

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет
им. Н.И. Лобачевского»**

Химический факультет

УТВЕРЖДЕНО
решением Ученого совета ННГУ
протокол № 6 от 31.05.2023 г.

Рабочая программа дисциплины

Основы рентгеноструктурного анализа

Уровень высшего образования
Магистратура

Направление подготовки / специальность
04.04.01 - Химия

Направленность образовательной программы
Нефтехимия

Форма обучения
очная, очно-заочная

г. Нижний Новгород

2023 год начала подготовки

1. Место дисциплины в структуре ОПОП

Дисциплина ФТД.02 Основы рентгеноструктурного анализа является факультативом в образовательной программе.

2. Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы (компетенциями и индикаторами достижения компетенций)

| Формируемые компетенции (код, содержание компетенции) | Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), в соответствии с индикатором достижения компетенции | | Наименование оценочного средства | |
|---|--|---|------------------------------------|-------------------------------|
| | Индикатор достижения компетенции (код, содержание индикатора) | Результаты обучения по дисциплине | Для текущего контроля успеваемости | Для промежуточной аттестации |
| ОПК-2: Способен анализировать, интерпретировать и обобщать результаты экспериментальных и расчетно-теоретических работ в избранной области химии или смежных наук | ОПК-2.1: Проводит критический анализ результатов собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ, корректно интерпретирует их ОПК-2.2: Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-теоретических работ в избранной области химии или смежных наук | ОПК-2.1: Владеть навыками интерпретации результатов экспериментов с использованием теоретических основ химии Уметь анализировать результаты химических экспериментов Знать теоретические основы традиционных и новых разделов химии ОПК-2.2: Владеть навыками формулирования выводов по результатам анализа Уметь делать заключения по результатам анализа литературных данных рентгеноструктурного анализа Знать основные элементы экспериментальных данных рентгеноструктурного анализа для формулирования выводов по работе | Собеседование | Зачёт: Контрольные вопросы |

| | | | | |
|--|---|---|----------------------|---------------------------------------|
| <p>ОПК-3: Способен использовать вычислительные методы и адаптировать существующие программные продукты для решения задач профессиональной деятельности</p> | <p>ОПК-3.1: Использует современные IT-технологии при сборе, анализе и представлении информации химического профиля</p> <p>ОПК-3.2: Использует стандартные и оригинальные программные продукты, при необходимости адаптируя их для решения задач профессиональной деятельности</p> | <p>ОПК-3.1:</p> <p>Владеть расчетно-теоретическими методами для изучения свойств веществ</p> <p>Уметь индцировать простые порошковые дифрактограммы, определять параметры элементарной ячейки кубических кристаллов по порошковым дифрактограммам, определить пространственную симметрию кристалла по данным PCA</p> <p>Знать как применить теоретические и полуэмпирические модели при решении задач химической направленности</p> <p>ОПК-3.2:</p> <p>Владеть навыками работы с программным обеспечением современных автоматических дифрактометров, поиском данных в базах порошковой дифракции PDF, поиском информации в базах данных органических и неорганических монокристаллов CCDC и ICSD.</p> <p>Уметь интерпретировать, опубликованные результаты порошковой дифракции и данные монокристалльных исследований PCA, проводить оценку степени достоверности данных порошковой дифракции и данные монокристалльных исследований, полученных из разных источников.</p> <p>Знать методы верификации рентгенодифракционных структурных данных, принципы работы баз данных порошковой дифракции, принципы работы баз данных монокристалльных данных</p> | <p>Собеседование</p> | <p>Зачёт: Контрольные вопросы</p> |
|--|---|---|----------------------|---------------------------------------|

| | | | | |
|--|--|------|--|--|
| | | РСА. | | |
|--|--|------|--|--|

3. Структура и содержание дисциплины

3.1 Трудоемкость дисциплины

| | очная | очно-заочная |
|--|-------------------|-------------------|
| Общая трудоемкость, з.е. | 2 | 2 |
| Часов по учебному плану | 72 | 72 |
| в том числе | | |
| аудиторные занятия (контактная работа): | | |
| - занятия лекционного типа | 32 | 32 |
| - занятия семинарского типа (практические занятия / лабораторные работы) | 0 | 0 |
| - КСР | 1 | 1 |
| самостоятельная работа | 39 | 39 |
| Промежуточная аттестация | 0 зачёт | 0 зачёт |

