

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

УТВЕРЖДАЮ
Декан Геологического факультета
чл.-корр. РАН _____/Н.Н.Ерёмин/
«__» _____ 20__ г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Рентгеноструктурный анализ

Автор-составитель: академик Д.Ю. Пуцаровский

Уровень высшего образования:
Бакалавриат

Направление подготовки:
05.03.01 Геология

Направленность (профиль) ОПОП:
Геохимия

Форма обучения:
Очная

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

Москва 2022

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*)

ОС МГУ утвержден решением Ученого совета МГУ имени М.В.Ломоносова от __ декабря 2021 года (протокол №__).

Год (годы) приема на обучение: 2022

© 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

Цели: освоение теоретических основ и практических приемов по использованию монокристалльных и порошковых рентгенодифракционных методов при исследовании состава и структуры кристаллов, а также интерпретация полученных результатов на основе современных кристаллохимических концепций.

Задачи:

- введение в методы рентгеноструктурного анализа монокристалльных образцов и теорию рассеяния рентгеновских лучей кристаллом;
- предварительный этап структурных исследований; освоение методов определения параметров и симметрии элементарной ячейки (методы Лауэ, Вейсенберга, Де Йонга-Боуэна);
- изучение модели дифракции на основе концепции обратной решетки;
- знакомство с монокристалльным 4-х круглым дифрактометром (геометрия съёмки, принцип работы, программное обеспечение);
- овладение приёмами определения пространственных групп на основе трехмерных наборов рефлексов, полученных на современных дифрактометрах;
- изучение важнейших методов структурной расшифровки;
- знакомство с основными современными программами, используемыми для расшифровки кристаллических структур;
- новые подходы к изучению сложных кристаллохимических явлений (модуляция, микродвойникование, политипизм и др.);
- знакомство с методиками изучения структурных перестроек при высоких давлениях и температурах;

Краткое содержание дисциплины (аннотация):

Курс “Рентгеноструктурный анализ” включает следующие основные разделы:

- физические и кристаллографические принципы теории рассеяния рентгеновских лучей кристаллами;
- основные положения концепции обратной решетки и ее применение для интерпретации дифракции электромагнитных волн в кристаллах;
- изучение практических приемов прецизионных определений параметров элементарных ячеек и их изменений в зависимости от состава кристаллов и физико-химических условий кристаллогенезиса.
- знакомство с методами получения экспериментальных данных для определения структур минералов;
- обзор основных методов определения атомных позиций в элементарной ячейке кристалла;
- возможности современных программных комплексов для решения структурных задач.
- интерпретация результатов рентген-дифракционных экспериментов в свете современных кристаллохимических концепций.

1. Место дисциплины (модуля) в структуре ОПОП ВО – относится к вариативной части ОПОП, является дисциплиной по выбору, курс – IV, семестр – 8.

2. Входные требования для освоения дисциплины (модуля), предварительные условия:

освоение дисциплин Высшая математика, Информатика, Физика, Химия общая, Рентгенография минералов

3. Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), соотнесенные с требуемыми компетенциями выпускников.

Компетенции выпускников (коды)	Индикаторы (показатели) достижения	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), сопряженные с компетенциями
--------------------------------	------------------------------------	---

