

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Новосибирский национальный исследовательский государственный университет»
(Новосибирский государственный университет, НГУ)

Физический факультет
Кафедра физических методов исследования твёрдого тела



УТВЕРЖДАЮ
Декаан ФФ, д.ф.-м.н
В.Е.Блинов
2022 г.

Рабочая программа дисциплины

МЕТОДЫ КРИСТАЛЛОСТРУКТУРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ 1

направление подготовки: **03.04.02 Физика**
направленность (профиль): **Общая и фундаментальная физика**

Форма обучения
Очная

Семестр	Общий объем	Виды учебных занятий (в часах)				Промежуточная аттестация (в часах)				
		Контактная работа обучающихся с преподавателем			Самостоятельная работа, не включая период сессии	Самостоятельная подготовка к промежуточной аттестации	Контактная работа обучающихся с преподавателем			
		Лекции	Практические занятия	Лабораторные занятия			Консультации	Зачет	Дифференцированный зачет	Экзамен
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	72	16	16		38				2	
Всего 72 часа / 2 зачётные единицы, из них: - контактная работа 34 часа										
Компетенции ПК-1										

Руководитель программы
д.ф.-м.н.

И. Б. Логашенко

Новосибирск, 2022

Содержание

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесённых с планируемыми результатами освоения образовательной программы.	3
2. Место дисциплины в структуре образовательной программы.	5
3. Трудоёмкость дисциплины в зачётных единицах с указанием количества академических часов, выделенных на контактную работу обучающегося с преподавателем (по видам учебных занятий) и на самостоятельную работу.	5
4. Содержание дисциплины, структурированное по темам (разделам) с указанием отведённого на них количества академических часов и видов учебных занятий.	6
5. Перечень учебной литературы.	11
6. Перечень учебно-методических материалов по самостоятельной работе обучающихся.	11
7. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины.	11
8. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине.	12
9. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине.	12
10. Оценочные средства для проведения текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине.	12

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесённых с планируемыми результатами освоения образовательной программы.

Дисциплина «Методы кристаллоструктурных исследований 1» предназначена для получения студентами базовых знаний о дифракционных методах исследований кристаллических структур. В рамках дисциплины студенты знакомятся с основными принципами планирования и проведения дифракционных экспериментов, а также обработки дифракционных данных, полученных с использованием монокристаллических и порошковых образцов. Во время практических занятий студенты знакомятся с устройством рентгеновских дифрактометров и практическими приемами обработки дифракционных данных. На ряде примеров начального уровня сложности, студенты получают практические навыки расшифровки и уточнения кристаллических структур органических и неорганических соединений по данным монокристаллической рентгеновской дифракции. Студенты учатся работать со структурной информацией, редактировать ее и готовить к публикации, используя форматы файлов и программное обеспечение, рекомендованное Международным кристаллографическим союзом IUCr. Вырабатывается навык поиска структуры по параметрам элементарной ячейки в Кембриджской базе структурных данных, а также структур с аналогичными структурными мотивами или кристаллическим окружением. Студенты обучаются работе со структурными базами данных CSD, ICDD PDF-2. Студенты получают базовые знания и практические навыки в области качественного и количественного рентгенофазового анализа, дается общее представление о влиянии на дифракционную картину размера и дефектности частиц. Дается представление о проведении экспериментов в условиях переменных температур и высоких давлений *in situ* и в реакционных и климатических камерах *operando*.

Основной целью изучения дисциплины является освоение студентами основ дифракционных методов исследования кристаллических веществ и умение применять полученные знания для получения структурной информации при анализе реальных дифракционных данных, полученных как с использованием монокристаллических, так и порошковых образцов.

