

Программа утверждена на заседании
Ученого Совета химического факультета
МГУ имени М.В.Ломоносова
Протокол № 4 от 29 мая 2014 г.

Рабочая программа дисциплины (модуля)

1. Наименование дисциплины (модуля): **Дифракционные методы в неорганической химии.**

Краткая аннотация:

В рамках данного курса предполагается 1) изучение теоретических основ метода рентгеновской дифракции - основного метода исследования структуры неорганических материалов и основных современных практических методов анализа данных порошковой рентгеновской дифракции, 2) теоретических основ, различных модификаций метода электронной микроскопии, аппаратного оформления и примеров решения типичных задач. Курс состоит из взаимосвязанных блоков рентгеновской дифракции: блока 1 «Теоретические основы рентгеновской дифракции», блока 2 «Методы порошковой рентгеновской дифракции» и блока 3 «Рентгеноструктурный анализ», и блоков раздела по электронной микроскопии: блока 4 «Растровая электронная микроскопия», блок 5 «Рентгеноспектральный микроанализ» и блока 6 «Просвечивающая электронная микроскопия».

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

3. Направление подготовки: 04.06.01 Химические науки. Направленности (профили) Неорганическая химия, Химия твердого тела

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)

<p align="center">Формируемые компетенции <i>(код компетенции)</i></p>	<p align="center">Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю)</p>
<p>УК-1 способность к критическому анализу и оценке современных научных достижений, генерированию новых идей при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях</p>	<p>В1 (УК-1) Владеть навыками анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях</p>
<p>УК-2 способность проектировать и осуществлять комплексные исследования, в том числе междисциплинарные, на основе целостного системного научного мировоззрения с использованием знаний в области истории и философии науки</p>	<p>З1 (УК-2) Знать методы научно-исследовательской деятельности</p>
<p>ОПК-1 способность самостоятельно осуществлять научно-исследовательскую деятельность в соответствующей профессиональной области с использованием современных методов исследования и информационно-коммуникационных технологий</p>	<p>У1 (ОПК-1) Уметь выбирать и применять в профессиональной деятельности экспериментальные и расчетно-теоретические методы исследования</p>
<p>ПК-1 Способность к самостоятельному проведению научно-исследовательской работы и получению научных результатов, удовлетворяющих установленным требованиям к содержанию диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук по направленности (научной специальности) 02.00.01 Неорганическая химия</p>	<p>З1 (ПК-1) Знать современное состояние науки в области неорганической химии З5 (ПК-1) Знать роль и возможности структурных исследований в неорганической химии У3 (ПК-1) Уметь использовать современное программное обеспечение, предназначенное для структурного анализа неорганических веществ</p>
<p>ПК-16 способность к самостоятельному проведению научно-исследовательской работы и получению научных результатов, удовлетворяющих установленным требованиям к содержанию диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук по направленности (научной специальности) 02.00.21 Химия твердого тела</p>	<p>З1 (ПК-16) Знать современное состояние науки в области химии твердого тела У3 (ПК-16) Уметь использовать современные программы для структурного анализа, визуализации и анализа результатов структурных исследований кристаллических веществ</p>

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

Объем дисциплины (модуля) составляет 3 зачетные единицы, всего 108 часов, из которых 76 часов составляет контактная работа аспиранта с преподавателем (54 часов занятия лекционного типа, 18 часов – занятия семинарского типа, 4 часа мероприятия текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации), 32 часа составляет самостоятельная работа учащегося.

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

В специалитете или магистратуре должны быть освоены общие курсы «Неорганическая химия», «Математический анализ», «Физика», «Физическая химия», «Кристаллохимия».

