

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Пекаревский Борис Владимирович
Должность: Проректор по учебной и методической работе
Дата подписания: 12.07.2023 14:17:58
Уникальный программный ключ:
3b89716a1076b80b2c167df0f27c09d01782ba84



МИНОБРНАУКИ РОССИИ
федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Санкт-Петербургский государственный технологический институт
(технический университет)»

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по учебной
и методической работе
_____ Б.В.Пекаревский
«26» апреля 2023 г.

Рабочая программа дисциплины
РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫЕ МЕТОДЫ
ИССЛЕДОВАНИЯ

Направление подготовки
04.04.01 Химия

Направленность программы магистратуры
Неорганическая химия и химия координационных соединений

Квалификация
Магистр

Форма обучения
Очная

Факультет **химии веществ и материалов**

Кафедра **физической химии**

Санкт-Петербург
2023

ЛИСТ СОГЛАСОВАНИЯ

Должность	Подпись	Ученое звание, фамилия, инициалы
Доцент		Доцент О.В.Проскурина

Рабочая программа дисциплины «Рентгенодифракционные методы исследования»
обсуждена на заседании кафедры физической химии,
протокол от «18»апреля 2023 №4

Заведующий кафедрой

С.Г.Изотова

Одобрено учебно-методической комиссией факультета химии веществ и материалов,
протокол от «20» апреля 2023 №7

Председатель

С.Г.Изотова

СОГЛАСОВАНО

Руководитель направления подготовки «Химия»		доцент С.Г.Изотова
Директор библиотеки		Т.Н.Старостенко
Начальник методического отдела учебно-методического управления		Н.З. Труханович
Начальник УМУ		С.Н.Денисенко

СОДЕРЖАНИЕ

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы	04
2. Место дисциплины (модуля) в структуре образовательной программы.....	05
3. Объем дисциплины	05
4. Содержание дисциплины.....	06
4.1. Разделы дисциплины и виды занятий.....	06
4.2. Формирование индикаторов достижения компетенций.....	06
4.3. Занятия лекционного типа.....	07
4.4. Занятия семинарского типа.....	08
4.4.1. Лабораторные занятия.....	08
4.5. Самостоятельная работа.....	08
5. Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине	09
6. Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации.....	09
7. Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины	10
8. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет», необходимых для освоения дисциплины	10
9. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины.....	10
10. Перечень информационных технологий, используемых при осуществлении образовательного процесса по дисциплине.....	11
10.1. Информационные технологии.....	11
10.2. Программное обеспечение.....	11
10.3. Базы данных и информационные справочные системы.....	11
11. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине.....	11
12. Особенности освоения дисциплины инвалидами и лицами с ограниченными возможностями здоровья	12
Приложение: Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации.....	

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

В результате для освоения образовательной программы магистратуры обучающийся должен овладеть следующими результатами обучения по дисциплине:

Код и наименование компетенции ¹	Код и наименование индикатора достижения компетенции ²	Планируемые результаты обучения (дескрипторы) ³
ПК-1 1. Способен планировать научно-исследовательскую работу, выбирать методы решения поставленных задач в области неорганической химии, химии координационных соединений, и в смежных с химией науках	ПК-1.2 Владение навыками работы на рентгеновском дифрактометре, навыками обработки и интерпретации полученных рентгеновских данных	Знать: аппаратуру поликристалльного рентгенодифракционного анализа, современные компьютерные технологии при получении и обработке данных рентгеновского анализа (ЗН-1); Уметь: самостоятельно работать на приборах для проведения рентгеновских исследований, выбирать необходимое программное обеспечение для решения исследовательских и прикладных задач рентгеновскими методами и использовать его (У-1); Владеть: основными рентгеновскими методами исследования поликристалльного вещества, современными компьютерными технологиями при обработке рентгеновских порошковых дифрактограмм (Н-1).

