

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
Физическая химия

Форма обучения
очная, очно-заочная

г. Нижний Новгород

2023 год начала подготовки

1. Место дисциплины в структуре ОПОП

Дисциплина ФТД.2 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 shelx2016, wingx, jana2006 и др. Средства визуализации атомных структур кристаллов: mercury, crystalmaker, diamond, atoms и др. Программное обеспечение баз данных монокристалльного rca ccdc и icsd, 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.