

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова
Геологический факультет

УТВЕРЖДАЮ

Декан Геологического факультета
академик

_____ /Д.Ю.Пушаровский/

«__» _____ 20 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ
ОСНОВЫ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

Авторы-составители: Н.В. Зубкова, Е.Л. Белоконева

Уровень высшего образования:
Магистратура

Направление подготовки:
05.04.01 Геология

Направленность (профиль) ОПОП:

Геохимия
Магистерская программа
Геммология (ИМ)
Форма обучения:

Очная

Рабочая программа рассмотрена и одобрена
Учебно-методическим Советом Геологического факультета
(протокол № _____, _____)

Москва 20__

Рабочая программа дисциплины (модуля) разработана в соответствии с самостоятельно установленным МГУ образовательным стандартом (ОС МГУ) для реализуемых основных профессиональных образовательных программ высшего образования по направлению подготовки «Геология» (*программы бакалавриата, магистратуры, реализуемых последовательно по схеме интегрированной подготовки*) в редакции приказа МГУ №1674 от 30 декабря 2016 г.

Год (годы) приема на обучение – 2019.

© Геологический факультет МГУ имени М.В. Ломоносова
Программа не может быть использована другими подразделениями университета и другими вузами без разрешения факультета.

Цель и задачи дисциплины

Целью дисциплины «**Основы рентгеноструктурного анализа**» является получение теоретических знаний и ряда практических навыков по использованию рентгенографических методов при исследовании кристаллических структур минералов и неорганических соединений.

Задачи

- изучение свойств рентгеновского излучения, основных законов дифракции;
- введение понятия обратной решетки, изучение модели дифракции на основе концепции обратной решетки;
- введение понятий атомного фактора рассеяния, структурной амплитуды, структурного фактора;
- изучение и вывод законов погасания для различных видов центрированных решеток, плоскостей скользящего отражения, винтовых осей. Их использование для определения возможных пространственных групп;
- краткое введение в метод Ритвельда и уточнение кристаллических структур по порошковым данным;
- знакомство с предварительным этапом структурных исследований; освоение методов определения параметров и симметрии элементарной ячейки с использованием фотометодов (методы Лауэ, Вейсенберга);
- знакомство с работой современного монокристалльного дифрактометра (принцип работы, программное обеспечение); ознакомление с приемами обработки экспериментальных данных, полученных с монокристалльного дифрактометра;
- изучение особенностей работы с основными современными программными комплексами, используемыми для расшифровки кристаллических структур.

1. Место дисциплины в структуре ОПОП ВО – вариативная часть, профессиональный цикл, дисциплины по выбору, курс I, семестр – 1.

Дисциплина «**Основы рентгеноструктурного анализа**» находится в блоке профессиональной подготовки вариативной части магистерской программы

2. Входные требования для освоения дисциплины, предварительные условия:

Освоение дисциплин «высшая математика», «информатика», «физика», «химия общая», «кристаллография», «рентгенография минералов».

Обучающийся должен знать основы физики, математики и химии, владеть компьютером. Необходимы навыки работы и теоретические знания по рентгенографии минералов.

Обучающийся должен знать основы физики, математики и химии, владеть компьютером.

Необходимы навыки работы и теоретические знания по рентгенографии минералов.

3. Результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с требуемыми компетенциями выпускников.

Компетенции выпускников, формируемые (полностью или частично) при реализации дисциплины:

ОПК-4.М Способность применять на практике знания фундаментальных и прикладных разделов дисциплин, определяющих профиль подготовки

ОПК-5.М Способность использовать современные вычислительные методы и компьютерные технологии для решения задач профессиональной деятельности

ПК-3.М Способность самостоятельно проводить научные исследования с помощью современного оборудования, информационных технологий, с использованием новейшего отечественного и зарубежного опыта

Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю):

знать: особенности структурного исследования с использованием методов рентгеноструктурного анализа.