¹ Содержание и номер компетенции в точности соответствует ФГОС ВО и отображается в матрице компетенций для конкретной дисциплины

² Код индикатора присваивается руководителем направления подготовки, отображается в матрице компетенции и доводится разработчикам РПД. Повторение кодов индикаторов для конкретной компетенции, реализуемой разными дисциплинами, не допускается

³ Дескрипторы переносятся из матрицы компетенций без смены формулировок

2. Место дисциплины в структуре образовательной программы.

Дисциплина относится к дисциплинам вариативной части (Б1.В.02) и изучается на 1 курсе магистратуры в 1 семестре.

В методическом плане дисциплина опирается на элементы компетенций, сформированные при изучении дисциплин «Высшая математика», «Физика», «Физическая химия».

Полученные в процессе изучения дисциплины «Рентгенодифракционные методы исследования» знания, умения и навыки могут быть использованы в научно-исследовательской работе магистранта и при выполнении выпускной квалификационной работы.

3. Объем дисциплины.

Вид учебной работы	Всего, академических часов
	Очная форма обучения
Общая трудоемкость дисциплины (зачетных единиц/ академических часов)	3/108
Контактная работа с преподавателем:	60
занятия лекционного типа	16
занятия семинарского типа, в т.ч.	32
семинары, практические занятия (в том числе на практическую подготовку)	-
лабораторные работы (в том числе на практическую подготовку)	32 (2)
курсовое проектирование (КР или КП)	-
КСР	12
другие виды контактной работы	-
Самостоятельная работа	48
Форма текущего контроля (Кр, реферат, РГР, эссе)	Индивидуальное задание
Форма промежуточной аттестации (КР, КП, зачет, экзамен)	Зачет

4. Содержание дисциплины.

4.1. Разделы дисциплины и виды занятий.

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Занятия лекционного типа, акад. часы	Занятия семинарского типа, академ. часы		Самостоятельная работа, акад. часы	Формируемые компетенции
			Семинары и/или практические	Лабораторные работы		
1.	Получение и обработка порошковых дифрактограмм	4	-	6	10	ПК-1
2.	Качественный и количественный фазовый анализ	4	-	6	10	ПК-1
3.	Определение и уточнение параметров элементарной ячейки, атомной структуры	4	-	8	10	ПК-1
4.	Определение средних размеров кристаллитов	2	-	6	10	ПК-1
5.	Высокотемпературная дифрактометрия	2	-	6	8	ПК-1

4.2. Формирование индикаторов достижения компетенций разделами дисциплины

№ п/п	Код индикаторов достижения компетенции	Наименование раздела дисциплины
1.	ПК-1.2	1. Получение и обработка порошковых дифрактограмм. 2. Качественный и количественный фазовый анализ. 3. Определение и уточнение параметров элементарной ячейки, атомной структуры. 4. Определение средних размеров кристаллитов. 5. Высокотемпературная дифрактометрия.

4.3. Занятия лекционного типа.

№ раздела дисциплины	Наименование темы и краткое содержание занятия	Объем, акад. часы	Инновационная форма
1	Тема 1. Получение и обработка порошковых дифрактограмм Методы получения порошковых рентгенограмм. Первичная обработка рентгенограмм. Профильные функции, положение и интенсивности дифракционных пиков	4	ЛВ ⁴
2	Тема 2. Качественный и количественный фазовый анализ Качественный фазовый анализ, работа с порошковыми базами данных. Идентификация фаз. Методы качественного фазового анализа двухфазных и многофазных смесей.	4	ЛВ
3	Тема 3. Уточнение параметров элементарной ячейки, атомной структуры Автоиндексирование. Приведение ячейки по Делану. Уточнение параметров элементарной ячейки. Атомная структура и построение теоретической дифрактограммы. Уточнение атомной структуры и количественный фазовый анализ на основе метода Ритфелда. Представление структурной информации в Chemical Information File (CIF).	4	ЛВ
4	Тема 4. Определение средних размеров кристаллитов Определение среднего размера кристаллитов (ОКР) и микронапряжений. Определение распределения размеров элементарных частиц (в приложении к наноразмерным кристаллам).	2	ЛВ
5	Тема 5. Высокотемпературная дифрактометрия Методы высокотемпературной дифрактометрии. Зависимость изменения параметров элементарной ячейки от температуры. Определение коэффициента термического расширения	2	ЛВ

