахованих порошкових рентгенограм кристалічних структур зібраних у кристалоструктурній базі даних ICSD («Inorganic Crystal Structure Database»). Відмітим також, що база «PDF-4/Органіка 2014» містить 479278 статей для неорганічних та органічних сполук. Аналогом бази даних ICSD є відкрита кристалографічна база даних COD (Crystallography Open Database - <http://www.crystallography.net/new.html>), яка є у вільному доступі через інтернет.

Більшість виробників сучасних порошкових дифрактометрів забезпечують інтегрування баз PDF та COD у математичне забезпечення, що поставляється для приладу. Зокрема, фірма Rigaku для програмного забезпечення PDXL дифрактометра ULTIMA IV створила спеціальний формат бази COD - <http://www.crystallography.net/archives/2011/Rigaku/>. На сучасному етапі розвитку існує багато комп'ютерних розробок інформаційних систем для автоматичного пошуку і проведення фазового аналізу.

6. Після закінчення розшифровки складіть детальний звіт, в якому вкажіть назву розшифрованого матеріалу, його хімічний склад, дані карток – порівняно з дифрактограмою, знайдені і еталонні d_{hkl} , тип ґрат, сингонію, перерахувати елементи симетрії. Показати елементарну комірку з використанням опції «Атомні позиції», «Архів», розташування атомів в комірці, положення основних відбиваючих площин. У опції «Архів» можна побачити елементарну комірку і, якщо можливо, роздрукувати.

ЗАВДАННЯ № 2

Теоретичний розрахунок рентгенограми полікристала

Мета роботи: освоїти принципи теоретичного розрахунку міжплощинних відстаней, відносних інтегральних інтенсивностей ліній і їх кутових положень в картині дифракції від полікристалічних об'єктів для вирішення завдань структурного аналізу. Подальше зіставлення розрахункових і експериментальних даних повинне підтвердити або спростувати правильність рішення задачі.

Практична частина

1. Міжплощинні відстані розраховують по квадратичних формах. Початковими даними для розрахунку є періоди ґрати, які беруться з літератури, і індекси інтерференції, визначувані за законами згасання. Розрахунок слід виконувати до тих пір, поки вчислені міжплощинні відстані не виявляться менше половини довжини хвилі того випромінювання, для якого розраховується дифрактограма, оскільки на рентгенограмі виходять відбиття тільки від площин, для яких виконується умова $d_{hkl} \leq \lambda/2$. Квадратичні форми приведені в таблиці.

2. Кути дифракції розраховують за даними про міжплощинні відстані по формулі Вульфа-Бреггів.

3. Розрахунок відносної інтегральної інтенсивності виконують по співвідношенню

$$\frac{I}{I_0} = C \cdot g(\theta) \cdot P \cdot |F|^2 \cdot T \cdot R(\theta)$$

де I_0 - інтенсивність первинного випромінювання; $g(\theta)$ - кутовий множник інтенсивності,

$$g(\theta) = \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{\sin^2(\theta)\cos(\theta)}$$

Таблиця. Основні формули кристалографії

Сингонія	Міжплощинні відстані d_{hkl}	Об'єм комірки, V
Кубічна	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$	a^3
Тетрагональна	$\frac{1}{d^2} = \frac{H^2 + K^2}{a^2} + \frac{L^2}{c^2}$	a^2c
Ромбічна	$\frac{1}{d^2} = \frac{H^2}{a^2} + \frac{K^2}{b^2} + \frac{L^2}{c^2}$	abc
Ромбоєдрична	$\frac{1}{d^2} = \frac{(H^2 + K^2 + L^2)\sin^2\alpha + 2(HK + KL + HL)(\cos^2\alpha - \cos\alpha)}{a^2(1 - 3\cos^2\alpha + 2\cos^3\alpha)}$	$a^3\sqrt{1 - 3\cos^2\alpha + 2\cos^3\alpha}$
Гексагональна	$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \cdot \frac{(H^2 + KH + K^2)}{a^2} + \frac{L^2}{c^2}$	$\frac{\sqrt{3}}{2}a^2c = 0,866a^2c$
Моноклінна	$\frac{1}{d^2} = \frac{H^2}{a^2\sin^2\beta} + \frac{K^2}{b^2} + \frac{L^2}{c^2\sin^2\beta} - \frac{2HL\cos\beta}{ac\sin^2\beta}$	$abc \sin\beta$
Триклінна	$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{V^2}[s_{11}H^2 + s_{22}K^2 + s_{33}L^2 + s_{12}HK + s_{23}KL + s_{13}HL]$	$abc = \sqrt{\frac{1 - \cos^2\alpha - \cos^2\beta - \cos^2\gamma + 2\cos\alpha\cos\beta\cos\gamma}{}}$

