

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ
ИНСТИТУТ ОБЩЕЙ И НЕОРГАНИЧЕСКОЙ ХИМИИ ИМ.Н.С.КУРНАКОВА
РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК
(ИОНХ РАН)

Рабочая программа дисциплины
РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ

Направление подготовки
04.06.01 – ХИМИЧЕСКИЕ НАУКИ

Направленность (профиль) программы
Неорганическая химия

Квалификация (степень)
Исследователь. Преподаватель-исследователь

Нормативный срок обучения – 4 года
Форма обучения – очная

Москва
2018 г.

1. Цели и задачи освоения дисциплины

Целью учебного курса «Рентгеноструктурный анализ» является изучение аспирантами физических основ генерации и взаимодействия рентгеновского излучения с веществом, теоретических и экспериментальных основ современного рентгеноструктурного анализа, расширение и углубление знаний аспирантами основных теоретических понятий современной кристаллохимии и супрамолекулярной химии.

Основными задачами изучения учебного курса является формирование у аспирантов углубленных знаний по физике взаимодействия рентгеновского излучения с веществом, о возможностях современного дифрактометрического оборудования, о расшифровке и уточнении структур, об анализе кристаллографических баз данных.

2. Место дисциплины в структуре ОПОП ВО

Настоящая дисциплина «Рентгеноструктурный анализ» – модуль основной профессиональной образовательной программы высшего образования – программы подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре по направлению подготовки 04.06.01 – Химические науки по специальности 02.00.01 – Неорганическая химия. Дисциплина относится к группе дисциплин по выбору.

Эта дисциплина является продолжением основополагающих дисциплин «Неорганическая химия», «Элементы строения вещества», «Основы квантовой механики», а также специальных курсов «Спектроскопические методы анализа», «Физические методы исследования в химии», изучаемых в ВУЗах химического профиля.

В курсе рассматриваются понятия и принципы рентгеноструктурного анализа при различных способах получения дифракционной картины (монокристалльные и порошковые методы). Рассмотрены основные физические явления, используемые в рентгеноструктурном анализе - формирование характеристического и тормозного рентгеновского излучения, процессы дифракции и рассеяния рентгеновского излучения в веществе. Обсуждаются принципы работы современного рентгеноструктурного оборудования. Рассмотрены способы пробоподготовки, предельные возможности и характеристики метода. Обсуждаются метрологические характеристики современного рентгеноструктурного анализа.

3. Требования к результатам освоения дисциплины

В рамках данной дисциплины углубляются и развиваются следующие компетенции:

Универсальные компетенции:

- способность к критическому анализу и оценке современных научных достижений, генерированию новых идей при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях (УК-1);

- готовность участвовать в работе российских и международных исследовательских коллективов по решению научных и научно-образовательных задач (УК-3).

Общепрофессиональные компетенции:

- способность самостоятельно осуществлять научно-исследовательскую деятельность в соответствующей профессиональной области с использованием современных методов исследования и информационно-коммуникационных технологий (ОПК-1);

- готовность организовать работу исследовательского коллектива в области химии и смежных наук (ОПК-2);

- готовность к преподавательской деятельности по основным образовательным программам высшего образования (ОПК-3).

Профессиональные компетенции:

- способность к самостоятельному проведению научно-исследовательской работы и получению научных результатов, удовлетворяющих установленным требованиям к содержанию диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук по специальности 02.00.01 Неорганическая химия (ПК-1);

- владение методами отбора материала, преподавания и основами управления процессом обучения в образовательных организациях высшего образования (ПК-2).

4. Структура и содержание дисциплины

Общая трудоемкость дисциплины составляет 4 зачетных единиц (144 часа).

Дисциплина изучается на втором году обучения в аспирантуре. Дисциплина состоит из 6 разделов.

