

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 ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СТРУКТУР

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, **направленности**: Неорганическая химия, Физическая 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)

Формируемые компетенции (код компетенции)	Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю)
<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><i>B1 (УК-1) Владеть</i> 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><i>31 (УК-2) Знать</i> методы научно-исследовательской деятельности</p>
	<p><i>B2 (УК-2) Владеть</i> технологиями планирования в профессиональной деятельности в сфере научных исследований</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><i>У1 (ОПК-1) Уметь</i> 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 направлению (научной специальности) 02.00.01 Неорганическая химия</p>	<p><i>31 (ПК-1) Знать</i> современное состояние науки в области неорганической химии</p>
	<p><i>35 (ПК-1) Знать</i> роль и возможности структурных исследований в неорганической химии</p>
	<p><i>У3 (ПК-1) Уметь</i> использовать современное программное обеспечение, предназначенное для структурного анализа неорганических веществ</p>

ПК-4 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) 02.00.04 Физическая химия	32 (ПК-4) Знать место и роль структурных исследований в физической химии
	У2 (ПК-4) Уметь использовать современное программное обеспечение, предназначенное для расчета структурных и энергетических параметров веществ
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	33 (ПК-16) Знать место и роль роли структурных исследований в химии твердого тела
	У3 (ПК-16) 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 ошибки уточняемых параметров.	32	18		1		1	20	12		12

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. Аспиран-

ты 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

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 для формирования компетенций п.5 и соответствующие им критерии оценивания приведены в Приложении 1.
 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 монокристалльных 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.

Оценочные средства для промежуточной аттестации по дисциплине Дифракционные методы определения кристаллических структур 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	
В1 (УК-1) Владеть навыками анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях	Отсутствие владения	Неполное владение отдельными приемами структурного анализа	Владение шаблонными приемами структурного анализа, достаточное только в рутинных случаях	Довольно полное, но содержащее отдельные пробелы владение приемами структурного анализа	Сформированное систематическое владение приемами структурного анализа	Выполнение практического контрольного задания в ходе зачета
31 (УК-2) Знать методы научно-исследовательской деятельности	Отсутствие знаний	Фрагментарные знания о методах определения кристаллических структур	Несистематические знания о методах определения кристаллических структур	Сформированные, но содержащие отдельные пробелы представления о методах определения кристаллических структур	Сформированные и систематические знания о методах определения кристаллических структур	Устный опрос в ходе зачета
В2 (УК-2) Владеть технологиями планирования в профессиональной деятельности в сфере научных исследований	Отсутствие владения	Владение планированием только отдельных этапов структурного исследования	Владение построением шаблонных планов структурного исследования	Довольно успешное, но недостаточно гибкое владение приемами планирования структурного исследования	Полное владение технологиями гибкого планирования структурного исследования	Выполнение практического контрольного задания в ходе зачета
У1(ОПК-1)	Отсутствие	Умение исполь-	Шаблонное умение	В целом достаточно полное,	Сформированное	Выполнение прак-

Уметь выбирать и применять в профессиональной деятельности экспериментальные и расчетно-теоретические методы исследования	умений	зовать кристаллографические программы только на отдельных этапах структурного анализа	использовать кристаллографические программы на всех этапах структурного анализа	но содержащее отдельные пробелы умение использовать кристаллографические программы	умение гибко использовать возможности кристаллографических программ на всех стадиях структурного анализа	тического контрольного задания в ходе зачета; выполнение домашних заданий
31 (ПК-1) Знать современное состояние науки в области неорганической химии	Отсутствие знаний	Фрагментарные представления о современной структурной неорганической химии	Ограниченные представления о современной структурной неорганической химии	Довольно полные, но содержащие отдельные пробелы знания о современной структурной неорганической химии	Полные и систематические знания о состоянии и современных тенденциях структурной неорганической химии	Устный опрос в ходе зачета
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 способностей использовать кристаллографическое программное обеспечение	Умение использовать кристаллографическое программное обеспечение только на отдельных этапах структурного анализа	В целом довольно обширные, но неразвитые способности шаблонно использовать в структурном анализе современное программное обеспечение	Умение выполнять все этапы структурного исследования с использованием современного программного обеспечения, однако не всегда достаточно гибкое и выбор программ не всегда оптимален	Умение успешно использовать и оптимальным образом выбирать подходящее современное программное обеспечение на всех этапах структурного анализа	Выполнение практического контрольного задания в ходе зачета
32 (ПК-4) Знать место и роль структурных исследований в физической химии	Отсутствие знаний	Фрагментарные представления о роли структурных исследований в физической химии	Ограниченные представления о роли структурных исследований в физической химии	Сформированные, но содержащие отдельные пробелы знания о роли и возможностях структурных исследований в физической химии	Сформированные и систематические знания о роли структурных исследований в физической химии	Устный опрос в ходе зачета
У2 (ПК-4) Уметь использовать современное	Отсутствие умений применять	Разрозненные умения проведения отдельных	Умение проводить расчеты структурных и энергетиче-	В большинстве случаев успешные умения проводить расчеты с использова-	Способности использовать при расчете структурных и энер-	Выполнение практического контрольного задания в

программное обеспечение, предназначенное для расчета структурных и энергетических параметров веществ	программное обеспечение	этапов расчетов структурных и энергетических характеристик веществ	ских параметров веществ в целом присутствует, но оно негибкое и не всегда осмысленное	нием современного программного обеспечения, но выбор программ не всегда является оптимальным и их возможности не всегда полностью используются	гетических параметров веществ современное программное обеспечение гибкие и хорошо развитые	ходе зачета
33 (ПК-16) Знать место и роль роли структурных исследований в химии твердого тела	Отсутствие знаний	Фрагментарные знания о роли структурных исследований в химии твердого тела	Неполные представления о роли структурных исследований в химии твердого тела	Сформированные, но содержащие отдельные пробелы знания о роли и возможностях структурных исследований в химии твердого тела	Сформированные и систематические представления о роли структурных исследований в химии твердого тела	Устный опрос в ходе зачета
У3 (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