

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

УТВЕРЖДАЮ

Декан Геологического факультета
академик

_____ /Д.Ю.Пуцаровский/

«__» _____ 20 г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ
РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ
(ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ ГЛАВЫ)

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

Уровень высшего образования:
Магистратура

Направление подготовки:
05.04.01 Геология

Направленность (профиль) ОПОП:
Геохимия
Магистерская программа
Кристаллография и кристаллохимия(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 курса «Рентгеноструктурный анализ, дополнительные главы» является получение и расширение теоретических знаний и практических навыков по использованию монокристалльных дифракционных методов при исследовании кристаллических структур.

Задачи - изучение модели дифракции на основе концепции обратной решетки;

- закрепление знаний по вычислению значений структурных амплитуд, вывод законов погасания для различных видов центрированных решеток, плоскостей скользящего отражения, винтовых осей;

- предварительный этап структурных исследований; освоение методов определения параметров и симметрии элементарной ячейки (методы Лауэ, Вейсенберга);

- получение навыков работы с монокристалльным 4-х круглым дифрактометром (геометрия съёмки, принцип работы, программное обеспечение) овладение приёмами 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, тип обязательный, курс I, семестр – 9.

2. Входные требования для освоения дисциплины, предварительные условия:

Освоение дисциплин «высшая математика», «информатика», «физика», «химия общая», «кристаллография», «теоретическая кристаллохимия», «рентгенография минералов», «рентгеноструктурный анализ».

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

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 неорганических соединений с использованием монокристалльных рентгendifракционных методов.

уметь: проводить работы на монокристалльном оборудовании и пользоваться основными приемами структурной расшифровки.

владеть: основными методиками структурного анализа по монокристалльным данным.

4. Формат обучения – лекционные и семинарские занятия.

5. Объем дисциплины (модуля) составляет 4 з.е., в том числе 56 академических часов, отведенных на контактную работу обучающихся с преподавателем (14 часов – занятия лекционного типа, 42 часа – занятия семинарского типа, 5 часов – мероприятия текущего

контроля успеваемости и промежуточной аттестации), **83** 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 «Рентгеноструктурный анализ, дополнительные главы» включает следующие основные разделы:

- Модель дифракции на основе концепции обратной решетки.
- Закрепление пройденного материала по расчету структурных амплитуд. Законы погасаний: вывод и применение.
- Проведение предварительных исследований, метод Лауэ и съёмка в камере РК ОП.
- Рентгенгонометрические методы. Метод Вейсенберга.

- Современные технологии в структурном анализе на основе монокристаллических данных. Сбор экспериментальных данных и их обработка на дифрактометре XCalibur S CCD. Работа с основными программными комплексами для структурной расшифровки и уточнения. Критерии оценки правильности структурного уточнения

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. Модель дифракции на основе концепции обратной решетки.		3		9	12	
Раздел 2. Структурная амплитуда.		4		12	16	расчетные работы, 30 часов
Раздел 3. Законы погасания. Определение параметров элементарной ячейки методами Лауэ и качания в камере РКОП		3		9	12	расчетные работы, 20 часов
Раздел 4. Теоретический рентгendifракционный спектр. Рентгенгонометр Вейсберга.		2		6	8	расчетные работы, 13 часов
Раздел 5. Современные технологии в структурном анализе.		2		6	8	расчетные работы, 20 часов
Промежуточная аттестация <i>экзамен</i>						5
Итого	144			56		88

Содержание разделов дисциплины

1. Введение. Модель дифракции на основе концепции обратной решетки.

2. Структурная амплитуда.

Расчет структурных амплитуд, понятие определения атомного фактора рассеяния, структурного фактора. Интенсивность отражений.

Проведение предварительных исследований и получение экспериментальных данных для структурных определений.

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

Вывод законов погасания, закрепление ранее изученных законов и изучение новых.

Использование законов погасания для определения пространственной группы. Метод Лауэ и качания. Определение параметров элементарной ячейки в камере РКОП.

4. Теоретический рентгendifракционный спектр. Рентгенгонометр Вейсберга.

Расчет теоретического рентгendifракционного спектра, полученного на основе известной структурной модели. Виды тепловых колебаний атомов. Влияние тепловых колебаний атомов на интенсивность отражений.

