

*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 "TOPAS" Software by BRUKER Inc

**Язык(и) обучения**

**русский**

Трудоемкость в зачетных единицах: 2

Регистрационный номер рабочей программы:

Санкт-Петербург

2018

## Раздел 1. Характеристики учебных занятий

### 1.1. Цели и задачи учебных занятий

Цель курса: 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.

Задачами курса являются:

- ознакомить слушателей с основными принципами работы программного обеспечения для проведения полнопрофильного анализа;
- обучить слушателей базовым навыкам работы с программным обеспечением;
- сформировать у слушателей навыки проведения эксперимента и интерпретации полученных результатов по количественному и качественному рентгенофазовому анализу.

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

Лица, имеющие и получающие высшее образование (с документальным подтверждением)

Знание 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»» (без документального подтверждения).

### 1.3. Перечень результатов обучения (learning outcomes)

| Код компетенции | Наименование и (или) описание компетенции  |
|-----------------|--|
| ДК-1            | Способен проводить рентгеновский количественный фазовый анализ минералов и других кристаллических веществ методом полнопрофильного анализа на ПО «TOPAS» |
| ДК-2            | Способен уточнять кристаллические структуры однофазного образца в присутствии смеси и твердого раствора  |

#### Знания, умения, навыки, осваиваемые обучающимся:

По результатам обучения обучающийся должен знать:

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

По результатам обучения обучающийся должен уметь:

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

По результатам обучения обучающийся должен обладать навыками:

- 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

1. Лекции с использованием презентаций Microsoft Power Point;
2. Практические занятия на порошковых дифрактометрах с использованием специализированного программного обеспечения и оборудования Ресурсного центра «Рентгенодифракционные методы исследования» Научного парка СПбГУ.

### 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      |  |                             |                                     | Объём активных и интерактивных 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.) |   |              |
| <b>ОСНОВНАЯ ТРАЕКТОРИЯ</b>  |  |          |              |                      |                     |                    |             |                  |                          |                     |                                |                             |  |                             |                                     |   |              |
| Форма обучения: <i>очная</i>  |  |          |              |                      |                     |                    |             |                  |                          |                     |                                |                             |  |                             |                                     |   |              |
| Учётных недель 02   | 12   |          |              | 22                   |                     |                    |             |                  |                          | 2                   |                                |                             | 33   |                             |                                     | 3   |              |
| Кол-во обучающихся  | 1-10   |          |              | 1-10                 |                     |                    |             |                  |                          | 1-10                |                                |                             | 1-1  |                             |                                     |   | 2            |
| ИТОГО   | 12   |          |              | 22                   |                     |                    |             |                  |                          | 2                   |                                |                             | 33   |                             |                                     | 3   | 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<br>(только для программ итоговой аттестации и дополнительных образовательных программ) |       |
|   | Формы                                | Сроки | Виды                          | Сроки | Виды  | Сроки |
|   |                                      |       |                               |       |   |       |

|                       |                  |   |                  |   |                               |                                |
|-----------------------|------------------|---|------------------|---|-------------------------------|--------------------------------|
| ОСНОВНАЯ ТРАЕКТОРИЯ   |                  |   |                  |   |                               |                                |
| Форма обучения: очная |                  |   |                  |   |                               |                                |
| Учётных недель 02     | Не предусмотрено | - | Не предусмотрено | - | итоговый зачёт в устной форме | по графику итоговой аттестации |