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.л.	Всего
Тема 1 Теоретические основы	18	12	4	-	-	-	16	2	-	2

рентгеновской дифракции										
Тема 2 Методы порошковой рентгеновской дифракции	22	12	4	-	-	-	16	6	-	6
Тема 3 Рентгеноструктурный анализ	17	10	3	-	-	-	13	4	-	4
Тема 4 Растровая электронная микроскопия	10	6	2	-	-	-	8	2	-	2
Тема 5 Рентгеноспектральный микро-анализ	8	4	2	-	-	-	6	2	-	2
Тема 6 Просвечивающая электронная микроскопия	17	10	3	-	-	-	13	4	-	4
Промежуточная аттестация <i>экзамен или зачет</i>	16					4	4			12
Итого	108	54	18			4	76			32

8. Образовательные технологии:

Наряду с традиционными лекциями, для предметного ознакомления аспирантов с возможностями современного программного обеспечения проводятся лекции-демонстрации. В преподавание дисциплины используются результаты исследований, полученные сотрудниками МГУ.

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

Аспирантам предоставляется программа курса, план занятий и перечень домашних заданий. По теме каждой лекции указывается материал в источниках из списков основной и вспомогательной литературы, а также из интернет-ресурсов.

10. Ресурсное обеспечение:

- Перечень основной и вспомогательной учебной литературы ко всему курсу

Основная литература

1. V.K. Pecharsky, P.Y. Zavalij, Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials. Springer, 2009.
2. А. Вест. Химия твёрдого тела, т.1. М.: Мир, 1988
3. Л.М. Ковба, В.К. Трунов. Рентгенофазовый анализ. М.: МГУ, 1976.
4. Д. Брандон, У. Каплан. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. М.: Техносфера, 2004.
5. Дж. Гоулдстейн, Д. Ньюбери, П. Эчлин, Д. Джой, Ч. Фиори, Ф. Лифшин. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. В 2 книгах. Пер. с англ. — М.: Мир, 1984.
6. V.D. Scott, G. Love. Quantitative electron-probe microanalysis. - Ellis Horwood Ltd., 1983.
7. D.B. Williams, C.B. Carter. Transmission Electron Microscopy. A Textbook for Materials Science. In 4 Books – Plenum Press: New York & London, 1996.

Дополнительная литература

8. R.A. Young (Ed.). The Rietveld method. Oxford University Press, 1993.
9. Стр. 240 из 441
10. G.E. Bacon. Neutron diffraction. Clarendon Press, 1975
11. W.I.F. David, K. Shankland, L.B. McCusker, Ch. Baerlocher (Eds.). Structure Determination from Powder Diffraction Data. Oxford University Press, 2006.
12. П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон, Д. Пэшли, М. Уэлан. Электронная микроскопия тонких кристаллов. М.: Мир, 1968.
13. Д. Синдо, Т. Оикава. Аналитическая просвечивающая электронная микроскопия. Пер. с англ. М.: Техносфера, 2006.
14. А.В. Гаршев, И. Путляев Исследование материалов методами растровой электронной микроскопии. Методическая разработка к курсу дистанционного образования. Москва, 2008. курсу дистанционного образования. Москва, 2008. курсу дистанционного образования. Москва, 2008. курсу дистанционного образования. Москва, 2008.

- Перечень используемых информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса, включая программное обеспечение, информационные справочные системы (при необходимости):

Периодическая литература

Журналы «Успехи химии», «Журнал неорганической химии», «Кристаллография», «Журнал структурной химии», Acta Crystallographica, Materials Chemistry, Journal Journal of Materials Chemistry, Inorganic Chemistry, European Journal of Inorganic Chemistry, Chemistry - A European Journal, Journal of Crystal Growth

Интернет -ресурсы

www.iucr.org – Международный союз кристаллографии
программное обеспечение STOE WinXPow, Jana 2006;
программный комплекс INCA Energy для проведения PCMA;
java-версия пакета для ПЭМ JEMS (P. Stadelmann, CIME, EPFL, Switzerland
http://cimewww.epfl.ch/people/stadelmann/jemsSE/jemsSEv3_8326u2012.htm)
база данных ICDD PDF-2 The CCP14 (Collaborative Computational Project No. 14) in Powder and Small Molecule Single Crystal Diffraction www.ccp14.ac.uk
A Guide to Scanning Microscope Observation
http://www.jeolusa.com/DesktopModules/Bring2mind/DMX/Download.aspx?Command=Core_Download&EntryId=1&PortalId=2&TabId=320

Описание материально-технической базы.

