Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Новосибирский государственный технический университет»
Кафедра химии и химической технологии

Паспорт практических занятий
по дисциплине «**Методы структурного анализа материалов**», 2 семестр

Модуль № 1 «Классификация дефектов кристаллического строения»
(Практическое занятия № 1)

Методика оценки

В общей оценке по дисциплине баллы за практические занятия учитываются в соответствии с правилами балльно-рейтинговой системы, приведенными в рабочей программе дисциплины.

Модуль 1 практического занятия №1 оценивается от 6 до 12 баллов. Студент отвечает на вопросы в письменном (или устном) виде.

Ответ засчитывается на **пороговом** уровне, если за выполненные задания, оценка составляет от 6-7 баллов;

Ответ засчитывается на **базовом** уровне, если за выполненные задания, оценка составляет от 8-10 баллов;

Ответ засчитывается на **продвинутом** уровне, если выполнены все задания, оценка составляет от 11-12 баллов.

Перечень типовых вопросов для защиты

История и методология (философия науки)

1. Как эволюционировало представление о «несовершенствах» кристаллов в науке? Почему до начала XX века физики (например, в рамках теории упругости сплошной среды) считали кристаллы идеальными, и какие экспериментальные данные (предел текучести, пластичность) заставили научное сообщество признать существование дефектов?
2. Какой вклад внесли Я. И. Френкель, В. Л. Инденбом, Ж. Фридель и Тейлор в создание современной теории дислокаций? Как их теоретические работы изменили методологию исследования прочности материалов?
3. В чем заключается разница между феноменологическим (макроскопическим) подходом к описанию прочности металлов и структурно-аналитическим подходом, который стал возможен только с открытием и классификацией дефектов?
4. Как появление трансмиссионной электронной микроскопии (ТЭМ) в середине XX века изменило методологию классификации дефектов, переведя многие теоретические гипотезы (например, о винтовых дислокациях) в разряд экспериментально доказанных фактов?
5. Как методы квантовой химии и физики твердого тела интегрировались в классическое материаловедение для описания энергии образования точечных дефектов, и почему классического термодинамического описания Гиббса оказалось недостаточно?

Фундаментальные понятия и классификация (практическая деятельность: разница между идеальным и реальным кристаллом)

6. Сформулируйте определение дефекта кристаллического строения как локального нарушения периодичности решетки. Почему именно нарушение *периодичности*, а не просто отсутствие атома, является ключевым признаком дефекта с точки зрения симметрии и физики твердого тела?

7. Предложите иерархическую классификацию дефектов по их размерности (0D, 1D, 2D, 3D). Приведите по два примера для каждого класса, характерных для полимерных композиционных материалов и металлических сплавов.
8. Почему границы зерен (2D-дефекты) в функциональных материалах (например, в пьезокерамике или магнитострикционных сплавах) могут рассматриваться не как недостаток, а как специально сконструированный функциональный элемент, определяющий свойства материала?
9. Какова роль вакансионных пор и трещин (3D-дефектов) в механизме разрушения композитов? Как исторически менялся подход к их оценке — от «брака» до управляемых элементов, поглощающих энергию удара (в концепции вязко-хрупкого перехода)?
10. Как классифицировать межфазную границу в композиционном материале (например, углепластике) — как поверхностный дефект матрицы или как самостоятельный структурный уровень материала? Обоснуйте ответ с точки зрения термодинамики адгезии.

Точечные дефекты и термодинамика (практическая деятельность: энергетическая классификация, уравнение Больцмана)

11. Объясните физический смысл парадокса: почему в термодинамически равновесном кристалле при температурах выше абсолютного нуля всегда присутствуют вакансии? Как это противоречит наивной логике «идеального порядка»?
12. Выведите и объясните физический смысл уравнения Больцмана для концентрации равновесных вакансий: nv = N exp($-\frac{E_f}{k_T}$. Какую фундаментальную ошибку совершит химик-технолог, если при расчете режимов спекания керамики проигнорирует экспоненциальную зависимость концентрации вакансий от температуры?
13. Как энергетическая классификация дефектов (уровни образования E_f и миграции E_m) используется в практической деятельности для управления процессами диффузионной сварки или гомогенизации сплавов?
14. В чем заключается различие между дефектами по Шоттки и по Френкелю? Как их преобладание влияет на функциональную электропроводность твердых электролитов, и как это знание используется в истории разработки аккумуляторов?
15. Почему для достижения равновесной концентрации вакансий (согласно Больцману) требуется время, и как метод закалки позволяет «заморозить» избыточную концентрацию дефектов, характерную для высоких температур, при комнатной температуре?

