

**Программа**  
**краткосрочного повышения квалификации преподавателей и научных работников**  
**высшей школы по направлению**  
**«Методы диагностики и исследования наноструктур»**  
**на базе учебного курса**

**«Рентгеноструктурный анализ поликристаллов»**

Цель: изучение теоретических и экспериментальных основ рентгеноструктурного анализа поликристаллических материалов

Категория слушателей: преподаватели и научные работники высшей школы

Срок обучения: 36 часов

Форма обучения: с частичным отрывом от работы

Режим занятий: 8 часов в день

*Целью данного курса* является ознакомление с теоретическими и экспериментальными основами рентгеноструктурного анализа поликристаллических материалов. Рассматриваются физические основы дифракции рентгеновских лучей на кристаллических объектах, выводятся основные закономерности, связывающие структурные параметры исследуемого объекта с параметрами его дифракционной картины, излагаются методические основы рентгеновского дифракционного эксперимента. Проводится лабораторный практикум по развитию практических навыков по расшифровке дифрактограмм, качественному и количественному рентгеновскому фазовому анализу двухфазных кристаллических систем, определению размеров ОКР и микронапряжений в кристаллах по ширине дифракционной линии.

### **Требования к уровню освоения учебного курса**

Преподаватели должны:

- Знать:
  - область применения рентгеноструктурного анализа (РСА);
  - физические основы метода РСА;
  - экспериментальные основы РСА.
- Иметь навыки:
  - практического применения РСА к исследованию поликристаллических объектов;
  - сбора, систематизации и анализа научно-технической и другой профессиональной информации в области РСА поликристаллов;
  - включать приобретенные знания о РСА поликристаллов в уже имеющуюся систему знаний и применять эти знания в самостоятельных методических разработках;
  - переносить полученные знания о РСА поликристаллов на смежные предметные области и к использованию этих знаний для построения междисциплинарных методических разработок.

- Иметь представление:
  - о теоретических основах РСА;
  - об особенностях обратного пространства поликристаллических объектов;
  - об устройстве экспериментальной аппаратуры для РСА поликристаллов;
  - об экспериментальных методах РСА поликристаллов;
  - о методиках приготовления образцов для РСА поликристаллов.

Научные работники должны:

- 1.Знать:
  - область применения РСА поликристаллов;
  - физические основы метода РСА;
  - устройство рентгеновского дифрактометра общего назначения;
  - основы экспериментальных методик РСА;
  - методики приготовления образцов для РСА поликристаллов.
- 2.Иметь навыки:
  - расшифровки дифрактограмм, качественного и количественного рентгеновского фазового анализа двухфазных кристаллических систем, определения размеров ОКР и микронапряжений в кристаллах по ширине дифракционной линии;
  - сбора, систематизации и анализа научно-технической и другой профессиональной информации в области РСА поликристаллов;
  - планирования и проведения исследований и экспериментов с использованием РСА поликристаллов;
  - переносить полученных знания о РСА поликристаллов на смежные предметные области и к использованию этих знаний для создания новых объектов техники и технологии и для инновационной деятельности;
- 3.Иметь представление:
  - об анализе обратного пространства объекта с помощью построения Эвальда;
  - о влиянии тепловых колебаний на дифракционную картину;
  - о влиянии аппаратурной функции на дифракционную картину.

Учебный курс «Рентгеноструктурный анализ поликристаллов» состоит из дистанционной и очной частей.

Дистанционная часть учебного образовательного курса обеспечивает слушателя необходимым объёмом знаний по выбранной тематике, включая подготовку слушателя к проведению лабораторного практикума. Задача дистанционной составляющей учебного курса – подготовить слушателя к очному посещению лаборатории в Казанском государственном техническом университете им. А.Н. Туполева.

