

Röntgenstruktuuranalüüs II

X-ray structure analysis II

Kood: LOFY.02.021

Kogumaht: 2 AP

Õppejõud: Hugo Mändar, Tartu Ülikooli Füüsika Instituudi vanemteadur

Eesmärk:

Omandada baastadmised röntgenstruktuuranalüüsi eritehnikatest, mis on vajalikud polükristalliliste ainete kvantitatiivse faasianalüüsi, struktuuriparameetrite määramise ning täpsustamise, termoröntgenograafiliste analüüside, röntgenpeegelduse ja röntgenhajumise uuringute läbiviimiseks.

The main aim of the course is to learn the special technics of X-ray structure analysis that is required for quantitative phase analysis, structure refinement, investigation of phase changes by thermal X-ray diffraction analysis, surface analysis of thin films by X-ray reflection (XRR) and nano-particle analysis by X-ray diffraction and scattering (SAXS).

Annotatsioon:

Kursus õpetab kristalliliste ainte struktuuride määramist kasutades röntgendifraktsiooni meetodit, mudelite koostamist struktuuriparameetrite täpsustamiseks ja arvutuste läbiviimist kasutades difraktsioonireflekside lähendamist ja Rietveldi meetodit arvutiprogrammide AXES, FULLPROF abil. Õpetatakse faasiüleminekute ja soojuspaisumistegurite määramist kasutades termoröntgenograafilist analüüsi. Tutvutakse röntgepeegelduse meetodiga siledade pindade ja õhukeste kilede tiheduse, kareduse ja paksuse määramiseks. Õpitakse nanosakeste suuruse ja kuju määramist kasutades nii difraktsioonijooni kuju analüüsi polükristallilistel ainetel kui ka röntgenhajumise meetodit mittekristallilistel (amorfsete, kolloidsete või polümeeride) ainetel.

The course teaches the methods of X-ray crystal structure determination whereas the main attention is paid on the using of diffraction pattern fitting Rietveld analysis methods (based on computer programs AXES and FULLPROF). Students learn preparation of samples and performing experiments of thermal X-ray diffraction analysis for investigation of phase transitions and determination of thermal expansion coefficients. The principles and experimental realizations of X-ray reflection analysis for characterization of thin films and surfaces in terms of surface density, roughness and film thickness are presented. The methods of diffraction peak shape analysis and small angle X-ray scattering for determination of nanoparticle shape, mean size, size distribution, and lattice deformation for crystalline but also noncrystalline (amorphous materials, colloids, polymers) materials are taught.

Suunatud: valikaine

Keel: eesti keel

Õppeastmed: bakalaureuseõpe, magistriõpe, doktoriõpe; füüsikaosakonna materjaliteaduse materjalide füüsika erialaüliõpilastele, füüsikaosakonna rakendus- ja fundamentaalfüüsika eriala üliõpilastele

Mitu korda antakse ainepunkte (osade arv): 1

Kestus semestrites: 1

Õppetöö aeg: kevadsemester

Õppetöö algusnädal: 24.

Auditoorse töö tunde kokku: 30 (15 nädalat x 2 tundi)

Loengutunde: 14

Praktilise töö ja konsultatsiooni tunde: 16

Harjutuste, kontrolltöö ja seminaritöö tunde: 2

Iseseisva töö tunde: 30

Praktilise töö aruandeid: üks koondaruanne kõigi tööde kohta.

Kontrolltöid: 1

Eksameid: 1

Lõplik kontrolli vorm: eksam

Eeldusained: kohustuslik: LOFY.02.020

Veebiaadress: õppeinfosüsteem

Veebipõhine: ei

Õppevorm: statsionaar

Osalejate piirarv: rühmas – minimaalne 5, maksimaalne 18 üliõpilast

Eksamihinde kujunemine: 25% kontrolltöö hindest, 50% praktiliste tööde koondaruande vastamise hindest ja 25% auditoorse töö osavõtust. Eksamile pääseb see, kes on osalenud kontrolltööl ja osalenud vähemalt 60%-l kordadest ja esitab praktiliste tööde aruande. Praktiliste tööde koondaruande esitab üliõpilane kirjalikult ja vastab suuliselt eksamil. Kontrolltöö koosneb kümnest küsimusest kursuse teoreetilise osa põhiküsimuste kohta. Vastamist hinnatakse 10 punkti skaalas.

Võlgnevuste likvideerimise võimalused: Praktilisi töid on võimalik antud semestri jooksul järele teha iseseisvalt, saades selleks õppejõult eelkonsultatsiooni. Kontrolltööd on võimalik antud semestri jooksul järele teha üks kord kursuse viimsel nädalal. Uuesti registreerumist järgmisel aastal on vajalik sellisel juhul, kui kontrolltöö on jäänud tegemata ja 40% loengutest on puudunud või kui praktilistest töödest on 40% tegemata.

Programm:

1. Difraktsioonireflekside parameetrite määramine kasutades analüütiliste funktsioonidega lähendamist (programm AXESI).
2. Kristallstruktuuri määramise ja täpsustamise meetodid: Rietveld meetod. Andmebaas ICSD ja selle kasutamine ainete struktuuri analüüsil. Lähteandmefailide koostamine struktuuri täpsustamiseks. Programmi FULLPROF kasutamine Rietveldi analüüsis. Struktuurimudeli kvaliteedi hindamise kriteeriumid. Tulemuste esitamise ja kontrolli põhimõtted.
3. Kvantitatiivse analüüsi meetodid: sisemise etaloni meetod, neeldumise ja difraktsiooni meetod, Chungi meetodid, Rietveldi meetod (FULLPROF).
4. Elektrontiheduse jaotusfunktsioon. Fourier analüüs ja süntees, struktuurfaktori amplituud ja faas.

