

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): ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТРОЕНИЯ ВЕЩЕСТВА

Краткая аннотация: Дисциплина "Инструментальные методы определения строения вещества" предназначена для того, чтобы обучить аспирантов, уже имеющих начальное представление о методах изучения строения вещества, тому, как проводятся дифракционные и спектроскопические исследования, позволяющие получить максимально полную информацию о реальной структуре веществ. Речь идет о прецизионном структурном анализе монокристаллов, методах структурных исследований по порошковым дифракционным данным, изучении структуры наночастиц, применении колебательной спектроскопии и спектроскопии ЯМР для изучения поверхностных слоев и процессов на поверхности гетерогенных катализаторов. Аспиранты должны расширить свои теоретические представления о физических основах дифракционных и спектроскопических методов, возможностях современных приборов, а также изучить методы обработки и интерпретации экспериментальных данных с использованием профессионального современного программного обеспечения.

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)
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	В1 (УК-1) Владеть навыками анализа методологических проблем, возникающих при решении исследовательских и практических задач, в том числе в междисциплинарных областях
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	З1 (УК-2) Знать методы научно-исследовательской деятельности
	В2 (УК-2) Владеть технологиями планирования в профессиональной деятельности в сфере научных исследований
ОПК-1 способность самостоятельно осуществлять научно-исследовательскую деятельность в соответствующей профессиональной области с использованием современных методов исследования и информационно-коммуникационных технологий	У1 (ОПК-1) Уметь выбирать и применять в профессиональной деятельности экспериментальные и расчетно-теоретические методы исследования
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	З1 (ПК-1) Знать современное состояние науки в области неорганической химии
	У3 (ПК-1) Уметь использовать современное программное обеспечение, предназначенное для структурного анализа неорганических веществ
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	З1 (ПК-4) Знать современное состояние науки в области 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	З3 (ПК-16) Знать место и роль структурных исследований в химии твердого тела
	У3 (ПК-16) Уметь использовать современные программы для структурного анализа, визуализации и анализа результатов структурных исследований кристаллических веществ

Тема 1. Прецизионный рентгено-структурный анализ, включая определение деформационной электронной плотности и ангармонизма тепловых колебаний атомов. Химическая информация, извлекаемая из результатов прецизионного анализа.	14	10		1			11	3		3
Тема 2. Дифракция на несомерно модулированных кристаллах и квазикристаллах. Определение и уточнение структуры несомерных фаз. Дифракция рентгеновских лучей и электронов на нанобъектах. Структурный анализ по спектрам поглощения рентгеновских лучей.	15	10		1		1	12	3		3
Тема 3. Определение и уточнение кристаллических структур по порошковым дифракционным данным. Определение структур из первых принципов методом симулированного отжига. Уточнение методом Ритвелда с использованием геометрических ограничений. Применение синхротронного излучения. Магнитные структуры и их уточнение по данным дифракции нейтронов.	15	10		1		1	12	3		3
Тема 4. Применение колебательной спектроскопии для изучения	17	12		1		1	14	3		3

механизмов и промежуточных продуктов каталитических реакций. Техника многократного поверхностного отражения. Измерение силы и концентрации брэнстедовских и льюисовских типов на поверхности катализатора.										
Тема 5. Исследование катализаторов и каталитических реакций с применением спектроскопии ЯМР. Декаплинг (развязка). Твердотельная спектроскопия ЯМР. Механизмы спиновой релаксации. Вращение под магическим углом. Кросс-поляризация.	17	12		1		1	14	3		3
Подготовка реферата по применению инструментальных физико-химических методов для определения структуры веществ	18							18		18
Промежуточная аттестация: <u>зачет</u>	12					2	2	10		10
Итого	108	54		5		6	65	43		43

8. Образовательные технологии:

Проводятся традиционные лекции с использованием мультимедийных презентаций; интерактивные лекции, в ходе которых аспиранты отвечают на вопросы лектора и под его контролем выполняют задания, способствующие практическому усвоению лекционного материала; лекции-демонстрации проблемного характера, посвященные приемам выполнения различных элементов исследования структуры вещества. Демонстрации составлены на основе результатов исследований, проведенных авторами программы дисциплины.

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 компьютерными программами для их самостоятельного изучения. 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. Л.А. Асланов, Е.Н. Треушников Основы теории дифракции рентгеновских лучей. М.: Изд-во МГУ, 1985.
2. Г.В. Фетисов Синхротронное излучение. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2007.
3. А.А. Ищенко, Г.В. Фетисов, Л.А. Асланов Нанокремний: свойства, получение, применение, методы исследования и контроля. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2011.
4. Ю.М. Воловенко, В.Г. Карцев, И.В. Комаров, А.В. Туров, В.П. Хиля Спектроскопия ядерного магнитного резонанса в химии. М.: ICSPP Press ("Научное партнерство"), 2011.
5. Е.С. Паукштис Инфракрасная спектроскопия в гетерогенном кислотном катализе. Новосибирск: Наука, 1992.
6. Р. Сильверстейн, Р. Вебстер, Д. Кимл Спектрометрическая идентификация органических соединений. М.: Бином, 2011.