4.1 Структура дисциплины

№ п/п	Наименование дисциплины	Объем учебной работы (в часах)						Вид итогового контроля	
		Всего	Всего аудит.	Из аудиторных					Сам. работа
				Лекц.	Лаб.	Прак	КСР.		
1.	Рентгеноструктурный анализ	144	57	17	40	-	-	87	кандидатский экзамен по специальности

4.2 Содержание дисциплины

4.2.1 Разделы дисциплины и виды занятий

№ п/п	Раздел Дисциплины	Виды учебной работы, и трудоемкость (в часах)				Самостоятельная работа
		Лек.	Лаб.	Пр.	КСР	
1.	Физические основы генерации рентгеновского излучения	2	5	-	-	12
2.	Физические основы взаимодействия рентгеновского излучения с веществом	3	7	-	-	15
3.	Дифрактометрическое оборудование	3	7	-	-	15
4.	Основы методов расшифровки и уточнения структур	3	7	-	-	15
5.	Анализ молекулярной структуры и кристаллических упаковок	3	7	-	-	15
6.	Работа с кристаллографическими базами данных	3	7	-	-	15

4.2.2 Содержание разделов дисциплины

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Содержание раздела (темы)	Форма проведения занятий
1.	Физические основы генерации рентгеновского излучения	Характеристические рентгеновские спектры. Правило Мозли. Систематика рентгеновских линий. Интенсивность линий характеристического спектра. Спектральные серии. Излучение рентгеновских трубок и вращающихся анодов. Материалы анодов и методы их охлаждения. Угол отбора. Монохроматоры и рентгеновские фильтры, коллимация пучков. Поляризация рентгеновского излучения. Юстировка источников излучения. Спектр синхротронного излучения. Полное внешнее отражение. Лазеры на свободных электронах.	Лекции, лабораторные, самостоятельная работа аспиранта
2.	Физические основы взаимодействия рентгеновского излучения с веществом	Рассеяние рентгеновского излучения в веществе. Эффект Комптона. Массовый коэффициент ослабления рентгеновского излучения в веществе. Дифракция рентгеновского излучения на	Лекции, лабораторные, самостоятельная работа аспиранта

		<p>кристаллических решетках. Условие Брегга-Вульфа. Амплитуды атомного рассеяния. Распределение электронной плотности и структурные амплитуды. Обратное пространство. Дифракционные индексы обратной решетки. Сфера Эвальда. Аномальное рассеяние. Сингония и решетки Браве. Пространственные группы. Определение групп по характеристическим погасаниям. Методы учета поглощения. Детектирование рентгеновского излучения. Прямое и не прямое преобразование квантов. Сцинтилляционные, газовые ионизационные и полупроводниковые детекторы.</p>	
3.	Дифрактометрическое оборудование	<p>Основные блоки и узлы дифрактометров, применяемых в рентгеноструктурном анализе. Трех- и четырех-кружные гониометры. Взаимное расположение осей. Каппа-геометрия. Угловые ограничения. Низкотемпературные приставки. Гониометрические головки. Установка и юстировка кристаллов. Определение параметров элементарной ячейки. Матрица Ниггли. Перестановка осей и пересчет дифракционных индексов, матрицы перехода. Двойникование. Вторичные рефлексы. Получение экспериментальных интенсивностей. Выбор оптимальной стратегии и параметров съемки при разных длинах волн источника. Избыточность и полнота экспериментов. Программные комплексы для первичной обработки данных. Учет поглощения. Метод Дебая — Шеррера для порошков. Качественный и количественный фазовый анализ. Метод Ритвельда. Обзор приборов основных современных производителей. Сравнение характеристик.</p>	Лекции, лабораторные, самостоятельная работа аспиранта
4.	Основы методов расшифровки и уточнения структур	<p>Определение пространственных групп. Распределение интенсивностей для centrosymmetric и ацентричного кристаллов. Приближение сферического атома. Метод тяжелого атома. Прямые методы. Суперпозиционные методы. Изоморфное замещение. Сравнительные характеристики программных пакетов. Метод наименьших квадратов при уточнении структур. Коэффициент приведения к абсолютной шкале. Минимизируемые величины. Весовые</p>	Лекции, лабораторные, самостоятельная работа аспиранта