Примітка 1: H, K, L - індекси Міллера (hkl);

Примітка 2: $s_{11} = b^2c^2\sin^2\alpha$; $s_{12} = abc^2(\cos\alpha\cos\beta - \cos\gamma)$; $s_{22} = a^2c^2\sin^2\beta$;

$s_{23} = a^2bc(\cos\beta\cos\gamma - \cos\alpha)$; $s_{33} = a^2b^2\sin^2\gamma$; $s_{13} = ab^2c(\cos\gamma\cos\alpha - \cos\beta)$

C – постійна для цієї речовини і умов зйомки;

P – чинник повторюваності;

F – структурний множник (структурний чинник);

T – температурний чинник;

$R(\theta)$ – абсорбційний множник.

Чинник (множник) повторюваності P – число сімейств площин в їх сукупності, що мають однакові міжплощинні відстані і однаковий структурний множник. Значення P приведені в таблиці (див. додаток 2 на копії стор. 584), що додається.

Структурний множник $|F|^2$ враховує залежність інтенсивності розсіяння від сорту атомів, залежить від атомного множника розсіяння f , розташування атомів в елементарній комірки, базису ґрат і умов згасання при відомому структурному типі ґрат Браве. Його слід розраховувати по співвідношенню

$$|F|^2 = \left[\sum_{j=1}^N F_j \cdot e^{-2\pi i(Hx_j + Ky_j + Lz_j)} \right]^2$$

або у тригонометричній формі:

$$|F|^2 = \left[\sum_{j=1}^N F_j \cdot \cos 2\pi(Hx_j + Ky_j + Lz_j) \right]^2 + \left[\sum_{j=1}^N F_j \cdot \sin 2\pi(Hx_j + Ky_j + Lz_j) \right]^2.$$

Атомний множник f враховує розташування електронів в атомі і є функцією $\sin\theta/\lambda$. Таблиці атомного множника розсіяння елементів можна знайти у книзі [2].

Температурний множник T є також функцією $\sin\theta/\lambda$ і може бути вичислений: $T = \exp[-B(\sin\theta/\lambda)^2]$, де B - константа.

Абсорбційний множник можна не враховувати, постійну C можна узяти рівною 1.

Доцільно дані розрахунків зводити в детальну таблицю.

Порядок виконання завдання

1. Занести початкові дані в таблицю: атомний номер елементу Z , структурний тип, період ґрат, базис, довжина хвилі випромінювання.
2. Визначити індекси ліній на рентгенограмі речовини. Розрахувати d_{hkl} , кути θ , $\sin\theta/\lambda$ для усіх цих ліній.
3. Визначити окремі множники інтенсивності для кожної лінії.
4. Знайти добуток множників для кожної лінії.
5. Приймавши максимальний добуток за 100, визначити відносні значення інтенсивності для інших ліній. Усі дані пунктів 2-5 занести в таблицю.
6. Порівняти розрахункові значення з експериментальними.
7. Скласти детальний звіт з теоретичним обґрунтуванням.

Типові завдання.

Розрахувати інтенсивності і кутові положення ліній для двох речовин з будь-якої сингонією. Параметри кристалічної решітки речовин в таблиці додаються окрема кожному студенту. Для випромінювань рентгенівських трубок з анодами, широко використовуваними в рентгеноструктурному аналізі, довжина хвиль їх характеристичних випромінювань додається окрема кожному студенту. Розрахунки виконувати для трьох наступних анодів: Cr, Cu, Mo. При зміні довжини хвилі рентгенівського випромінювання від мінімальної до максимальної (при зміні анода) простежити за зміною дифрактограми. Дати пояснення отриманим змінам. Результати розрахунків порівняти із експериментальними даними за допомогою програми МИНКРИСТ. Виявити та проаналізувати похибки розрахунків.