	компетенций	
<p>Б.ОПК-1. Способен применять знания фундаментальных разделов наук о Земле, базовые знания естественно-научного и математического циклов при решении стандартных профессиональных задач.</p>	<p>Б.ОПК-1. И-1. Использует базовые знания фундаментальных разделов математических и естественных наук в профессиональной деятельности</p> <p>Б.ОПК-1. И-2. Использует базовые знания фундаментальных разделов наук о Земле в профессиональной деятельности</p>	<p>Знать: теоретические основы и практические приемы при использовании монокристалльных и порошковых рентгенодифракционных методов.</p> <p>Уметь: использовать экспериментальные данные для определения состава и структуры кристаллов, а также владеть навыками интерпретации полученных результатов на основе современных кристаллохимических концепций..</p>
<p>Б.ПК-2. Способен в составе научно-исследовательского коллектива участвовать в получении и интерпретации информации (в соответствии с профилем подготовки).</p>	<p>Б.ПК-2. И-1. Под руководством специалиста высокой квалификации участвует в получении информации по объектам исследования (в соответствии с профилем подготовки), составляет рефераты и аналитические обзоры по собранной информации.</p> <p>Б.ПК-2. И-2. Владеет навыками по обработке полученных результатов согласно требованиям, принятым в профессиональном сообществе.</p> <p>Б.ПК-2. И-3. Готовит отчетную документацию по выполненной работе.</p>	<p>Знать: основные положения метода проб и ошибок, тяжелого атома и подходов, основанных на соотношениях между экспериментальными величинами структурных амплитуд, для выявления основных элементов кристаллических структур.</p>
<p>Б.ПК-5. Готов к работе на современных полевых/лабораторных приборах, установках и оборудовании в соответствии с профилем подготовки.</p>	<p>Б.ПК-5. И-1. Знает физические принципы и технические характеристики стандартного современного полевого/лабораторного оборудования (по профилю подготовки).</p> <p>Б.ПК-5. И-2. Имеет базовые навыки работы</p>	<p>Знать: принципы получения экспериментальных рентгенодифракционных данных в монокристалльных дифрактометрах и их последующей обработки. Основные этапы определения и уточнения кристаллических структур с применением современных вычислительных комплексов.</p>

	<p>под руководством специалиста высокой квалификации на полевом/лабораторном оборудовании (по профилю подготовки).</p> <p>Б.ПК-5. И-3. Знает правила техники безопасности при работе на полевом/лабораторном оборудовании (по профилю подготовки).</p>	
<p>Б.ПК-12. Способен организовывать мероприятия, направленные на соблюдение правил по охране труда и контроль за соблюдением правил техники безопасности.</p>	<p>Б.ПК-12. И-1. Знает правила по охране труда и контролю за соблюдением техники безопасности при поведении полевых/лабораторных работ.</p> <p>Б.ПК-12. И-2. Имеет базовые навыки организации мероприятий по соблюдению правил по охране труда и контролю за соблюдением правил техники безопасности.</p>	<p>Знать: основы правильной эксплуатации автоматических монокристалльных дифрактометров.</p> <p>Уметь: по данным электронно-зондового анализа рассчитывать химический состав минерала и использовать необходимые опции для определения кристаллических структур.</p> <p>Владеть: поиском современной информации по теме исследований, опытом ее обобщения и методами графического представления кристаллических структур.</p>
<p>Б.СПК-1.Способность к поиску, критическому анализу, обобщению и систематизации научной информации в области наук геохимического цикла (формируется частично).</p>	<p>Б.СПК-1. И-1. Владеет методами поиска и анализа информации в области наук геохимического цикла, в том числе – с применением современных информационно-коммуникационных технологий.</p> <p>Б.СПК-1. И-2. Владеет навыками систематизации и интерпретации данных в области в области наук геохимического цикла.</p>	

знать: основные подходы к исследованию кристаллической структуры с использованием монокристалльных и порошковых рентгendifракционных методов.

уметь: использовать основные приемы структурной расшифровки и интерпретировать полученные результаты в свете основных современных концепций минералогической кристаллографии.

владеть: теоретическими основами и практическими навыками по использованию монокристалльных и порошковых рентгенодифракционных методов при исследовании состава и структуры кристаллов, поиском современной информации по теме исследований, опытом ее обобщения и методами графического представления кристаллических структур.

4. Объем дисциплины (модуля) Общая трудоемкость: 8 зачетных единиц, 288 академических часов, 3 часа в неделю (5 семестр), 3 часа в неделю (6 семестр), 4 часа в неделю (8 семестр), в том числе в 8 семестре **44** академических часов, отведенных на контактную работу обучающихся с преподавателем (**22** часов – занятия лекционного типа, **22** часов – занятия семинарского типа, **64** академических часа на самостоятельную работу обучающихся). Форма промежуточной аттестации – экзамен

5. Формат обучения не предполагает электронного обучения и использования дистанционных образовательных технологий (за исключением форс-мажорных обстоятельств – пандемии и т.п.)

