

Краткая неофициальная версия программы учебной дисциплины

Название дисциплины	Научно-исследовательский семинар: рентгеновский и электронно-микроскопический практикумы
Автор(ы) программы	к.ф.-м.н. Рыбченко Оксана Геннадьевна, с.н.с. ИФТТ РАН, доцент ФФ НИУ ВШЭ
Курс	3 курс
Модули	2 модуль
Объем курса	Плановое число лекций и семинаров в неделю. 1 лабораторное занятие в неделю: 3 часа сам практикум + 1 час подготовительный семинар. Итого, 4 часа в неделю.
Элементы контроля	еженедельные отчеты по проделанным лабораторным работам, устные защиты работ

1. Аннотация курса

Целями освоения дисциплины являются:

- ознакомление с аппаратами, используемыми для рентгеноструктурного анализа, просвечивающей и сканирующей микроскопии;
- освоение базовых методик определения структуры материала, фазового состава многофазного образца, работы с монокристаллами (определение монокристалличности, ориентации, наличия двойников);
- знакомство со структурными базами данных и программами, используемыми в структурном анализе;
- ознакомление с основными методами подготовки образцов для ЭМ-исследований, а также определения элементного состава материала.

2. Программа курса

1. Фотометоды: метод Лауэ, метод качания (вращения), метод Дебая (3 занятия). Предполагает ознакомление с рентгеновским аппаратом УРС-2.0, рентгеновскими камерами РКСО, Дебая, вращения. Установка и ориентировка образца на камере, зарядка и проявка фотопленки, расчет дебаеграммы (определение материала образца по набору межплоскостных расстояний с использованием базы данных PDF-2), лауэграммы (визуальный анализ на монокристалличность, наличие зон, симметрию; обработка лауэграммы в программе X-Ray, определение индексов осей зон с использованием таблицы углов между направлениями для кубической сингонии), рентгенограммы качания (определение направления качания, индицирование рефлексов на нулевой слоевой линии, построение схемы ОР, соответствующей нулевой слоевой линии).
2. Рентгеновская порошковая дифрактометрия (1 занятие). Предполагает ознакомление с рентгеновским порошковым дифрактометром SIEMENS D-500, программным обеспечением дифрактометра. Собственно проведение дифракционного эксперимента: подготовка и установка образца, задание параметров съемки, получение дифракционного спектра. Качественный фазовый анализ с использованием базы данных PDF-2 и программы Match, определение структуры исследуемого материала

- (количество фаз, структурные параметры фаз). Освоение программы Powder Cell 2.4, построение модельной кристаллической ячейки фазы, уточнение структурных параметров путем подгонки модельного спектра под экспериментальный.
3. Рентгеновская дифрактометрия монокристаллов (1 занятие). Предполагает ознакомление с монокристалльным дифрактометром Oxford Diffraction Gemini и программным обеспечением, позволяющим проводить первичную обработку массива данных (CrysAlisPro). Определение структуры соединения по экспериментальному массиву данных с использованием пакета программ WinGX.
 4. Электронная просвечивающая и сканирующая микроскопия (1 занятие). Ознакомление с электронными микроскопами [DualBeam VERSA](#) и JEM-100CX-11. Изучение принципиальной схемы и процесса формирования изображения в просвечивающем электронном микроскопе, обработка точечной и кольцевой электронограмм.

3. Элементы контроля и правила оценивания

В ходе учебного лабораторного практикума выполняются 6 лабораторных работ. Работы выполняются по установленному преподавателем графику. Выполнение работы подразумевает: ознакомление с теоретическим материалом по теме и аппаратурой для проведения исследований, присутствие при проведении эксперимента, в ряде работ – участие в его подготовке и проведении, обработку полученных данных, оформление и представление письменного отчета по результатам работы, устную защиту отчета. Выполнение расчетных заданий по работам, подготовка и защита отчетов проводятся индивидуально.

Отчёт о выполнении работы представляется для проверки в письменном (рукописном или печатном) виде. Отчёт включает в себя все необходимые для представления результатов работы формулы, расчеты, справочные данные и пояснения. Защита отчета предусматривает проверку знания физических основ и экспериментальных методик структурного анализа, а также правильности обработки экспериментальных данных и сделанных по работе выводов.

Работа оценивается по 10-бальной шкале. При выставлении оценки за работу учитывается:

- владение материалом по теме;
- чёткость и корректность описания поставленной задачи и экспериментальных данных;
- адекватность и полнота анализа результатов;
- умение в процессе защиты объяснить полученные результаты, доказать сделанные выводы и ответить на вопросы.

Общая оценка за работу складывается из 3-х составляющих:

- практическое выполнение лабораторной работы (максимальная оценка – 4 балла);
- написание и оформление отчета (максимальная оценка – 3 балла);
- защита отчета по работе (максимальная оценка – 3 балла).

При зафиксированном неучастии студента в выполнении работы, отсутствии отчёта о выполнении за работу, обнаружении существенного совпадения различных отчётов ставится оценка 0 (ноль).

Итоговая оценка по курсу накопительная, складывается из оценок за выполнение отдельных работ по формуле

$$ИО = (O1 + O2 + O3 + O4 + O5 + O6) / 6,$$

где O_p – оценка выполнения и защиты n -ой работы по 10-ти балльной шкале. При вычислении итоговой оценки округление производится по арифметическим правилам (дробная часть менее 0.5 округляется в меньшую сторону).

При получении студентом неудовлетворительной итоговой оценки студенту предоставляется возможность в период пересдач досдать необходимое число работ для получения положительной итоговой оценки.

4 Примеры заданий элементов контроля

Задание: расчет кольцевой электронограммы.

Проиндексировать 7-8 колец предложенной электронограммы металлического образца, определить кристаллическую решетку (ОЦК, ГЦК) и ее период. Определить, используя картотечные данные, материал исследуемого образца.

5. Рекомендованная литература и ссылки по теме

5.1. Основной список

1. Э. В. Суворов Дифракционный структурный анализ. Москва. Юрайт. 2019. Книга доступна в электронной библиотеке biblio-online.ru, а также в мобильном приложении «Юрайт.Библиотека»
2. Рентгендифракционные методы изучения структуры монокристаллов, поликристаллических и аморфных материалов (методическое пособие для студентов и аспирантов). Институт Физики Твердого Тела Российской Академии Наук, Черноголовка, 2000г. (Методическое пособие по курсу студентам будет предоставлено).

5.2. Дополнительный список

1. Уманский Я.С., Скаков Ю.А. и др. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия, 1982 г
2. Современная кристаллография, под редакцией Б. К. Вайнштейна, т. 1, М., Наука, 1981.
3. Э. В. Суворов. Материаловедение. Методы исследования структуры и состава материалов. Москва. Юрайт. 2018. Книга доступна в электронной библиотечной системе biblio-online.ru