Дисциплина нацелена на формирование у обучающегося профессиональной компетенции:

Результаты освоения образовательной программы (компетенции)	Индикаторы	Результаты обучения по дисциплине
<p>ПК-1 Способен использовать специализированные знания в области физики при решении поставленных задач в научно-исследовательской деятельности в соответствии с профилем подготовки в зависимости от специфики объекта исследования.</p>	<p>ПК 1.1 Применяет специализированные знания в области физики при решении конкретных задач в области научных исследований в соответствии с профилем подготовки в зависимости от специфики объекта исследования.</p> <p>ПК 1.2 Выбирает наиболее эффективные методы решения конкретных задач в области научных исследований в соответствии с профилем подготовки в зависимости от специфики объекта исследования.</p>	<p>Знать учебный материал с требуемой степенью научной точности и полноты; на базовом уровне: основной математический аппарат, который используется для описания дифракции от «идеальных» монокристаллических и порошковых образцов; свойства процессов, происходящих при формировании дифракционных картин, особенности проведения рутинного дифракционного эксперимента; теоретические основы и базовые представления о процессах, происходящих при взаимодействии твёрдых тел с рентгеновским излучением, включая дифракцию; основные современные методы анализа дифракционных данных, использующие современную приборную базу (в том</p>

Результаты освоения образовательной программы (компетенции)	Индикаторы	Результаты обучения по дисциплине
		<p>числе сложное физическое оборудование).</p> <p>Уметь объяснять связь структуры и физико-химических свойств твёрдых тел; формулировать выводы и приводить примеры; разбираться в используемых методах; подбирать метод рутинного исследования идеальной структуры для конкретного соединения; находить необходимые справочные материалы из информационных источников, в том числе, из структурных баз данных для органических и неорганических материалов; излагать и критически анализировать структурную информацию; оценивать и анализировать результат, полученный в ходе проведения эксперимента; устанавливать точность и полноту полученных данных.</p> <p>Владеть базовыми приемами обработки и извлечения структурной информации с помощью современного программного обеспечения (ПО); навыками применения современного математического инструментария для структурного исследования; статистическими методами для анализа достоверности полученных решений; навыками проведения рентгенодифракционного эксперимента для монокристаллов и поликристаллических материалов; базовыми навыками работы с различными программами обработки дифракционных данных, с базами структурных и порошковых данных; прикладными программами для получения и обработки данных; методами приближенного качественного анализа; экспериментальными навыками для проведения научного исследования дифракционными методами; навыками письменного аргументированного изложения и критического анализа полученных данных.</p>

Результаты освоения образовательной программы (компетенции)	Индикаторы	Результаты обучения по дисциплине

Занятия проводятся в лекционной форме и в форме практических занятий с использованием информационных технологий. Все практические занятия проводятся в интерактивной форме с обсуждением лекционного материала на конкретных примерах. Часть заданий предполагает работу в команде. Часть заданий выполняется в режиме индивидуального обучения. Задания для студентов составляются на основе реальных недавно решенных научных задач.

Обратная связь обеспечивается тем, что лектор ведет все практические занятия и может оперативно скорректировать лекционный курс в зависимости от полученных результатов в усвоении материала. Практические занятия происходят в компьютерном классе, где студенты самостоятельно и в группах выполняют обработку экспериментальных данных, полученных в ходе решения научных задач лекторами курса. Студенты знакомятся с устройством и принципами работы рентгеновских дифрактометров.

Важной формой обучения является прием практических заданий, проводимых в форме беседы преподавателя со студентом, в которую при желании может участвовать любой студент группы. Здесь он может получить ответы на все интересующие его вопросы по предмету. Проводится контроль выполнения практических заданий и усвоения теоретического материала, обсуждение и критический анализ полученной информации.

Все преподаватели, участвующие в курсе «Методы кристаллоструктурных исследований 1», являются профессиональными исследователями в области химии твердого тела и кристаллохимии. Практические занятия в ряде случаев проводятся аспирантами и научными сотрудниками НГУ, ИК и других институтов СО РАН. В связи с этим, в курсе зачастую используются научные результаты, полученные самим лектором, либо его коллегами.

2. Место дисциплины в структуре образовательной программы.