Лекционные занятия проводятся в аудитории, оборудованной презентационной техникой. Лекции-демонстрации проводятся в аудитории, оснащенной компьютерами (компьютерном классе).

Вспомогательный материал в виде презентаций доступен аспирантам на сайте химического факультета <http://chem.msu.ru/>

11. Язык преподавания – русский

12. Преподаватели:

Антипов Евгений Викторович, д.х.н., профессор, член-корр. РАН, antipov@icr.chem.msu.ru

Путляев Валерий Иванович, к.х.н., доцент, valery.putlayev@gmail.com

Розова Марина Геннадьевна, к.х.н., доцент, rozova@icr.chem.msu.ru

Гаршев Алексей Викторович, к.х.н., доцент, alexey.garshev@gmail.com

Лобанов Максим Владимирович, к.х.н., с.н.с.,

Чижов Павел Сергеевич, к.х.н., с.н.с.

Фонды оценочных средств, необходимые для оценки результатов обучения

1. Планируемые результаты обучения для формирования компетенций п.5 и соответствующие им критерии оценивания приведены в Приложении 1.
2. Примеры контрольных вопросов:
 1. Понятие о кристаллической решетке. Симметрия кристаллической решетки, основная теорема кристаллографии.

2. Когерентное упругое рассеяние – дифракция рентгеновского излучения, вывод формулы для определения комплексной амплитуды рассеянного рентгеновского излучения (РИ).
3. Основные приближения кинематической теории дифракции. Рассеяние на атоме, на цепочке электронов, цепочке атомов. Интерференционная функция Лауэ.
4. Распространение РИ в поликристаллическом образце. Средний коэффициент поглощения. Взаимосвязь между объемной долей фазы и интенсивностью рефлекса.
5. Особенности рассеяния нейтронов.
6. Понятие о субструктуре и сверхструктуре.

3. Примеры домашних заданий:

1. Самостоятельно проведите профильный анализ и качественный рентгенофазовый анализ.
2. Самостоятельно определите микроструктурные параметры из уширения дифракционных максимумов.
3. Самостоятельно проведите индентификацию дифрактограммы.
4. Самостоятельно проведите уточнение кристаллической структуры неорганического соединения методом Ритвельда.
4. Полный перечень вопросов к зачёту:
 1. Трансляционная симметрия как основной вид симметрии кристаллов. Понятие о кристаллической решетке. Симметрия кристаллической решетки, основная теорема кристаллографии. Решетки Браве. Закрытые и открытые элементы симметрии в кристаллах. Квазикристаллы.
 2. Математическое описание операций симметрии. Федоровские группы. Симметрия физических свойств кристалла. Основные данные о кристаллической структуре.
 3. Рентгеновское излучение (РИ) как электромагнитное излучение. Типы источников РИ. Взаимодействие РИ с веществом. Томсоновское рассеяние, комптоновское рассеяние, фотоэффект.
Стр. 242 из 441
 4. Линейный коэффициент поглощения. Зависимость коэффициента поглощения от длины волны – край полосы поглощения. Уравнения Гамильтона-Дарвина. Когерентное упругое рассеяние – дифракция РИ, вывод формулы для определения комплексной амплитуды рассеянного РИ.
 5. Основные приближения кинематической теории дифракции. Рассеяние на атоме, на цепочке электронов, цепочке атомов. Интерференционная функция Лауэ.
 6. Трансляционная симметрия кристалла, переход к рядам Фурье. Обратная решетка. Закон Брэгга в векторной и скалярной формах. Сфера Эвальда. Форм-факторы атомов, параметры атомного смещения, заселенность. Структурная амплитуда. Аномальное рассеяние.