Дополнительная литература

1. Л.А. Асланов, Г.В. Фетисов, А.В. Лактионов и др. Прецизионный рентгендифракционный эксперимент. М.: Изд-во МГУ, 1989.
2. В.Г. Цирельсон Квантовая химия. Молекулы, молекулярные системы и твердые тела. М.: Бином, 2010.
3. Молекулярные структуры: Прецизионные методы исследования. Ред. А. Доменикано, И. Харгиттаи. М.: Мир, 1997.
4. Б.В. Романовский Основы катализа. М.: Бином, 2013.
5. И. Чоркендорф, Х. Наймонтсведрайт Современный катализ и химическая кинетика (пер с англ.). М.: Интеллект, 2010.
6. Н.А. Пахомов Научные основы приготовления катализаторов. Введение в теорию и практику. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2011.
7. В.И. Ролдугин Физикохимия поверхности. – 2-е изд., испр. Долгопрудный: Издательский Дом «Интеллект», 2011.

8. А.А. Елисеев, А.В. Лукашин. Функциональные наноматериалы. М.: Физматлит, 2010.

- Перечень используемых информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса, включая программное обеспечение, информационные справочные системы:
 - Базы данных Национального института стандартов и технологий: www.nist.gov
 - Базы данных по материаловедению: materials.springer.com
 - AIST – база спектральных данных для органических соединений: sdb.sdb.aist.go.jp
 - Кембриджская база структурных данных: www.ccdc.cam.ac.uk
 - Электронный журнал Magnetic Resonance in Solids: <http://mrsej.ksu.ru>

Периодическая литература

Журналы «Кристаллография», «Журнал структурной химии», «Журнал физической химии»

11. Язык преподавания – русский

12. Преподаватели:

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

Кустов Леонид Модестович, д.х.н., профессор, lmk@ioc.ac.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. Какие алгоритмы учета экстинкции используются в прецизионном рентгеноструктурном анализе?
 2. Что такое ангармонизм тепловых колебаний и каким образом он учитывается при прецизионном уточнении структуры?
 3. Какие модельные приближения лежат в основе каппа-уточнения? Какие величины при этом уточняются?
 4. Мультиполи каких порядков используются при мультипольном уточнении?

5. Каким образом определяют направление вектора модуляции?
6. Какова физическая природа образования тонкой структуры спектров поглощения рентгеновских лучей?
7. Какие разновидности структурного анализа по спектрам поглощения рентгеновских лучей Вы знаете?
8. В чем состоит алгоритм метода симулированного отжига? Чем он отличается от обычного метода Монте-Карло?
9. Перечислите основные этапы определения кристаллических структур по данным порошковой дифракции и назовите главные трудности, встречающиеся на каждом этапе.
10. Перечислите и охарактеризуйте проблемы, возникающие при использовании монокристаллических методов для работы с данными порошковой дифракции.
11. Каким образом при уточнении структуры МНК налагаются геометрические ограничения? Как при этом изменяется матрица МНК?
12. Охарактеризуйте экспериментальные методики, которые могут применяться для исследования поверхностных слоев методом ИК-спектроскопии.
13. Каким образом при помощи ИК-спектроскопии определяют силу центров кислотности и основности на поверхности катализатора?
14. Как при помощи ИК-спектроскопии определить, является ли кислотный центр брэнстедовским или льюисовским?
15. В чем состоит эффект Оверхаузера и как его можно использовать для определения структуры молекулы?
16. Каковы физические основы двумерной спектроскопии ЯМР?
17. Для чего нужно вращение образца под магическим углом?
18. Что такое кросс-поляризация? Чем различаются MAS- и CP-MAS-спектры?

• Образцы домашних заданий:

1. По рекомендованной литературе изучите процедуру каппа-уточнения.
2. По рекомендованной литературе изучите процедуру мультипольного уточнения.
3. Ознакомьтесь с примерами прецизионного определения кристаллических структур и их химической интерпретации.
4. Проанализируйте полную выдачу программы Fox при определении структуры по порошковым данным и установите, как проходил симулированный отжиг и какие параметры при этом варьировались.
5. По рекомендованной литературе изучите примеры использования спектров поглощения рентгеновских лучей для структурного анализа.