уметь: проводить работы на рентгеновском оборудовании и пользоваться некоторыми приемами структурной расшифровки.

владеть: основными методиками структурного анализа.

4. Формат обучения – лекционные и семинарские занятия.

5. Объем дисциплины (модуля) составляет 2 з.е., в том числе 42 академических часа, отведенных на контактную работу обучающихся с преподавателем (14 часов – занятия лекционного типа, 28 часов – занятия семинарского типа, 5 часов – мероприятия текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации), 25 академических часа на самостоятельную работу обучающихся. Форма промежуточной аттестации – экзамен.

6. Содержание дисциплины (модуля), структурированное по темам (разделам) с указанием отведенного на них количества академических часов и виды учебных занятий

Краткое содержание дисциплины (аннотация):

Дисциплина «Основы рентгеноструктурного анализа» включает следующие основные разделы:

- Рентгеновские лучи – свойства и получение.
- Типы рассеяния рентгеновских лучей.
- Модели дифракции.
- Обратная решетка и модель дифракции на основе концепции обратной решетки.
- Атомный фактор рассеяния. Структурная амплитуда и структурный фактор.
- Фактор Лоренца и поляризационный фактор. Интенсивность отражения.
- Законы погасаний: вывод и применение.
- Знакомство с методом Ритвельда.
- Проведение предварительных исследований (фотометод), метод Лауэ и съёмка в камере РКОО.
- Рентгенгонометрические методы.

- Современные технологии в структурном анализе. Знакомство с программными комплексами для структурной расшифровки. Критерии оценки качества структурной модели.

| Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины (модуля), Форма промежуточной аттестации по дисциплине (модулю) | Всего (часы) | В том числе | | | | Самостоятельная работа обучающегося, часы * (виды самостоятельной работы – эссе, реферат, контрольная работа и пр. – указываются при необходимости) |
|--|--------------|---|----------------------------|---------------------------|-------|--|
| | | Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем) Виды контактной работы, часы | | | | |
| | | Занятия лекционного типа | Занятия лабораторного типа | Занятия семинарского типа | Всего | |
| Раздел 1. Введение. Рентгеновские лучи и рентгеновская дифракция. Обратная решетка. | | 3 | | 6 | 9 | |
| Раздел 2. Структурная амплитуда. | | 4 | | 8 | 12 | расчетные работы, 10 часов |
| Раздел 3. Законы погасания. Определение параметров элементарной ячейки методами Лауэ и качания в камере РКОП | | 3 | | 6 | 9 | расчетные работы, 5 часов |
| Раздел 4. Теоретический рентгendifракционный спектр. Метод Ритвельда. Рентгенгонометры. | | 3 | | 4 | 6 | расчетные работы, 5 часов |
| Раздел 5. Современные технологии в структурном анализе. | | 1 | | 4 | 6 | расчетные работы, 5 часов |
| Промежуточная аттестация <i>экзамен</i> | | | | | | 5 |
| Итого | 72 | | | 42 | | 30 |

Содержание дисциплины

1. Введение. Рентгеновские лучи и рентгеновская дифракция. Обратная решетка.

Свойства рентгеновских лучей и их получение. Рентгеновские трубки. Модель дифракции по Лауэ. Модель дифракции по Брэггу. Когерентное и некогерентное рассеяние. Понятие обратного пространства и обратной решетки.

2. Структурная амплитуда.

Рассеяние рентгеновских лучей электроном, атомом. Атомный фактор рассеяния. Рассеяние рентгеновских лучей кристаллом. Понятие структурной амплитуды и структурного фактора. Расчет структурных амплитуд. Понятие фактора Лоренца и поляризационного фактора. Интенсивность отражений. Предварительные исследования и получение данных для структурных определений.

3. Законы погасания. Определение параметров элементарной ячейки методами Лауэ и качания в камере РКОП.