7. Параметры, влияющие на интенсивность рефлекса при дифракции на реальных объектах. Поляризационный фактор, влияние монохроматоров.
8. Порошковая дифрактограмма как 1D проекция 3D дифракционной картины, рассмотрение дифракции на поликристаллической пробе с помощью построения Эвальда. Лоренц-фактор, геометрический фактор. Понятие о текстуре образца, текстурный фактор. Коэффициент экстинкции. Фактор повторяемости рефлексов.
9. Три вклада в уширение дифракционных пиков. Инструментальное уширение, коррекция. Уширение, обусловленное малым размером ОКР. Формула Шерера, её ограничения. Уширение, обусловленное микронапряжениями. Разделение вкладов, метод Вильямсона-Холла.
10. Текстура как преимущественная ориентация кристаллитов в образце. Феноменологическое описание текстуры, эллиптическая текстура. Модель Марча-Долласа. Правила выбора оси текстурирования. Фундаментальное рассмотрение проблемы, понятие о функции распределения ориентировок (ODF). Полюсные фигуры, решение обратной задачи.
11. Особенности рассеяния нейтронов. Магнитное рассеяние нейтронов. Случаи ферромагнитного и антиферромагнитного упорядочения.
12. Природа аналитического сигнала в электронном микроскопе, электронный спектр, типология рассеянных электронов. Основные виды контраста (топографический, химический – Z-контраст, кристаллографический и др).
13. Природа и характеристики рентгеновского излучения в электронном микроскопе. Энергодисперсионная спектроскопия (EDX) и спектроскопия с волновой дисперсией (WDX).
14. Электронная дифракция: дифракция с селекторной диафрагмой SAED (локальность, точность), микролучевая (MBD) и нанолучевая (NBD) дифракция, дифракция в сходящемся пучке – CBED (возможности), неупругое рассеяние электронов и формирование линий Кикучи.
15. Понятие о передаточной функции микроскопа. Типы аберрации и возможности их коррекции. Периодичность контраста как функция дефокуса. Оптимальный дефокус (фокус Шерцера и фокус Гаусса).

Примеры ПКЗ.

Задание 1.

Определите кристаллическую структуру заданного вещества.

Задание 2.

Определите параметры микроструктуры вещества из уширений дифракционных максимумов.

Задание 3.

Определите фазовый состав (качественный и количественный) смеси кристаллических веществ.

Задание 4. Проиндицируйте точечную электронограмму известного кристаллического вещества, определите ось зоны.

Задание 5. Для известного кристаллического вещества и известного направления электронного пучка постройте картину электронной дифракции в заданном масштабе (длина волны, длина камеры).

Методические материалы для проведения процедур оценивания результатов обучения

Зачет проводится по билетам; билет включает 2 вопроса и ПКЗ. В случае, если ПКЗ было успешно выполнено и на все вопросы были даны удовлетворительные ответы, аспирант получает зачет. Ведомость приема зачета подписывается членами комиссии.

Оценочные средства для промежуточной аттестации по дисциплине «Дифракционные методы в неорганической химии» на основе карт компетенций выпускников

РЕЗУЛЬТАТ ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю)	КРИТЕРИИ ОЦЕНИВАНИЯ РЕЗУЛЬТАТА ОБУЧЕНИЯ по дисциплине (модулю) и ШКАЛА оценивания					ПРОЦЕДУРЫ ОЦЕНИВАНИЯ*
	1	2	3	4	5	
31 (УК-2) Знать методы научно-исследовательской деятельности	Отсутствие знаний в области основных методов рентгеноструктурного и электронномикроскопического анализа.	Фрагментарные знания основных методов рентгеноструктурного и электронномикроскопического анализа.	Неполные знания методов рентгеноструктурного и электронномикроскопического анализа	Сформированные, но содержащие отдельные пробелы знания по основным разделам рентгеноструктурного и электронномикроскопического анализа	Сформированные и систематические знания теоретических основ и практических приемов основных методик рентгеноструктурного и электронномикроскопического анализа	Контрольная работа. Устное собеседование.
У1 (ОПК-1) Уметь выбирать и применять в профессиональной деятельности экспериментальные и расчетно-теоретические методы исследования	Отсутствие умений применять экспериментальные и расчетно-теоретические методы рентгеновского и электронномикроскопического исследования	Частично освоенное умение в области об экспериментальных и расчетно-теоретических методах рентгеновского и электронномикроскопического исследования	В целом успешное, но не систематическое умение применять экспериментальные и расчетно-теоретические методы рентгеновского и электронномикроскопического исследования	В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы умение применять экспериментальные и расчетно-теоретические методы рентгеновского и электронномикроскопического исследования	Успешное и систематическое умение применять экспериментальные и расчетно-теоретические методы рентгеновского и электронномикроскопического исследования	Подбор методического инструментария для проведения исследования при индивидуальном собеседовании

