

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

УТВЕРЖДАЮ

Декан химического факультета,
акад. РАН, профессор



/В.В. Лунин/

«30» мая 2014 г..

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ (МОДУЛЯ)
Дифракционные методы определения кристаллических структур

Уровень высшего образования:
Подготовка кадров высшей квалификации

Направление подготовки (специальность):
04.06.01 Химические науки

Направленность (профиль) ОПОП:
Физическая химия 02.00.04

Форма обучения:
очная

Рабочая программа рассмотрена и одобрена
Учебно-методической комиссией факультета
(протокол №3 от 19.05.2014)

Москва 2014

Рабочая программа дисциплины разработана в соответствии с самостоятельно установленным МГУ образовательным стандартом (ОС МГУ) для реализуемых основных профессиональных образовательных программ высшего образования по направлению подготовки 04.06.01 «Химические науки» на основе Образовательного стандарта, самостоятельно установленного МГУ имени М.В.Ломоносова (далее – ОС МГУ), утвержденного Приказом № 552 от 23.06.2014 г. по МГУ с учетом изменений в ОС МГУ, внесенных Приказом №831 по МГУ от 31.08.2015 г..

Год (годы) приема на обучение 2014/2015, 2015/2016, 2016/2017, 2017/2018,
2018/2019, 2019/ 2020

1. Краткая аннотация: В результате изучения дисциплины "Дифракционные методы определения кристаллических структур" аспиранты должны ознакомиться с теоретическими представлениями о дифракции в кристаллах, лежащими в основе методов структурного анализа; изучить последовательность и содержание этапов определения и уточнения кристаллических структур разных типов; получить представление о возможностях современного программного обеспечения, предназначенного для структурного анализа с применением монокристалльных и порошковых данных, а также визуализации и кристаллохимического анализа результатов структурного исследования.

2. Уровень высшего образования– подготовка научно-педагогических кадров в аспирантуре

3. Направление подготовки: 04.06.01 Химические науки, **направленность:** Физическая химия

4. Место дисциплины (модуля) в структуре ООП: вариативная часть ООП, блок 1 «Дисциплины (модули)».

5. Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы (компетенциями выпускников)

Компетенция	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю)
СПК-2: Способность проводить расчетно-теоретические исследования физико-химической направленности с использованием современного программного обеспечения	Знать роль и возможности структурных исследований в неорганической химии Уметь использовать современное программное обеспечение, предназначенное для структурного анализа неорганических веществ Уметь использовать современное программное обеспечение, предназначенное для расчета структурных и энергетических параметров веществ Уметь использовать современные программы для структурного анализа, визуализации и анализа результатов структурных исследований кристаллических веществ

6. Объем дисциплины (модуля) в зачетных единицах с указанием количества академических часов, выделенных на контактную работу обучающихся с преподавателем (по видам учебных занятий) и на самостоятельную работу обучающихся:

Объем дисциплины (модуля) составляет 3 зачетных единицы, всего 108 часов, из которых 62 часа составляет контактная работа аспиранта с преподавателем (54 часа занятия лекционного типа, 2 часа групповые консультации, 6 часов мероприятия текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации), 46 часов составляет самостоятельная работа учащегося.

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

В специалитете или бакалавриате и магистратуре должны быть освоены общие курсы: «Математический анализ», «Аналитическая геометрия», «Линейная алгебра», «Физика», «Теория вероятности и математическая статистика», «Неорганическая химия», «Физическая химия», «Кристаллохимия», а также спецкурсы, посвященные строению твердого тела.

8. Содержание дисциплины (модуля), структурированное по темам.

Наименование и краткое содержание разделов и тем дисциплины (модуля), форма промежуточной аттестации по дисциплине (модулю)	Всего (часы)	В том числе								
		Контактная работа (работа во взаимодействии с преподавателем), часы из них						Самостоятельная работа обучающегося, часы из них		
		Занятия лекционного типа	Занятия семинарского типа	Групповые консультации	Индивидуальные консультации	Учебные занятия, направленные на проведение текущего контроля успеваемости, промежуточной аттестации	Всего	Выполнение домашних заданий	Подготовка рефератов и	Всего
Тема 1. Теоретические основы структурного анализа: симметрия кристаллографического и обратного пространства; взаимодействие рентгеновских лучей и других видов излучения с веществом; основы теории дифракции; методы получения и регистрации различных видов излучения.	32	18		1		1	20	12		12
Тема 2. Методы определения и уточнения кристаллических структур. Варианты метода Монте-Карло, прямые методы, метод межатомной функции. Синтезы электронной плотности. Уточнение структур МНК. Стандартные	32	18		1		1	20	12		12