3.2. Содержание дисциплины

(структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и виды учебных занятий)

| Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины | Всего (часы) | | в том числе | | | | | | | |
|---|--------------|------------------|--|------------------|--|------------------|-------------|------------------|---|------------------|
| | | | Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем), часы из них | | | | | | Самостоятельная работа обучающегося, часы | |
| | | | Занятия лекционного типа | | Занятия семинарского типа (практические занятия/лабораторные работы), часы | | Всего | | | |
| | о ф о | о з ф о | о ф о | о з ф о | о ф о | о з ф о | о ф о | о з ф о | о ф о | о з ф о |
| Общая схема рентгеноструктурного анализа | 7 | 7 | 3 | 3 | | | 3 | 3 | 4 | 4 |
| Подготовка образцов для рентгеноструктурного анализа | 6 | 6 | 3 | 3 | | | 3 | 3 | 3 | 3 |
| Современные методы определения симметрии и параметров элементарных ячеек монокристаллов | 7 | 7 | 3 | 3 | | | 3 | 3 | 4 | 4 |
| Методы решения атомных структур кристаллов | 7 | 7 | 3 | 3 | | | 3 | 3 | 4 | 4 |
| Методы уточнения атомных структур кристаллов | 8 | 8 | 4 | 4 | | | 4 | 4 | 4 | 4 |

| | | | | | | | | | | |
|---|----|----|----|----|---|---|----|----|----|----|
| Программное обеспечение применяемое в современном рентгеноструктурном анализе | 7 | 7 | 3 | 3 | | | 3 | 3 | 4 | 4 |
| Примеры решения атомных структур кристаллов | 8 | 8 | 4 | 4 | | | 4 | 4 | 4 | 4 |
| Учет поглощения при обработке дифракционных данных | 7 | 7 | 3 | 3 | | | 3 | 3 | 4 | 4 |
| Методы верификация полученной модели атомной структуры кристалла | 8 | 8 | 4 | 4 | | | 4 | 4 | 4 | 4 |
| Правила подготовки результатов рентгеноструктурного анализа к публикации и регистрации в электронных базах данных | 6 | 6 | 2 | 2 | | | 2 | 2 | 4 | 4 |
| Аттестация | 0 | 0 | | | | | | | | |
| КСР | 1 | 1 | | | | | 1 | 1 | | |
| Итого | 72 | 72 | 32 | 32 | 0 | 0 | 33 | 33 | 39 | 39 |

4. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся

Для обеспечения самостоятельной работы обучающихся используются:

- электронный курс "." (.).

5. Фонд оценочных средств для текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации по дисциплине (модулю)

5.1 Типовые задания, необходимые для оценки результатов обучения при проведении текущего контроля успеваемости с указанием критериев их оценивания:

5.1.1 Типовые задания (оценочное средство - Собеседование) для оценки сформированности компетенции ОПК-2

1. Выполнить количественный фазовый анализ предложенной порошковой дифрактограммы.
2. Вывести формулы структурной амплитуды для указанной преподавателем группы пространственной симметрии кристалла.

5.1.2 Типовые задания (оценочное средство - Собеседование) для оценки сформированности компетенции ОПК-3

1. Определить дифракционную симметрию кристалла с указанной преподавателем группой пространственной симметрии кристалла.
2. Дефекты в кристаллах и их влияние на дифракционную картину.

Критерии оценивания (оценочное средство - Собеседование)

| Оценка | Критерии оценивания |
|------------|--|
| зачтено | Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «удовлетворительно» |
| не зачтено | Хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «неудовлетворительно» |

5.2. Описание шкал оценивания результатов обучения по дисциплине при промежуточной аттестации