В дистанционной (теоретической) части учебного курса изложены теоретические, физические и экспериментальные основы метода РСА поликристаллов, являющегося одним из основных и традиционных методов исследования структуры поликристаллических тел. Теоретическая часть учебного курса состоит из пяти лекций:

### **Лекция 1: Дифракция рентгеновских лучей на кристаллах**

Уравнение Вульфа-Брэгга и его применение в случаях монокристалла и порошкового объекта. Теория дифракции на кристалле малого размера, вектор обратного пространства, его связь с углом  $\theta$ , поляризационный фактор и функция атомного рассеяния, структурная амплитуда, структурный фактор и интерференционная функция. Зависимость ширины

дифракционного максимума от размера кристалла в масштабе обратного пространства, проблема сателлитов. Применение обратной решетки.

### **Лекция 2: Обратное пространство кристаллических объектов**

Типы обратного пространства, свойственные различным кристаллическим объектам: монокристалл, “дебаевский порошок”, аксиальная текстура, ограниченная текстура. Методика определения кратности рефлексов в случае порошка. Построение Эвальда и его использование в случаях монокристалла и порошкового объекта, особенности метода « $\theta$ - $2\theta$ » регистрации дифракционных картин с помощью дифрактометра, ограничения, накладываемые длиной волны используемого излучения.

### **Лекция 3: Множители интенсивности и ширина дифракционной линии**

Множители, входящие в полную формулу для интенсивности дифракции: структурный фактор, геометрический фактор, фактор Лоренца, температурный фактор, множитель поглощения в случаях тонкого и толстого образцов. Полная формула для интенсивности дифракции, ее ограничения. Правила погасания. Зависимость ширины дифракционного пика от размеров кристалла и микронапряжений: в случае микронапряжений - в масштабе обратного пространства и масштабе угла рассеяния, в случае размеров ОКР – в масштабе угла рассеяния (формула Шерера). Аппаратурное уширение, его основные источники.

### **Лекция 4: Экспериментальные основы рентгеноструктурного анализа**

Основы рентгеновского дифракционного эксперимента с использованием дифрактометра: методика съемки дифрактограмм, особенности дифракционных картин многофазных и слабоупорядоченных кристаллических систем, структурная информация, получаемая из рентгеновского дифракционного эксперимента. Устройство и принцип работы рентгеновского дифрактометра общего назначения. Устройство и принцип работы гониометрического устройства и рентгеновской трубки, образование характеристического рентгеновского излучения и методы его монохроматизации. Методика приготовления образцов для дифрактометров: образцы «шлиф» и «столбик», методики удаления наклёпанного слоя травлением и электролитической полировкой, а также снятия напряжений отжигом.

### **Лекция 5: Применение рентгеноструктурного анализа к исследованию кристаллических объектов**

Методики расшифровки дифрактограмм и определения параметров решетки, определения межплоскостных расстояний и идентификации кристаллического вещества по межплоскостным расстояниям и интенсивностям рефлексов. Способ индирования рефлексов дифрактограммы на примере кубического кристалла, методика определения параметров решетки. Методика рентгеновского качественного фазового анализа многокомпонентных кристаллических смесей. Основные методы рентгеновского количественного фазового анализа (РКФА): метод градуировочной кривой, расчетный метод, метод внутреннего эталона. Особенности методики приготовления препаратов для РКФА. Методика измерения размеров ОКР и объемной плотности микронапряжений, включающая определение экспериментальной ширины линии, аппаратурного уширения, метод его определения с помощью эталона, а также методика определения размеров ОКР и микронапряжений по двум порядкам одного отражения.

Очная (экспериментальная) часть учебного курса заключается в изучении методик определения основных структурных характеристик поликристаллических образцов методом РСА с использованием дифрактометра. Основные задания на лабораторный практикум:

- расшифровка дифрактограммы и идентификация кристаллического вещества;
- качественный рентгеновский фазовый анализ двухфазных кристаллических систем;
- количественный рентгеновский фазовый анализ двухфазных кристаллических систем
- определение размеров ОКР и микронапряжений в кристаллах по ширине дифракционной линии.

