

Приложение к приказу проректора
по учебно-методической работе

от _____ № _____

Санкт-Петербургский государственный университет

**РАБОЧАЯ ПРОГРАММА
УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ**

Полнопрофильный анализ порошковых рентгенограмм с использованием ПО "TOPAS"
фирмы "BRUKER"

Full Profile Analysis of Powder Patterns Using BRUKER Company Software "TOPAS"

Язык(и) обучения

Трудоемкость в зачетных единицах: 2

Регистрационный номер рабочей программы: 042116

Санкт-Петербург

2014

Раздел 1. Характеристики учебных занятий

1.1. Цели и задачи учебных занятий

Повышение квалификации в области применения полнопрофильного анализа - ППА (метода Ритвельда) в рентгеновской порошковой дифрактометрии для уточнения кристаллической структуры вещества, количественного и качественного рентгенофазового анализа для работников исследовательских и производственных лабораторий.

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

Специалисты, имеющие высшее образование в области кристаллохимии, технологии создания материалов, базовые знания по курсам «Кристаллография», «Кристаллохимия» и «Рентгенография и рентгенофазовый анализ» или прошедшие краткосрочную дополнительную образовательную программу повышения квалификации «Качественный рентгенофазовый анализ с использованием ПО фирмы «Bruker»».

1.3. Перечень результатов обучения (learning outcomes)

Знать:

- терминологический аппарат;
- принципы работы, возможности и ограничения приборов, используемых при полнопрофильном анализе порошковых рентгенограмм.

Уметь:

- применять современную порошковую дифрактометрию для изучения структурных особенностей природных и синтетических соединений.

Владеть:

- навыками приготовления образцов для полнопрофильного рентгенофазового анализа;
- навыками работы на порошковых дифрактометрах фирмы «Bruker»;
- качественного и количественного анализов;
- уточнения атомной структуры кристаллических веществ по данным порошковой дифрактометрии методом ППА.

1.4. Перечень и объём активных и интерактивных форм учебных занятий

24 часа практических занятий

Раздел 2. Организация, структура и содержание учебных занятий

2.1. Организация учебных занятий

2.1.1

Основной

курс

Трудоёмкость, объёмы учебной работы и наполняемость групп обучающихся																		
Код модуля в составе дисциплины, практики и т.п.	Контактная работа обучающихся с преподавателем											Самостоятельная работа				форм учебных занятий	Трудоёмкость	
	лекции	семинары	консультации	практические занятия	лабораторные работы	контрольные работы	коллоквиумы	текущий контроль	промежуточная аттестация	итоговая аттестация	под руководством преподавателя	в присутствии преподавателя	сам. раб. с использованием методических материалов	текущий контроль (сам.раб.)	промежуточная аттестация (сам.раб.)			итоговая аттестация (сам.раб.)
ОСНОВНАЯ ТРАЕКТОРИЯ																		
с отрывом от работы форма обучения																		
Период обучения по модулю 01	12			24									36				24	2
	1-10			1-10									1-1					
ИТОГО	12			24									36					2

Виды, формы и сроки текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации						
Код модуля в составе дисциплины, практики и т.п.	Формы текущего контроля успеваемости		Виды промежуточной аттестации		Виды итоговой аттестации (только для программ итоговой аттестации и дополнительных образовательных программ)	
	Формы	Сроки	Виды	Сроки	Виды	Сроки
ОСНОВНАЯ ТРАЕКТОРИЯ						
с отрывом от работы форма обучения						
Период обучения по модулю 01					защита выпускной работы, устно, традиционная форма	по графику итоговой аттестации

