

Правительство Российской Федерации
Санкт-Петербургский государственный университет
Геологический факультет

**РАБОЧАЯ ПРОГРАММА
УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ**

**Практические вопросы рентгеноструктурного анализа
Applied X-Ray Structure Analysis**

Язык(и) обучения русский

Трудоёмкость 6 зачётных единиц

Регистрационный номер
рабочей программы:

<i>код года утверждения</i>	/	<i>код факультета или иного структурного подразделения</i>	/	<i>порядковый номер или шифр</i>
---------------------------------	---	--	---	--------------------------------------

Санкт-Петербург
2012

Раздел 1. Характеристики, структура и содержание учебных занятий

1.1. Цели и задачи учебных занятий

Дисциплина «Практические вопросы рентгеноструктурного анализа» состоит из двух блоков и является дисциплиной по выбору первого и второго семестра обучения в магистратуре по профилям "Кристаллография, кристаллохимия, молекулярная геохимия и биогеохимия" направления "Геология".

Задачи и цели программы:

Дать магистрантам основные практические знания по проведению и обработке результатов рентгеноструктурного анализа. Разобрать вместе с магистрантами те вопросы, которые возникают на всех этапах рентгеноструктурного анализа: проведение эксперимента, обработка полученных данных - получение набора интенсивности, расшифровка структуры, уточнение структуры.

1.2. Требования к подготовленности обучающегося к освоению содержания учебных занятий (пререквизиты)

Для успешного освоения дисциплины студент должен иметь предварительную подготовку по курсам "Кристаллохимия", "Рентгеноструктурный анализ", "Кристаллография", "Математические основы рентгеноструктурного анализа" и другим профильным курсам изучаемых в пределах направления "Геология".

1.3. Перечень формируемых компетенций (результаты обучения)

Углубленное представление о решениях практических вопросов, связанных с рентгеноструктурным анализом кристаллических веществ (минералов, синтетических соединений), таких как: особенности проведения рентгеноструктурного эксперимента на различных современных дифрактометрах; обработка экспериментальных данных с использованием программного обеспечения фирм Stoe, Bruker, Rigaku; расшифровка и уточнение кристаллических структур используя программы Shelx, Sir, Platon и программные оболочки Wingx, Olex. Способность использовать полученные знания в своей профессиональной деятельности.

1.4. Знания, умения, навыки, осваиваемые обучающимся

Навыки экспериментальной работы с современными монокристалльными дифрактометрами, умение грамотной интерпретации полученных структурных данных, опыт решения конкретных кристаллохимических вопросов рентгеноструктурного анализа соединений (заселенность позиций, катионное упорядочение, двойниковой, анализ дифракционных данных), а также навыки расчета кристаллохимических формул (на основе данных рентгеноструктурного и химического анализов), развитие навыков кристаллохимического описания минералов и синтетических соединений; использование в дальнейшей работе возможностей рентгеноструктурного метода.

1.5. Перечень и объём активных и интерактивных форм учебных занятий

Лекции - 20 часов, семинары - 19 часов, практические занятия- 19 часов, самостоятельные занятия - 104 часа.

1.6. Организация учебных занятий

Трудоёмкость, объёмы учебной работы и наполняемость групп обучающихся

Код модуля в составе дисциплины, практики и т.п.	Аудиторная учебная работа обучающихся								Самостоятельная работа						Объём активных и интерактивных форм учебных занятий	Трудоёмкость
	лекции	семинары	консультации	практические занятия	лабораторные работы	контрольные работы	коллоквиумы	текущий контроль	промежуточная аттестация	под руководством преподавателя	в присутствии преподавателя	в т.ч. с использованием методических	текущий контроль	промежуточная аттестация		
<i>по формам обучения</i>																
1 блок	10	19						1	25		11		9	19	3	
2 блок	10			19				1	48		10		9	19	3	
ИТОГО:	20	19		19				2	73		21		18	38	6	

Виды, формы и сроки

текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации

Код модуля в составе дисциплины, практики и т.п.	Промежуточная аттестация		Текущий контроль	
	Виды	Сроки	Формы	Сроки
<i>очная форма обучения</i>				
1 блок	зачет	с 25 декабря		
2 блок	зачет	с 27 апреля		

1.7. Структура и содержание учебных занятий

Практические вопросы рентгеноструктурного анализа. Лекций – 20 час., семинары – 19 час., практические занятия - 19 часов.

