

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ (НИ ТГУ)

Химический факультет



УТВЕРЖДАЮ:

И.о. декана химического факультета  
\_\_\_\_\_ А.С. Князев

» августа 20 22 г.

Рабочая программа дисциплины

**Рентгеноструктурный анализ**

по направлению подготовки

**04.04.01 Химия**

Направленность (профиль) подготовки:  
**«Химические и физические методы исследований в экологической и  
криминалистической экспертизе»**

Форма обучения  
**Очная**

Квалификация  
**Магистр**

Год приема  
**2022**

Код дисциплины в учебном плане: ФТД.02

СОГЛАСОВАНО:

Руководитель ОП  
\_\_\_\_\_ К.А. Дычко

Председатель УМК  
\_\_\_\_\_ В.В. Хасанов

Томск – 2022

## **1. Цель и планируемые результаты освоения дисциплины**

Целью освоения дисциплины является формирование следующих компетенций:

– ПК-1. Способен планировать работу и выбирать адекватные методы решения научно-исследовательских задач в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках.

Результатами освоения дисциплины являются следующие индикаторы достижения компетенций:

ИПК-1.1. Разрабатывает стратегию научных исследований, составляет общий план и детальные планы отдельных стадий.

ИПК-1.2. Выбирает экспериментальные и расчетно-теоретические методы решения поставленной задачи, используя достижения современной химической науки, и исходя из имеющихся, материальных, информационных и временных ресурсов.

ИПК-1.3. Использует современное физико-химическое оборудование для получения и интерпретации достоверных результатов исследования в выбранной области химии, химической технологии или смежных с химией науках, применяя взаимодополняющие методы исследования.

## **2. Задачи освоения дисциплины**

– Владение методиками анализа порошковых дифракционных картин, а также приобретение практических навыков расчета порошковых рентгенограмм и корректной интерпретации дифракционных картин поликристаллических и нанокристаллических объектов.

– Научиться применять рентгеноструктурные данные при изучении физических и химических процессов получения неорганических веществ и материалов, их анализе, прогнозировании свойств.

## **3. Место дисциплины в структуре образовательной программы**

Дисциплина относится к факультативным дисциплинам, предлагается обучающимся на выбор.

## **4. Семестр(ы) освоения и форма(ы) промежуточной аттестации по дисциплине**

Второй семестр, зачет

## **5. Входные требования для освоения дисциплины**

Для успешного освоения дисциплины требуются результаты обучения по следующим дисциплинам: кристаллохимия, рентгенофазовый анализ.

## **6. Язык реализации**

Русский

## **7. Объем дисциплины**

Общая трудоемкость дисциплины составляет 1 з.е., 36 часов, из которых:

-лекции: 12 ч.

-практические занятия: 20 ч.

в том числе практическая подготовка: 20 ч.

Объем самостоятельной работы студента определен учебным планом.

## **8. Содержание дисциплины, структурированное по темам**

Тема 1. *Основы кинематической теории рассеяния рентгеновских лучей.*

Дифракция рентгеновских лучей. Источники рентгеновского излучения (рентгеновские трубки, синхротронное излучение). Рассеяние рентгеновских лучей электроном, атомом, группой атомов, кристаллом. Условия дифракции на пространственной решетке по Лауэ и по Брэггу, формула Брэгга-Вульфа. Обратная решетка. Сфера Эвальда. Интерференционное уравнение. Атомный фактор рассеяния. Электронная плотность. Структурная амплитуда и структурный фактор. Интенсивность дифракционных максимумов. Условия эксперимента: расходимость пучка, поглощение, поляризация.

Тема 2. *Основные этапы рентгеноструктурного структурного анализа.*

Определение пространственной группы симметрии кристалла по дифракционным данным. Принцип Кюри-Неймана в применении к симметрии дифракционной картины. Дифракционные классы (Лауэ классы) симметрии. Систематические погасания рефлексов, определение типа ячейки Бравэ и открытых элементов симметрии из условий погасания. Фазовая проблема. Методы определения моделей кристаллических структур. Метод функции Патерсона. Прямые методы определения кристаллической структуры. Уточнение структурной модели, методы уточнения, критерии достоверности (R-фактор, критерий метода наименьших квадратов). Сравнительная характеристика дифракционных методов структурного анализа: рентгеноструктурный анализ, нейтронография, электронография.