ошибки уточняемых параметров.										
Тема 3. Примеры структурного анализа – лекции-демонстрации: определение пространственной группы, сравнение возможностей прямых методов и методов меж-атомной функции; уточнение МНК простой структуры - уточняемые параметры и критерии уточнения; уточнение разупорядоченной структуры; учет мероздрического двойникования; методы введения поправки на поглощения рентгеновских лучей кристаллом; визуализация и кристаллохимический анализ результатов.	31	18		0		1	19	12		12
Промежуточная аттестация: <u>зачет</u>	13					3	3	10		10
Итого	108	54		2		6	62	46		46

8. Образовательные технологии:

Проводятся традиционные лекции с использованием мультимедийных презентаций; интерактивные лекции, в ходе которых аспиранты под контролем лектора выполняют задания, способствующие практическому усвоению лекционного материала; лекции-демонстрации проблемного характера, посвященные приемам выполнения различных этапов структурного анализа. Демонстрации составлены на основе результатов исследований, проведенных авторами программы дисциплины. В рамках третьей темы интерактивные лекции и лекции-демонстрации проводятся с использованием современного кристаллографического программного обеспечения.

9. Учебно-методические материалы для самостоятельной работы по дисциплине (модулю):

Аспирантам предоставляется программа курса, план занятий и перечень заданий для самостоятельной работы. По теме каждой лекции указывается материал в источниках из списков основной и вспомогательной литературы, а также из интернет-ресурсов. Аспиранты также снабжаются инструкциями по работе с программным обеспечением, используемым в структурном анализе. Дополнительные материалы (руководства к выполнению конкретных заданий) размещаются на сайте кафедры общей химии: www.chem.msu.ru/rus/teaching/general-spec.html

10. Ресурсное обеспечение:

- Перечень основной и вспомогательной учебной литературы ко всему курсу

Основная литература

1. А.С. Илюшин, А.П. Орешко Дифракционный структурный анализ. М.: Изд. дом «Крепостновъ», 2013.
2. Ю.К. Егоров-Тисменко Кристаллография и кристаллохимия. М.: Книжн. дом «Университет», 2005.
3. Г.В. Фетисов Синхротронное излучение. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2007.
4. Г.В. Фетисов Рентгеновский фазовый анализ. В кн. «Аналитическая химия и физико-химические методы анализа», ред. А.А. Ищенко. М.: ИЦ «Академия», 2010.

Дополнительная литература

1. Л.А. Асланов Инструментальные методы рентгеноструктурного анализа. М.: Изд-во МГУ, 1983.
 2. Л.А. Асланов, Е.Н. Треушников Основы теории дифракции рентгеновских лучей. М.: Изд-во МГУ, 1985.
 3. Описания программ SHELX и PLATON.
- Перечень используемых информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса, включая программное обеспечение, информационные справочные системы:
 - Международный союз кристаллографии: www.iucr.org
 - Сайт разработчиков программы PLATON: www.cryst.chem.uu.nl/spek/platon
 - Сайт разработчиков программ SHELX: shelx.uni-ac.gwdg.de/SHELX
 - Кембриджская база структурных данных: www.ccdc.cam.ac.uk

- Материально-техническое обеспечение: занятия проводятся в обычной аудитории с возможностью подключения техники для демонстрации презентаций.

11. Язык преподавания – русский

12. Преподаватели:

Асланов Леонид Александрович, д.х.н., профессор, aslanov@struct.chem.msu.ru

Яценко Александр Васильевич, д.х.н., yatsenko@struct.chem.msu.ru

Чернышев Владимир Васильевич, д.ф.-м.н., vladimir@struct.chem.msu.ru

Фонды оценочных средств, необходимые для оценки результатов обучения

1. Планируемые результаты обучения приведены в п.5.
 2. Образцы оценочных средств для текущего контроля усвоения материала и промежуточной аттестации - зачета.
- Образцы контрольных вопросов для текущего контроля усвоения материала:
 1. Перечислите систематические погасания, характерные для плоскостей скользящего отражения разного типа.
 2. Перечислите классы Лауэ кристаллов кубической, гексагональной, тригональной и тетрагональной сингонии.
 3. Назовите ключевые слова программы SHELX, определяющие тип излучения, формулу вещества и параметры элементарной ячейки.
 4. Назовите основные положения, лежащие в основе прямых методов определения структуры, и область их применимости.
 5. Какие программы используют для определения мотива структуры метод тяжелого атома?
 6. На какой стадии определения структуры используется метод симулированного отжига?
 7. Почему для уточнения кристаллической структуры МНК требуется исходная модель?
 8. Какую информацию получают из разностных синтезов электронной плотности?
 9. Какие программы могут использоваться для поиска дополнительных элементов симметрии?
 10. По каким признакам можно судить о том, что для исследуемого кристалла наблюдается явление экстинкции?
 11. По каким признакам можно судить о том, что в исследуемом образце наблюдается мероздрическое двойникование?
 12. На каких предпосылках основано введение поправки на поглощение рентгеновских лучей в кристалле методом MULTISCAN?