Для успешного освоения курса «Методы кристаллоструктурных исследований 1» студенты должны обладать знаниями по электродинамике, физике и химии атомов и молекул, основам кристаллографии и структурного анализа, введении в рентгенографию поликристаллов, а также по математике (дифференциальное и интегральное исчисления, численные методы решения систем линейных уравнений и др.). Курс является одной из профессиональных дисциплин по выбору по направлению подготовки 03.04.02 Физика. Общая и фундаментальная физика. Он должен предшествовать прохождению производственной практики и выполнению квалификационной работы магистранта, т.к. дает необходимые знания, навыки и предоставляет инструменты для выполнения рентгеноструктурных исследований, необходимых для проведения исследований, связанных со структурой и свойствами твердого тела.

3. Трудоёмкость дисциплины в зачётных единицах с указанием количества академических часов, выделенных на контактную работу обучающегося с преподавателем (по видам учебных занятий) и на самостоятельную работу.

Семестр	Общий объем	Виды учебных занятий (в часах)			Промежуточная аттестация (в часах)	
		Контактная работа обучающихся с преподавателем	на самостоятельную работу, не включая		Готовка к про-	Контактная работа обучающихся с преподавателем

		Лекции	Практические занятия	Лабораторные занятия			Консультации	Зачет	Дифференцированный зачет	Экзамен
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	72	16	16		38				2	
Всего 72 часа / 2 зачётные единицы, из них: - контактная работа 34 часа										
Компетенции ПК-1										

Реализация дисциплины предусматривает практическую подготовку при проведении следующих видов занятий, предусматривающих участие обучающихся в выполнении отдельных элементов работ, связанных с будущей профессиональной деятельностью: лекции, практические занятия, самостоятельная работа студента и её контроль преподавателями с помощью заданий, дифференцированный зачёт.

Программой дисциплины предусмотрены следующие виды контроля:

- текущий контроль успеваемости: задания на практических занятиях;
- промежуточная аттестация: дифференцированный зачёт.

Общая трудоемкость рабочей программы дисциплины составляет 2 зачетные единицы.

- занятия лекционного типа – 16 часов;
- практические занятия – 16 часов;
- самостоятельная работа обучающегося в течение семестра, не включая период сессии – 38 часов;
- промежуточная аттестация (дифференцированный зачёт) – 2 часа.

Объём контактной работы обучающегося с преподавателем (занятия лекционного типа, практические занятия, групповые консультации, экзамен) составляет 34 часа.

4. Содержание дисциплины, структурированное по темам (разделам) с указанием отведённого на них количества академических часов и видов учебных занятий.

Общая трудоемкость дисциплины составляет 2 зачетные единицы, 72 академических часа.

№ п/п	Раздел дисциплины	Неделя семестра	Виды учебной работы, включая самостоятельную работу студентов и трудоемкость (в часах)				Сам. работа во время занятий (не включая период сессии)	Сам. работа во время промежуточной аттестации	Консультации перед экзаменом (часов)	Промежуточная аттестация (в часах)
			Всего	Аудиторные часы						
				Лекции	Практические занятия					
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
1.	Строение и свойства кристаллов. Симметрия и определение пространственной	1	4	2		2				

	группы симметрии. Описание кристаллических структур. Введение в дифракцию и история открытия дифракции рентгеновских лучей.								
2.	Генерация рентгеновского излучения. Лабораторные дифрактометры и источники синхротронного излучения. Общая стратегия проведения дифракционного эксперимента. Этапы расшифровки кристаллической структуры.	2	4	1	1	2			
3.	Введение в программное обеспечение Shelx. Строение .INS и .HKL-файлов. Методы решения и уточнения структуры. Метод Паттерсона, прямой и др. методы. Метод наименьших квадратов для уточнения структуры. Цифровые форматы вывода результатов расшифровки структур.	3	4	1	1	2			.
4.	Параметры, характеризующие качество уточнения. R-факторы и остаточная электронная плотность. Практическая расшифровка кристаллических структур.	4	5	1	1	3			
5.	Диагностика ошибок и проверка корректности расшифровки структур. Описание и определение параметров атомов водорода в структуре. Проверка корректности расшифровки структуры. CIF-файл и подготовка структурных данных к публикации.	5	5		2	3			