Метод Вейсберга. Методы получения рентгенограмм вращения и развёрток слоевых линий в рентгенгонометре Вейсберга и в камере фотографирования обратной решетки (КФОР). Расчет рентгенограммы качания. Юстировка кристалла вдоль особого направления для съёмки в камере Вейсберга. Предварительные исследования и получение экспериментальных данных для структурных определений.

5. Современные технологии в структурном анализе .

Современные технологии в структурном анализе на основе монокристалльных данных. Устройство монокристалльного дифрактометра XCaliburS CCD с позиционно-чувствительным детектором. Отбор монокристалла, центрировка монокристалла. Работа с основными программными комплексами для структурной расшифровки и уточнения. Знакомство с рядом программ, используемых для определения и дальнейшего уточнения кристаллических структур неорганических соединений. Критерии оценки правильности структурного уточнения.

Содержание семинаров

Метод Лауэ и съёмка в камере РКОП. Юстировка кристалла. Определение параметров элементарной ячейки методом качания.

Знакомство с устройством рентгенгонометра Вейсберга. Определение параметра элементарной ячейки.

Получение развёрток 0-й и 1-й слоевых линий в рентгенгонометре Вейсберга.

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

Индицирование рентгенограмм. Расчет параметров элементарных ячеек. Исследование кристаллов с псевдопериодами.

Сбор экспериментальных данных и их обработка на дифрактометре XCalibur S CCD. Подготовка монокристалльного образца, центрировка кристалла. Предварительный эксперимент: автоматический выбор элементарной ячейки, альтернативные возможности выбора.

Выбор режима для проведения съемки полного набора экспериментальных данных: съемка полной сферы обратного пространства, половины сферы обратного пространства, независимой области и т.д. Обработка наборов экспериментальных интенсивностей. Уточнение параметров элементарной ячейки, введение поправки на поглощение.

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:

Расчет структурных амплитуд для конкретных примеров.

Использование законов погасаний для определения типа центрировки элементарной ячейки, обнаружения возможных плоскостей скользящего отражения и винтовых осей.

Расчет теоретического рентгendifракционного спектра на основе кристаллической модели.

Определение параметров элементарной ячейки методами Лауэ и качания. Расчет рентгенограмм качания.

Расчет рентгенограмм полного вращения. Определение параметров элементарной ячейки для вейсенбергограмм.

Индицирование 0-й слоевой и определение параметров и симметрии элементарной ячейки кристалла после съемки в камере КФОР.

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

Примерный перечень вопросов при промежуточной аттестации:

Понятие обратного пространства и обратной решетки.

Атомный фактор рассеяния. Структурная амплитуда и структурный фактор.

Законы погасания: вывод и применение.

Особенности метода Лауэ и съемки в камере РКОП.

Эквинаклонный метод Вейсенберга. Методы получения рентгенограмм вращения и развёрток слоевых линий в рентгенгонометре Вейсенберга

Расчет параметров элементарных ячеек.

Современные технологии в структурном анализе на основе монокристалльных данных.

Сбор экспериментальных данных и их обработка на дифрактометре XCalibur S CCD.

Обработка наборов экспериментальных интенсивностей. Уточнение параметров элементарной ячейки, введение поправки на поглощение.

Работа с основными программными комплексами для структурной расшифровки и уточнения.

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 рентгендифракционном оборудовании.	Знания отсутствуют	Фрагментарные знания	Общие, но не структурированные знания	Систематические знания
Умения: использовать законы погасаний для определения пространственной группы, расчет	Умения отсутствуют	В целом успешное, но не систематическое умение, допускает неточности	В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы умение.	Успешное умение использовать основные законы дифракции

параметров эл. я. и получение необходимых экспериментальных данных.		непринципиального характера		для получения первичных сведений о кристалле (параметры эл.я., пространственная группа).
Владения: методами рентгеноструктурного анализа для получения предварительных данных о кристалле и данных, позволяющих получить сведения о кристаллической структуре.	Навыки владения отсутствуют	Фрагментарное владение методикой, наличие отдельных навыков	В целом сформированные навыки получения данных.	методами рентгеноструктурного анализа для решения 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.Фрэнк-Каменецкого. Л., “Недра”, 1976.

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

б) дополнительная литература:

Липсон Г., Стипл 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 рентгенодифракционных 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.