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

Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины (модуля), Форма промежуточной аттестации по дисциплине (модулю)	Всего (часы)	В том числе				Самостоятельная работа обучающегося, часы * <i>(виды самостоятельной работы – эссе, реферат, контрольная работа и пр. – указываются при необходимости)</i>
		Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем) Виды контактной работы, часы				
		Занятия лекционного типа	Занятия лабораторного типа	Занятия семинарского типа	Всего	
Введение. Проблематика современных исследований минералов методами рентгеноструктурного анализа.		2		2		4 сдача расчетных работ
Получение предварительных экспериментальных данных для структурных определений.		2		2		4 сдача расчетных работ
Монокристаллическая дифрактометрия.		2		2		8 сдача расчетных работ
Уточнение пространственной группы.		2		2		8 сдача расчетных работ
Первые структурные определения		2		4		8 сдача расчетных работ
Метод “тяжелого атома”.		2		2		8 сдача расчетных работ
Представления о прямых методах структурной расшифровки.		4		2		8 сдача расчетных работ
Этапы уточнения структуры.		2		2		8 сдача расчетных работ
Изображение полученных структурных моделей.		2		2		8 сдача расчетных работ
Расчет локального баланса валентных усилий		2		2		8 сдача расчетных работ
ПРОМЕЖУТОЧНАЯ АТТЕСТАЦИЯ						экзамен
ВСЕГО	108			44		64

Содержание разделов дисциплины:

Проблематика современных исследований минералов методами рентгеноструктурного анализа.

Определение длины волны рентгеновских лучей. Первое структурное исследование галита. Подобие рентгенограмм при одинаковых параметрах элементарной ячейки.

Получение предварительных экспериментальных данных для структурных определений (параметры элементарной ячейки, пространственная группа, вероятный состав). Монокристалльный фотометод. Съёмка в камерах РК ОП и Вейсенберга: рентгенограммы качания и вращения. Юстировка кристалла. Формула для расчета параметров элементарных ячеек. Индексирование разверток слоевых линий.

Монокристалльная дифрактометрия и ее основные этапы.

Геометрия 4-х кружного дифрактометра. Типы гониостатов. Размеры кристаллов и монохроматоры. Что такое вектор дифракции и плоскость дифракции? Определение трансляций и их взаимных ориентаций в дифрактометре “Синтекс”. Определение параметров и ориентации кристалла с использованием процедуры «Peak hunting». Особенности современных монокристалльных дифрактометров (на примере дифрактометра Xcalibur S, оснащенного позиционно-чувствительным детектором.

Программы сбора экспериментальных данных и их обработки (*CrysAlisPro Version 1.171.37.34*). Стандартные отклонения при оценке интенсивностей дифрагированных лучей. Обработка экспериментальных данных, полученных в дифрактометре. Усреднение рефлексов. Аномальное рассеяние. Особенности усреднения рефлексов в случае аномального рассеяния одним из атомов.

Перестановка осей и пересчет дифракционных индексов в случае неправильно выбранных параметров элементарной ячейки. Матрицы перехода от пр.гр. Pn к Pс, от I к C-ячейке у моноклинных кристаллов и от R к H-ячейке у гексагональных кристаллов. Матрица Ниггли и расчёт объёма элементарной ячейки. Пересчёт координат атомов в “новой” ячейке со стандартной ориентировкой реперных осей

Уточнение пространственной группы. Формулы для расчёта структурных факторов в случае различных погасаний, связанных с: а) C-трансляцией; б) I-трансляцией; в) плоскостями скользящего отражения; г) винтовыми осями. Осложнения в определении пространственных групп, связанные с вторичными рефлексами. Применение теории вероятности для оценки распределения величин нормализованных структурных амплитуд в случае centrosymmetric и acentric кристаллов. Статистика интенсивностей дифракционных рефлексов и её использование для уточнения пространственной группы. Формулы Вилсона. Пример уточнения пространственной группы на основе графиков Хоуэлса, Филипса и Роджерса. Тест на энантиоморфизм и полярность структуры Г.Флака. Тест на выявление псевдосимметрии. Программа “MISSYM”.