6.	Кембриджский банк структурных данных CSD. Знакомство с программными продуктами Mercury, Platon, CheckCIF. Поиск кристаллических структур в CSD и их анализ.	6	6		2	4			
7.	Продвинутое приложение рентгеноструктурного анализа. Кристаллография при варьировании внешних условий. Исследование фазовых переходов и химических реакций <i>in situ</i> .	7	4	2		2			
8.	Продвинутое приложение рентгеноструктурного анализа. Фотокристаллография. Серийная кристаллография и кристаллография биомолекул. Кристаллография в материаловедении. Пористые структуры, материалы для фармации и др. Анализ межмолекулярных взаимодействий.	8	4	1	1	2			
9.	Метод порошка. Основные области применения метода порошка. Формирование дифракционной картины в методе порошка. Основные формулы порошковой дифрактометрии	9	4	2		2			
10.	Экспериментальные методы получения порошковых рентгенограмм.	10	4	2		2			
11.	Расчет теоретической рентгенограммы. Основные факторы, влияющие на положение дифракционных пиков, систематические погрешности в дифракционном эксперименте. Базы данных ICDD. Технология поиска и принципы идентифика-	11	4	1	1	2			

	ции кристаллических фаз.								
12.	Практическая работа с базами данных ICDD PDF-2.	12	4		2	2			
13.	Индицирование рентгенограмм для известных структур и уточнение параметров элементарной ячейки. Правило Вегарда. Определение состава твёрдого раствора.	13	4		2	2			
14.	Анализ уширения дифракционных линий. Формула Шерера, её ограничения. Уширение, обусловленное микронапряжениями. Метод Вильямсона-Холла. Расчёт ОКР и микронапряжений методом фундаментальных параметров. Влияние различного рода нарушений кристаллической структуры на порошковую дифракционную картину.	14	4	1	1	2			
15.	Практическая работа с экспериментальными рентгенограммами. Расчёт значений ОКР и микронапряжений по методу Вильямсона-Холла.	15	6		2	4			
16.	Методы рентгеноструктурного анализа в применении к исследованию наносистем.	16	4	2		2			
17.	Дифференцированный зачёт	17	2						2
Всего			72	16	16	38			2

Программа и основное содержание лекций (16 часов)

Лекция 1. Строение и свойства кристаллов. Симметрия и определение пространственной группы симметрии. Описание кристаллических структур. Введение в дифракцию и история открытия дифракции рентгеновских лучей. **(2 часа)**

Лекция 2. Генерация рентгеновского излучения. Лабораторные дифрактометры и источники синхротронного излучения. Общая стратегия проведения дифракционного эксперимента. Этапы расшифровки кристаллической структуры. **(1 час)**

Лекция 3. Введение в программное обеспечение Shelx. Строение .INS и .HKL-файлов. Методы решения и уточнения структуры. Метод Паттерсона, прямой и др. методы. Метод наименьших квадратов для уточнения структуры. Цифровые форматы вывода результатов расшифровки структур. (1 час)

Лекция 4. Параметры, характеризующие качество уточнения. R-факторы и остаточная электронная плотность. Практическая расшифровка кристаллических структур. (1 час)

Лекция 5. Продвинутое приложения рентгеноструктурного анализа. Кристаллография при варьировании внешних условий. Исследование фазовых переходов и химических реакций *in situ*. (2 часа)

Лекция 6. Продвинутое приложения рентгеноструктурного анализа. Фотокристаллография. Серийная кристаллография и кристаллография биомолекул. Кристаллография в материаловедении. Пористые структуры, материалы для фармации и др. Анализ межмолекулярных взаимодействий. (1 час)

Лекция 7. Метод порошка. Основные области применения метода порошка. Формирование дифракционной картины в методе порошка. Основные формулы порошковой дифрактометрии. (2 часа)

Лекция 8. Экспериментальные методы получения порошковых рентгенограмм. (2 часа)