Линейные дефекты и механика (практическая деятельность: оценка плотности дислокаций)

16. Как исторически был введен вектор Бюргерса и что он характеризует с точки зрения геометрии решетки? Почему именно величина вектора Бюргерса определяет энергию (линейное натяжение) дислокации?
17. Опишите методологию оценки плотности дислокаций (ρ). Какие методы (выявление ямок травления, ПЭМ, рентгеноструктурный анализ) использует магистрант в лаборатории и какова погрешность каждого из них?
18. Как плотность дислокаций (ρ) коррелирует с пределом текучести материала согласно соотношению Тейлора? Каким образом химик-технолог, изменяя режим термомеханической обработки, управляет величиной ρ для достижения заданных прочностных характеристик?
19. Опишите механизм работы источника Франка-Рида. Как этот микроскопический процесс (1D-дефект) объясняет макроскопическую способность металла к пластической деформации, и почему без дислокаций напряжения сдвига должны были бы быть в 1000 раз выше?
20. Приведите пример из вашей магистерской диссертации или будущей профессиональной деятельности. Как классификация конкретного дефекта (например, выделение границ специального типа $\sum 3$ в нанокристаллах) позволяет перейти от

констатации «материал дефектный» к управлению функциональным свойством (например, повышением коррозионной стойкости или проводимости)?

Модуль № 2 «Растровая электронная микроскопия»

(Практическое занятия № 2)

Методика оценки

В общей оценке по дисциплине баллы за практические занятия учитываются в соответствии с правилами балльно-рейтинговой системы, приведенными в рабочей программе дисциплины.

Модуль 2 практического занятия №2 оценивается от 6 до 12 баллов. Студент отвечает на вопросы в письменном (или устном) виде.

Ответ засчитывается на **пороговом** уровне, если за выполненные задания, оценка составляет от 6-7 баллов;

Ответ засчитывается на **базовом** уровне, если за выполненные задания, оценка составляет от 8-10 баллов;

Ответ засчитывается на **продвинутом** уровне, если выполнены все задания, оценка составляет от 11-12 баллов.

Перечень типовых вопросов для защиты

Блок 1. История и методология (Эволюция электронно-зондовых методов)

1. Прослеживая историю развития электронной оптики, в чем заключался фундаментальный методологический переход от идей Эрнста Руски (создателя первого ТЭМ, 1931 г.) к концепции Манфреда фон Арденне (1937 г.) и Владимира Зворыкина (1942 г.), приведшей к созданию именно растровой (сканирующей) микроскопии? Какую научную проблему того времени (анализ поверхностей, а не объемов) решал этот метод?
2. Какую роль сыграла группа Чарлза Отли (Cambridge Scientific Instrument Company) в 1965 году в коммерциализации РЭМ и почему именно их прибор Stereoscan стал стандартом, изменившим методологию исследований в материаловедении и геологии?
3. В чем заключается исторически сложившееся методологическое различие между «аналитической» микроскопией (изучение состава) и «топографической» (изучение рельефа) в рамках одного прибора РЭМ? Как развитие детекторов (Эверхарта-Торнли, твердотельных) позволило объединить эти подходы?
4. Как менялась методология подготовки образцов для РЭМ с 1960-х годов до наших дней? Какое влияние оказало появление режима низкого вакуума (LVSEM) и естественной среды (ESEM) на методологию исследования влажных, диэлектрических и биологических объектов?
5. Как внедрение систем энергодисперсионного анализа (ЭДС/EDS) в колонну РЭМ в 1970-х годах превратило микроскоп из чисто морфологического инструмента в гибридный физико-химический комплекс, и как это изменило рабочий процесс химика-технолога?