Тема 3. *Рентгенография поликристаллов.*

Качественный фазовый анализ. Подходы к количественному фазовому анализу. Определение и уточнение параметров решетки. Твердые растворы: определение состава по рентгенографическим данным. Анализ уширения дифракционных пиков.

Тема 4. *Рентгеноструктурный анализ поликристаллов.*

Метод Ритвельда и альтернативные методы уточнения кристаллических структур. Стратегия уточнения в методе Ритвельда. Вопросы однозначности и точности установления модели структуры по порошковым данным.

Тема 5. *Рентгеноструктурный анализ нанокристаллов*

Задачи структурных исследований наноматериалов. Определение нанокристалла. Соотношение понятий «наночастица», «нанокристалл», «наноструктура», «нанотекстура». Соотношение понятий «кристалл», «нанокристалл», «модулированный кристалл», «паракристалл», «квазикристалл». Существующие классификации наноструктурированных систем. Специфика наноматериалов как объектов структурного анализа в физике и химии твердого тела. Наноразмерные частицы и кластеры. Наночастицы на подложках, в полимерах и в пористых матрицах. Наноструктуры.

Особенности рентгеновской дифракции для наноразмерных и наноструктурированных объектов. Влияние формы и размеров частиц на рентгеновские дифракционные картины. Распределение частиц по размерам. Теорема Берто. Методы определения средних размеров наночастиц (ОКР) и параметров распределения по размерам, основанные на анализе уширения и формы отдельных дифракционных пиков. Проблема раздельного определения размеров частиц (наноблоков) и параметров, характеризующих микродеформации структуры. Поля деформаций, источниками которых являются внешняя поверхность и межблочные границы. Паракристаллические искажения решетки. Соотношение «размеров» наночастиц, определяемых по данным различных физико-химических методов (рентгеновская дифракция, электронная микроскопия, адсорбционный метод, малоугловое рассеяние рентгеновских лучей)

Определение атомной структуры нанокристаллов. Методы полнопрофильного анализа дифракционных картин. Метод Ритвельда в применении к нанокристаллам. Рентгеноструктурный анализ одномерно разупорядоченных объектов и 1D наноструктур. Определение концентрации дефектов смещения слоев. Специфические особенности дифракции для частично ориентированных (текстурированных) 1D и 3D наноструктур. Метод расчета дифракционных картин с использованием функции Дебая.

Примеры структурных исследований наноматериалов.

## 9. Текущий контроль по дисциплине

Текущий контроль по дисциплине проводится в виде оценивания ответов и выполнения заданий на семинарских занятиях, в форме одного устного коллоквиума, включающего теоретические вопросы и практические задания и фиксируется в форме контрольной точки не менее одного раза в семестр.

Текущий контроль позволяет проверить приобретенные знания по ПК-1 (ИПК-1.1-1.3).

## 10. Порядок проведения и критерии оценивания промежуточной аттестации

Зачет проводится в устной форме. Зачет проводится преподавателем, ведущим лекционные занятия по дисциплине, в исключительном случае, преподавателем, ведущим семинарские занятия. Во время сдачи зачета обучающиеся могут пользоваться рабочей программой дисциплины и справочными материалами. Время подготовки ответа должно составлять не менее 20 минут (по желанию обучающегося ответ может быть досрочным). Оценка результатов зачета объявляется в день его проведения.

### *Пример билета №1*

1. Физические основы рентгеноструктурного анализа. Рассеяние рентгеновских лучей группой атомов и кристаллом. Условия дифракции по Лауэ и Брэггу.
2. Определение размеров областей когерентного рассеяния и величины микроискажений по порошковым дифракционным данным. Методика Вильямсона-Холла.

### *Пример билета №2*

1. Основные этапы рентгеноструктурного анализа. Поиск начальной модели структуры кристалла. Методы уточнения модели кристаллической структуры. Метод Ритвельда в рентгеноструктурном анализе поликристаллов.
2. Влияние нарушений кристаллической структуры на дифракционные картины поликристаллов. Размерный эффект. Влияние микроискажений различного типа. Влияние дефектов упаковки (дефектов смещения слоев) на дифракционные картины металлов с гцк и гпу структурами. Турбостратное разупорядочение в слоистых структурах.