6. Изучите алгоритмы использования в ходе ритвелдовского уточнения структуры геометрических ограничений: длин связей, валентных углов, планарности отдельных фрагментов.
7. По рекомендованной литературе изучите примеры уточнения магнитных структур.
8. Самостоятельно изучите физические основы 2D-спектроскопии ЯМР: COSY, NOESY, HMQC и HMBC.
9. Ознакомьтесь с описаниями программ обработки спектров ЯМР и сравните их возможности.
10. По рекомендованной литературе изучите примеры использования лантаноидных сдвигающих реагентов для определения структуры молекулы.
11. По рекомендованной литературе изучите примеры использования MAS- и CP/MAS-спектроскопии на ядрах ^{29}Si для изучения структуры катализаторов на основе цеолитов.
12. Изучите способы определения кислотно-основных центров на поверхности катализаторов по ИК-спектрам адсорбированных молекул.
13. Изучите примеры установления механизмов реакций на каталитических центрах с использованием колебательной спектроскопии.

• Примерные темы рефератов:

1. Методы определения деформационной электронной плотности в кристаллах и химическая информация, получаемая из распределений деформационной электронной плотности.
2. Установление строения квазикристаллических фаз (на примере сплавов на основе алюминия) и роль кристаллических аппроксимантов в структурном исследовании.
3. Программное обеспечение, применяемое в прецизионных структурных исследованиях, его возможности и требования к экспериментальным данным.
4. Методы определения и уточнения структуры несовершенных кристаллов по рентгенодифракционным данным. Возможности программы Jana.
5. Дифракционные методы изучения фазовых переходов: техника, алгоритмы исследования и примеры.
6. Спектроскопия ИК катализаторов на основе оксидов металлов и анализ состояния поверхностных ОН-групп.
7. Изучение структуры цеолитов при помощи спектроскопии ЯМР на ядрах ^{29}Si .
8. Установление природы центров брэнстедовской и льюисовской кислотности оксидных катализаторов.

9. Методы определения площади поверхности и изучение структуры поверхности комплексом физико-химических методов на примере химически модифицированного кремнезема.
10. Выбор методов и оптимального протокола исследования механизма каталитической реакции – на литературных примерах.

• Образцы вопросов для промежуточной аттестации – **зачета**:

к темам 1 – 3:

1. Модель структуры, используемая в прецизионном рентгеноструктурном анализе. Ангармонизм колебаний атомов. Асферичность атомной электронной оболочки. Способы учета этих факторов.
2. Одновременные отражения: причина возникновения и учет в структурном анализе.
3. Процедура симулированного отжига. Контрольные и варьируемые параметры. Физический смысл "температуры". Способы управления процедурой симулированного отжига.
4. Основные алгоритмы определения неизвестных параметров элементарной ячейки кристалла. Условия применимости и проблемы, возникающие при их реализации.
5. Описание структуры и дифракционной картины несоразмерной фазы с использованием формализма многомерного пространства. Векторы модуляции.
6. Законы рассеяния тепловых нейтронов. Использование монокристалльной и порошковой нейтронографии для определения магнитных структур.
7. Влияние размеров кристаллитов и напряжений в кристаллической решетке на форму и ширину дифракционных линий. Определение размеров и формы кристаллитов по результатам полнопрофильного уточнения.
8. Способы определения строения наночастиц. Функция полного рассеяния.

к темам 4 – 5:

1. Физические основы MAS и CP/MAS спектроскопии ЯМР. Анизотропия химических сдвигов. Ширина и интенсивность линий. Причины различия MAS и CP MAS – спектров.
2. Способы определения структуры молекул методами 2D-спектроскопии ЯМР.
3. Интерпретация химических сдвигов ^{29}Si в кремнеземах и цеолитах. Определение локального окружения атома кремния.
4. Способы изучения кислотных центров на поверхности кремнезёмов, цеолитов и оксидов металлов методом ЯМР.
5. Проявление динамических процессов в спектрах ЯМР: причины и следствия.

6. Методы идентификации типов каталитических центров на поверхности кислотно-основных катализаторов и определения силы кислотных центров.
7. Методы измерения количества (концентрации) каталитических центров с использованием колебательной спектроскопии.
8. Методы изучения кинетики и механизмов каталитических реакций с использованием колебательной спектроскопии.

Методические материалы для проведения процедур оценивания результатов обучения

Зачет проходит по билетам, включающем 2 вопроса: один – по темам №№1-3, второй – по темам №№4,5. Кроме этого, членами комиссии оценивается также подготовленный аспирантом реферат по теме, связанной с его диссертационным исследованием. Уровень знаний аспиранта по каждому вопросу, а также качество подготовки реферата и ответы на дополнительные вопросы оцениваются на «отлично», «хорошо», «удовлетворительно», «неудовлетворительно». В случае, если на все вопросы был дан ответ, оцененный не ниже чем «удовлетворительно», аспирант получает общую оценку «зачтено». Ведомость приема зачета подписывается членами комиссии, принимающими зачет.