Вывод законов закономерных погасаний и их использование для определения возможной пространственной группы. Понятие Лауэ класса. Метод Лауэ и качания. Определение параметров элементарной ячейки в камере РКОП.

4. Теоретический рентгendifракционный спектр. Рентгенгонометры.

Расчет теоретического рентгendifракционного спектра. Понятие тепловых колебаний атомов (изотропные и анизотропные колебания). Влияние тепловых колебаний атомов на интенсивность отражений. Краткое введение в метод Ритвельда. Возможности метода.

Ознакомление с возможностью получения рентгенограмм вращения и развёрток слоевых линий в рентгенгонометре Вейсенберга и в камере фотографирования обратной решетки (КФОР). Рентгенограммы качания. Юстировка кристалла вдоль особого направления.

5. Современные технологии в структурном анализе.

Современные технологии в структурном анализе. Отбор и центрировка кристалла на монокристалльном дифрактометре. Знакомство с программными комплексами для структурной расшифровки. Критерии оценки правильности структурного уточнения.

Содержание семинаров

Фотометоды. Метод Лауэ, его использование и съёмка в камере РКОП. Юстировка кристалла. Определение параметров ячейки методом качания.

Знакомство с устройством и работой рентгенгонометра Вейсеберга. Получение развёрток слоевых линий.

Индицирование развёртки 0-й слоевой с помощью интерференционных кривых и с помощью круга единичного радиуса. Определение метрики элементарной ячейки и её симметрии. Индицирование рентгенограмм.

Знакомство с работой на современном монокристалльном оборудовании. Сбор экспериментальных данных и их обработка на дифрактометре XCalibur S CCD. Получение предварительных данных и полного набора экспериментальных данных.

Обработка наборов экспериментальных данных.

Рекомендуемые образовательные технологии:

Технология обучения как учебного исследования - основные этапы: столкновение с проблемой, сбор данных («верификация»), сбор данных (экспериментирование), построение объяснения, анализ хода исследования, выводы.

Технология постановки цели - предполагает формулировку целей через результаты обучения, выраженные в таких действиях учеников, которые можно реально оценить. Цели ранжируются по уровням: знание, понимание, применение, синтез, анализ, оценка.

7. Фонд оценочных средств (ФОС) для оценивания результатов обучения по дисциплине (модулю)

7.1. Типовые контрольные задания или иные материалы для проведения текущего контроля успеваемости.

Текущий контроль усвоения дисциплины осуществляется при сдаче каждым студентом выполненных расчетных работ.

Примерный перечень вопросов для проведения текущего контроля

1. По представленному рентгendifракционному спектру кубического вещества проиндицируйте отражения и определите параметр элементарной ячейки.
2. Рассчитайте структурную амплитуду конкретного отражения для данного соединения. Пренебрегая зависимостью атомного фактора рассеяния от угла θ и λ , рассчитайте значение интенсивности для этого рефлекса.
3. Используя известные законы погасания, определите возможные пространственные группы для конкретных соединений.

Расчетные домашние задания:

Индицирование рентгенограммы и расчет параметра элементарной ячейки для кубического кристалла.

Расчет структурных амплитуд для конкретных соединений.

Определение типа возможных пространственных групп с использованием законов погасаний.

Расчет теоретического рентгendifракционного спектра на основе полученной кристаллической модели.

Определение параметров ячейки методами Лауэ и качания. Расчет рентгенограмм качания. Расчет рентгенограмм полного вращения.

Отбор монокристаллов для съемки в монокристалльном дифрактометре XCalibur S CCD.

7.2. Типовые контрольные задания или иные материалы для проведения промежуточной аттестации.

Примерный перечень вопросов при промежуточной аттестации:

Свойства и получение рентгеновских лучей. Рентгеновские трубки.

Типы рентгеновского рассеяния. Модели дифракции.

Обратное пространство и обратная решетка.