⁴ **Примеры образовательных технологий, способов и методов обучения** (с сокращениями): традиционная лекция (Л), лекция-визуализация (ЛВ), проблемная лекция (ПЛ), лекция – пресс-конференция (ЛПК), занятие – конференция (ЗК), тренинг (Т), дебаты (Д), мозговой штурм (МШ), мастер-класс (МК), «круглый стол» (КрСт), активизация творческой деятельности (АТД), регламентированная дискуссия (РД), дискуссия типа форум (Ф), деловая и ролевая учебная игра (ДИ, РИ), метод малых групп (МГ), занятия с использованием тренажеров, имитаторов (Тр), компьютерная симуляция (КтСм), использование компьютерных обучающих программ (КОП), интерактивных атласов (ИА), посещение врачебных конференции, консилиумов (ВК), участие в научно-практических конференциях (НПК), съездах, симпозиумах (Сим), учебно-исследовательская работа студента (УИРС), проведение предметных олимпиад (О), подготовка письменных аналитических работ (АР), подготовка и защита рефератов (Р), проектная технология (ПТ), экскурсии (Э), дистанционные образовательные технологии (ДОТ).

4.4. Занятия семинарского типа.

4.4.1. Лабораторные занятия.

№ раздела дисциплины	Наименование темы и краткое содержание занятия	Объем, акад. часы		Примечание
		Всего	В т.ч на практическую подготовку	
1	Лабораторная работа 1. Получение и первичная обработка рентгеновской дифрактограммы	6		Работа на рентгеновском дифрактометре XRD-7000 (Shimadzu)
2	Лабораторная работа 2. Качественный фазовый анализ трехфазной смеси и идентификация фаз с помощью порошковой базы данных (ICDD)	6	1	-
3	Лабораторная работа 3. Автоиндексирование монофазной дифрактограммы и уточнение параметров элементарной ячейки	4		-
3	Лабораторная работа 4. Построение теоретической дифрактограммы на основе структурных данных из кембриджского структурного банка и банка ICSD	4	1	-
4	Лабораторная работа 5. Определение размеров областей когерентного рассеяния и их распределение методом Уоррена-Абрахамса	6		-
5	Лабораторная работа 6. Построение зависимости изменения параметров элементарной ячейки от температуры на примере ромбических, тетрагональных и гексагональных кристаллов	6		Работа с высокотемпературной камерой НТК-1200N

4.5. Самостоятельная работа обучающихся.

№ раздела дисциплины	Перечень вопросов для самостоятельного изучения	Объем, акад. часы	Форма контроля
1	Тема 1. Получение и обработка порошковых дифрактограмм	10	Проверка индивидуального задания

№ раздела дисциплины	Перечень вопросов для самостоятельного изучения	Объем, акад. часы	Форма контроля
2	Тема 2. Качественный и количественный фазовый анализ	10	Проверка индивидуального задания
3	Тема 3. Уточнение параметров элементарной ячейки, атомной структуры	10	Устный опрос
4	Тема 4. Определение средних размеров кристаллитов	10	Проверка индивидуального задания
5	Тема 5. Высокотемпературная дифрактометрия	8	Устный опрос

4.5.1. Темы индивидуальных заданий⁵.

1. Получить и провести первичную обработку рентгеновской дифрактограммы заданного монофазного или полифазного образца, выданного преподавателем, либо синтезированного самостоятельно в рамках научно-исследовательской работы.
2. Провести качественный фазовый анализ трехфазной смеси и идентификацию фаз с помощью порошковой базы данных.
3. Провести качественный фазовый анализ образца, синтезированного самостоятельно в рамках научно-исследовательской работы.
4. Провести автоиндексирование монофазной дифрактограммы и уточнение параметров элементарной ячейки.
5. Определить размеры областей когерентного рассеяния для образца, выданного преподавателем, либо синтезированного самостоятельно в рамках научно-исследовательской работы.