Физика взаимодействия (Процессы взаимодействия пучка с веществом)

6. Опишите каскад процессов, происходящих при взаимодействии сфокусированного пучка электронов с поверхностью. Почему для получения информации о рельефе (SE-детектор) и о фазовом составе (BSE-детектор) используются принципиально разные типы излучения, и какова глубина их генерации?
7. Нарисуйте и объясните форму «груши» взаимодействия (interaction volume). Как, зная ускоряющее напряжение и средний атомный номер вещества (Z), магистрант может априорно оценить объем вещества, в котором генерируются рентгеновские сигналы, и почему это критично для локального микроанализа тонких пленок?
8. В чем заключается физическая разница между вторичными электронами (SE, энергия < 50 эВ) и обратноотраженными электронами (BSE, энергия близка к начальной)? Как коэффициент обратного рассеяния (η) зависит от атомного номера, и как это используется в методе фазового контраста?

9. Каковы физические причины зарядки поверхности диэлектриков в РЭМ? Опишите три методологических пути решения этой проблемы: напыление проводящего слоя, использование режима низкого вакуума и применение системы нейтрализации заряда (ионный пистолет).
10. Объясните физическую природу катодолюминесценции. Почему этот сигнал является ключевым при исследовании функциональных материалов (светодиодов, лазерных гетероструктур, сцинтилляторов), и какие исторические ограничения детекторов сдерживали его применение до 1990-х годов?

Устройство микроскопа и оптика (Изучение схемы)

11. Сравните методологические преимущества и недостатки термополевой катод Шоттки (Schottky FEG) по сравнению с полевым катодом (FEI) и вольфрамовым термокатодом. Почему для химика-технолога, работающего с наноструктурами, катод Шоттки является индустриальным стандартом?
12. Какую роль выполняет стигматор в колонне микроскопа? К какому историческому ограничению электронной оптики (сферическая и хроматическая аберрация) приводит использование магнитных линз, и как корректоры (CESCOR) решают эту проблему в современных приборах?
13. Опишите устройство и принцип работы детектора Эверхарта-Торнли (ETD). Почему его геометрия (световод, сцинтиллятор, ФЭУ) позволяет эффективно собирать как SE, так и BSE электроны, и в чем его историческое преимущество перед коллекторными сетками?
14. Нарисуйте упрощенную схему вакуумной системы РЭМ. Почему разделение на камеру образцов и колонну (или наличие дифференциальных насосов) является критически важным методологическим решением для предотвращения загрязнения катода парами масел или воды?
15. Что такое эвцентрический столик (tilt-compensated stage) и почему его использование является обязательным требованием методологии при проведении 3D-реконструкций (slice-and-view) или при работе с EBSD (дифракцией обратноотраженных электронов)?

Практическая деятельность (Настройка и эксплуатация)

16. Вы начинаете анализ нового полимерного композита. Опишите алгоритм выбора ускоряющего напряжения. Почему для визуализации органической матрицы вы снизите напряжение до 1–2 кВ, а для анализа распределения керамического наполнителя по Z-контрасту поднимете его до 20–30 кВ? Как это влияет на разрешение и глубину генерации сигналов?
17. Объясните физическую и геометрическую связь между рабочим расстоянием (WD), током пучка (Probe Current) и глубиной резкости (Depth of Field). Почему для получения максимально резкого изображения крайне рельефного образца (например, излома металла) вы увеличите WD, и как это негативно скажется на пространственном разрешении согласно закону электромагнитной линзы?
18. В процессе работы вы заметили, что изображение стало вытянутым в одну сторону (астигматизм). Какова ваша последовательность практических действий по коррекции астигматизма с помощью стигматора, и на каком типе сигнала (SE или BSE) и при каком увеличении эта процедура наиболее эффективна?
19. При исследовании чувствительного к нагреву полимера вы заметили его термическое разрушение (обугливание) под пучком. Опишите методологию минимизации дозы: как вы измените параметры (WD, напряжение, ток, режим сканирования — например, использование усреднения или низкодозовых режимов), чтобы сохранить информативность, сохранив образец?
20. Представьте, что в рамках вашей работы по функциональным материалам вам необходимо доказать, что наночастицы катализатора размером 5–10 нм равномерно распределены по углеродной матрице. Сформулируйте полный протокол работы на РЭМ:

выбор катода, ускоряющего напряжения, режима детектирования (SE/BSE/STEM-in-SEM), рабочего расстояния и необходимость использования ЭДС-картирования для подтверждения химического состава этих точек.