Тема 1. Основы рентгеноструктурного анализа (РСА) минералов и синтетических соединений. Дифракция рентгеновских лучей от монокристаллов. Монокристалльный дифрактометр: устройство, составные части, принципы работы, используемые технологии. Определение основных понятий: рентгеноструктурный эксперимент, дифракционное пространство, структурный фактор, вопросы расшифровки (решения) кристаллической структуры, вопросы уточнение кристаллической структуры, факторы достоверности структурных данных. Специализированные программные комплексы. Структурные базы данных.

Тема 2. Практическая работа на современных монокристалльных дифрактометрах. Обзор известных передовых монокристалльных дифракционных систем, знакомство с учебной рентгеновской лабораторией кафедры кристаллографии и ресурсным центром рентген-дифракционных методов исследования СПбГУ. Рентгеноструктурный эксперимент: отбор образцов, подготовка оборудования и условий эксперимента. Съёмка образцов на дифрактометрах STOE IPDS2 и BRUKER SMART APEX 2, оснащенных плоскими детекторами типа ImagePlate и CCD соответственно.

Тема 3. Обработка полученных экспериментальных данных. Сбор данных (интенсивностей с дифракционных изображений). Индексирование собранных данных. Выбор элементарной ячейки. Трансформация параметров элементарной ячейки. Выбор нестандартных группы симметрии. Интеграция данных по уточнённым данным параметров элементарной ячейки. Ввод поправок (поправка на поглощения). Формирование конечных файлов экспериментов: *.cif, *.ins, *.hkl. Работа с программным обеспечением STOE, BRUKER, знакомство с программным обеспечением RIGAKU.

Тема 4. Расшифровка (решение) кристаллических структур на основе полученных экспериментальных данных. Работа с программами Shelx и Sir. Работа в программных оболочках Wingx и Olex. Практические вопросы расшифровки кристаллических структур минералов и неорганических соединений: работа с файлами *.ins, *.res, *.lst, определение координат и степени заселённости позиций, тепловых факторов, межатомных расстояний. Особенности работы с двойникованными образцами; минералами, обнаруживающими катионное упорядочение и сверхструктурами. Особенности расшифровки органических и металлоорганических соединений.

Тема 5. Уточнение кристаллических структур: определение "легких" атомов, анизотропное уточнение тепловых параметров, анализ заселенности конкретных позиций, используя данные химического анализа. Формирование конечных данных. Файл .cif (структурный информационный файл). Визуализация структурных данных: программы Atoms, Mercury и Diamond. Работа со структурными базами данных (ICSD, CCDC).

Раздел 2. Обеспечение учебных занятий

2.1. Методическое обеспечение

2.1.1. Методическое обеспечение аудиторной работы

методические пособия по практическим вопросам РСА №1 и №2

2.1.2. Методическое обеспечение самостоятельной работы

методические пособия по практическим вопросам РСА №1 и №2

2.1.3. Методика проведения текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации и критерии оценивания

Зачет. Практическое решение контрольной задачей по

рентгеноструктурному анализу с дополнительными вопросами по теме задачи.

2.1.4. Методические материалы для проведения текущего контроля

успеваемости и промежуточной аттестации (контрольно-измерительные материалы)

2.1.4.1. Не требуется

2.1.4.2. Перечень примерных контрольных вопросов и заданий для самостоятельной работы по всем разделам программы:

Практические вопросы рентгеноструктурного анализа

- работа со структурными данными: первичная обработка
- работы с базами данных и программами визуализации
- работа со структурными данными: этапы расшифровки структур
- определение характера и степени упорядочения катионов по структурным данным
- анализ заселенности позиций по структурным данным
- расчет структурных - кристаллохимических формул минералов по структурным данным и данным химического состава

2.1.4.3. Примерный перечень вопросов к зачету по всем разделам учебной дисциплины

Практические вопросы рентгеноструктурного анализа

- РСА как метод анализа кристаллической структуры. Основы.
- Дифракция рентгеновских лучей от монокристаллов.
- Современное развитие РСА. Примеры.
- Монокристалльный дифрактометр. Устройство. Принцип работы.
- Дифракционные интенсивности. Структурный фактор. Факторы достоверности структурных данных.
- Постановка рентгеноструктурного эксперимента. Этапы. Требования к образцам.
- Анализ дифракционных изображений. Построение реконструкции сечений обратного пространства. Обратная решетка.
- Индексирование.
- Интегрирование структурных данных.
- Структура файлов *.ins, *.res, *.lst. Основные понятия.
- Этапы расшифровки кристаллических структур. Последовательность решение задачи.
- Структура файла *.cif. Основные понятия.
- Основные программы рентгеноструктурного анализа. Примеры использования.
- Программы визуализации структурных данных. Основные возможности.
- Структурные базы данных. Информация. Использование.
- Понятие уточнение кристаллической структуры. Кристаллохимическая информация
- Значение РСА для геологии и смежных наук. Примеры.