Лекция 9. Расчет теоретической рентгенограммы. Основные факторы, влияющие на положение дифракционных пиков, систематические погрешности в дифракционном эксперименте. Базы данных ICDD. Технология поиска и принципы идентификации кристаллических фаз. (1 час)

Лекция 10. Анализ уширения дифракционных линий. Формула Шерера, её ограничения. Уширение, обусловленное микронапряжениями. Метод Вильямсона-Холла. Расчет ОКР и микронапряжений методом фундаментальных параметров. Влияние различного рода нарушений кристаллической структуры на порошковую дифракционную картину. (1 час)

Лекция 11. Методы рентгеноструктурного анализа в применении к исследованию наносистем. (2 часа)

Программа практических занятий (16 часов)

Занятие 1. Устройство лабораторных дифрактометров и источников синхротронного излучения. Планирование и стратегия проведения дифракционного эксперимента. (1 час)

Занятие 2. Практическая расшифровка кристаллических структур. Определение координат тяжелых атомов. Решение структур различными методами и их сравнение. (1 час)

Занятие 3. Практические аспекты расшифровки кристаллических структур. Параметры, характеризующие качество расшифровки структуры. Создание CIF-файла со структурными данными, и его подготовка для публикации в кристаллографических журналах и базах данных. (1 час)

Занятие 4. Диагностика ошибок и проверка корректности расшифровки структур. Описание и определение параметров атомов водорода в структуре. Проверка корректности расшифровки структуры. CIF-файл и подготовка структурных данных к публикации. (2 часа)

Занятие 5. Кембриджский банк структурных данных CSD. Знакомство с программными продуктами Mercury, Platon, CheckCIF. Поиск кристаллических структур в CSD и их анализ. (2 часа)

Занятие 6. Анализ межмолекулярных взаимодействий в кристаллах. (1 час)

Занятие 7. Расчет теоретической рентгенограммы. Базы данных ICDD. Технология поиска и принципы идентификации кристаллических фаз. (1 час)

Занятие 8. Практическая работа с базами данных ICDD PDF-2. (2 часа)

Занятие 9. Индексирование рентгенограмм для известных структур и уточнение параметров элементарной ячейки. Правило Вегарда. Определение состава твёрдого раствора. (2 часа)

Занятие 10. Расчёт ОКР и микронапряжений. (1 час)

Занятие 11. Практическая работа с экспериментальными рентгенограммами. Расчёт значений ОКР и микронапряжений по методу Вильямсона-Холла. (2 часа)

Самостоятельная работа студентов (38 часов)

Перечень занятий на СРС	Объем, час
Подготовка к практическим занятиям.	14
Изучение теоретического материала, не освещаемого на лекциях	14
Подготовка к дифференцированному зачёту	10

5. Перечень учебной литературы.

1. Порай-Кошиц М.А. Основы структурного анализа химических соединений. М.: Высш. школа, 1989., ISBN 5-06-000074-5 (2 экз.)
2. Асланов Л.А. Инструментальные методы рентгеноструктурного анализа. М.: Изд. МГУ. 1983. - 288 с.(3 экз.)

6. Перечень учебно-методических материалов по самостоятельной работе обучающихся.

Самостоятельная работа студентов поддерживается следующими учебными пособиями:

3. Цыбуля С. В. Введение в структурный анализ нанокристаллов: учебное пособие: [для магистрантов Физ. фак. НГУ] / С.В. Цыбуля, С.В. Черепанова; Федер. агентство по образованию, Новосиб. гос. ун-т, Физ. фак., Каф. физ. методов исследования твёрдого тела, Новосибирск : Новосибирский государственный университет, 2009. - 87 с.
4. Громилов С.А. Введение в рентгенографию поликристаллов. Учеб.-метод. пособие. – Новосибирск: НГУ, 2009. – 54 с.

7. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины.

Для освоения дисциплины используются следующие ресурсы:

- электронная информационно-образовательная среда НГУ (ЭИОС);

- образовательные интернет-порталы;
- информационно-телекоммуникационная сеть Интернет.