Модуль № 3 «Трансмиссионная электронная микроскопия»

(Практическое занятия № 3)

Методика оценки

В общей оценке по дисциплине баллы за практические занятия учитываются в соответствии с правилами балльно-рейтинговой системы, приведенными в рабочей программе дисциплины.

Модуль 3 практического занятия №3 оценивается от 4 до 8 баллов. Студент отвечает на вопросы в письменном (или устном) виде.

Ответ засчитывается на **пороговом** уровне, если за выполненные задания, оценка составляет от 4-6 баллов;

Ответ засчитывается на **базовом** уровне, если за выполненные задания, оценка составляет 7 баллов;

Ответ засчитывается на **продвинутом** уровне, если выполнены все задания, оценка составляет 8 баллов.

Перечень типовых вопросов для защиты

История и методология (Эволюция метода)

1. В чем заключался фундаментальный методологический прорыв Макса Кнолля и Эрнста Руски (1931 г.), позволивший преодолеть дифракционный предел светового микроскопа? Почему их идея использования электронных линз, заимствованная из физики СВЧ-радиолокации, стала революционной для материаловедения?
2. Объясните историческую причину разделения электронной микроскопии на просвечивающую (ТЭМ) и растровую (РЭМ). Какую специфическую научную задачу (анализ объемной структуры на наноуровне против анализа топографии поверхности) решал каждый метод в середине XX века, и почему для химика-технолога они являются не конкурирующими, а взаимодополняющими?
3. Как переход от вольфрамовых термокатодов к полевым эмиссионным катодам (FEG) и внедрение корректоров сферической и хроматической аберраций (2000-е годы) изменили методологию исследования функциональных материалов? Какие классы объектов (например, атомы легких элементов или границы доменов) стали доступны для визуализации только после этих инноваций?
4. Как исторически сложившаяся возможность работы ТЭМ в режиме микродифракции (SAED) превратила микроскоп из просто «увеличительного стекла» в «рентгеновский дифрактометр наноуровня»? Как это изменило методологию идентификации фаз в аморфных и нанокристаллических материалах?
5. Как внедрение специализированных in-situ держателей (нагрев, растяжение, жидкостные ячейки) в конце XX века изменило парадигму исследования композитов – от изучения «мертвых» статичных срезов к наблюдению динамических процессов в реальном времени?

Физика и оптика (Схема, вакуум, разрешающая способность)

6. Опишите оптическую схему ТЭМ, сравнивая ее с оптикой фотообъектива. Какую функцию выполняют конденсорная, объективная и проекционная линзы, и почему именно апертура объективной линзы является критическим параметром, определяющим баланс между разрешающей способностью и контрастом изображения?

7. Объясните физическую причину необходимости высокого вакуума (порядка 10^{-5} – 10^{-7} Па) в колонне ТЭМ. Как длина свободного пробега электронов соотносится с давлением остаточных газов, и к каким двум типам катастрофических последствий для прибора (деградация катода и загрязнение образца) приведет нарушение вакуума?
8. Запишите формулу де Бройля для длины волны электрона и объясните, почему в ТЭМ практическое разрешение (около 0,05–0,1 нм) всегда хуже теоретического предела, заданного длиной волны (менее 0,001 нм при 300 кВ). Какие аберрации линз выступают лимитирующим фактором?
9. Как выбор ускоряющего напряжения (80, 200 или 300 кВ) влияет на методологию исследования? Почему для анализа биологических объектов или тонких полимеров используют низкое напряжение (для снижения разрушения), а для изучения дислокаций в толстых керамических срезах — высокое (для увеличения проникающей способности)?
10. В чем заключается физическая разница между амплитудным (массовым) контрастом и фазовым контрастом? Почему для визуализации решетки кристалла (атомных плоскостей) используется именно фазовый контраст, и как настройка дефокусировки влияет на интерпретацию изображения?