5. Перечень учебно-методического обеспечения для самостоятельной работы обучающихся по дисциплине.

Методические указания для обучающихся по организации самостоятельной работы по дисциплине, включая перечень тем самостоятельной работы, формы текущего контроля по дисциплине и требования к их выполнению размещены в электронной информационно-образовательной среде СПбГТИ(ТУ) на сайте Медиа: <http://media.technolog.edu.ru>

6. Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации

Промежуточная аттестация по дисциплине проводится в форме зачета.

К сдаче зачета допускаются студенты, выполнившие все формы текущего контроля.

Зачет предусматривает выборочную проверку освоения предусмотренных элементов компетенций и комплектуется вопросами (заданиями) двух видов: теоретический вопрос (для проверки знаний) и комплексная задача (для проверки умений и навыков).

При сдаче зачета студент получает два вопроса из перечня вопросов, время подготовки студента к устному ответу - до 30 мин.

Пример варианта вопросов на зачете:

⁵ Пунктами 4.5.1-4.5.5 раскрывается тематика рефератов, творческих заданий, РГР, контрольных работ, эссе и т.д. (если предусмотрено РПД).

Вариант № 1

1. Чем определяется угловое положение дифракционного максимума?
2. Определение среднего размера кристаллитов.

Комплексная задача. Получить и провести первичную обработку рентгеновской дифрактограммы заданного монофазного образца, определить его фазовый состав и размеры областей когерентного рассеяния.

Результаты дисциплины считаются достигнутыми, если для всех элементов компетенций превышен (достигнут) пороговый уровень освоения компетенции на данном этапе – «зачет».

7. Перечень основной и дополнительной учебной литературы, необходимой для освоения дисциплины

а) печатные издания:

1. Павлова, Е. А. Рентгенофазовый анализ: учебное пособие / Е. А. Павлова, О. В. Карпинская, Л. И. Михайлова ; СПбГТИ(ТУ). Каф. технологии стекла и общ. технологии силикатов. - СПб. : [б. и.], 2011. - 62 с.
2. Lipson, G. Interpretation of Powder X-Ray Diffraction Patterns [Russian translation] / G. Lipson, G. Stipple. - Moscow: Mir. - 1972.
3. Азаров, Л. Метод порошка в рентгенографии / Л. Азаров, М. Бургер. - М.: Изд. иностранной литературы. 1961. - 364 с.
4. Бокий, Г.Б. Рентгеноструктурный анализ / Г.Б. Бокий, М.А. Порай-Кошиц. - М. : Изд-во МГУ, 1960. Т. 1. - 500 с.
5. Бюргер, Б. Рентгеновская кристаллография / Б. Бюргер. - М. : ИЛ, 1948. – 484 с.

б) электронные учебные издания:

1. Павлова, Е. А. Определение размера наночастиц по области когерентного рассеяния методом рентгеновской дифракции [Текст]: методические указания к лабораторной работе / Е. А. Павлова, С. Г. Изотова. – СПб.: СПбГТИ(ТУ). 2014. – 30 с. (ЭБ)
2. Павлова, Е. А. Определение фазового состава кристаллического вещества с помощью рентгенофазового анализа [Текст]: методические указания к лабораторной работе / Е. А. Павлова, О. В. Проскурина. – СПб.: СПбГТИ(ТУ), 2014. – 24 с. (ЭБ)

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

Учебный план, РПД и учебно-методические материалы: <http://media.technolog.edu.ru>

Электронно-библиотечные системы:

«Электронный читальный зал – БиблиоТех» <https://technolog.bibliotech.ru/>;

«Лань» <https://e.lanbook.com/books/>.

9. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины.