Теоретичний розрахунок електронограм полікристала

Для виконання розрахунків необхідно знати структурний множник, міжплощинну відстань і множник повторюваності. Вираження для розрахунків інтенсивностей кілець електронограми можна отримати з формул рентгенографії, приймаючи кути θ дуже малими:

$$I \sim k|F_{hkl}|^2 d_{hkl} P,$$

де k – коефіцієнт пропорційності, однаковий для усіх ліній цієї речовини; d_{hkl} – міжплощинні відстані; P – множник повторюваності; F_{hkl} - структурний множник, що включає атомний множник розсіяння електронів і температурний чинник. Температурний чинник визначають аналогічно викладеному в розділі рентгенографії. Атомну функцію розсіяння електронів f_{el} знаходять з атомного множника f_p рентгенівських променів:

$$f_{el} = k'(z - f_p)/(\sin\theta/\lambda)^2$$

де z - порядковий номер елемента; $k' = me^2/2h^2$.

Структурну амплітуду визначають звичайним способом.

Практична частина і порядок виконання роботи

1. Початкові дані занести в таблицю
2. Визначити окремі множники інтенсивності розсіяння електронів і занести їх в таблицю. Для розрахунку довжини хвилі електрона використати вираз довжини хвилі частки з рівняння Шредингера: $\lambda = (150/V)^{1/2}$. Розрахунки виконати для ДЕВЕ (дифракції електронів великих енергій) і ДЕНЕ (дифракції електронів низьких енергій) в інтервалі 50-100 kV і 10-300 V відповідно (за одним розрахунком з кожного інтервалу).
3. Розрахунки виконати для тих же матеріалів, які були використані в завданні 2.
4. Зіставити отримані результати для ДЕВЕ і ДЕНЕ між собою і з результатами завдання 2. Зробити висновок.
5. Підготувати детальний звіт з теоретичним обґрунтуванням.

Контрольні роботи

Курсом передбачається проведення однієї семестрової модульної контрольної роботи, метою якої є перевірка знань студентів і якість засвоєння ними матеріалу. Контрольна робота проводиться за темою лекцій в вигляді домашнього розрахункового завдання, розбитого на два етапи у формі розв'язування невеличких задач. Завдання включає як спільні задачі, так індивідуальні завдання. Розрахована на виконання під час самостійної роботи студентів дома. Тематика задач включає наступні лекційні теми:

1. Кристалічна ґратка: геометрія побудови; кристалографічні проєкції; елементи симетрії, ґратки Браве.

2. Розсіювання рентгенівських променів: на вільному атоми; на нескінченних та кінцевих структурах; розшифровка реальній структури за результатами експерименту по розсіянню рентгенівських променів.

3. Розрахунки кутових положень дифракційних ліній, якщо відомим є довжина хвилі джерела рентгенівського випромінювання та тип симетрії ґратки.

Основна література, яка необхідна студентам для підготовки до виконання розрахункових робіт наведена нижче:

M. Ladd, R. Palmer. Structure Determination by X-Ray Crystallography. Analysis by X-ray and Neutrons. N-Y. Spriger, 2013, 784 pp.

Modern Crystallography. Volume 1: Fundamentals of Crystals Symmetry, and Methods of Structural Crystallography. Edit. By Boris K. Vainsthein Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH.

Пинес Я.Б. Лекции по структурному анализу. Харк. Гос. унив., 1967.

Fundamentals of Crystallography Edit. by Carmelo Giacovazzo. Published to Oxford

Методичні рекомендації

З метою найкращого засвоєння матеріалу необхідно досконально вивчати теоретичний матеріал, а також отримати добрі навички у його практичному застосуванні. Для цього слід самостійно вміти розв'язувати достатню кількість задач та самостійно виконувати індивідуальні розрахункові завдання. Також необхідно в належний час подавати розрахункову роботу на перевірку викладачеві. Під час виконання цього завдання передбачається набуття студентом навичок активного володіння інформацією, зокрема, отриманою на лекціях та лабораторних роботах, вміння застосовувати їх для розробки конкретних питань і постановки задач. Також передбачається навчати студентів роботі з джерелами інформації: підручниками, монографіями, журналами та інтернетом.