## Методические рекомендации по реализации учебной программы

На дистанционную и очную части учебного курса отводится по 18 часов соответственно. Полное содержание лекций в электронной дистанционной части учебного курса находится на сайте [www.nanoobr.ru](http://www.nanoobr.ru). Для контроля степени освоения теоретической части учебного курса (лекций) используются тестовые вопросы для самопроверки и контрольные вопросы.

### Тестовые вопросы к курсу

#### «Рентгеноструктурный анализ поликристаллов»

##### Лекция 1: Дифракция рентгеновских лучей на кристаллах

1. Параметры кристаллической решетки в рентгеноструктурном анализе определяются по
  - а) положениям дифракционных линий;
  - б) относительным интенсивностям дифракционных линий;
  - в) ширине дифракционных линий.
2. Структура элементарной ячейки в рентгеноструктурном анализе определяется по
  - а) положениям дифракционных линий;
  - б) относительным интенсивностям дифракционных линий;
  - в) ширине дифракционных линий.
3. Положения дифракционных линий зависят от
  - а) параметров кристаллической решетки;
  - б) структуры элементарной ячейки;
  - в) размеров кристалла.
4. Относительные интенсивности дифракционных линий зависят от
  - а) параметров кристаллической решетки;
  - б) структуры элементарной ячейки;
  - в) размеров кристалла.
5. Ширина дифракционных линий зависит от
  - а) параметров кристаллической решетки;
  - б) структуры элементарной ячейки;
  - в) размеров кристалла.

##### Лекция 2: Обратное пространство кристаллических объектов

1. Обратное пространство какого объекта представляет собой систему концентрических сфер?
  - а) монокристалл;
  - б) текстура;
  - в) порошок.
2. Построение Эвальда применяют для
  - а) определения параметров решетки;
  - б) определения микронапряжений;

в) определения углов возникновения и регистрации дифракции от данного семейства атомных сеток.

3. Кратность рефлекса это

- а) порядок отражения;
- б) его относительная интенсивность;
- в) количество рефлексов, совпадающих по положению.

4. Обратное пространство аксиальной текстуры представляет собой

- а) решетку;
- б) системы концентрических окружностей;
- в) систему концентрических сфер.

5. При увеличении длины волны рентгеновского излучения

- а) количество регистрируемых рефлексов становится меньше;
- б) количество регистрируемых рефлексов становится больше;
- в) количество регистрируемых рефлексов остается неизменным.

### **Лекция 3: Множители интенсивности и ширина дифракционной линии**

1. На дифракционной картине от какой решетки погасают рефлексы с  $h+k+l$  - нечетным?

- а) ОЦК;
- б) ГЦК;
- в) ГПУ.

2. От размеров кристаллитов в выражении для интенсивности дифракции зависит

- а) структурный фактор;
- б) интерференционная функция;
- в) множитель поглощения.

3. От структуры элементарной ячейки в выражении для интенсивности дифракции зависит

- а) структурный фактор;
- б) интерференционная функция;
- в) множитель поглощения.

4. От параметров решетки в выражении для интенсивности дифракции зависит

- а) структурный фактор;
- б) интерференционная функция;
- в) множитель поглощения.

5. От линейного коэффициента поглощения в выражении для интенсивности дифракции зависит

- а) структурный фактор;
- б) интерференционная функция;
- в) множитель поглощения.