2.2. Структура и содержание учебных занятий

№ п/п	Наименование темы (раздела, части)	Вид учебных занятий	Количество часов
1	<p>Введение. Профильный анализ</p> <p>Проведение и предварительная обработка дифракционного эксперимента. Сглаживание и вычитание фона. Моделирование фона с помощью полинома, линейная экстраполяция. Общий вид дифракционного максимума. Понятие о профильной функции. Основные профильные функции: функция Лоренца, Гаусса, псевдо-Войта, Пирсона. Полуширина и асимметрия рефлекса. Автоматическое индентирование рентгенограммы, расчет и уточнение параметров элементарной ячейки с использованием квадратичных формул.</p>	лекции	2
2	<p>Знакомство с программным комплексом Topas.</p> <p>Ввод данных. Эмиссионный профиль. Учет геометрии съемки. Профильный анализ и автоиндентирование с помощью Topas.</p>	лекции	2
		практические занятия	4
3	<p>Теоретические основы метода Ритвельда, полнопрофильный анализ</p> <p>Выражение для расчета интенсивности рефлексов. Подбор структурной модели для каждой из фаз в смеси. Базы структурных данных. Профильные и структурные факторы достоверности (R-факторы). Разностная дифрактограмма. Порядок уточнения параметров, общие уточняемые параметры, индивидуальные параметры фаз. Корреляционная матрица. CIF файл.</p>	лекции	2
		практические занятия	5
4	<p>Количественный рентгенофазовый анализ</p> <p>Методы внутреннего и внешнего стандартов. Общее выражение для расчета объемных долей фаз. Метод внутреннего стандарта, основные стандартные материалы. Метод внешнего стандарта, корундовые числа (RIR). Использование корундовых чисел в количественном РФА. Использование ПИА в количественном РФА.</p>	лекции	2
5	<p>Количественный анализ в программе Topas с использованием ПИА</p> <p>Особенности качественного и количественного анализа многофазных смесей. Использование стандарта. Понятие текстурирования, Методы минимизации текстуры.</p>	лекции	2
		практические занятия	5
6	<p>Особенности уточнения кристаллических структур в программе Topas.</p>	лекции	2

	Уточнение структур с тяжелыми и легкими атомами. Уточнение заселенностей позиций атомов. Уточнение структуры с использованием связанных параметров, фиксированных полиэдров/молекул. Уточнение в присутствии примеси.	практические занятия	5
7	Рентгеновские методы изучения дефектов в кристаллах Причины уширения рефлексов на дифрактограмме. Формула Шеррера. Размеры кристаллитов и микронапряжений.	лекции	2
		практические занятия	5

Раздел 3. Обеспечение учебных занятий

3.1. Методическое обеспечение

3.1.1 Методические указания по освоению дисциплины

Слушателям будут предоставлены методические разработки по основам работы на автоматических порошковых дифрактометрах фирмы «Bruker» и список рекомендуемой литературы для освоения теоретических вопросов программы.

3.1.2 Методическое обеспечение самостоятельной работы

Слушателям будут предоставлены методические разработки по основам работы на автоматических порошковых дифрактометрах фирмы «Bruker» и список рекомендуемой литературы для освоения теоретических вопросов программы.

3.1.3 Методика проведения текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации и критерии оценивания

Зачет по теоретической части, отчеты по практическим работам, отчет по итоговой квалификационной работе.

Критерии оценивания:

Положительным результатом считается получение количественных характеристик, согласующихся с контрольными в пределах заданной погрешности:

- контрольные задачи с использованием программы TOPAS:
- обработка и индицирование рентгенограммы.
- уточнение кристаллической структуры однофазного образца и в присутствие смеси.
- уточнение структур твердых растворов. Заселенность позиций атомов.
- количественный анализ смеси без стандарта/со стандартом с использованием ППА.
- определение размеров кристаллитов и микронапряжений

3.1.4 Методические материалы для проведения текущего контроля успеваемости и промежуточной аттестации (контрольно-измерительные материалы, оценочные средства)

Не предусмотрено

3.1.5 Методические материалы для оценки обучающимися содержания и качества учебного процесса

Примерная анкета-отзыв по преподаванию дисциплины

Просим Вас заполнить анонимную анкету-отзыв по пройденному Вами курсу. Обобщенные данные анкет будут использованы для совершенствования преподавания. По каждому вопросу проставьте соответствующие оценки по шкале от 1 до 10 баллов (**обведите** выбранный Вами балл). В случае необходимости впишите свои комментарии.