2.2. Кадровое обеспечение

2.2.1. Требования к образованию и (или) квалификации штатных преподавателей и иных лиц, допущенных к преподаванию дисциплины
Преподаватели с высшим специальным образованием (специальность - кристаллография)

2.2.2. Требования к обеспеченности учебно-вспомогательным и (или) иным персоналом

Учебно-вспомогательный персонал должен обладать навыками организации аудиторной работы

2.2.3. Методические материалы для оценки обучающимися содержания и качества учебного процесса

Не предусмотрены

2.3. Материально-техническое обеспечение

2.3.1. Требования к аудиториям (помещениям, местам) для проведения занятий

Аудитория, оснащенная мультимедийным оборудованием

2.3.2. Требования к аудиторному оборудованию, в том числе к неспециализированному компьютерному оборудованию и программному обеспечению общего пользования

Наличие компьютеров (класса) для практических занятий с ОС Windows XP (XP MODE)

2.3.3. Требования к специализированному оборудованию

Мультимедиа проектор, проекционный экран

2.3.4. Требования к специализированному программному обеспечению

Программы: Shelx, Sir, Platon, Wingx, Olex, для работы со структурными данными; Atoms, Mercury и Diamond для визуализации; базы данных ICSD, CCDC

2.3.5. Требования к перечню и объёму расходных материалов

1 пачка бумаги формата А4 для проведения семинаров и зачета; 1 упаковка эпоксидного клея для приготовления образцов

2.4. Информационное обеспечение

2.4.1. Список обязательной литературы

1. Порай-Кошиц М.А. Основы структурного анализа химических соединений. М.: Высшая школа. 1989.

2. Кривовичев С.В. Практические вопросы по PCA. 1. Работа с программным комплексом STOE. СПб. 2006.

3. Кривовичев С.В. Практические вопросы по PCA. 2. Расшифровка и уточнение кристаллических структур в комплексе Shelx. СПб. 2007.

4. The SHELX-97 Programm Manual.

5. G. M. Sheldrick A short history of SHELX Acta Cryst. (2008). A64, 112-122

2.4.2. Список дополнительной литературы

1. Бокий Г.Б. Кристаллохимия. М.: Наука, 1971.

2. Пущаровский Д.Ю. Рентгенография минералов. Москва. 2000.

3. Доливо-Добровольская Е.М., Доливо-Добровольский В.В. Пространственные группы симметрии. СПб.: Изд. СПбГУ. 2011.

2.4.3. Перечень иных информационных источников

Презентации лекций, опубликованные на сайте каф. кристаллографии

Тематические статьи из периодических изданий, он-лайн источники

Раздел 3. Процедура разработки и утверждения рабочей программы

Разработчик(и) рабочей программы

Фамилия, имя, отчество	Учёная степень	Учёное звание	Должность	Контактная информация (служебный адрес электронной почты, служебный телефон)
Золотарев Андрей Анатольевич	канд. геол. мин.наук	нет	доцент	aazolotarev@gmail.com
Сийдра Олег Иоханнесович	канд. геол. мин.наук	нет	доцент	siidra@mail.ru

образовательных программ проведена двухуровневая экспертиза:

первый уровень (оценка качества содержания рабочей программы и применяемых педагогических технологий)		
Наименование кафедры	Дата заседания	№ протокола
кристаллографии	10.05.2012	№5
минералогии	04.05.2012	№6
второй уровень (соответствие целям подготовки и учебному плану образовательной программы)		
Экспертиза второго уровня выполнена в порядке, установленном приказом		
<i>должностное лицо</i>	<i>дата приказа</i>	<i>№ приказа</i>
Уполномоченный орган (должностное лицо)	Дата принятия решения	№ документа

Иные документы об оценке качества рабочей программы

Документ об оценке качества	Дата документа	№ документа

Утверждение рабочей программы

Уполномоченный орган (должностное лицо)	Дата принятия решения	№ документа

Внесение изменений в рабочую программу

Уполномоченный орган (должностное лицо)	Дата принятия решения	№ документа