

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
(факультет / институт / филиал)

УТВЕРЖДЕНО
решением ученого совета ННГУ
протокол № 6 от 31 мая 2023 г.

Рабочая программа дисциплины

ОСНОВЫ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

(наименование дисциплины (модуля))

Уровень высшего образования

магистратура

(бакалавриат / магистратура / специалитет)

Направление подготовки / специальность

18.04.01 «Химическая технология»

(указывается код и наименование направления подготовки / специальности)

Направленность образовательной программы

«Химическая технология и материаловедение»

(указывается профиль / магистерская программа / специализация)

Форма обучения

Очная

(очная / очно-заочная / заочная)

Нижний Новгород
2023 год набора

Место дисциплины в структуре ОПОП

Дисциплина «Основы рентгеноструктурного анализа» является факультативом ФТД.ФТД.02 по направлению подготовки 04.04.01 «Химия», является факультативной для освоения студентами очной формы обучения на первом году обучения в первом семестре.

Для освоения данной дисциплины студентам необходимо обладать базовыми знаниями по следующим разделам химии: строение вещества, неорганическая химия, органическая химия, квантовая химия, а также владеть аппаратом математического анализа и физики.

Целью дисциплины является изучение физики рентгеновских лучей, освоение в теории и на практике современных методов порошковой и монокристалльной дифракции.

1. 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**	
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	<i>Владеть навыками интерпретации результатов экспериментов с использованием теоретических основ химии</i> <i>Уметь анализировать результаты химических экспериментов</i> <i>Знать теоретические основы традиционных и новых разделов химии</i>	Собеседование, зачет
	ОПК-2.2. Формулирует заключения и выводы по результатам анализа литературных данных, собственных экспериментальных и расчетно-	<i>Владеть навыками формулирования выводов по результатам анализа</i> <i>Уметь делать заключения по результатам анализа литературных данных рентгеноструктурного анализа</i> <i>Знать основные элементы экспериментальных данных рентгеноструктурного анализа для формулирования выводов по работе</i>	

	теоретических работ в избранной области химии или смежных наук		
ОПК-3. Способен использовать вычислительные методы и адаптировать существующие программные продукты для решения задач профессиональной деятельности	ОПК-3.1. Использует современные ИТ-технологии при сборе, анализе и представлении информации химического профиля	<p><i>Владеть расчетно-теоретическими методами для изучения свойств веществ</i></p> <p><i>Уметь индцировать простые порошковые дифрактограммы, определять параметры элементарной ячейки кубических кристаллов по порошковым дифрактограммам, определить пространственную симметрию кристалла по данным PCA</i></p> <p><i>Знать как применить теоретические и полуэмпирические модели при решении задач химической направленности</i></p>	Собеседование, зачет
	ОПК-3.2. Использует стандартные и оригинальные программные продукты, при необходимости адаптируя их для решения задач профессиональной деятельности	<p><i>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.</i></p> <p><i>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.</i></p> <p><i>Знать методы верификации рентгенодифракционных структурных данных, принципы работы баз данных порошковой дифракции, принципы работы баз данных монокристалльных данных PCA.</i></p>	

3. Структура и содержание дисциплины

3.1 Трудоемкость дисциплины

	очная форма обучения
Общая трудоемкость	2
Часов по учебному плану	72

в том числе	
аудиторные занятия (контактная работа):	
- занятия лекционного типа	33
самостоятельная работа	39
Промежуточная аттестация – зачет	

3.2. Содержание дисциплины

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	Всего	
	Очная	Очная	Очная	Очная
Общая схема рентгеноструктурного анализа	7	3	3	4
Подготовка образцов для рентгеноструктурного анализа	6	3	3	3
Современные методы определения симметрии и параметров элементарных ячеек монокристаллов	7	3	3	4
Методы решения атомных структур кристаллов	7	3	3	4
Методы уточнения атомных структур кристаллов	8	4	4	4
Программное обеспечение применяемое в современном	7	3	3	4

рентгеноструктурно м анализе				
Примеры решения атомных структур кристаллов	8	4	4	4
Учет поглощения при обработке дифракционных данных	7	3	3	4
Методы верификация полученной модели атомной структуры кристалла	8	4	4	4
Правила подготовки результатов рентгеноструктурно о анализа к публикации и регистрации в электронных базах данных	7	3	3	4
Итого	72	33	33	39

Текущий контроль успеваемости реализуется в рамках занятий лекционного типа.

Промежуточная аттестация проходит в форме зачета в устной форме в виде ответа обучающегося на теоретические вопросы курса (с предварительной подготовкой).

Содержание разделов дисциплины.

1. 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.

2. 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.

3. Современные методы определения симметрии и параметров элементарных ячеек монокристаллов. Системы координат кристалла и дифрактометра. Матрица ориентации кристалла (UB). Автоматические методы поиска элементарной ячейки. Метод поиска ячейки по трем индизированным рефлексам. Метод поиска ячейки по гномостереографической проекции обратного пространства. Анализ обратного пространства. Е-статистика. Определение пространственной группы симметрии кристалла. Компьютерные программы для анализа обратного пространства (RED, Platon и др.).