Політика та контроль

7. Політика навчальної дисципліни (освітнього компонента)

Відвідування занять

Відвідування лекцій та лабораторних робіт є обов'язковим. У разі хвороби студент зобов'язаний представляти довідку про термін проходження лікування, оформлену належним чином з установи, де проходило лікування. Наявність такого документу є гарантією не нарахування штрафних балів. В інших випадках (наприклад, сімейні обставини) питання вирішується в індивідуальному порядку разом з викладачем. У будь-якому випадку студентам рекомендується відвідувати усі види занять, оскільки на них викладається теоретичний матеріал та розвиваються навички, необхідні для виконання семестрового індивідуального завдання, лабораторних робіт та домашніх завдань. Система оцінювання орієнтована на отримання балів за активність студента, а також виконання завдань, які здатні розвинути практичні уміння та навички.

Пропущені контрольні заходи

Результат захисту модульної контрольної роботи та реферату для студента(-ки), який не з'явився на контрольний захід, є нульовим. У разі, якщо пропуск стався з поважних причин, підтверджений довідкою, студент(-ка) має можливість написати модульну контрольну роботу в інший узгоджений з викладачем термін без зниження оцінки. Якщо пропуск стався без поважних причин, модульна контрольна не зараховується. Повторний захист модульної контрольної роботи і реферату допускається після узгодження його терміну з викладачем. У разі пропуску усного екзамену без поважних причин студент отримує запис у відомості «не з'явився» та йде на перездачу.

Тематичне завдання, яке подається на перевірку з порушенням терміну виконання, оцінюється з нарахуванням штрафних балів.

Лабораторні роботи виконуються ті захищаються за правилами, встановленими викладачами, які ці заняття проводять. До початку виконання лабораторної роботи викладач проводить співбесіду з кожним студентом протягом 10-15 хвилин для впевненості, що студент підготувався до роботи, розуміє її теоретичне підґрунтя, знає, як працювати з приладом, знає порядок виконання роботи та які результати мають бути отримані. За результатами співбесіди студент отримує допуск викладача для виконання роботи. Кожен студент захищає виконану та повністю оформлену лаб. роботу індивідуально та в складі бригади, з якою була ця робота виконана. Студент повинен знайти ті функціональні зв'язки між фізичними величинами, що запропоновані для пошуку в певної роботі і надати вичерпні відповіді щодо роботи приладу, обробки результатів, послідовності виконання роботи, обчислення даних, знаходження похибок вимірювань. Після доповіді щодо теоретичного обґрунтування лаб. роботи та результатів досліджень викладач має запропонувати студентові декілька задач за темою лаб. роботи. Після успішного розв'язування задач вважається, що лаб. робота здана. Результати здачі лабораторних робіт оголошуються кожному студенту окремо у присутності або в дистанційній формі, студент отримує дві оцінки: за виконаний експеримент та якість обробки усіх необхідних даних і за теоретичний досвід і рішення задач за темою лаб. роботи.

Результати виконання тематичних самостійних робіт (завдань) оголошуються кожному студенту окремо у присутності або в дистанційній формі та супроводжуються оціночними листами, в яких студенти можуть побачити свою оцінку за певними критеріями, а також позначення основних помилок та коментарі до них.

Захист виконаного та оформленого індивідуального розрахункового завдання проводиться у формі співбесіди з викладачем. Під час захисту студент зобов'язаний вміти розповісти про розв'язування вказаних викладачем задач та відповісти на теоретичні питання за темою задачі, користуючись власноруч написаним конспектом лекції.

Результати виконаного та повністю оформленого семестрового індивідуального завдання (розрахункового завдання) в встановлений викладачем термін кожен студент захищає індивідуально. Результати захисту оголошуються кожному студенту окремо у присутності або в дистанційній формі та супроводжуються позитивними коментарями та зауваженнями стосовно помилок.

Результати захисту модульної контрольної роботи вказуються на бланках для модульної контрольної роботи (завдання, які виконували студенти) з позначенням усіх помилок, коректної або некоректної відповіді, а також з коментарями, зауваженнями тощо.