Все виды занятий по дисциплине «Рентгенодифракционные методы исследования» проводятся в соответствии с требованиями следующих СТП:

СТО СПбГТИ 020-2011. КС УКДВ. Виды учебных занятий. Лабораторные занятия. Общие требования к организации и проведению.

СТП СПбГТИ 040-02. КС УКДВ. Виды учебных занятий. Лекция. Общие требования;

СТП СПбГТИ 048-2009. КС УКДВ. Виды учебных занятий. Самостоятельная планируемая работа студентов. Общие требования к организации и проведению.

СТП СПбГТИ 016-2014. КС УКДВ. Порядок проведения зачетов и экзаменов.

Планирование времени, необходимого на изучение данной дисциплины, лучше всего осуществлять на весь семестр, предусматривая при этом регулярное повторение пройденного материала.

Основными условиями правильной организации учебного процесса для студентов является:

- плановость в организации учебной работы;
- серьезное отношение к изучению материала;
- постоянный самоконтроль.

На занятия студент должен приходить, имея знания по уже изученному материалу.

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

10.1. Информационные технологии.

В учебном процессе по данной дисциплине предусмотрено использование информационных технологий:

чтение лекций с использованием слайд-презентаций;
взаимодействие с обучающимися посредством ЭИОС.

10.2. Программное обеспечение ⁶.

Microsoft Office (Microsoft Excel);

Программа Vesta (для графического представления атомных структур неорганических веществ).

10.3. Информационные справочные системы.

База данных COD, Mincrist.

11. Материально-техническая база, необходимая для осуществления образовательного процесса по дисциплине ⁷.

Для ведения лекционных занятий используется аудитория, оборудованная средствами оргтехники, на 18 посадочных мест.

Для проведения лабораторных занятий используется аудитория, оснащенная рентгеновским дифрактометром XRD-7000 (Shimadzu) и высокотемпературной камерой НТК-1200N (Anton Paar).

12. Особенности освоения дисциплины инвалидами и лицами с ограниченными возможностями здоровья.

Для инвалидов и лиц с ограниченными возможностями учебный процесс осуществляется в соответствии с Положением об организации учебного процесса для обучения инвалидов и лиц с ограниченными возможностями здоровья СПбГТИ(ТУ), утвержденным ректором 28.08.2014 г.

⁶ В разделе отображаются комплекты лицензионного и свободно распространяемого программного обеспечения, в том числе отечественного производства, необходимого для обеспечения дисциплины

⁷ В разделе отображается состав помещений, которые представляют собой учебные аудитории для проведения учебных занятий, предусмотренных образовательной программой по дисциплине, оснащенные оборудованием и техническими средствами обучения.

**Фонд оценочных средств
для проведения промежуточной аттестации по
дисциплине «Рентгенодифракционные методы исследования»**

1. Перечень компетенций и этапов их формирования.

Компетенции		
Индекс	Формулировка⁸	Этап формирования⁹
ПК-1	Способен планировать научно-исследовательскую работу, выбирать методы решения поставленных задач в области неорганической химии, химии координационных соединений, и в смежных с химией науках	начальный

⁸ **жирным шрифтом** выделена та часть компетенции, которая формируется в ходе изучения данной дисциплины (если компетенция осваивается полностью, то фрагменты)

⁹ этап формирования компетенции выбирается по п.2 РПД и учебному плану (начальный – если нет предшествующих дисциплин, итоговый – если нет последующих дисциплин (или компетенция не формируется в ходе практики или ГИА), промежуточный - все другие.)

2. Показатели и критерии оценивания компетенций на различных этапах их формирования, шкала оценивания.