Пробоподготовка (Специфика химика-технолога)

11. Опишите методологию получения ультратонких срезов (30–50 нм) на ультрамиотоме. Почему для композитов с жестким керамическим наполнителем (например, карбидом кремния) стандартный стеклянный нож заменяется на алмазный, и как «выбеливание» (knife marks) срезов свидетельствует о нарушении технологии резки?
12. Почему для биологических и полимерных объектов двухэтапная фиксация (глутаральдегид + четырехокись осмия) является не просто желательной, а критически важной с точки зрения химии сшивки белков и стабилизации липидных мембран? Что произойдет с морфологией образца, если пропустить этап фиксации осмием?
13. В чем заключается методологическое преимущество эпоксидных смол (например, Аралдита или Эпон-812) перед акриловыми при исследовании жестких конструкционных композитов? Как неполная полимеризация смолы влияет на артефакты при резке и радиационную стойкость образца под пучком?
14. Объясните химический принцип «окрашивания» (контрастирования) солями тяжелых металлов (уранилацетат, цитрат свинца). Почему это не является окрашиванием в классическом оптическом смысле, и как именно тяжелые металлы (высокий Z) позволяют визуализировать структуры, состоящие из легких элементов (C, N, O)?
15. Какова роль фокусированного ионного пучка (FIB) в современной методологии подготовки функциональных материалов? Почему для исследования многослойных покрытий или микросхем стандартная механическая полировка заменяется на прецизионную ионную резку «креста» (lift-out)?

Практическая деятельность (Измерения и анализ)

16. Опишите процедуру калибровки масштабной линейки ТЭМ с помощью тестовой решетки (grating replica). Какую систематическую ошибку в измерении толщины мембран или расстояний между частицами допустит магистрант, если проигнорирует дрейф столика или изменение увеличения при переходе в режим микродифракции?
17. Предложите методику измерения толщины биологической или полимерной мембраны на цифровом микрофотографировании. Как использование эффекта размытия (defocus) влияет на кажущуюся толщину мембраны и почему для точных измерений необходимо использовать режим точной фокусировки по краям объекта?
18. При анализе наночастиц катализатора вы обнаружили эффект проекции (различие видимого размера в зависимости от положения частицы в срезе). Какую методологическую поправку (формула Салтыкова или метод центральных сечений) вы примените для расчета истинного распределения частиц по размерам (Particle Size Distribution)?

19. Как по характеру картины электронной дифракции (SAED) — точечные рефлексы, дебаевские кольца или диффузные гало — магистрант может мгновенно определить структурное состояние исследуемого участка (монокристалл, поликристаллический агрегат или аморфная фаза)?
20. В рамках вашей работы по композиционному материалу (например, эпоксидная матрица с углеродными нанотрубками) вам необходимо доказать наличие сильного межфазного взаимодействия. Сформулируйте полный аналитический протокол ТЭМ: какие режимы (светлое/темное поле, ПЭМ-изображение, STEM-детекторы, ЭДС-линейное сканирование) и какие именно измерения (толщина граничных слоев, расстояние между наполнителем и матрицей, химический профиль) вы проведете для подтверждения своей гипотезы?

Модуль № 4 «Рентгенофазовый анализ»

(Практическое занятия № 4)

Методика оценки

В общей оценке по дисциплине баллы за практические занятия учитываются в соответствии с правилами балльно-рейтинговой системы, приведенными в рабочей программе дисциплины.

Модуль 4 практического занятия №5 оценивается от 6 до 12 баллов. Студент отвечает на вопросы в письменном (или устном) виде.

Ответ засчитывается на **пороговом** уровне, если за выполненные задания, оценка составляет от 6-7 баллов;

Ответ засчитывается на **базовом** уровне, если за выполненные задания, оценка составляет от 8-10 баллов;

Ответ засчитывается на **продвинутом** уровне, если выполнены все задания, оценка составляет от 11-12 баллов.

Перечень типовых вопросов для защиты

История и методология (Эволюция метода)