7.1 Современные профессиональные базы данных

Кембриджский банк структурных данных CCDC CSD
База данных ICSD PDF-2 (демонстрационная версия)

7.2. Информационные справочные системы

Не используются.

8. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине.

Для обеспечения реализации дисциплины используется стандартный комплект программного обеспечения (ПО), включающий регулярно обновляемое лицензионное ПО Windows и MS Office.

Для изучения дисциплины требуется специализированное программное обеспечение, распространяемое свободно и бесплатно для студентов и преподавателей: Shelx Suite, ShelXle, Mercury, GSAS.

9. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине.

Для реализации дисциплины используются специальные помещения:

1. Учебные аудитории для проведения занятий лекционного типа, практических занятий, курсового проектирования (выполнения курсовых работ), групповых и индивидуальных консультаций, текущего контроля, промежуточной и итоговой аттестации.
2. Помещения для самостоятельной работы обучающихся.

Учебные аудитории укомплектованы специализированной мебелью и техническими средствами обучения, служащими для представления учебной информации большой аудитории.

Помещения для самостоятельной работы обучающихся оснащены компьютерной техникой с возможностью подключения к сети "Интернет" и обеспечением доступа в электронную информационно-образовательную среду НГУ.

Материально-техническое обеспечение образовательного процесса по дисциплине для обучающихся из числа лиц с ограниченными возможностями здоровья осуществляется согласно «Порядку организации и осуществления образовательной деятельности по образовательным программам для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья в Новосибирском государственном университете».

10. Оценочные средства для проведения текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине.

10.1 Порядок проведения текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине

Текущий контроль

Текущий контроль осуществляется в ходе семестра путем проверки заданий, самостоятельно подготовленных магистрантами на практических занятиях.

Промежуточная аттестация

Освоение компетенций оценивается согласно шкале оценки уровня сформированности компетенции. Положительная оценка по дисциплине выставляется в том случае, если заявленная компетенция ПК-1 сформирована не ниже порогового уровня в области кристаллоструктурных исследований в профессиональной деятельности.

Окончательная оценка работы студента в течение семестра происходит на дифференцированном зачёте. Он проводится в конце семестра по билетам в устной форме. Вопросы билета подбираются таким образом, чтобы проверить уровень сформированности компетенции ПК-1.

Вывод об уровне сформированности компетенций принимается преподавателем. Каждый вопрос билета оценивается от 0 до 5 баллов. Положительная оценка ставится, когда все компетенции освоены не ниже порогового уровня. Оценки «отлично», «хорошо», «удовлетворительно» означают успешное прохождение промежуточной аттестации.

Соответствие индикаторов и результатов освоения дисциплины

Таблица 10.1

Индикатор	Результат обучения по дисциплине	Оценочные средства
ПК 1.1 Применяет специализированные знания в области физики при решении конкретных задач в области научных исследований в соответствии с профилем подготовки в зависимости от специфики объекта исследования.	Знать учебный материал с требуемой степенью научной точности и полноты; на базовом уровне: основной математический аппарат, который используется для описания дифракции от «идеальных» монокристаллических и порошковых образцов; свойства процессов, происходящих при формировании дифракционных картин, особенности проведения рутинного дифракционного эксперимента; теоретические основы и базовые представления о процессах, происходящих при взаимодействии твёрдых тел с рентгеновским излучением, включая дифракцию; основные современные методы анализа дифракционных данных, использующие современную приборную базу (в том числе сложное физическое оборудование).	Задания на практических занятиях, дифференцированный зачет