Шкала оценивания сформированности компетенций

| Уровень сформированности компетенций (индикатора достижения компетенций) | плохо | неудовлетворительно | удовлетворительно | хорошо | очень хорошо | отлично | превосходно |
|--|---|--|--|---|--|---|--|
| | не зачтено | | зачтено | | | | |
| <u>Знания</u> | Отсутствие знаний теоретического материала. Невозможность оценить полноту знаний вследствие отказа обучающегося от ответа | Уровень знаний ниже минимальных требований. Имели место грубые ошибки | Минимально допустимый уровень знаний. Допущено много негрубых ошибок | Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Допущено несколько негрубых ошибок | Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Допущено несколько несущественных ошибок | Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки. Ошибок нет. | Уровень знаний в объеме, превышающем программу подготовки. |
| <u>Умения</u> | Отсутствие минимальных умений. Невозможность оценить наличие умений вследствие отказа обучающегося от ответа | При решении стандартных задач не продемонстрированы основные умения. Имели место грубые ошибки | Продemonстрированы основные умения. Решены типовые задачи с негрубыми ошибками. Выполнены все задания, но не в полном объеме | Продemonстрированы все основные умения. Решены все основные задачи с негрубыми ошибками. Выполнены все задания в полном объеме, но некоторые с недочетами | Продemonстрированы все основные умения. Решены все основные задачи. Выполнены все задания в полном объеме, но некоторые с недочетами | Продemonстрированы все основные умения. Решены все основные задачи с отдельными и несущественными недочетами, выполнены все задания в полном объеме | Продemonстрированы все основные умения. Решены все основные задачи. Выполнены все задания, в полном объеме без недочетов |
| <u>Навыки</u> | Отсутствие базовых навыков. Невозможность оценить наличие навыков вследствие отказа обучающегося от ответа | При решении стандартных задач не продемонстрированы базовые навыки. Имели место грубые ошибки | Имеется минимальный набор навыков для решения стандартных задач с некоторыми недочетами | Продemonстрированы базовые навыки при решении стандартных задач с некоторыми недочетами | Продemonстрированы базовые навыки при решении стандартных задач без ошибок и недочетов | Продemonстрированы навыки при решении нестандартных задач без ошибок и недочетов | Продemonстрирован творческий подход к решению нестандартных задач |

Шкала оценивания при промежуточной аттестации

| Оценка | Уровень подготовки |
|--------|--------------------|
|--------|--------------------|

| | | |
|-------------------|----------------------------|--|
| зачтено | превосходно | Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «превосходно», продемонстрированы знания, умения, владения по соответствующим компетенциям на уровне выше предусмотренного программой |
| | отлично | Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «отлично». |
| | очень хорошо | Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «очень хорошо» |
| | хорошо | Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «хорошо». |
| | удовлетворительно | Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «удовлетворительно», при этом хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «удовлетворительно» |
| не зачтено | неудовлетворительно | Хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «неудовлетворительно». |
| | плохо | Хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «плохо» |

5.3 Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки результатов обучения на промежуточной аттестации

5.3.1 Типовые задания, выносимые на промежуточную аттестацию:

Оценочное средство - Контрольные вопросы

Зачёт

Критерии оценивания (Контрольные вопросы - Зачёт)

| Оценка | Критерии оценивания |
|------------|--|
| зачтено | Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «удовлетворительно» |
| не зачтено | Хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «неудовлетворительно» |

Типовые задания (Контрольные вопросы - Зачёт) для оценки сформированности компетенции ОПК-2 (Способен анализировать, интерпретировать и обобщать результаты экспериментальных и расчетно-теоретических работ в избранной области химии или смежных наук)

Общая схема рентгеноструктурного анализа. Проблема определения атомной структуры кристалла по дифракционной картине. Этапы установления атомной структуры кристалла. Анализ проблем каждого этапа и методы решения этих проблем.

Подготовка образцов для рентгеноструктурного анализа. Методики подготовки образцов для рентгеновского эксперимента. Отбор кристаллов. Наклеивание кристаллов. Методы получения сферических образцов. Подготовка

образцов для съемки при низкой и высокой температуре. Общие рекомендации по приборам, материалам и методике подготовки образцов.

Методы верификация полученной модели атомной структуры кристалла. Критерии правильности выполнения расшифровки атомной структуры кристалла. Автоматизированный тест международного союза кристаллографов (iucr) рентгеноструктурной информации (platon).

Программное обеспечение применяемое в современном рентгеноструктурном анализе. Программное обеспечение современных автоматических дифрактометров: shimadzu, oxford diffraction, rigaku и др. Описание программного обеспечения для обработки рентгенодифракционных данных, решению и уточнению атомных структур. Комплексы sheldx2016, wingx, jana2006 и др. Средства визуализации атомных структур кристаллов: mercury, crystalmaker, diamond, atoms и др. Программное обеспечение баз данных монокристалльного psc csdc и icdd, а также онлайн-сервисы.

Типовые задания (Контрольные вопросы - Зачёт) для оценки сформированности компетенции ОПК-3 (Способен использовать вычислительные методы и адаптировать существующие программные продукты для решения задач профессиональной деятельности)

Методы решения атомных структур кристаллов. Функция Паттерсона. Свойства функции Паттерсона. Анализ функции Паттерсона для кристаллов с различной симметрией. Метод «тяжёлого» атома. Прямые методы. Основы метода. Неравенства Харкера-Каспера. Структурный инвариант. Равенство Сейра. Тангенс формула. Основы метода Charge Flipping.