### **Лекция 4: Экспериментальные основы рентгеноструктурного анализа**

1. Максимальное число дифракционных отражений от образца можно получить методом

- а) съемки монокристаллов;

- б) полюсных фигур;
  - в) съемки порошка.
2. Толщина слоя металла, эффективно участвующего в рассеянии рентгеновских лучей,
- а)  $\sim 0.1$  мм;
  - б)  $\sim 0.01$  мм;
  - в)  $\sim 0.001$  мм.
3. Характеристическое излучение рентгеновской трубки образуется вследствие
- а) торможения электронов в области мишени;
  - б) передачи электронами импульса атомам мишени;
  - в) выбивания электронов с оболочек атомов мишени.
4. В рентгеноструктурном анализе в основном используется
- а) тормозное излучение рентгеновской трубки;
  - б)  $\alpha$ -компонента характеристического излучения рентгеновской трубки;
  - в)  $\beta$ -компонента характеристического излучения рентгеновской трубки.
5. Наклеп - это
- а) искажение кристаллической решетки поверхностного слоя образца;
  - б) искажение кристаллической решетки всего образца;
  - в) изменение химического состава поверхностного слоя образца.

### **Лекция 5: Применение рентгеноструктурного анализа к исследованию кристаллических объектов**

1. Размеры кристаллитов и плотность микронапряжений в рентгеноструктурном анализе определяются по
- а) положениям дифракционных линий;
  - б) относительным интенсивностям дифракционных линий;
  - в) ширине дифракционных линий.
2. Для определения кристаллической фазы в смеси рентгендифракционным методом ее содержание должно быть по крайней мере
- а)  $\geq 10\%$ ;
  - б)  $\geq 1\%$ ;
  - в)  $\geq 0.1\%$ .
3. Расшифровка дифрактограммы - это
- а) определение межплоскостных расстояний рефлексов;
  - б) определение межплоскостных расстояний и индексов рефлексов;
  - в) определение кристаллического вещества по набору межплоскостных расстояний и интенсивностей рефлексов.
4. Целью рентгеновского качественного фазового анализа является
- а) оценка степени кристаллического совершенства фаз образца;
  - б) определение процентного содержания кристаллических фаз в смеси;
  - в) идентификация кристаллических фаз, входящих в образец.
5. Уширение рефлексов дифрактограммы при малых размерах ОКР описывается
- а) уравнением Вульфа-Брэгга;

- б) построением Эвальда;
- в) формулой Шерера.

## **Контрольные вопросы для проверки материала в количестве 25 вопросов**

- 1) Расскажите о модели рассеяния рентгеновских лучей кристаллами, на основании которой выводится уравнение Вульфа-Брэгга.
- 2) В чем недостаток теории Вульфа-Брэгга?
- 3) Расскажите о модели, на основании которой строится более полная теория рассеяния рентгеновских лучей кристаллами.
- 4) Каков физический смысл обратного пространства?
- 5) Как соотносятся между собой обратное пространство и пространство волновых векторов рассеяния?
- 6) Каков физический смысл обратной решетки?
- 7) Каков физический смысл поляризационного фактора?
- 8) Каков физический смысл функции атомного рассеяния?
- 9) Каков физический смысл структурной амплитуды (структурного фактора)?
- 10) Каков физический смысл интерференционной функции?
- 11) Объясните построение Эвальда.
- 12) Расскажите об ограничениях, накладываемых длиной волны используемого излучения.
- 13) Каков физический смысл геометрического фактора?
- 14) Каков физический смысл фактора Лоренца?
- 15) Каков физический смысл температурного фактора?
- 16) Каков физический смысл множителя поглощения?
- 17) Сформулируйте правила погасания для объемноцентрированной решетки.
- 18) Сформулируйте правила погасания для гранецентрированной решетки.
- 19) Расскажите о сущности и основных источниках аппаратурного уширения.
- 20) В чем функциональное назначение гониометрического устройства рентгеновского дифрактометра?
- 21) В чем функциональное назначение мишени рентгеновской трубки?
- 22) Какой физический процесс приводит к образованию характеристического рентгеновского излучения?
- 23) Что такое «монохроматизация» рентгеновского излучения?
- 24) В чем суть метода градуировочной кривой рентгеновского количественного фазового анализа?
- 25) Каковы, приблизительно, наибольшие размеры ОКР, которые можно реально определять по ширине дифракционной линии?