1. В чем заключалось фундаментальное методологическое значение работ Макса фон Лауэ (1912 г.) и Уильяма Генри Брэгга с сыном (1913 г.)? Как открытие дифракции рентгеновских лучей на кристаллах перевело изучение структуры вещества из области гипотез (модель «шара-пружины») в область точной математической физики?
2. Как внедрение рентгенофазового анализа (РФА) в 1920–1930-х годах изменило методологию металлургии и химии твердого тела? Приведите пример исторической ошибки в определении структуры (например, графит/алмаз или различные модификации оксида алюминия), которую смог исправить только РФА.
3. Как переход от фотографических методов регистрации (дебаевские кольца на пленке) к счетчикам Гейгера, пропорциональным счетчикам и современным твердотельным детекторам (позиционно-чувствительным, CCD) изменил чувствительность, скорость и точность количественного фазового анализа?
4. Какую роль сыграло создание базы данных PDF (Powder Diffraction File) Международного центра дифракционных данных (ICDD) в 1970-х годах? Почему без эталонных картотек метод РФА остался бы лишь способом определения параметров решетки, но не фазового состава?
5. Как появление источников синхротронного излучения в конце XX века изменило методологию исследования функциональных материалов? Какие задачи (анализ наноразмерных количеств вещества, изучение быстропротекающих процессов *in-situ*) стали доступны благодаря высокой яркости и настраиваемой длине волны синхротрона?

Физика и математика (Основы метода)

6. Выведите и объясните физический смысл уравнения Вульфа — Брэгга: $2d \sin\theta = n\lambda$. Почему для фазового анализа чаще используют излучение с короткой длиной волны

(например, CuKα = 0,154 нм), и какие ограничения накладывает это уравнение на геометрию съемки (минимальный и максимальный углы 2θ)?

7. Как химик-технолог может использовать данные РФА для расчета теоретической (рентгеновской) плотности материала? Почему расхождение между экспериментальной (пикнометрической) и рентгеновской плотностью является прямым индикатором наличия макродефектов (пор, трещин) или вакансионного разупорядочения?

8. Объясните, почему каждый рефлекс на дифрактограмме соответствует не отдельному атому, а системе параллельных кристаллографических плоскостей (hkl). Как индексы Миллера связаны с положением пика на шкале 2θ?

9. От каких структурных факторов зависит интенсивность пика на дифрактограмме (фактор атомного рассеяния, повторяемость плоскостей, температурный фактор)? Почему в соединении с тяжелыми атомами рефлексы от плоскостей с участием тяжелых элементов будут доминировать, «забивая» сигналы от легких?

10. Объясните физическую природу уширения дифракционных максимумов. Как с помощью уравнения Шеррера ($D = \frac{K\lambda}{\beta cos\theta}$) магистрант рассчитывает размер областей когерентного рассеяния (ОКР) — нанокристаллитов, и почему этот размер почти всегда меньше размера зерна, видимого в оптический микроскоп?

Практическая деятельность (Съемка и пробоподготовка)

11. При анализе стали, содержащей железо, возникает эффект «флуоресценции» (интенсивный фон на дифрактограмме). В чем причина этого явления и какое методологическое решение (смена анода трубки с Cu на Co или использование вторичного графитового монохроматора) должен применить инженер для устранения фона?

12. Сравните методологию подготовки порошкового образца (заполнение кюветы, набивание) и текстурованного образца (прессование таблетки, нанесение на кремниевую подложку). Как наличие «предпочтительной ориентации» (текстуры) кристаллитов искажает относительные интенсивности пиков и почему это делает невозможным корректный полуколичественный анализ?

13. Для точного определения параметров решетки используется метод внутреннего стандарта (добавление кремния или корунда). Как именно строится график «смещения» ($2\theta_{станд} - 2\theta_{обр}$), и какую систематическую ошибку (ошибку нуля, эксцентриситета образца) позволяет исключить эта процедура?

14. В чем заключается принципиальное методологическое отличие РФА (качественный/количественный фазовый анализ) от рентгеноструктурного анализа (уточнение структуры по профилю)? Почему для определения координат атомов в новой функциональной керамике недостаточно просто сопоставить пики с базой данных?

15. Опишите методологию проведения высокотемпературного РФА (*in-situ*). Какую специфику вносит нагрев в дифрактограмму (сдвиг пиков, уширение, изменение фазового состава) и как это используется для изучения процессов спекания или окисления катализаторов?

Анализ данных и работа с базами (Практическая деятельность)

16. Опишите ваш алгоритм действий при анализе неизвестного порошка. Как вы используете базу данных PDF (ICDD) для фильтрации карточек по химическому составу, параметрам ячейки и пространственной группе, чтобы однозначно идентифицировать фазы в сложном композите?