<p>ПК 1.2 Выбирает наиболее эффективные методы решения конкретных задач в области научных исследований в соответствии с профилем подготовки в зависимости от специфики объекта исследования.</p>	<p>Уметь объяснять связь структуры и физико-химических свойств твёрдых тел; формулировать выводы и приводить примеры; разбираться в используемых методах; подбирать метод рутинного исследования идеальной структуры для конкретного соединения; находить необходимые справочные материалы из информационных источников, в том числе, из структурных баз данных для органических и неорганических материалов; излагать и критически анализировать структурную информацию; оценивать и анализировать результат, полученный в ходе проведения эксперимента; устанавливать точность и полноту полученных данных.</p> <p>Владеть базовыми приемами обработки и извлечения структурной информации с помощью современного программного обеспечения (ПО); навыками применения современного математического инструментария для структурного исследования; статистическими методами для анализа достоверности полученных решений; навыками проведения рентгенодифракционного эксперимента для монокристаллов и поликристаллических материалов; базовыми навыками работы с различными программами обработки дифракционных данных, с базами структурных и порошковых данных; прикладными программами для получения и обработки данных; методами приближенного качественного анализа; экспериментальными навыками для проведения научного исследования дифракционными методами; навыками письменного аргументированного изложения и критического анализа полученных данных.</p>	<p>Задания на практических занятиях, дифференцированный зачет</p>
---	---	---

10.2 Описание критериев и шкал оценивания индикаторов достижения результатов обучения по дисциплине «Методы кристаллоструктурных исследований 1».

Таблица 10.2

Крите-	Планируемые резуль-	Уровень освоения компетенции
--------	---------------------	------------------------------

Критерии оценивания результатов обучения	Показатели достижения заданного уровня освоения компетенций	Не сформирован (0 баллов)	Пороговый уровень (3 балла)	Базовый уровень (4 балла)	Продвинутый уровень (5 баллов)
1	2	3	4	5	6
Полнота знаний	ПК 1.1	Уровень знаний ниже минимальных требований. Имеют место грубые ошибки.	Демонстрирует общие знания базовых понятий по темам/разделам дисциплины. Допускается значительное количество негрубых ошибок.	Уровень знаний соответствует программе подготовки по темам/разделам дисциплины. Допускается несколько негрубых/несущественных ошибок. Не отвечает на дополнительные вопросы.	Уровень знаний соответствует программе подготовки по темам/разделам дисциплины. Свободно и аргументированно отвечает на дополнительные вопросы.
Наличие умений	ПК 1.2	Отсутствие минимальных умений. Не умеет решать стандартные задачи. Имеют место грубые ошибки.	Продемонстрированы частично основные умения. Решены типовые задачи. Допущены негрубые ошибки.	Продемонстрированы все основные умения. Решены все основные задания с негрубыми ошибками или с недочетами.	Продемонстрированы все основные умения. Решены все основные задания в полном объеме без недочетов и ошибок.
Наличие навыков (владение опытом)	ПК 1.2	Отсутствие владения материалом по темам/разделам дисциплины. Нет навыков в решении стандартных задач. Наличие грубых ошибок.	Имеется минимальный набор навыков при решении стандартных задач с некоторыми недочетами.	Имеется базовый набор навыков при решении стандартных задач с некоторыми недочетами.	Имеется базовый набор навыков при решении стандартных задач без ошибок и недочетов. Продемонстрированы знания по решению нестандартных задач.

10.3 Типовые контрольные задания и материалы, необходимые для оценки результатов обучения

Примеры заданий на практических занятиях:

Задание 1. Введение в дифракцию. Решение и уточнение кристаллической структуры.

Обработка дифракционных данных, полученных с использованием монокристаллического образца на лабораторном дифрактометре или источнике синхротронного излучения. Решение и уточнение кристаллической структуры. Расшифровка кристаллической структуры по выбору с подготовкой краткого отчета о корректности расшифровки и достоверности структурной модели и ее соответствия наблюдаемой дифракционной картине.

Задание 2. Подготовка структурной информации к депонированию в базы данных и к публикации.

Расшифровка кристаллической структуры по выбору. Подготовка CIF-файла по правилам Международного кристаллографического союза. Поиск в базе данных CDS структур с аналогичной кристаллической упаковкой и межмолекулярными взаимодействиями. Подготовка краткого отчета.

Задание 3. Рентгенофазовый анализ образцов и исследование состава твёрдых растворов замещения.