Атомный фактор рассеяния. Структурная амплитуда. Структурный фактор. Интенсивность отражения.

Законы погасания: вывод и применение.

Метод Лауэ и съёмка в камере РКОП. Метод Вейсенберга.

Расчет параметров элементарных ячеек.

Современные технологии в структурном анализе.

Обработка наборов экспериментальных интенсивностей.

Работа с основными программными комплексами для структурной расшифровки.

Шкала и критерии оценивания результатов обучения по дисциплине.

| Результаты обучения | «Неудовлетворительно» | «Удовлетворительно» | «Хорошо» | «Отлично» |
|--|-----------------------|---|---|---|
| Знания: основных законов дифракции, понятия обратного пространства и обратной решетки. Принципов работы на рентгенодифракционном оборудовании. | Знания отсутствуют | Фрагментарные знания | Общие, но не структурированные знания | Систематические знания |
| Умения: использовать законы погасаний для определения пространственной группы, расчет параметров эл. я. и получение необходимых экспериментальных данных. | Умения отсутствуют | В целом успешное, но не систематическое умение, допускает неточности не принципиального характера | В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы умение. | Успешное умение использовать основные законы дифракции для получения первичных сведений о кристалле (параметры эл.я., |

| | | | | |
|---|-----------------------------|---|---|--|
| | | | | пространственная группа). |
| Владения: методами рентгеноструктурного анализа для получения данных о кристалле. | Навыки владения отсутствуют | Фрагментарное владение методикой, наличие отдельных навыков | В целом сформированные навыки получения данных. | методами рентгеноструктурного анализа для решения некоторых структурных задач. |

8. Ресурсное обеспечение:

А) Перечень основной и дополнительной литературы.

Основная литература

Пуцаровский Д.Ю. *Рентгенография минералов*. М.-«Геоинформмарк», 2000, 292 с.

Пуцаровский Д.Ю., Урусов В.С. *“Структурные типы минералов”*, М., МГУ, 1990.

Дополнительная литература

Crystal structure analysis. Principles and practice. 2-nd edition. ed. W. Clegg. Oxford Univ. press, 2009, 387 p.

Jenny Pickworth Glusker, Kenneth N. Trueblood. Crystal structure analysis. A Primer. 3-rd edition, 2010, 276 p.

“Руководство по рентгеновскому исследованию минералов”, под ред. В.А.Франк-Каменецкого. Л., “Недра”, 1976.

Ковба Л.М., Трунов В.К. “Рентгенофазовый анализ”, М., МГУ, 1976.

б) дополнительная литература:

Липсон Г., Стилл Г. “Интерпретация порошковых рентгенограмм”, М., Мир, 1972.

Васильев Е.К., Нахмансон М.С. “Качественный рентгенофазовый анализ”, Новосибирск, “Наука”, СО РАН, 1986.

Б) Перечень лицензионного программного обеспечения пакеты программ Microsoft Office Excel, Microsoft Office PowerPoint (при необходимости), *базы данных ICSD, ICDD*

Г) программное обеспечение и Интернет-ресурсы: *пакеты программ CrysAlis, SHELX, Jana2006,*

Д) Материально-техническое обеспечение дисциплины

Лаборатория кристаллохимии и рентгеноструктурного анализа кафедры кристаллографии и кристаллохимии Геологического факультета МГУ оснащена 4 дифрактометрами (3 порошковых (1 из порошковых дифрактометров оснащен высокотемпературной камерой) и 1 монокристалльный), компьютерным классом, светостолами для обработки фотопленок, таблицами Гиллера, Интернациональные Таблицы, лицензионным программным обеспечением, включающим современные специализированные программы для обработки рентгендифракционных данных и базы данных.

9. Язык преподавания – русский.

10. Преподаватель (преподаватели) – Зубкова Н.В., Белоконева Е.Л.

11. Автор (авторы) программы - Зубкова Н.В., Белоконева Е.Л.