		схемы. Изотропные и анизотропные температурные факторы. Поправки на аномальное рассеяние, поглощение и экстинкцию. Погрешности атомных координат, длин связей и валентных углов. Модулированные кристаллы. Позиционная и ротационная неупорядоченность. Коэффициенты заселенности. Сольватные растворители. Процедура Squeeze. Программные пакеты для уточнения. Оценка достоверности получаемых данных. Тест Хиршфельда. Стандартные формы файлов для представления и депонирования результатов.	
5.	Анализ молекулярной структуры и кристаллических упаковок	Конформационный анализ. Энергия внутримолекулярных взаимодействий. Координационные полиэдры и <i>транс</i> -влияние. Кристаллические упаковки. Топология межмолекулярных агрегатов. Супрамолекулярная химия. Вторичные связи. Направленные и ненаправленные межмолекулярные взаимодействия, их пространственные и энергетические характеристики. Водородные связи. СН-π и стэкинг-взаимодействия. Агостические и металлофильные взаимодействия. Принципы визуализации кристаллических структур.	Лекции, лабораторные, самостоятельная работа аспиранта
6.	Работа с кристаллографическими базами данных	Кэмбриджская база данных органических, металлоорганических и островных структур. Информационное содержание. Типы представления структурных и кристаллографических данных. Поисковый интерфейс. Создание релевантных запросов на поиск структурных, экспериментальных, реферативных и иных характеристик. Сложносочиненные, последовательные и комбинированные запросы. Поиск межмолекулярных контактов. Статистический анализ и его визуализация. Неорганическая база структурных данных. Информационное содержание. Типы представления структурных и кристаллографических данных. Поисковый интерфейс. Пересечения и взаимодополняемость обеих баз. Порошковые базы данных.	Лекции, лабораторные, самостоятельная работа аспиранта

5. Образовательные технологии

Основными образовательными технологиями, используемыми при реализации учебной работы, являются лекции, семинары ведущих отечественных и зарубежных ученых и консультации

с преподавателями; проведение лабораторных работ в лаборатории, участие обучаемых в научной работе и выполнение исследовательских проектов.

6. Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы аспирантов. Оценочные средства для текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации по итогам освоения дисциплины.

Самостоятельная работа аспирантов предполагает проработку лекционного материала в читальном зале библиотеки, в лабораториях, с доступом к лабораторному оборудованию, приборам, базам данных, к ресурсам Интернет. Кроме того, аспирантам предлагается конспектирование и проработка материала научных докладов на заседаниях Ученого Совета ИОНХ РАН, его секций, диссертационных советов по специальности, участие в работе научных конференций и школ, работу в библиотеке и на сайтах электронных изданий.

Форма контроля знаний – кандидатский экзамен в конце курса, включающий теоретические вопросы.

7. Учебно-методическое и информационное обеспечение дисциплины

При изучении дисциплины аспиранты используют основную и дополнительную литературу, рекомендованную преподавателем. Кроме того, преподаватель может рекомендовать аспиранту ознакомиться с дополнительными материалами методического характера.