4. 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.

5. Методы уточнения атомных структур кристаллов. Уточнение модели атомной структуры кристалла. Метод наименьших квадратов. Весовые схемы. Ограничения на вариацию некоторых параметров структуры. Разностный синтез электронной плотности. Анализ разностного синтеза электронной плотности. Выявление энантиоморфных модификаций. Параметр флэйка. Электронеutralность и расчет баланса валентных усилий. Анализ электронной плотности.

6. 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 shelx2016, wingx, jana2006 и др. Средства визуализации атомных структур кристаллов: mercury, crystalmaker, diamond, atoms и др. Программное обеспечение баз данных монокристалльного pса ccdc и icsd, а также онлайн сервисы.

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

8. 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.

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

10. 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.

4. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся

Самостоятельная работа студентов включает работу в читальном зале библиотеки, в учебных кабинетах и в домашних условиях, с доступом к ресурсам Интернет для подготовки к собеседованию.

К формам текущего контроля успеваемости дисциплины относится следующее:

- Собеседование

Промежуточная аттестация по итогам освоения дисциплины проходит в форме **зачета**.

Контрольные вопросы и задания для проведения текущего контроля и промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины приведены в п. 6.2.

5. Фонд оценочных средств для промежуточной аттестации по дисциплине (модулю), включающий:

5.1. Описание шкал оценивания результатов обучения по дисциплине

Уровень сформированности компетенций (индикатора достижения компетенций)	Шкала оценивания сформированности 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 незначительных ошибок	Уровень знаний в объеме, соответствующем программе подготовки, без ошибок.	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 незначительными 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 владения материалом. 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

При изучении дисциплины «Основы рентгеноструктурного анализа» студенты получают следующие знания, умения и владения в рамках освоения компетенций **ОПК-2, ОПК-3:**

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-3.1. Использует современные IT-технологии при сборе, анализе и представлении информации химического профиля

ОПК-3.2. Использует стандартные и оригинальные программные продукты, при необходимости адаптируя их для решения задач профессиональной деятельности

Зачет в 1 семестре для очной формы обучения и проводится в устной форме в виде ответа обучающегося на теоретические вопросы курса (с предварительной подготовкой).

Шкала оценки при промежуточной аттестации

Оценка		Уровень подготовки
зачтено	Превосходно	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «превосходно»
	Отлично	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «отлично», при этом хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «отлично»
	Очень хорошо	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «очень хорошо», при этом хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «очень хорошо»
	Хорошо	Все компетенции (части компетенций), на формирование которых направлена дисциплина, сформированы на уровне не ниже «хорошо», при этом хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «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	Неудовлетворительно	Хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «неудовлетворительно», ни одна из компетенций не сформирована на уровне «плохо»

зачтено	Плохо	Хотя бы одна компетенция сформирована на уровне «плохо»
---------	-------	---

6.2. Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки результатов обучения.

6.2.1 Контрольные вопросы

<i>вопросы</i>	<i>Код формируемой компетенции</i>
1. 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.	ОПК-2
2. 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.	ОПК-2
3. Современные методы определения симметрии и параметров элементарных ячеек монокристаллов. Системы координат кристалла и дифрактометра. Матрица ориентации кристалла (ub). Автоматические методы поиска элементарной ячейки. Метод поиска ячейки по трем индцированным рефлексам. Метод поиска ячейки по гномостереографической проекции обратного пространства. Анализ обратного пространства. Е-статистика. Определение пространственной группы симметрии кристалла. Компьютерные программы для анализа обратного пространства (red, platon и др.).	ОПК-2
4. 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.	ОПК-3
5. Методы уточнения атомных структур кристаллов. Уточнение модели атомной структуры кристалла. Метод наименьших квадратов. Весовые схемы. Ограничения на вариацию некоторых параметров структуры. Разностный синтез электронной плотности. Анализ разностного синтеза электронной плотности. Выявление энантиоморфных модификаций. Параметр флэйка. Электронейтральность и расчет баланса валентных усилий. Анализ электронной плотности.	ОПК-2
6. Программное обеспечение применяемое в современном	ОПК-2

<p>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 shex2016, wingx, jana2006 и др. Средства визуализации атомных структур кристаллов: mercury, crystalmaker, diamond, atoms и др. Программное обеспечение баз данных монокристалльного рса ccdc и icsd, а также онлайн сервисы.</p>	
<p>7. Примеры решения атомных структур кристаллов. Демонстрация методов рентгеноструктурного анализа на примере решения конкретных кристаллов.</p>	ОПК-3
<p>8. 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.</p>	ОПК-3
<p>9. Методы верификация полученной модели атомной структуры кристалла. Критерии правильности выполнения расшифровки атомной структуры кристалла. Автоматизированный тест международного союза кристаллографов (iucr) рентгеноструктурной информации (platon).</p>	ОПК-2
<p>10. 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. Оформление изображений атомных структур кристаллов. Оформление таблиц с наиболее важными рентгеноструктурными данными. Кристаллохимическое описание атомных структур кристаллов.</p>	ОПК-3