Код и наименование индикатора достижения компетенции	Показатели сформированности (дескрипторы)	Критерий оценивания	Уровни сформированности (описание выраженности дескрипторов)		
			«удовлетворительно» (пороговый)	«хорошо» (средний)	«отлично» (высокий)
ПК-1.2 Владение навыками работы на рентгеновском дифрактометре, навыками обработки и интерпретации полученных рентгеновских данных	Перечисляет аппаратуру поликристалльного рентгенодифракционного анализа, современные компьютерные технологии при получении и обработке данных рентгеновского анализа. (ЗН-1)	Правильные ответы на вопросы №1-19 к зачету	Имеет представление об аппаратуре поликристалльного рентгенодифракционного анализа, путается в современных компьютерных технологиях при получении и обработке данных рентгеновского анализа.	Перечисляет аппаратуру поликристалльного рентгенодифракционного анализа, современные компьютерные технологии при получении и обработке данных рентгеновского анализа, но с наводящими вопросами.	Правильно перечисляет аппаратуру поликристалльного рентгенодифракционного анализа, современные компьютерные технологии при получении и обработке данных рентгеновского анализа.
	Работает на приборах для проведения рентгеновских исследований, выбирает необходимое программное обеспечение для решения исследовательских и прикладных задач рентгеновскими методами и использует его. (У-1)		Слабо ориентируется в приборах для проведения рентгеновских исследований, с ошибками использует необходимое программное обеспечение для решения задач рентгеновскими методами.	Работает на приборах для проведения рентгеновских исследований, выбирает и использует необходимое программное обеспечение для решения задач рентгеновскими методами с небольшими ошибками.	Уверенно работает на приборах для проведения рентгеновских исследований, правильно использует необходимое программное обеспечение для решения задач рентгеновскими методами.

	<p>Демонстрирует навыки использования основных рентгеновских методов исследования поликристалльного вещества, современных компьютерных технологий при обработке рентгеновских порошковых дифрактограмм. (Н-1)</p>		<p>С ошибками демонстрирует навыки использования основных рентгеновских методов исследования поликристалльного вещества, современных компьютерных технологий при обработке рентгеновских порошковых дифрактограмм.</p>	<p>Имеет навыки использования основных рентгеновских методов исследования поликристалльного вещества, современных компьютерных технологий при обработке рентгеновских порошковых дифрактограмм, но допускает 1-2 ошибки.</p>	<p>Уверенно и без ошибок демонстрирует навыки использования основных рентгеновских методов исследования поликристалльного вещества, современных компьютерных технологий при обработке рентгеновских порошковых дифрактограмм.</p>
--	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	--	------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Шкала оценивания соответствует СТО СПбГТИ(ТУ):

По дисциплине промежуточная аттестация проводится в форме зачета, результат оценивания – «зачтено», «не зачтено».

3. Типовые контрольные задания для проведения промежуточной аттестации.

Вопросы для оценки знаний, умений и навыков, сформированных у студента по компетенции ПК-1:

1. Методы получения порошковых рентгенограмм.
2. Первичная обработка дифрактограммы.
3. Чем определяется угловое положение дифракционного максимума?
4. Чем определяется интенсивность дифракционного максимума?
5. Методы высокотемпературной дифрактометрии.
6. Зависимость изменения параметров элементарной ячейки от температуры.
7. Определение коэффициента термического расширения.
8. Профильные функции, положение и интенсивность дифракционных пиков.
9. Условия возникновения рефлексов на дифрактограмме.
10. Принципы качественного фазового анализа. Порошковые базы данных.
11. Принципы количественного анализа смесей.
12. Автоиндексирование. Приведение ячейки по Делане.
13. Уточнение параметров элементарной ячейки.
14. Атомная структура и построение теоретической дифрактограммы.
15. Метод Ритфелда.
16. Чем определяется ширина дифракционных пиков?
17. Определение среднего размера кристаллитов.
18. Определение микронапряжений.
19. Определение распределения частиц по размерам.

К зачету допускаются студенты, выполнившие все формы текущего контроля. При сдаче зачета студент получает два вопроса из перечня, приведенного выше, и комплексную задачу.

Время подготовки студента к устному ответу на вопросы - до 30 мин.

4. Методические материалы для определения процедур оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций.

Промежуточная аттестация по дисциплине проводится в соответствии с требованиями СПб

СТО СПбГТИ(ТУ) 016-2015. КС УКВД. Порядок проведения зачетов и экзаменов.