17. Каким образом, не проводя полной полнопрофильной подгонки (Rietveld refinement), вы можете оценить примерное содержание фаз в двухфазном материале, используя метод отношения интенсивностей главных пиков (метод Чанга) или метод внутреннего стандарта? Каковы ограничения точности этого метода?

18. На дифрактограмме вашего стеклообразного функционального материала присутствует широкий «горб» (гало) вместо четких пиков. Как вы объясните это с точки зрения отсутствия трансляционного порядка и как метод аморфного стандарта (внутреннего или внешнего) позволит вам рассчитать массовую долю аморфной фазы?

19. Вы обнаружили небольшое смещение всех пиков фазы-основы в сторону меньших углов 2θ. Как вы определите: является ли это следствием наличия микронапряжений или результатом образования твердого раствора замещения (внедрения более крупных атомов в решетку)?
20. Вы синтезировали новый катодный материал для литий-ионных батарей. По данным РФА вы получили примесь (около 3–5%) исходного прекурсора. Опишите ваш протокол подтверждения: как вы используете полнопрофильный анализ (метод Ритвельда) для уточнения коэффициента заполнения позиций литием, как рассчитаете параметры решетки с точностью до 4-го знака и как докажете, что примесь не является артефактом съемки (например, грязью в держателе)?

Модуль № 5 «Дифракция рентгеновских лучей в кристаллах»

(Практическое занятия № 5)

Перечень типовых вопросов для защиты

В общей оценке по дисциплине баллы за практические занятия учитываются в соответствии с правилами балльно-рейтинговой системы, приведенными в рабочей программе дисциплины.

Модуль 1 практического занятия №1 оценивается от 5 до 10 баллов. Студент отвечает на вопросы в письменном (или устном) виде.

Ответ засчитывается на **пороговом** уровне, если за выполненные задания, оценка составляет от 5-6 баллов;

Ответ засчитывается на **базовом** уровне, если за выполненные задания, оценка составляет от 7-8 баллов;

Ответ засчитывается на **продвинутом** уровне, если выполнены все задания, оценка составляет от 9-10 баллов.

Перечень типовых вопросов для защиты

История и методология (Эволюция представлений)

1. В чем заключался фундаментальный методологический спор между сторонниками динамической теории рассеяния (Дарвин, Эвальд) и кинематической теории (лауээровская интерпретация) в начале XX века? Почему для химика-технолога, анализирующего поликристаллические порошки, кинематическое приближение (упругое однократное рассеяние) является достаточным, а для монокристаллов полупроводников необходимо учитывать динамические эффекты?
2. Как историческое развитие теории групп и открытие 230 пространственных групп (Фёдоров, Шёнфлис, Барлоу, 1890–1891 гг.) опередило экспериментальное открытие дифракции рентгеновских лучей (1912 г.)? Как это математическое предвидение позволило Максу Лауэ и Брэггам мгновенно интерпретировать дифракционные пятна как проекцию симметрии кристалла?
3. Как переход от анализа «геометрии» дифракции (положения пиков по Брэггу) к анализу «интенсивности» (вычислению структурных факторов) в 1920-х годах (Паттерсон, Дебай) изменил парадигму материаловедения? Почему именно интенсивность, а не положение рефлекса, несет информацию о химическом составе и расположении атомов?
4. Объясните методологическую революцию, связанную с работами Бертрама Хопкинса и Изидора Френкеля (1930-е гг.), которые связали дифракционную картину с электронной плотностью через преобразование Фурье. Почему кристалл в этом контексте рассматривается как трехмерная интерференционная решетка?
5. Как появление алгоритма быстрого преобразования Фурье (БПФ) и рост мощностей ЭВМ в 1960–1970-х годах позволили автоматизировать метод Ритвельда и

прямые методы решения структур? Как это изменило повседневную работу химика-синтетика, сократив время расшифровки новой фазы с месяцев до дней?