## 2.2. Структура и содержание учебных занятий

| № п/п | Наименование темы (раздела, части)  | Вид учебных занятий    | Количество часов |
|-------|---|------------------------|------------------|
| 1     | <b>Введение. Профильный анализ</b><br>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 индцирование рентгенограммы, расчет и уточнение параметров элементарной ячейки с использованием квадратичных формул. | лекции                 | 2                |
|       |   | самостоятельная работа | 3                |
| 2     | <b>Знакомство с программным комплексом Toras.</b><br>Ввод данных. Эмиссионный профиль. Учет геометрии съемки. Профильный анализ и автоиндцирование с помощью Toras.   | лекции                 | 1                |
|       |   | практические занятия   | 4                |
|       |   | самостоятельная работа | 5                |
| 3     | <b>Теоретические основы метода Ритвельда, полнопрофильный анализ</b><br>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.   | лекции                 | 2                |
|       |   | практические занятия   | 4                |
|       |   | самостоятельная работа | 6                |
| 4     | <b>Количественный рентгенофазовый анализ</b><br>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 ППА в количественном РФА.   | лекции                 | 2                |
|       |   | самостоятельная работа | 5                |
| 5     | <b>Количественный анализ в программе Toras с использованием ППА</b><br>Особенности качественного и количественного анализа многофазных смесей. Использование стандарта. Понятие текстурирования, Методы минимизации текстуры.   | лекции                 | 1                |
|       |   | практические занятия   | 4                |
|       |   | самостоятельная работа | 5                |

|   |   |                        |   |
|---|---|------------------------|---|
| 6 | <b>Особенности уточнения кристаллических структур в программе Topas.</b><br>Уточнение структур с тяжелыми и легкими атомами. Уточнение заселенностей позиций атомов. Уточнение структуры с использованием связанных параметров, фиксированных полиэдров/молекул. Уточнение в присутствии примеси. | лекции                 | 2 |
|   |   | практические занятия   | 5 |
|   |   | самостоятельная работа | 5 |
| 7 | <b>Рентгеновские методы изучения дефектов в кристаллах</b><br>Причины уширения рефлексов на дифрактограмме. Формула Шеррера. Размеры кристаллитов и микронапряжений.  | лекции                 | 2 |
|   |   | практические занятия   | 5 |
|   |   | самостоятельная работа | 4 |
| 8 | <b>Итоговый зачёт</b>   | итоговая аттестация    | 2 |
|   |   | самостоятельная работа | 3 |

### **Раздел 3. Обеспечение учебных занятий**

#### **3.1. Методическое обеспечение**

##### **3.1.1. Методические указания по освоению дисциплины**

Рабочая программа учебной дисциплины, методические разработки по основам работы на автоматических порошковых дифрактометрах фирмы «Bruker» и список рекомендуемой литературы для освоения теоретических вопросов программы.

Презентации Microsoft Power Point

##### **3.1.2. Методическое обеспечение самостоятельной работы**

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**

Текущий контроль успеваемости и промежуточная аттестация не предусмотрены.

Контроль качества усвоения учебного материала включает проведение итоговой аттестации в форме итогового зачёта, включающего выполнение и обсуждение контрольной задачи с использованием программы TOPAS.

Критерий оценивания: полнота и правильность выполнения контрольной задачи и ответов на вопросы при обсуждении. Слушателям выставляется «зачет» при условии правильного и содержательного ответа на 2/3 вопросов.

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

Перечень тем для итоговой аттестации:

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

Примеры вопроса на итоговом зачете:

- Профильный анализ. Основные функции для описания профиля дифракционного пика.
- Причины уширения дифракционного максимума, асимметрия.

##### **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 (**обведи**те 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 РЦ РДМИ Научного парка СПбГУ, 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. Пушаровский Д.Ю. Рентгенография минералов. ЗАО "Геоинформмарк" Москва, 2000.- 288 с.
2. Франк-Каменецкий В.А. Руководство по рентгеновскому исследованию минералов. Л., Недра, 1975. - 399с.
3. Порай-Кошиц М.А. Основы структурного анализа неорганических соединений. М.: Изд-во МГУ, 1982.
4. Бокий Г.Б. Кристаллохимия. М.: Наука, 1971.
5. Jcovazzo C. Fundamentals of Crystallography. 1st, 2nd, 3rd editions. Oxford University Press, 1992, 2002, 2011.
6. Young R.A. The Rietveld Method. Oxford University Press, 1993.
7. Филатов С.К., Кривовичев С.В., Бубнова Р.С. Общая кристаллохимия. СПб, Изд-во СПбГУ, 2018.

### **3.4.3. Перечень иных информационных источников**

- справочные материалы на сайте международного союза кристаллографов [www.iucr.org](http://www.iucr.org);
- минералогическая база данных [www.mindat.org](http://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, [mariya.krzhizhanovskaya@spbu.ru](mailto:mariya.krzhizhanovskaya@spbu.ru), 3633914.