13. Почему в рентгеноструктурных исследованиях позиции атомов водорода определяются с более низкой точностью, чем позиции атомов с большими атомными номерами?
14. Перечислите и охарактеризуйте критерии качества уточнения кристаллической структуры.
15. Какие общеструктурные параметры и какие параметры атомов уточняются методом МНК?
16. Назовите ключевые слова и параметры программы SHELX, используемые при уточнении разупорядоченных структур.

• Образцы домашних заданий:

1. Определите результаты последовательного применения заданных операций симметрии.
2. Определите систематические погасания и установите возможные пространственные группы по заданному массиву отражений.
3. Изучите ключевые слова программ SHELXS и SUPERFLIP, управляющие процедурой определения структуры прямыми методами.
4. Изучите выдачу программы определения структуры прямыми методами и определите содержание и результаты каждого этапа работы программы.
5. Определите координаты тяжелого атома по заданному распределению функции межатомных векторов.
6. Изучите значение ключевых слов, используемых для управления процессом уточнения структуры в программе SHELXL.
7. По инструкции программы SHELXL самостоятельно изучите способы уточнения разупорядоченных структур.
8. По инструкции программы SHELXL изучите способы теоретического расчета позиций атомов водорода (AFIX/HFIX).
9. Изучите пользовательское меню программы PLATON и проведите геометрические расчеты по заданной структуре.
10. Изучите пользовательское меню пакета WinGX в части, касающейся визуализации результатов структурного анализа.
11. По результатам уточнения структуры составьте CIF-файл и самостоятельно установите значение каждого значимого поля файла.
12. Проведите полный расчет геометрических параметров структуры с использованием программы PLATON; изучите выдачу программы и определите содержание каждого из ее разделов.

• Образцы практических контрольных заданий и вопросов для промежуточной аттестации – **зачета**:

Определите кристаллическую структуру одного из перечисленных веществ:

органическое вещество $C_7H_{10}NO_3$

интерметаллид $Ce_3In_{13}Pt_4$

органическое вещество $C_{13}H_{10}N_2O_3$

неорганическое вещество $Te_6Cl_2O_{11}$

органическое вещество $C_{13}H_{14}ClN_3O$
 интерметаллид $Al_2Ce_3Pt_5$
 органическое вещество $C_{15}H_{15}N_3$
 интерметаллид $CeIn_4Pt$
 элементарорганическое вещество $C_{17}H_{11}Cl_2F_{10}N_3Sn$
 интерметаллид $CeInPt$
 комплексное соединения $C_{29}H_{28}N_3NiO_3S$

Объясните цель и последовательность Ваших действий при расшифровке и уточнении структуры.

Методические материалы для проведения процедур оценивания результатов обучения

Зачет проходит в форме практического контрольного задания (ПКЗ) – самостоятельного определения аспирантом кристаллической структуры химического соединения с известной (или частично известной) химической формулой по предоставленному набору монокристаллических данных. Аспирант должен самостоятельно определить возможную пространственную группу, найти модель структуры, уточнить ее методом наименьших квадратов, визуализировать и проанализировать результаты. По ходу выполнения отдельных этапов ПКЗ аспиранту задаются вопросы, проверяющие осмысленность выполнения задания. На каждого аспиранта заполняется ведомость, которая подписывается членом комиссии, принимающим зачет.

Шкала оценивания знаний, умений и навыков является единой для всех дисциплин (приведена в таблице ниже)

ШКАЛА И КРИТЕРИИ ОЦЕНИВАНИЯ РЕЗУЛЬТАТА ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю)				
Оценка \ Результат	2	3	4	5
Знания	Отсутствие знаний	Фрагментарные знания	Общие, но не структурированные знания	Сформированные систематические знания
Умения	Отсутствие умений	В целом успешное, но не систематическое умение	В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы умение (допускает неточности не принципиального характера)	Успешное и систематическое умение
Навыки (владения)	Отсутствие навыков	Наличие отдельных навыков	В целом, сформированные навыки, но не в активной форме	Сформированные навыки, применяемые при решении задач