Оценочные средства для промежуточной аттестации по дисциплине Инструментальные методы определения строения вещества 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, неспособность выбирать оптимальные методы определения структуры и в полной мере их использовать	Владение шаблонными приемами выбора и применения методов, достаточное только в простейших случаях	Довольно полное, но содержащее отдельные пробелы владение навыками подбора методов определения структуры, способами их применения и интерпретации результатов	Сформированное систематическое владение приемами решения химических задач с оптимальным подбором методов определения структуры в соответствии с их возможностями	Составление реферата и его защита в ходе зачета
31 (УК-2) Знать методы научно-исследовательской деятельности	Отсутствие знаний	Фрагментарные знания о методах определения структуры веществ	Несистематические знания о методах определения структуры веществ	Сформированные, но содержащие отдельные пробелы знания о методах определения структуры веществ	Сформированные и систематические знания о методах определения структуры веществ	Устный опрос в ходе зачета
В2 (УК-2) Владеть технологиями планирования в профессиональной деятельности в сфере научных исследований	Отсутствие владения	Владение навыками планирования только отдельных этапов структурного исследования	Владение технологиями построения шаблонных планов структурного исследования	Довольно успешное, но недостаточно гибкое владение технологиями планирования структурного исследования	Полное владение технологиями гибкого планирования структурного исследования и подбора оптимальных методов	Составление реферата и его защита в ходе зачета
У1(ОПК-1) Уметь выбирать и применять в профессиональной деятельности эксперимен-	Отсутствие умений	Умение использовать только отдельные методы	Ограниченное умение выбирать и использовать различные методы определения	В целом достаточно полное, но содержащее отдельные пробелы умение выбирать и применять различные инструментальные методы,	Сформированное умение гибко использовать возможности инструментальных методов и способы	Составление реферата

тальные и расчетно-теоретические методы исследования			строения вещества и интерпретировать их результаты	анализировать и обрабатывать экспериментальные данные	интерпретации экспериментальных данных при определении структуры	
31 (ПК-1) Знать современное состояние науки в области неорганической химии	Отсутствие знаний	Фрагментарные знания о роли структурных исследований в неорганической химии	Ограниченные представления о роли структурных исследований в неорганической химии	Сформированные, но содержащие отдельные пробелы знания о роли и возможностях структурных исследований в неорганической химии	Сформированные и систематические знания о роли структурных исследований в неорганической химии	Устный опрос в ходе зачета
<i>У3 (ПК-1) Уметь</i> использовать современное программное обеспечение, предназначенное для структурного анализа неорганических веществ	Отсутствие способности использовать кристаллографическое программное обеспечение	Умение использовать кристаллографическое программное обеспечение только на отдельных этапах определения структуры вещества	В целом довольно обширные, но неразвитые способности 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 для всех этапов определения структуры вещества	Защита реферата
31 (ПК-4) Знать современное состояние науки в области 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
<i>У2(ПК-4) Уметь</i> использовать современное программное обеспечение, предназначенное для расчета структурных и энергетических параметров веществ	Отсутствие умений использовать современное программное обеспечение	Разрозненные умения проведения отдельных этапов расчетов структурных и энергетических характеристик веществ	Умение проводить расчеты структурных и энергетических параметров веществ в целом присутствует, но оно негибкое и не всегда осмысленное	В большинстве случаев успешные умения проводить расчеты с использованием современного программного обеспечения, но выбор программ не всегда является оптимальным и их возможности не всегда полностью используются	Способности использовать при расчете структурных и энергетических параметров веществ современное программное обеспечение гибкие и хорошо развитые	Защита реферата

<p>33 (ПК-16) Знать место и роль структурных исследований в химии твердого тела</p>	<p>Отсутствие знаний</p>	<p>Фрагментарные знания о роли структурных исследований в химии твердого тела</p>	<p>Неполные представления о роли структурных исследований в химии твердого тела</p>	<p>Сформированные, но содержащие отдельные пробелы знания о роли и возможностях структурных исследований в химии твердого тела</p>	<p>Сформированные и систематические знания о роли структурных исследований в химии твердого тела</p>	<p>Устный опрос в ходе зачета</p>
<p>У3 (ПК-16) Уметь использовать современные программы для структурного анализа, визуализации и анализа результатов структурных исследований кристаллических веществ</p>	<p>Отсутствие умений использовать программы для структурного анализа, визуализации и интерпретации результатов</p>	<p>Способность использовать только отдельные современные программы, недостаточная для проведения всех этапов исследования строения вещества</p>	<p>Ограниченные и неразвитые способности использовать современные программы для структурного анализа, визуализации и интерпретации результатов, достаточные только для решения простейших задач</p>	<p>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, связанных с исследованием структуры кристаллических веществ</p>	<p>Сформированные умения гибко использовать различные современные программы для структурного анализа, визуализации и интерпретации результатов при структурном исследовании строения вещества</p>	<p>Защита реферата</p>