Метод “тяжелого атома”. Ряды Фурье и идея Брэгга об их применении для описания периодической структуры кристаллов. Первые работы по проверке этой идеи методом проб и ошибок: 1) определение структуры квасцов и метод изоморфных замещений; 2) сопоставление теоретического и экспериментального распределения электронной плотности в структуре диоксида; 3) определение структуры $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

Функция Патерсона - формализованный метод выявления позиций тяжелых атомов. Ограничения в использовании функции Патерсона. Симметрия функции Патерсона. Пики “связки” и “взаимодействия”. Систематический анализ функции Патерсона. Теорема

Бутузова-Белова. Метод “ромбов” при расшифровке функции Патерсона. Представления о суперпозиционных методах. Функция минимализации. Критерии оценки целесообразности использования метода “тяжелого атома”. Обострение функции Патерсона. Харкеровские сечения и протыкание функции Патерсона. Выявление позиции тяжелого атома на основе эффекта аномального рассеяния.

Трансформанта Фурье и её использование для расчёта электронной плотности. Формулы для расчета электронной плотности в случае centrosymmetric кристаллов и кристаллов с пр. гр. $P2$. Проекция электронной плотности на плоскость и линию. Осложнения, связанные с обрывом ряда.

Представления о прямых методах структурной расшифровки. История возникновения прямых методов структурной расшифровки. Единичные структурные амплитуды. Иллюстрация применения прямых методов при определении структуры алмаза. Зависимость знаков структурных амплитуд от выбора начала координат в элементарной ячейке. Правила выбора рефлексов для фиксации начала координат. Детерминант Карле-Хауптмана и получение на его основе неравенств Харкера-Каспера. Вывод неравенств между единичными структурными амплитудами при наличии в кристалле центра инверсии и оси 2. Структурный инвариант. Равенство Сейра. Подход к оценке вероятности выполнения неравенства $F_{h1}F_{h2}F_{h1-h2} > 0$.

Уточнение структуры.

Коэффициент приведения к абсолютной шкале. Температурный фактор (общий изотропный и анизотропный для каждого атома). Вывод формулы для расчета коэффициента Дебая-Валлера. Поправки на аномальное рассеяние, поглощение и экстинкцию. Расчет коэффициента поглощения. Ψ -сканирование. Особенности уточнения позиционных параметров и анизотропных тепловых поправок высокосимметричных кристаллов. Уточнение фактора заселенности у атомов в структуре. Вклад внутренних и внешних электронов в атомный фактор рассеяния. Уточнение энантиоморфных структур. Параметр Флака. Критерии правильности структурных определений.

Вспомогательные программы для расчета межатомных расстояний и углов; программы изображения кристаллических структур. Расчет баланса валентностей, как критерия достоверности структурной расшифровки. Корреляция структурных особенностей и физических свойств кристаллов (анизотропия тепловых поправок и ионная проводимость, ацентричность и пьезоэффект и др.).

Изучение усложняющих реальную структуру явлений.

Особенности уточнения модулированных структур. Описание дифракционной картины на основе 4-х и более векторов. Вектор модуляции. Волны модуляции. Использование представлений о структурной модуляции для интерпретации фазового перехода гётит-гематит. Подходы к структурной интерпретации микродвойникования и полисоматизма.

Новые возможности рентгеноструктурного анализа минералов.

Использование синхротронного излучения. Дифракция при высоких давлениях. Состав верхней мантии. Состав мантии ниже границы 670 км. Новые данные о составе ядра Земли. Легкие элементы в ядре. Возможные реакции в глубинных зонах нижней мантии и на границе мантия – ядро. Новая модель глубинных геосфер и минеральные трансформации.

Семинары

Съемка монокристаллов в камере РКОП, определение параметров элементарной ячейки методами Лауэ и качания. Расчет рентгенограммы качания. Юстировка кристалла вдоль особого направления для съёмки в камере Вейсенберга.

Знакомство с устройством рентгенометра Вейсенберга. Юстировка монокристалла в рентгенометре. Получение и расчет рентгенограммы полного вращения, а также развёрток 0-й и 1-й слоевых линий в рентгенометре Вейсенберга.