6.2.2. Типовые задания/задачи для оценки сформированности компетенции

Примерные вопросы для оценки сформированности знаний компетенции ОПК-2, ОПК-3:

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

3. Какие факторы влияют на интенсивность и ширину дифракционного максимума? (УК-1)
4. Определить дифракционную симметрию кристалла с указанной преподавателем группой пространственной симметрии кристалла. (ОПК-3)

7. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

а) основная литература:

1. Уманский Я.С. и др. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия, 1982, 632 с. [<http://www.lib.unn.ru/php/details.php?DocId=99255&DB=1>]
2. Герасимов В.Н. и др. Руководство по рентгеновскому исследованию минералов. Под ред. В.А. Франк-Каменецкого, Л., «Недра» 1975. 399с. [<http://www.lib.unn.ru/php/details.php?DocId=99663&DB=1>]
3. Порай-Кошиц М.А. Основы структурного анализа химических соединений. М.: Высшая школа. 1989, 192 с. [<http://www.lib.unn.ru/php/details.php?DocId=99595&DB=1>]

б) дополнительная литература:

1. Г. Нуссбаумер. Быстрое преобразование Фурье и алгоритмы вычисления свертки. Москва. «Радио и связь» 1985. [<http://www.lib.unn.ru/php/details.php?DocId=306578&DB=1>]
2. Л.И. Миркин. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. Гос. Изд. Физ.-Мат. Лит. Москва 1961г. [<http://www.lib.unn.ru/php/details.php?DocId=79643&DB=1>]
3. Рентгеноструктурный анализ. Китайгородский А.И. Гос. Изд. технико-теоретической лит. 1950 г. [<http://www.lib.unn.ru/php/details.php?DocId=79654&DB=1>]
4. Гинье А. Рентгенография кристаллов. Гос. Изд. Физ.-мат. Лит. Москва 1961 г. [<http://www.lib.unn.ru/php/details.php?DocId=99609&DB=1>]
5. Хейкер Д.М. и др. Рентгеновская дифрактометрия. М.: Физматгиз, 1963, 380 с. [<http://www.lib.unn.ru/php/details.php?DocId=321496&DB=1>]

в) программное обеспечение и Интернет-ресурсы:

1. <http://iucr.org>
2. <http://it.iucr.org>
3. <http://checkcif.iucr.org/>
4. <http://shelx.uni-ac.gwdg.de/>
5. <http://www-xray.fzu.cz/jana/jana.html>

8. Материально-техническое обеспечение дисциплины

Помещения представляют собой учебные аудитории для проведения учебных занятий, предусмотренных программой. Лекционная аудитория (140 корп. 2) оснащена оборудованием и техническими средствами обучения: переносным мультимедийным проектором, ноутбуком и выходом в сеть Интернет, доской и мелом (для разбора частных вопросов и детализации теоретических аспектов дисциплины).

Наименование специальных* помещений и помещений для	Оснащенность специальных помещений и помещений для самостоятельной работы	Перечень лицензионного программного обеспечения. Реквизиты подтверждающего документа
---	---	---

самостоятельной работы		
Учебная аудитория для проведения занятий лекционного типа пр. Гагарина, 23, корп. 2, ауд. 140	Комплект специализированной мебели; технические средства: мультимедийный проектор Benq MP610, ноутбук Acer Aspire 5315-301G08, переносной проекционный экран DRAPER DIPLOMAT 60x60 MW BlackCase имеется выход в интернет	<ul style="list-style-type: none"> • Microsoft Windows XP Professional Russian Upgrade Academic Open No Level, Лицензия № 15988873, дата выдачи 15.01.2003 г. • Microsoft Office 2007 Russian Academic Open No Level Лицензия № 43178981, дата выдачи 12.12.2007 г.

Помещения для самостоятельной работы обучающихся оснащены компьютерной техникой с возможностью подключения к сети "Интернет" и обеспечены доступом в электронную информационно-образовательную среду (205 корп. 1).

Программа составлена в соответствии с требованиями ФГОС ВПО по направлению подготовки 18.04.01 «Химическая технология».

Автор (ы)

д.х.н., проф. _____ А.В. Князев

к.ф-м.н., доцент _____ Н.В. Сомов

Рецензент (ы)

к.х.н. с.н.с. ФГУП "ФНПЦ

НИИИС им. Ю.Е. Седакова" _____ А.А. Сазонов

Заведующий кафедрой,

д.х.н., проф. _____ А.В. Князев

Программа одобрена на заседании методической комиссии химического факультета от 7 мая 2023 года, протокол № 7.