1. *Насколько Вы удовлетворены содержанием дисциплины в целом?*

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10

Комментарий _____

2. *Насколько Вы удовлетворены формами преподавания?*

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10

Комментарий _____

3. *Как Вы оцениваете качество подготовки предложенных учебно-методических материалов?*

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10

Комментарий _____

4. *Насколько Вы удовлетворены использованием преподавателями интерактивных и активных методов обучения ?*

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10

Комментарий _____

5. *Какие из тем дисциплины Вы считаете наиболее полезными, ценными с точки зрения дальнейшего обучения и/или применения в последующей практической деятельности?*

6. *Что бы Вы предложили изменить в методическом и содержательном плане для совершенствования преподавания данной дисциплины?*

СПАСИБО!

3.2. Кадровое обеспечение

3.2.1 Образование и (или) квалификация штатных преподавателей и иных лиц, допущенных к проведению учебных занятий

Для чтения лекций - кандидат геолого-минералогических наук – доцент, или ведущий специалист РЦ РДМИ, с опытом практической работы в области порошковой рентгенографии, полнопрофильного анализа, и дифрактометрии высокого разрешения.

3.2.2 Обеспечение учебно-вспомогательным и (или) иным персоналом

Для проведения практических занятий – специалисты РЦ РДМИ с опытом практической работы в области порошковой дифрактометрии.

3.3. Материально-техническое обеспечение

3.3.1 Характеристики аудиторий (помещений, мест) для проведения занятий

Лекции проводятся в аудиториях, приспособленных для демонстрации мультимедийных презентаций. Часть практических занятий проводится в компьютерном классе, где установлены специальные программы, необходимые для изучения курса.

3.3.2 Характеристики аудиторного оборудования, в том числе неспециализированного компьютерного оборудования и программного обеспечения общего пользования

Компьютеры с ОС Windows 7 и программами MS Office.

3.3.3 Характеристики специализированного оборудования

Автоматические порошковые дифрактометры D2 Phaser фирмы «Bruker».

3.3.4 Характеристики специализированного программного обеспечения

Программное обеспечение фирмы Bruker – программы EVA, FILE EXCHANGE, Topas, базы рентгеновских данных PDF2 (международного центра дифракционных данных ICDD) и COD (Crystal Open Database).

3.3.5 Перечень и объёмы требуемых расходных материалов

Эталон SRM 676a - (0.1гр.); Эталон SRM 660b - (0.1гр.)

3.4. Информационное обеспечение

3.4.1 Список обязательной литературы

Не предусмотрено

3.4.2 Список дополнительной литературы

1. Пущаровский Д.Ю. Рентгенография минералов. ЗАО "Геоинформмарк" Москва, 2000.- 288 с.
2. Франк-Каменецкий В.А. Руководство по рентгеновскому исследованию минералов. Л., Недра, 1975. - 399с.
- . Порай-Кошиц М.А. Основы структурного анализа неорганических соединений. М.: Изд-во МГУ, 1982.
2. Бокий Г.Б. Кристаллохимия. М.: Наука, 1971.
3. Jaccovazzo C. Fundamentals of Crystallography. 1st, 2nd, 3rd editions. Oxford University Press, 1992, 2002, 2011.
4. Young R.A. The Rietveld Method. Oxford University Press, 1993.

3.4.3 Перечень иных информационных источников

- справочные материалы на сайте международного союза кристаллографов www.iucr.org;
- минералогическая база данных www.mindat.org;
- описание возможных исследований на сайте РЦ «Рентгенодифракционные методы

исследования» <http://xrd.spbu.ru/research/> .

Раздел 4. Разработчики программы

Кржижановская Мария Георгиевна, к.г.-м.н., доцент кафедры кристаллографии СПбГУ,
ведущий специалист РЦ РДМИ