В конце очной части учебного курса слушатели готовят отчеты по **темам контрольных рефератов**, которые используются для контроля степени усвоения всего учебного курса на базе экспериментальных результатов и их обработки с применением знаний из дистанционной части курса.



**Темы контрольных рефератов по курсу**  
**«Рентгеноструктурный анализ поликристаллов»**

1. Применение рентгеноструктурного анализа (РСА) в технологии современной микроэлектроники.
2. Сравнение метода РСА с другими методами исследования структуры кристаллических объектов.
3. Применение РСА в исследовании дефектов структуры кристаллических материалов.
4. Специальные методики РСА для контроля степени структурного совершенства материалов микроэлектроники.
5. Применение динамической теории дифракции для контроля структуры высокосовершенных кристаллов.
6. Исследование высокосовершенных монокристаллов кремния методом РСА.
7. Возможности РСА в исследовании сырьевых компонентов микроэлектроники.
8. Возможности использования РСА для входного контроля сырья и контроля технологических процессов на микроэлектронных производствах.
9. Аппаратура РСА и тенденции ее развития.
10. Методики приготовления поликристаллических препаратов для РСА.

**Учебно-тематический план**

№	Название учебного курса и лекций	Всего, час.	в том числе (указать часы)			Форма контроля
			Дистанционные лекции (самостоятельное изучение, дистанционное общение с преподавателем, вопросы-ответы через email, форум, чат и др.)	Самостоятельная работа. Подготовка ответов на контрольные вопросы	Очный практикум или другое практическое задание	
	<b>«Рентгеноструктурный анализ поликристаллов»</b>	36 ч.	17,5 ч.	2,5 ч.	16 ч.	Контрольные вопросы (электронная зачётка)  Реферат
1	Лекция 1: Дифракция рентгеновских лучей на кристаллах		3,5 ч.	0,5 ч.		
2	Лекция 2: Обратное пространство кристаллических объектов.		3,5 ч.	0,5 ч.		
3	Лекция 3: Множители интенсивности и ширина дифракционной линии.		3,5 ч.	0,5 ч.		
4	Лекция 4: Экспериментальные основы рентгеноструктурного анализа.		3,5 ч.	0,5 ч.		
5	Лекция 5: Применение рентгеноструктурного анализа к исследованию кристаллических объектов.		3,5 ч.	0,5 ч.		
	Итоговый контроль			Контрольные вопросы (электронная зачётка)	Реферат	

**Список литературы (основной и дополнительной),  
а также других видов учебно-методологических материалов и пособий,  
необходимых для изучения (конспектов лекций, видеолекций, лазерных  
дисков и др.).**

**Список литературы  
и др. дополнительных источников информации в кол-ве – 8.**

1. Галимов Э.Р., Ганеев М.М., Кормушин К.В., Халитов З.Я. Рентгеноструктурный анализ поликристаллов. Изд-во Казан. гос. тех. ун-та, Казань, 2006, 89 с., 40 экз.
2. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия, 1982.
3. Методы испытания, контроля и исследования машиностроительных материалов. Т.1. Физические методы исследования металлов. Под ред. А.Т. Туманова. М.: Машиностроение, 1971.
4. Рентгенография в физическом металловедении. Под ред. Ю.А. Багаряцкого. М.: гос. н.-техн. изд. литературы по черной и цветной металлургии, 1961.
5. Рентгенография. Под ред. А.А. Кацнельсона. МГУ, 1986.
6. Уманский Я.С. Рентгенография металлов. М.: Металлургия, 1967.
7. Китайгородский А.И. Рентгеноструктурный анализ. М.: Гостехиздат, 1950.
8. Гинье А. Рентгенография кристаллов. М.: Физматгиз, 1961.

**Полное содержание лекций в электронной дистанционной части  
учебного курса на сайте [www.nanoobr.ru](http://www.nanoobr.ru)**