### *Критерии оценивания результатов*

Оценка выставляется по двухбалльной шкале – «зачтено» или «не зачтено». Оценка «зачтено» выставляется в том случае, если обучающий демонстрирует в целом знания, соответствующие критериям освоения им компетенций.

## 11. Учебно-методическое обеспечение

- а) Электронный учебный курс по дисциплине в электронном университете «Moodle» - <https://moodle.tsu.ru/enrol/index.php?id=26363>
- б) Оценочные материалы текущего контроля и промежуточной аттестации по дисциплине.
- в) План практических занятий по дисциплине.
- г) Методические указания по проведению лабораторных работ.
- д) Методические указания по организации самостоятельной работы студентов.

## 12. Перечень учебной литературы и ресурсов сети Интернет

- а) основная литература:
  - Порай-Кошиц М. А. Основы структурного анализа химических соединений. М. : Высш. шк., 1986. – 192 с.

– Цыбуля С. В., Черепанова С. В. Введение в структурный анализ нанокристаллов, Новосибирск, НГУ, 2008 г. – 92 с.

б) дополнительная литература:

– Чупрунов Е. В., Хохлов А. Ф., Фаддеев М. А.. Кристаллография. М. : Изд. Физ.-мат. литературы.-2000. – 496 с

– Мишенина Л. Н., Селюнина Л. А. Кристаллохимия (учебно-методическое пособие по курсу «Кристаллохимия») / Л. Н. Мишенина, Л. А. Селюнина – Томск : Изд-во ТГУ, 2016. – 48 с. <http://vital.lib.tsu.ru/vital/access/manager/Repository/vtls:000244309>.

в) ресурсы сети Интернет:

– открытые онлайн-курсы

– Журнал «Эксперт» - <http://www.expert.ru>

– Официальный сайт Федеральной службы государственной статистики РФ - [www.gsk.ru](http://www.gsk.ru)

– Официальный сайт Всемирного банка - [www.worldbank.org](http://www.worldbank.org)

– Общероссийская Сеть КонсультантПлюс Справочная правовая система. <http://www.consultant.ru>

### **13. Перечень информационных технологий**

а) лицензионное и свободно распространяемое программное обеспечение:

– Microsoft Office Standart 2013 Russian: пакет программ. Включает приложения: MS Office Word, MS Office Excel, MS Office PowerPoint, MS Office On-eNote, MS Office Publisher, MS Outlook, MS Office Web Apps (Word Excel MS PowerPoint Outlook);

– публично доступные облачные технологии (Google Docs, Яндекс диск и т.п.).

б) информационные справочные системы:

– Электронный каталог Научной библиотеки ТГУ – <http://chamo.lib.tsu.ru/search/query?locale=ru&theme=system>

– Электронная библиотека (репозиторий) ТГУ – <http://vital.lib.tsu.ru/vital/access/manager/Index>

– ЭБС Лань – <http://e.lanbook.com/>

– ЭБС Консультант студента – <http://www.studentlibrary.ru/>

– Образовательная платформа Юрайт – <https://urait.ru/>

– ЭБС ZNANIUM.com – <https://znanium.com/>

– ЭБС IPRbooks – <http://www.iprbookshop.ru/>

### **14. Материально-техническое обеспечение**

Аудитории для проведения занятий лекционного типа.

Аудитории для проведения занятий семинарского типа, индивидуальных и групповых консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации.

Помещения для самостоятельной работы, оснащенные компьютерной техникой и доступом к сети Интернет, в электронную информационно-образовательную среду и к информационным справочным системам.

Аудитории для проведения занятий лекционного и семинарского типа индивидуальных и групповых консультаций, текущего контроля и промежуточной аттестации в смешенном формате («Актру»).

## **15. Информация о разработчиках**

Цыбуля Сергей Васильевич, д-р. физ.-мат. наук, профессор, кафедра химии твердого тела факультет естественных наук Новосибирского государственного университета, профессор.