Физика и математика (Принципы дифракции)

6. Выведите условие дифракции в векторной форме (уравнения Лауэ) из условия Вульфа – Брэгга. Почему векторная форма записи ($\vec{k} - (\vec{k}_0) = \vec{G}$) является более фундаментальной для понимания обратной решетки, чем скалярная формула Брэгга?
7. Дайте строгое определение вектора обратной решетки $\vec{G}$ через основные трансляции кристаллической решетки. Докажите, что условие дифракции эквивалентно тому, что конец вектора рассеяния $\overline{q}$ должен попасть в узел обратной решетки.
8. Запишите формулу структурного фактора F_{hkl} и объясните физический смысл каждого множителя (атомный фактор рассеяния f_j, координаты x_j, y_j, z_j, фаза). Почему, зная только геометрию дифракционной картины (индексы hkl), мы не можем однозначно восстановить структуру, и возникает «проблема фаз» (phase problem)?
9. Как элементы симметрии (плоскости скольжения, винтовые оси) влияют на структуру дифракционной картины? Объясните явление «систематических погасаний» (extinctions). Как магистрант может использовать отсутствие определенных рефлексов (например, для h + k = 2n +1 в решетке типа ОЦК) для определения пространственной группы симметрии *до* уточнения структуры?
10. Как тепловое движение атомов влияет на интенсивность дифракционных максимумов? Объясните физический смысл экспоненциального множителя (-2W) и почему при высоких температурах дифракционная картина «схлопывается» (интенсивность переходит в диффузное рассеяние).

Практическая деятельность (Расчет и интерпретация)

11. Вам дана пространственная группа $Pm\overline{3}m$ (простая кубическая) и базис из одного атома в позиции (0,0,0). Рассчитайте, какие рефлексы (hkl) будут иметь нулевую интенсивность из-за симметрии, и объясните, почему реальная кристаллическая структура (например, Cu с ГЦК решеткой) дает погасания для непарных индексов.
12. Как определяется кратность (мультиплетность) отражения для заданной кристаллической системы (кубической, гексагональной)? Почему на дифрактограмме порошка пик от плоскостей {111} всегда интенсивнее и уже, чем пик от плоскостей {100} при одинаковом структурном факторе?
13. Если вам известны модули структурных амплитуд $|F_{hkl}|$ для всех рефлексов, как вы вычислите распределение электронной плотности p (x, y, z) в элементарной ячейке? Почему без знания фаз ϕ_{hkl} построение карты электронной плотности невозможно?
14. Как наличие планарных дефектов (двойникование, дефекты упаковки) или микронапряжений искажает дифракционную картину? Чем отличается уширение пика из-за малого размера ОКР (уравнение Шеррера) от уширения из-за микронапряжений (уравнение Вильямсона — Холла) при расчете картины?
15. Объясните, почему дифракционная картина определяется не только типом решетки (Браве), но и базисом (распределением атомов внутри ячейки). Как изменится дифрактограмма при переходе от структуры типа алмаза к структуре типа цинковой обманки (обе — ГЦК решетка), если рассматривать их как функциональные материалы?

Связь картины со структурой и функциональные материалы

16. Для функциональных материалов (высокотемпературные сверхпроводники, графен, слоистые перовскиты) характерно сильное преимущественное ориентирование (текстурирование). Как это отразится на двумерной дифракционной картине (дебаевском кольце), и как метод «скользящего пучка» (GIXRD) помогает рассчитать параметры именно такой структуры?
17. Вы синтезировали твердый раствор замещения $Al_{1-x}Ga_x^{As}$. Как по смещению положений дифракционных пиков вы рассчитаете параметр x (концентрацию), используя закон Вегарда? Какие допущения о релаксации решетки при этом делает химик-технолог?

18. В чем заключается принципиальное отличие магнитного рассеяния нейтронов от рентгеновского рассеяния? Почему для исследования функциональных магнитных материалов (ферромагнетиков, мультиферроиков) данных РФА недостаточно и требуется магнитная нейтронография?
19. Как дифракционная картина нанокристаллического порошка (размер < 10 нм) отличается от картины массивного кристалла? Почему для функциональных наноматериалов расчет параметров ячейки по положению пиков дает систематическую ошибку, и как ее корректируют с учетом формы пика (например, функцией Пьюта — Томпсона)?
20. Вы получили новый сегнетоэлектрический перовскит. Дифрактограмма показывает расщепление сверхструктурных рефлексов при комнатной температуре. Опишите ваш алгоритм расчета: как вы свяжете это расщепление с понижением симметрии (фазовый переход), как рассчитаете величину деформации ячейки и как докажете, что это не артефакт двойникования кристалла, а истинное изменение пространственной группы, определяющее функционал материала?