Индицирование развёртки 0-й слоевой с помощью интерференционных кривых.

Определение метрики элементарной ячейки и её симметрии. Устройство камеры КФОР.

Геометрия съёмки. Индицирование 0-й слоевой и определение параметров и симметрии элементарной ячейки кристалла.

4-х круглый автоматический монокристалльный дифрактометр, его устройство, геометрия съёмки, Вывод атомных плоскостей в отражающее положение.

Метод «тяжелого атома». Локализация атомных положений на основе функции

Патерсона.

Нормированные структурные амплитуды и определение знаков структурных амплитуд на основе равенства Сейра.

Использование программных комплексов APEN и SHELX-97. Расчет межатомных расстояний и углов, локального баланса валентных усилий, а также знакомство с программой ATOMS для изображения кристаллических структур.

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 лабораторных/практических/расчетных работ (при наличии).

Для текущего контроля студентов в ходе семестра проводятся контрольные работы/опросы.

Примерный перечень вопросов для проведения текущего контроля/ Темы контрольных работ:

Рентген при высоких давлениях (аппаратура, результаты)

Рентген при высоких температурах (порошки, монокристаллы, результаты)

Нейтроннография в структурном анализе

Электронография в структурном анализе

Расчетные домашние задания:

Локализация атомов на основе функции Патерсона

Этапы уточнения структуры

Диффузное рассеяние и его роль в изучении структурных дефектов

Определение знаков структурных амплитуд с использованием неравенств Харкера - Каспера

Статистический подход к определению знаков структурных амплитуд

Плотность галита 2.168г/см^3 . Рассчитайте параметр элементарной ячейки галита NaCl.

Параметр кубической элементарной ячейки CaF_2 $a = 5.463 \text{ \AA}$. Кристалл установлен в дифрактометре таким образом, что ось c [001] параллельна оси вращения и

перпендикулярна плоскости, в которой лежат первичный (распространяется вдоль $[-1\ 0\ 0]$) и дифрагированные лучи. На какой угол следует повернуть кристалл, чтобы получить отражение 460 при съёмке на Cu K излучении (1.5418 Å)? Какой угол составит дифрагированный луч по отношению к первичному? Какой угол составят первичный и дифрагированный лучи по отношению к осям ячейки?

Кубический кристалл с параметром ячейки $a = 4.026\ \text{Å}$ установлен в монокристалльном дифрактометре так, что направление распространения первичного пучка соответствует $[-100]$. Съёмка проводится на медном излучении ($\lambda_{\text{Cu}} = 1.5418\ \text{Å}$). Рассчитайте, насколько надо повернуть кристалл вокруг оси ω , чтобы зарегистрировать рефлекс с индексом 240. Какой угол составит дифрагированный луч по отношению к первичному? Какой угол составят первичный и дифрагированный лучи по отношению к осям ячейки?

Параметры эл.яч. монтичеллита CaMgSiO_4 : $a=4.82$, $b=11.08$, $c=6.37\text{Å}$. X-луч (Cu K α излучение, $\lambda=1.5418\ \text{Å}$) распространяется вдоль $[-100]$. На какой угол надо повернуть кристалл, чтобы зарегистрировать рефлекс 230. Определите углы между первичным и дифрагированным лучами с осями элементарной ячейки.

Выведите уравнение расчета параметра элементарной ячейки на основе рентгенограммы, полученной в камере РКОП или РГНС.

Для тригонального кристалла родохозита MnCO_3 с использованием Cu K α излучения (1.5418 Å) вдоль взаимно перпендикулярных осей получены рентгенограммы вращения, а также лауэграммы, когда каждая из этих осей была параллельна первичному пучку. Радиус кассеты 30 мм, данные снимков указаны ниже.

ось	I	II	III
слоевая линия	8-ая	4-ая	2-ая
расстояние до 0-й сл. линии (мм)	38.40	35.55	25.40
симметрия Лауэ снимков	3m	m	2

Определить параметры элементарной ячейки и Лауэ класс родохозита.