Порушення термінів виконання завдань та заохочувальні бали

Заохочувальні бали		Штрафні бали	
Критерій	Ваговий бал	Критерій	Ваговий бал
Участь у міжнародних, всеукраїнських, інститутських та/або інших заходах та/або конкурсах (за тематикою навчальної дисципліни)	5 балів	Не відвідування лекції без поважних причин (за кожен випадок)	- 2 бали
Самостійний за власним бажанням вихід до дошки і відповідь	0.5 балів	Пропуск практичних занять без поважних причин	-3 бали
		Порушення термінів виконання і здачі лабораторної роботи (за кожен день)	-3 бали
		Порушення термінів виконання семестрового завдання (за кожен день)	-1 бал

У разі, якщо термін виконання завдань був порушений з поважних причин і студент має відповідний документ, наступний термін захисту обговорюється окремо з викладачами. При відсутності виправдувальних документів захист має відбуватися не раніше останнього тижня семестру.

Календарний рубіжний контроль

Проміжна атестація студентів (далі – атестація) є календарним рубіжним контролем. Метою проведення атестації є підвищення якості навчання студентів та моніторинг виконання графіка освітнього процесу студентами

Критерій		Перша атестація	Друга атестація
Термін атестації		8-ий тиждень	14-ий тиждень
Умови отримання атестації	Поточний рейтинг	≥ 20 балів	≥ 50 балів
	Семестрове індивідуальне завдання	Реферат	+

Академічна доброчесність

Політика та принципи академічної доброчесності визначені у розділі 3 Кодексу честі Національного технічного університету України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського». Детальніше: <https://kpi.ua/code>.

Норми етичної поведінки

Норми етичної поведінки студентів і працівників визначені у розділі 2 Кодексу честі Національного технічного університету України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського». Детальніше: <https://kpi.ua/code>.

Процедура оскарження результатів контрольних заходів

Студенти мають можливість підняти будь-яке питання, яке стосується процедури контрольних заходів та очікувати, що воно буде розглянуто згідно із наперед визначеними процедурами.

Студенти мають право оскаржити результати контрольних заходів, але обов'язково аргументовано, пояснивши з яким критерієм не погоджуються відповідно до оціночного листа та/або зауважень.

У разі неможливості розв'язати деякі задачі семестрової розрахункової роботи студент може звернутися до викладача із проханням замінити задачі або надати консультативну допомогу у деякої формі.

Навчання іноземною мовою

Викладання іноземними мовами допускається і здійснюється у разі використання іноземномовного підручника/посібника, аналога або еквівалента якого не має в україномовній літературі.

8. Види контролю та рейтингова система оцінювання результатів навчання (PCO)

Обов'язкова умова допуску до заліку		Критерій
1	Поточний рейтинг	$RD \geq 60$
2	Виконання семестрового індивідуального завдання	Індивідуальні реферати
3	Поточний контрольний захід	Захист розрахункових завдань

Поточний контроль: задача та захист розрахункових завдань в обговорені терміни. За кожне завдання студент отримує максимум 20 балів. Двічі за семестр проводиться атестація у відповідний термін.

Курс закінчується екзаменом. У разі, якщо до терміну екзамену студент представив усі обговорені завдання в обговорені терміни, він допускається до здачі екзамену.

Додаткові умови допуску до екзамену:

1. Активність на лекціях.
2. Позитивний результат першої атестації та другої атестації.

3. Відвідування лекційних занять.
4. Відвідування та виконання лабораторних робіт.

Таблиця відповідності рейтингових балів оцінкам за університетською шкалою:

<i>Кількість балів</i>	<i>Оцінка</i>
100-95	Відмінно
94-85	Дуже добре
84-75	Добре
74-65	Задовільно
64-60	Достатньо
Менше 60	Незадовільно
Не виконані умови допуску	Не допущено

Робочу програму навчальної дисципліни (силабус):

Складено доцентом, к.т.н, ст. наук. співр. Загороднім Вячеславом Васильовичем

Ухвалено кафедрою ПФ ФТІ (протокол № __ від _____)

Погоджено Методичною комісією факультету¹ (протокол № __ від _____)

¹ Методичною радою університету – для загальноуніверситетських дисциплін.