Описание профиля трёх экспериментальных рентгенограмм с учётом дублетности $\text{CuK}\alpha$ -излучения, определение положения пиков на рентгенограммах, их интегральных интенсивностей и полуширин. Индексирование всех пиков на исследованных рентгенограммах. Уточнение параметров решётки и составов найденных соединений с использованием зависимости Вегарда.

Задание 4. Изучение размеров когерентного рассеяния и степени несовершенства кристаллической решётки

Анализ размеров ОКР и микронаряжений в трёх образцах одной серии методом Вильямсона-Холла в приближениях Гаусса и Лоренца. Расчёт этих же величин методом фундаментальных параметров. Анализ изменений полученных параметров для серии образцов, определение границ применимости каждого метода и диапазона значений.

Примерные вопросы на дифференцированный зачёт

1. История развития представлений о строении кристаллов; история развития методов структурного анализа. Основные принципы рентгеновских дифракционных методов. Общий обзор методов структурного анализа – возможности и ограничения.
2. Центральная проблема рентгеноструктурного анализа. Метод Паттерсона. Уточнение кристаллической структуры.
3. Центральная проблема рентгеноструктурного анализа. Прямой метод определения начальных фаз дифракционных отражений. Уточнение кристаллической структуры.
4. Основные этапы расшифровки и уточнения кристаллической структуры при помощи монокристалльной рентгеновской дифракции. Понятие о программном обеспечении Shelx. Строение .INS и .HKL-файлов. Атомы водорода в кристаллической структуре.
5. Формирование дифракционной картины в методе порошка. Основные области применения метода порошка и решаемые задачи. Подготовка и ход дифракционного эксперимента.
6. Формирование дифракционной картины в методе порошка. Дифрактометры с фокусировкой по Брэггу-Брентано.
7. Рентгенофазовый анализ поликристаллических материалов. Базы данных. Технология поиска и принципы идентификации кристаллических фаз.

-
1. Основные методы исследования структуры монокристаллов: подготовка и ход стандартного исследования. Последовательность этапов сбора данных при монокристалльном рентгеноструктурном исследовании. Информация, получаемая в ходе рентгеновского эксперимента.
 2. Информация о кристаллических структурах в литературе и базах данных. Основные форматы представления структурных данных. Значения величин и обозначений, входящих в следующие типы файлов, представляющих кристаллические структуры: *.cif; *.ins, *.res.

3. Основные методы исследования структуры монокристаллов: источники возможных ошибок, проявления возможных ошибок (что должно вызывать подозрение на ошибку?). Критерии, характеризующие качество расшифровки и уточнения структуры. Проверка корректности расшифровки кристаллической структуры.
4. Планирование эксперимента: выбор излучения, детектора, параметров съемки для порошковой рентгенографии. Точность определения межплоскостных расстояний и систематические погрешности в методе порошка.
5. Определение и уточнение параметров решетки по порошковым дифракционным данным. Исследования твердых растворов. Правило Вегарда.
6. Методы определения размеров областей когерентного рассеяния, величины микродеформаций. Формула Шеррера. Метод Вильямсона-Холла.

Пример билета на дифференцированный зачёт

1. История развития представлений о строении кристаллов; история развития методов структурного анализа. Основные принципы рентгеновских дифракционных методов. Общий обзор методов структурного анализа – возможности и ограничения.
2. Методы определения размеров областей когерентного рассеяния, величины микродеформаций. Формула Шеррера. Метод Вильямсона-Холла.

Оценочные материалы по промежуточной аттестации, предназначенные для проверки соответствия уровня подготовки по дисциплине требованиям СУОС, хранятся на кафедре-разработчике РПД в печатном и электронном виде.

**Лист актуализации рабочей программы
по дисциплине «Методы кристаллоструктурных исследований 1»
по направлению подготовки 03.04.02 Физика
Профиль «Общая и фундаментальная физика»**

№	Характеристика внесенных изменений (с указанием пунктов документа)	Дата и № протокола Учёного совета ФФ НГУ	Подпись ответственного