В камере качания с использованием Cu K излучения (1.5418 Å) для кубического кристалла получены три рентгенограммы, когда направления $[100]$, $[110]$ и $[111]$ были параллельны оси качания. Радиус кассеты 30 мм. Ниже приведены результаты замеров расстояний $2H_n$ между $+n$ -ой и $-n$ -ой слоевыми линиями:

n	3	5	3
$2H_n(\text{мм})$	41.0	53.5	51.5

Определить параметры и тип элементарной ячейки.

В кристалле, не обладающим пьезоэффектом (есть -1), установлены погасания $0k1$ $k+1 = 2n+1$ и $hk0$ $h = 2n+1$. Электронно-зондовый анализ выявил в его составе присутствие Pb и P. На функции Патерсона выявлены наиболее высокие максимумы со следующими координатами: 1) $0\ 0.1\ 0$; 2) $0.4\ \frac{1}{2}\ \frac{1}{2}$; 3) $1/2\ 0\ 0.2$. Какова симметрия функции Патерсона? Какую информацию можно получить о положении атомов Pb в структуре?

Дравертит $\text{CuMg}(\text{SO}_4)_2$, обладает моноклинной симметрией, $a = 4.81$, $b = 8.44$, $c = 6.77\ \text{Å}$, $\beta\ 94.6^\circ$. Закономерные погасания: $0k0$ $k=2n+1$, $h0l$ $h+1 = 2n+1$. N(z) тест указал на наличие ц. инв. Плотность $3.5\ \text{г/см}^3$. Определите пр. группу и число формульных единиц. Самые высокие максимумы на функции Патерсона: $0\ 0\ 0$, $0\ 0\ 1/2$, $\frac{1}{2}\ \frac{1}{2}\ \frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}\ \frac{1}{2}\ 0$, $0\ \frac{1}{2}\ \frac{1}{2}$. Выскажите предположения о расположении атомов Cu и Mg.

Дифракционная картина кристалла выявила присутствие отражений: $0kl$ с $k = 2n$; $h0l$ с $l = 2n$ и $hk0$ с $h=2n$. Изобразите пр. гр. Функция Патерсона содержит максимумы $u=0.3, v=1/2, w=0$; $u=0, v=0.1, w=1/2$; $u=1/2, v=0, w=0.4$. Определите координаты «тяжелого» атома.

Ниже приведены наиболее значимые значения нормированных структурных амплитуд E , полученные от centrosymmetric кристалла. Три из них с произвольно выбранными знаками использованы для фиксации начала координат. Пользуясь знаковым соотношением из тройных произведений, сделайте все возможные заключения о знаках E остальных рефлексов.

hkl	428	2-32	3-16	132	413	241
E	2.4	2.6	3.1	2.5	2.0	2.6
s	+	+	+			

Рассчитайте валентные усилия в Ti-октаэдре в структуре кальцитита. Расстояния Ti-O равны $1.897 \times 2, 1.959 \times 2, 1.989 \times 2$ А.

Тетрагональный кристалл халькопирита $CuFeS_2$ с параметрами ячейки $a=b=5.286$ и $c=10.41$ А установлен в дифрактометре так, что первичный пучок идет вдоль $[00-1]$, а плоскость (204) перпендикулярна плоскости дифракции. Какой нужен поворот, чтобы вывести ее в отражающее положение. Определите углы первичного и дифрагированного лучей с осями a и c элементарной ячейки. Плотность минерала 4.2 г/см³. Определите число формульных единиц.

Пр.гр. I-42d: какие позиции возможны для атомов Cu, Fe и S?

У ромбического кристалла, обладающего пьезоэффектом и содержащего Zr, Si и O, дифракционная картина содержит погасания: $0kl: l = 2n+1$. Функция Патерсона содержит максимумы $0.2, 0, 1/2; 0, 0.3, 0; 0.205, 0.296, 1/2$. Какие первые шаги по определению структуры Вы предпримете?

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

Примерный перечень вопросов при промежуточной аттестации:

Вывод уравнения расчета параметра элементарной ячейки на основе рентгенограммы, полученной в камере РКОП или РГНС.