Название электронного или печатного ресурса (основная или дополнительная)	Тип	Кол-во экз.
Основная литература:		
Рид С. Электроннозондовый микроанализ. М.: Мир, 1979. – 423 с.	печ.	2
Мазалов Л.Н. Рентгеновские спектры. Новосибирск: 1977г.	печ.	1
Афонин В.П., Гуничева Т.Н., Пискунова Л.Ф. Рентгенофлуоресцентный силикатный анализ. Новосибирск: Наука, 1984. – 227 с.	печ.	электронная копия
Елфимов В.И. Основы общей химии, 2015	печ.	1
Ахметов Н.С. Лабораторные и семинарские занятия по общей и неорганической химии, 2014.	печ.	1
Клюквина Е.Ю. Общая и неорганическая химия: курс лекций, 2013	печ.	1
Дополнительная литература:	печ.	
Блохин М.А. Физика рентгеновских лучей. М.: ГИТТЛ, 1957. – 518 с.		3
Лосев Н.Ф. Количественный рентгеноспектральный флуоресцентный анализ. М.: Наука, 1969. – 336 с.	печ.	2
Блохин М.А., Швейцер И.Р. Рентгеноспектральный справочник. М.: Наука, 1982. – 375 с.	печ.	1
Баринский Р.Л., Нефедов В.И. Рентгеноспектральное определение заряда атомов в молекулах. М.: Наука, 1966. – 245 с.	печ.	3
Майзель А., Леонхардт Г., Сарган Р. Рентгеновские спектры и химическая связь. Киев: Наукова думка, 1981. -419 с.	печ.	1
Майер Вероника Р. Практическая высокоэффективная жидкостная хроматография / Майер В.Р.; Петухов Иван Алексеевич [и др.] (пер.). — Изд. 5-е. — М.: Техносфера, 2017	печ.	1
Естественные и технические науки (ВАК), RUS, 2016 (10, 11), Журнал	печ.	1
Неорганические материалы, 2016 (7,8,9,10,11,12); Журнал	печ.	1

Порошина И.А. Развитие методов структурной рефрактометрии и кристаллооптики для дисперсных минералов и неорганических соединений, 2014	печ.	1
Мальцева Н.Н. Борогидрид натрия, 1985	печ.	1
Твердые растворы и стекла на основе фторидов свинца (II) и висмута (III)/ Кавун В.Я.(и др.), 2013	печ.	1
Пероксидные соединения кальция. Синтез. Свойства. Применение/ Гладышев Н.Ф. (и др.), 2013	печ.	1
Дифракционный структурный анализ: уч.пособие для ВУЗ/ Илюшин А.С., Орешко А.П., 2013	печ.	1
Лидин Р.А. Химические свойства неорганических веществ, 2014	печ.	1
Митрасов Ю.Н. Реакции хлоридов фосфора (IV и V) с производными неорганических кислот, 2012	печ.	1
Шабанова Н.А. Золь-гель технологии: нанодисперсный кремнезем, 2012	печ.	1
Поверхностно-усиленная рамановская спектроскопия (SERS): аналитические, биофизические и биомедицинские приложения / Шлюкер С. (ред. ориг. изд.) ; Лушникова А.А. (пер. с англ. и ред.) М.: Техносфера, 2017	печ.	1

Интернет-ресурсы:

Институт имеет доступ к информационным ресурсам Web of Science, Scopus, Springer, E-Library.

8. Материально-техническое обеспечение дисциплины

В ИОНХ РАН имеется необходимая материально-техническая база для проведения лекций и практических занятий по дисциплине «Рентгеноструктурный анализ», а именно: учебные аудитории, конференц-залы, презентационное оборудование и т.п. Компьютеры, объединенные в локальную сеть с выходом в Интернет и подключенные к международным и российским научным базам данных и электронной библиотеке с основными международными научными журналами.

Программа составлена в соответствии с требованиями следующих нормативных документов:

1. Федеральный закон «Об образовании в Российской Федерации» от 29.12.2012 г. № 273-ФЗ;
2. Приказ Минобрнауки России от 30 июля 2014 г. № 869 «Об утверждении федерального государственного образовательного стандарта высшего образования по направлению подготовки 04.06.01 – Химические науки (уровень подготовки кадров высшей квалификации)»;
3. Приказ Министерства образования и науки РФ от 19.11.2013 №1259 «Об утверждении Порядка организации и осуществления образовательной деятельности по образовательным программам высшего образования – программам подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре (адъюнктуре)».

Автор(ы):



к.х.н. А.В.Чураков