

Приложение к приказу проректора  
по учебно-методической работе

от \_\_\_\_\_ № \_\_\_\_\_

**Санкт-Петербургский государственный университет**

**РАБОЧАЯ ПРОГРАММА  
УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ**

Монокристалльный рентгеноструктурный анализ с использованием программного  
комплекса SHELX

Single-Crystal X-Ray Structure Analysis using SHELX Program Package

**Язык(и) обучения**

Трудоемкость в зачетных единицах: 2

Регистрационный номер рабочей программы: 042117

Санкт-Петербург

2014

## **Раздел 1. Характеристики учебных занятий**

### **1.1. Цели и задачи учебных занятий**

Повышение квалификации в области рентгенодифракционных методов анализа монокристаллических веществ (рентгеноструктурный анализ) и выработке практических навыков рентгеноструктурного анализа веществ с использованием программного комплекса SHELX, применяя полученные навыки для исследования природных и синтетических соединений 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 кристаллических материалов, базовые знания по курсам «Кристаллография», «Кристаллохимия».

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

Курс дает представление об основах теории рентгеноструктурного анализа монокристаллов, а также о возможностях экспериментальной работы с современными монокристалльными дифрактометрами, умение грамотной интерпретации полученных данных с использованием современных программных комплексов, опыт решения конкретных задач рентгеноструктурного анализа соединений разной природы (органические, металлоорганические, неорганические соединения).

### **1.4. Перечень и объём активных и интерактивных форм учебных занятий**

18 часов 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.)
<b>ОСНОВНАЯ ТРАЕКТОРИЯ</b>																		
с отрывом от работы форма обучения																		
Период обучения по модулю 01	18			18									36				18	2
	1-10			1-10									1-1					
ИТОГО	18			18									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
<b>ОСНОВНАЯ ТРАЕКТОРИЯ</b>						
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.</p> <p>Кристаллография как наука о кристаллическом веществе. История, характеристика и применение метода рентгеновской дифракции на кристаллических образцах. Современные направления в изучении кристаллических структур.</p>	лекции	2
2	<p>Симметрия кристаллов. Элементы симметрии конечных фигур. Точечные группы симметрии. Трансляционные решетки Браве. Симметрия кристаллических структур. Кристаллографические системы координат. Параметры элементарной ячейки. Понятие о пространственных (Федоровских) группах симметрии.</p> <p>Природа рентгеновских лучей. Условия, необходимые для получения рентгеновских лучей. Дифракция рентгеновских лучей на кристаллах. Условие Лауэ. Уравнение Брэгга-Вульфа. Погасания рефлексов. Закон Фриделя. Дифракционные (лауэвские) классы симметрии.</p>	лекции	2
3	<p>Символы рентгеновского отражения (символы интерференции <math>hkl</math>). Обратная решетка. Сфера отражения (сфера Эвальда).</p> <p>Рассеяние рентгеновских лучей электроном. Поляризационный фактор. Атомный фактор. Рассеяние идеальным кристаллом и понятие структурного фактора. Структурный фактор как комплексная величина.</p>	лекции	2
4	<p>Рассеяние рентгеновских лучей реальным кристаллом. Параметры атомных смещений и предел дифракции. Изотропный и анизотропные параметры атомных смещений. Поглощение рентгеновских лучей веществом и его учет в дифракционном эксперименте. Экстинкция. Интерференционный фактор и влияние размеров кристалла на ширину дифракционного максимума. Фактор шкалы и график Вильсона. Тест на centrosymmetry.</p> <p>Исходные данные рентгеноструктурного анализа. Основные этапы рентгеноструктурного анализа и критерии истинности. Работа со структурными базами данных ICSD, CCDC.</p>	лекции	2
5	<p>Знакомство с программным комплексом SHELX.</p> <p>Структура, основы работы, входные и выходные данные. Структура файла INS, основные инструкции SHELX: данные о структуре, данные об интенсивностях, список</p>	лекции	2

	атомов и его параметры, длины и углы связей, параметры процесса уточнения, параметры выдачи данных. Структура файла LST. Примеры.	практические занятия	4
6	Расшифровка и уточнение кристаллических структур в SHELX. Примеры расшифровки структуры. Уточнение кристаллических структур. Файлы кристаллографической информации - понятие, структура и формирование CIF файла. Примеры. Проверка структурных данных на кристаллохимическую достоверность.	лекции	2
		практические занятия	4
7	Рентгеноструктурный эксперимент: отбор образцов, подготовка оборудования и условий эксперимента. Съёмка образцов на современных монокристалльных дифрактометрах. Обработка полученных экспериментальных данных. Формирование конечных файлов экспериментов: ins, hkl. Работа с программным обеспечением.	лекции	2
		практические занятия	4
8	Особенности уточнения кристаллических структур в программном комплексе SHELX. Уточнение структур неорганических, органических и металлоорганических соединений с тяжелыми и легкими атомами. Практические вопросы. Определение координат и степени заселённости позиций, тепловых факторов, межатомных расстояний. Работа с файлами ins, res, lst.	лекции	2
		практические занятия	4
9	Особенности работы в программных оболочках Wingx и Olex2. Визуализация структурных данных: программы Atoms, Mercury и Diamond. Альтернативные программные комплексы для расшифровки структурных данных.	лекции	2
		практические занятия	2

### **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 монокристалльных 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 монокристалльных 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 программного комплекса SHELX:
- расшифровка кристаллической структуры
- уточнение кристаллической структуры
- описание кристаллической структуры

### 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 ?*

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 - доктор геолого-минералогических наук – профессор, или ведущий специалист РЦ РДМИ, с опытом практической работы в области в области кристаллохимии и рентгеноструктурного анализа.

#### **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**

Для мультимедийных презентаций необходим компьютер, оснащенный программой Microsoft Office PowerPoint и полнофункциональной антивирусной программой, мультимедийный проектор и экран.

#### **3.3.3 Характеристики специализированного оборудования**

Монокристалльные дифрактометры, Agilent Technologies Excalibur Eos, Agilent Technologies Supernova Atlas, Bruker Smart Apex II, Bruker Kappa Apex II Duo, Rigaku R-Axis Rapid II.

#### **3.3.4 Характеристики специализированного программного обеспечения**

Программный комплекс Shelx. Программы Platon, Wingx, Olex2 - для работы со структурными данными; Atoms, Mercury и Diamond - для визуализации; доступ к базам данных ICSD, CCDC на одном ПК.

#### **3.3.5 Перечень и объёмы требуемых расходных материалов**

Крио-петелька «HR4-955» - из расчета 2 шт. на 1 слушателя.

### **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. Порай-Кошиц М.А. Основы структурного анализа неорганических соединений. М.: Изд-во МГУ, 1982.
3. Бокий Г.Б. Кристаллохимия. М.: Наука, 1971.
4. Jcovazzo C. Fundamentals of Crystallography. 1st, 2nd, 3rd editions. Oxford University Press, 1992, 2002, 2011.
5. Урусов В.С., Еремин Н.Н. Кристаллохимия. Краткий курс. М.: Изд. МГУ, 2010
6. Кривовичев С.В. Практические вопросы РСА. 2. Расшифровка и уточнение кристаллических структур в комплексе SHELX. СПб. 2007.

### **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**

Золотарев Андрей Анатольевич, к.г.-м.н., доцент кафедры кристаллографии СПбГУ, ведущий специалист РЦ РДМИ

Гуржий Владислав Владимирович, к.г.-м.н., доцент кафедры кристаллографии СПбГУ, заместитель директора РЦ РДМИ СПбГУ