Учет поглощения при обработке дифракционных данных. Влияние поглощения на результаты расшифровки атомной структуры кристалла. Обзор методов учета поглощения. Современные средства и методы учета поглощения при проведении рентгеноструктурных экспериментов.

Примеры решения атомных структур кристаллов. Демонстрация методов рентгеноструктурного анализа на примере решения конкретных кристаллов.

Правила подготовки результатов рентгеноструктурного анализа к публикации и регистрации в электронных базах данных. Форма регистрации результатов расшифровки кристалла. Cif – crystal information file синтаксис, структура, правила заполнения, программы для работы. Оформления изображений атомных структур кристаллов. Оформление таблиц с наиболее важными рентгеноструктурными данными. Кристаллохимическое описание атомных структур кристаллов.

6. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины (модуля)

Основная литература:

1. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия : учеб. для вузов по специальности "Физика металлов" и "Металловедение, оборудование и технология термической обработки металлов". - М. : Металлургия, 1982. - 631 с. : ил. - 1.40., 20 экз.
2. Руководство по рентгеновскому исследованию минералов / под ред. В. А. Франк-Каменецкого. - Л. : Недра, Ленингр. отд-ние, 1975. - 399 с. : ил. - 1.53., 2 экз.
3. Порай-Кошиц Михаил Александрович. Основы структурного анализа химических соединений : [учеб. пособие для хим. спец. ун-тов]. - 2-е изд., перераб. и доп. - М. : Высшая школа, 1989. - 191, [1] с. : ил. - ISBN 5-06-000074-5 : 0.40., 2 экз.

Дополнительная литература:

1. Нуссбаумер Генри. Быстрое преобразование Фурье и алгоритмы вычисления сверток / пер. с англ. Ю. Ф. Касимова, И. П. Пчелинцева ; под ред. В. М. Амербаева, Т. Э. Кренкеля. - М. : Радио и связь, 1985. - 248 с. : схем. - 1.10., 2 экз.
2. Миркин Лев Иосифович. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов :

- справ. руководство : получение и измерение рентгенограмм / под ред. Я. С. Уманского. - М. : Физматгиз, 1961. - 863 с. : ил. - 3.56., 5 экз.
3. Китайгородский А. И. Рентгеноструктурный анализ. - М. ; Л. : Гостехиздат, 1950. - 650 с. : ил. - 18.40., 3 экз.
4. Гинье А. Рентгенография кристаллов. Теория и практика / пер. с фр. Е. Н. Беловой [и др.] ; под ред. Н. В. Белова. - М. : Физматгиз, 1961. - 604 с. : ил. - 2.65., 7 экз.
5. Хейкер Даниэль Моисеевич. Рентгеновская дифрактометрия / под ред. Г. С. Жданова. - М. : Физматгиз, 1963. - 380 с. : ил. - (Физико-математическая библиотека инженера). - 1.10., 2 экз.

Программное обеспечение и Интернет-ресурсы (в соответствии с содержанием дисциплины):

1. International Union of Crystallography (IUCr) <http://iucr.org>
2. International Tables for Crystallography <http://it.iucr.org>
3. CheckCIF <http://checkcif.iucr.org/>
4. SHELX Home <http://shelx.de/>
5. Jana - Crystallographic Computing System <http://www-xray.fzu.cz/jana/jana.html>

7. Материально-техническое обеспечение дисциплины (модуля)

Учебные аудитории для проведения учебных занятий, предусмотренных образовательной программой, оснащены мультимедийным оборудованием (проектор, экран), техническими средствами обучения, компьютерами.

Помещения для самостоятельной работы обучающихся оснащены компьютерной техникой с возможностью подключения к сети "Интернет" и обеспечены доступом в электронную информационно-образовательную среду.

Программа составлена в соответствии с требованиями ОС ННГУ по направлению 04.04.01 - Химия.

Автор(ы): Сироткин Роман Григорьевич

Князев Александр Владимирович, доктор химических наук, профессор.

Заведующий кафедрой: Князев Александр Владимирович, доктор химических наук.

Программа одобрена на заседании методической комиссии от 25.05.2023 г., протокол № 7.