Pattersoni funktsioon. Fourier ja Pattersoni ridade kasutamine struktuuranalüüsis. Programm GFOUR ja selle kasutamine struktuurianalüüsis. Faasiprobleem ja selle lahendamise meetodid.

5. Termoröntgenograafiline analüüs ja selle kasutamine faasiüleminekute ning soojuspaisumistegurite määramisel.
6. Röntgenpeegelduse (XRR) kasutamine pindade analüüsil (AXES).
7. Difraktsioonijoone kuju analüüs polükristalliliste ainete nanostruktuuri uurimisel (AXES_E).
8. Röntgenhajumise meetodi (SAXS) kasutamine polümeeride ja kolloidsete ainete nanostruktuuri uurimisel (GNOM, DAMMIN).

Ajakava:

Nädal	Loeng, tunde	Praktikum, tunde	Harjutus/Seminar/ Kontrolltöö, tunde	toimumiskoht
1	2	0	0	arvutiklass, A204
2	2	0	0	arvutiklass, A204
3	2	0	0	arvutiklass, A204
4	2	0	0	arvutiklass, A204
5	2	0	0	arvutiklass, A204
6	2	0	0	arvutiklass, A204
7	2	0	0	arvutiklass, A204
8	0	2	0	labor, C218
9	0	1	1	arvutiklass, A204
10	0	2	0	labor, C218
11	0	2	0	arvutiklass, A204
12	0	2	0	labor, C218
13	0	2	0	arvutiklass, A204
14	0	2	0	labor, C218
15	0	1	1	arvutiklass, A204
16	0	0	2	arvutiklass, A204
Kokku	14	14	4	32

Õppekirjandus

Põhiline

1. Haav, A. Röntgenipraktikumi juhend. Tartu, 1981. 79 lk.
2. Mändar, H. Röntgendifraktsiooni kursus. Difraktogrammide saamine, töötlemine ja analüüs. Tartu 1996, 54 lk.; Tartu 1999, 76 lk.
3. Mändar, H. Röntgendifraktsiooni kursus. Põhimõisteid kristallvõredest ja difraktsiooniteooriast. Tartu 1999, II täiendatud ja parandatud trükk, 54 lk.
4. Tamm, J., Valitud peatükke kristalokeemiast. Tartu, 1977, 90 lk.
5. Giacovazzo, C. Fundamentals of Crystallography. Oxford University Press, 1994. 654 pp.
6. International Tables for X-Ray Crystallography, Vol.1,2,3,4. England, 1969.
7. International Tables for X-Ray Crystallography, Vol. C. 1999.

Täiendav

8. Mf. Ladd, R. A. Palmer. Structure determination by x-ray crystallography, 4rd ed., 2003, 864 pp.
9. G.H.Stout, L.H.Jensen. X-ray Structure Determination. A Practical Guide. John Wiley & Sons. New York, 1989.
10. Jens Als-Nielsen, Des McMorrow. Elements of Modern X-ray Physics. John Wiley & Sons, 2001, 336 pp.
11. R. Allmann. Röntgen-pulverdifraktometrie, 1994, 228 S. Sven von Loga Verlag.
12. A. Guinier. X-Ray Diffraction : In Crystals, Imperfect Crystals, and Amorphous Bodies. Dover Pubs, 1994.
13. Selected Powder Diffraction Data for Education and Training. Search Manual and Data Cards. JCPDS, ICDD, USA, Pennsylvania, 1988. Use of the Powder Diffraction File. An Educational Resource Package. JCPDS, ICDD, USA, Pennsylvania, 1986.
14. Woolfson, M.M. An Introduction to X-Ray Crystallography, 2nd ed. Cambridge University Press, 1997. 402 pp.
15. Eric J. Mittemeijer, Diffraction Analysis of the Microstructure of Materials. Springer, 2004, 550 pp.
16. Young, R.A. The Rietveld Method. IUCr monographs on crystallography. Oxford University Press, 1995, 308 pp.
17. Catlow, C.R.A. Computer Modelling in Inorganic Crystallography. Academic Press,

1997, 340 pp.

18. Cullity, B. D. Elements of X-ray diffraction. Addison-Wesley Publ.Comp.Inc., 1978, 560 pp.
19. SAXS: O.Glatter, O.Kratky. Small Angle X-ray Scattering. Academic Press 1982. 515 pp.
http://physchem.kfunigraz.ac.at/sm/Service%5CGlatter_Kratky_SAXS_1982.zip (seisuga 2017)
20. Termoröntgenograafiline analüüs: S.K.Filatov. High Temperature Crystal Chemistry. Theory, methods and results of analysis. Leningrad, Nedra, 1990, 298 pp. (vene keeles, TÜ Peeraamatukogus)

Makromolekulide struktuurianalüüs

21. Drenth, J. Principles of Protein X-ray Crystallography. New York: Springer Verlag, 1994, 305 pp.
22. Glusker, J.P., Lewis, M., Rossi, M. Crystal Structure Analysis for Chemists and Biologists. New York: VCH Publishers, Inc. 1994, 854 pp.
23. McRee, Duncan E. Practical Protein Crystallography. San Diego, New York, Academic Press, Inc., 1993, 386 pp.
24. Rhodes, G. Crystallography made crystals clear. A guide for users of macromolecular models. San Diego: Academic Press, 1993, 202 pp.