	возникающих при решении исследовательских и практических задач в областях неорганической химии, химии твердого тела и химии материалов, в том числе в междисциплинарного характера					
31 (ПК-1) Знать современное состояние науки в области неорганической химии	Отсутствие знаний в области неорганической химии, требующих использования основных методов рентгеноструктурного и трубующих электронномикроскопического анализа	Фрагментарные знания области неорганической химии, требующих использования основных методов рентгеноструктурного и трубующих электронномикроскопического анализа	Неполные знания в области неорганической химии, требующих использования основных методов рентгеноструктурного и трубующих электронномикроскопического анализа	Сформированные, но содержащие отдельные пробелы знания в области неорганической химии, требующих использования основных методов рентгеноструктурного и трубующих электронномикроскопического анализа	Сформированные и систематические знания в области неорганической химии, требующих использования основных методов рентгеноструктурного и трубующих электронномикроскопического анализа	Устное собеседование

1	2	3	4	5	6	7
35 (ПК-1) Знать роль и возможности структурных исследований в неорганической химии	Отсутствие знаний о роли и возможностях структурных исследований	Отрывочные знания о роли и возможностях структурных исследований в неорганической химии	Довольно обширные, но неглубокие знания о роли и возможностях структурных исследований в неорганической химии	Довольно полные и развитые, но содержащие отдельные пробелы представления о роли и возможностях структурных исследований в неорганической химии	Сформированная система знаний о роли и возможностях структурных исследований в неорганической химии	Устный опрос в ходе зачета
У3 (ПК-1) Уметь использовать современное программное обеспечение, предназначенное для структурного анализа неорганических веществ	Отсутствие умений	Частично освоенное умение использовать современное программное обеспечение, предназначенное для структурного анализа неорганических веществ	В целом успешное, но не систематическое умение использовать современное программное обеспечение, предназначенное для структурного анализа неорганических веществ	В целом успешное, но содержащее отдельные пробелы умение использовать современное программное обеспечение, предназначенное для структурного анализа неорганических веществ	Успешное и систематическое умение использовать современное программное обеспечение, предназначенное для структурного анализа неорганических веществ	Решение реальных структурных задач
31 (ПК-16) Знать современное состояние науки в области химии твердого тела	Отсутствие знаний в области химии твердого тела, требующих использования основных методов рентгеноструктурного и	Фрагментарные знания в области химии твердого тела, требующих использования основных методов рентгеноструктурного и электронномик-	Неполные знания в области химии твердого тела, требующих использования основных методов рентгеноструктурного и электронномикроскопического анализа	Сформированные, но содержащие отдельные пробелы знания в области химии твердого тела, требующих использования основных методов рентгеноструктурного и электронномикр-	Сформированные и систематические знания в области химии твердого тела, требующих использования основных методов рентгеноструктурного и электронномикр-	Устное собеседование.

	трубующих электронно-микроскопического анализа	роскопического анализа		электронномикроскопического анализа	скопического анализа	
УЗ (ПК-16) Уметь использовать современные программы для структурного анализа, визуализации и анализа результатов структурных исследований кристаллических веществ	Отсутствие умений использовать программы для структурного анализа, визуализации и интерпретации результатов	Способность использовать только отдельные современные кристаллографические программы, недостаточная для проведения всех этапов структурного исследования	Ограниченные и неразвитые способности использовать современные программы для структурного анализа, визуализации и интерпретации результатов, достаточные только для решения простейших задач	В целом успешные, хотя и содержащие отдельные пробелы, способности использовать различные современные программы для структурного анализа, визуализации и интерпретации результатов, позволяющие решать большинство встречающихся на практике задач	Сформированные умения гибко использовать различные современные программы для структурного анализа, визуализации и интерпретации результатов структурного исследования кристаллических веществ.	Выполнение практического контрольного задания в ходе зачета