Проблема выявления центра инверсии. Закон Фриделя. Неэквивалентность Фриделевских пар в случае аномального рассеяния. Статистика интенсивностей.

Принципы получения и обработки экспериментального материала в дифрактометрах «Синтекс» и «X-Calibur».

Пределы по hkl при съемке кристаллов.

Аномальное рассеяние и его роль в структурном анализе.

Метод проб и ошибок. Первые определения структур квасцов и халькантита,

Функция Патерсона и её свойства. Формула расчета.

Функция электронной плотности. Ошибки, связанные с обрывом рядов Фурье. Почему при суммировании комплексных F_{hkl} получается вещественное распределение (хуз)?

Единичные структурные амплитуды при регистрации дифракционной картины алмаза. На примере этой структуры объясните, почему знаки структурных амплитуд фиксируют начало координат. Определение знаков структурных амплитуд на основе неравенств Харкера-Каспера (на примере алмаза).

Детерминант Карле-Хауптмана. Вывод неравенств Харкера-Каспера на его основе.

Равенство Сэйра.

Этапы уточнения структуры. Температурный фактор. Поправка на поглощение.

Расчет локального баланса валентных усилий.
 Параметр Флака при определении энантиоморфных форм
 Использование метода Ритвельда в структурном анализе.

Шкала и критерии оценивания результатов обучения по дисциплине.

Результаты обучения	«Неудовлетворительно»	«Удовлетворительно»	«Хорошо»	«Отлично»
Знания: освоение теоретических основ и практических приемов по использованию монокристалльных и порошковых рентгендифракционных методов при исследовании состава и структуры кристаллов, а также интерпретация полученных результатов на основе современных кристаллохимических концепций.	Знания отсутствуют или весьма фрагментарны	Знания есть, но отсутствует их систематичность	Знания систематические, но имеются пробелы	Систематические знания в достаточном объеме
Умения: Получить набор дифракционных отражений, определить координаты атомов, их тепловые поправки, межатомные расстояния и углы	Умения отсутствуют	В целом успешное, но не систематическое умение, допускает неточности непринципиального характера	В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы в понимании принципов структурного определения	Успешное умение расчета углов для вывода определенных атомных плоскостей в отражающее положение и понимание подходов к определению структур
Владения: методами получения экспериментальных данных и расчетов на их основе для структурных определений	Отсутствует понимание подходов к решению задач рентгеноструктурного анализа	Фрагментарное владение методикой, наличие отдельных навыков	В целом сформированные навыки структурных определений, но допускаются ошибки в понимании их отдельных	Владение методами определения атомных позиций в кристаллических структурах и их последующим

			этапов	уточнением
--	--	--	--------	------------

8. Ресурсное обеспечение:

А) Перечень основной и дополнительной литературы.

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

Пуцаровский Д.Ю., Фетисов Г.В. Построение дифрактограмм поликристаллов по структурным данным. М., МГУ, 1991, с.56.

“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.

“The Rietveld Method” edited by R.A. Young. IUCr Oxford Science Publications, 1993, 299 p.

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.

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

Б) Перечень лицензионного программного обеспечения пакеты программ Microsoft Office Excel, Microsoft Office PowerPoint (при необходимости)

В) Перечень профессиональных баз данных и информационных справочных систем базы данных ICSD, ICDD

Г) программное обеспечение и Интернет-ресурсы (лицензионное программное обеспечение не требуется): пакеты программ Wyriete 3.3, FullProf, SHELX-97

Д) Материально-технического обеспечение:

- аудитория, рассчитанная на группу из 8 учащихся;

- компьютерный класс, рассчитанные на группу из 8 учащихся с лицензионным программным обеспечением, включающим современные специализированные программы для обработки рентгендифракционных данных и базы данных;

б) оборудование:

- 4 порошковых дифрактометра (1 из порошковых дифрактометров оснащен высокотемпературной камерой)

- монокристалльный дифрактометр

- мультимедийный проектор

9. Язык преподавания – русский.

10. Преподаватель (преподаватели) – профессор, академик Д.Ю. Пуцаровский

11. Разработчики программы – профессор, академик Д.Ю. Пуцаровский