

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Российский университет дружбы народов»

Факультет физико-математических и естественных наук

Рекомендовано МССН
по направлению 04.00.00 «Химия»

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА ДИСЦИПЛИНЫ

Наименование дисциплины

КРИСТАЛЛОХИМИЯ И ОСНОВЫ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

Рекомендуется для направления подготовки

04.03.01 «ХИМИЯ»

1. Цели и задачи дисциплины: Преподавание кристаллохимии и основ рентгеноструктурного анализа в университетах ставит своей целью изучение основ современной кристаллохимии: пониманию законов симметрии, кристаллического строения, основных понятий кристаллохимии, законов геометрической кристаллографии, решеток Браве, кристаллохимических особенностей основных типов химических соединений, полиморфизма и политипизма, изоморфизма, кристаллохимических закономерностей, основных принципов рентгендифракционных исследований в кристаллах, формирование научного мировоззрения, теоретической подготовки специалистов и приобретение практических навыков, способность видеть области применения этих законов, четко понимать их принципиальные возможности при решении конкретных задач,

2. Место дисциплины в структуре ОП ВО:

Дисциплина «Кристаллохимия и основы рентгеноструктурного анализа» относится к вариативной компоненте Обязательной части блока Б.1. «Дисциплины (модули)» учебного плана.

В таблице № 1 приведены предшествующие и последующие дисциплины, направленные на формирование компетенций дисциплины в соответствии с матрицей компетенций ОП ВО.

Таблица № 1

Предшествующие и последующие дисциплины, направленные на формирование компетенций

№ п/п	Шифр и наименование компетенции	Предшествующие дисциплины	Последующие дисциплины (группы дисциплин)
Общепрофессиональные компетенции			
1	ОПК-1 Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений	Неорганическая химия Аналитическая химия Органическая химия Физическая химия Химическая технология Курсовая работа "Неорганическая химия" Курсовая работа "Аналитическая химия" Курсовая работа "Органическая химия" Курсовая работа "Физическая химия" Основы квантовой химии Высокомолекулярные соединения Химические основы биологических процессов	Методы получения новых веществ и материалов Избранные главы химии Экспериментальные методы исследования в химии Учебная практика Научно-исследовательская работа Преддипломная практика
2	ОПК-3 Способен применять расчетно-теоретические методы для изучения свойств веществ и процессов с их участием с использованием современной вычислительной техники	Информатика Основы квантовой химии Компьютерные технологии в химии	Научно-исследовательская работа Преддипломная практика
Профессиональные компетенции (научно-исследовательская деятельность)			
1	ПК-1 Способен использовать полученные знания теоретических основ фундаментальных разделов химии при решении профессиональных задач	Неорганическая химия Аналитическая химия Органическая химия Физическая химия Химическая технология Курсовая работа "Неорганическая химия"	Методы получения новых веществ и материалов Избранные главы химии Экспериментальные методы исследования в химии Учебная практика Научно-исследовательская работа

		<p>Курсовая работа "Аналитическая химия"</p> <p>Курсовая работа "Органическая химия"</p> <p>Курсовая работа "Физическая химия"</p> <p>Основы квантовой химии</p> <p>Высокомолекулярные соединения</p> <p>Химические основы биологических процессов</p> <p>Химия лекарственных веществ</p> <p>Основы нанохимии</p> <p>Введение в химию координационных соединений</p>	Преддипломная практика
2	<p>ПК-4</p> <p>Способен использовать современные методы синтеза, установления структуры и исследования свойств и реакционной способности химических соединений под руководством специалиста более высокой квалификации</p>	<p>Неорганическая химия</p> <p>Аналитическая химия</p> <p>Органическая химия</p> <p>Физическая химия</p> <p>Курсовая работа "Неорганическая химия"</p> <p>Курсовая работа "Аналитическая химия"</p> <p>Курсовая работа "Органическая химия"</p> <p>Курсовая работа "Физическая химия"</p>	<p>Методы получения новых веществ и материалов</p> <p>Экспериментальные методы исследования в химии</p> <p>Научно-исследовательская работа</p> <p>Преддипломная практика</p>

3. Требования к результатам освоения дисциплины:

Процесс изучения дисциплины направлен на формирование следующих общекультурных, общепрофессиональных и профессиональных компетенций:

ОПК-1; ОПК-3, ПК-1; ПК-4

Код и наименование компетенции	Код и наименование индикатора достижения компетенции
<p>ОПК-1</p> <p>Способен анализировать и интерпретировать результаты химических экспериментов, наблюдений и измерений</p>	<p>ИОПК-1.1. Систематизирует и анализирует результаты химических экспериментов, наблюдений, измерений, а также результаты расчетов, свойств веществ и материалов;</p> <p>ИОПК-1.2. Предлагает интерпретацию результатов собственных экспериментов и расчетно-теоретических работ с использованием теоретических основ традиционных и новых разделов химии.</p>
<p>ОПК-3</p> <p>Способен применять расчетно-теоретические методы для изучения свойств веществ и процессов с их участием с использованием современной вычислительной техники</p>	<p>ИОПК-3.1. Применяет теоретические и полуэмпирические модели при решении задач химической направленности;</p> <p>ИОПК-3.2. Использует стандартное программное обеспечение при решении задач химической направленности.</p>
<p>ПК-1</p> <p>Способен использовать полученные знания теоретических основ фундаментальных разделов химии при решении профессиональных задач</p>	<p>ИПК-1.1. Понимает основные принципы, законы, методологию изучаемых химических дисциплин, теоретические основы физических и физико-химических методов исследования;</p> <p>ИПК-1.2. Использует фундаментальные химические понятия в своей профессиональной деятельности;</p> <p>ИПК-1.3. Интерпретирует полученные результаты, используя базовые понятия химических дисциплин.</p>
<p>ПК-4</p> <p>Способен использовать современные методы синтеза, установления структуры и исследования свойств и реакционной способности химических соединений под руководством специалиста более высокой квалификации</p>	<p>ИПК-4.2. Владеет навыками использования современных методов и аппаратуры для изучения химических процессов, строения и свойств химических соединений.</p>

В результате изучения дисциплины студент должен:

Знать: основы современных теорий в области кристаллохимии и рентгенодифракционных методов и способы их применения для решения теоретических и практических задач в любых областях химии, физики, материаловедения, а также для исследования особенностей их состава и структуры, обладать наличием представления о наиболее актуальных направлениях исследований в современной теоретической и экспериментальной химии, наноструктурных технологиях и возможностью применения рентгенодифракционных методов в данных направлениях.

Уметь: проводить рентгенофазовый анализ поликристаллических материалов, рассчитывать основные кристаллохимические характеристики кристаллических соединений, анализировать структуру кристаллических соединений, устанавливать кристаллохимические закономерности «состав-структура-свойства», обсуждать результаты структурных исследований, ориентироваться в современной литературе по структурной химии, вести научную дискуссию по данным вопросам, применять информационные базы данных.

Владеть: основами теории фундаментальных разделов кристаллохимии, практическими навыками рентгенодифракционных исследований кристаллических соединений, навыками применения современных компьютерных технологий, применяемыми при обработке результатов научных экспериментов и сборе, обработке, хранении и передаче информации при проведении самостоятельных научных исследований.

4. Объем дисциплины и виды учебной работы

Общая трудоемкость дисциплины составляет 3 зачетных единиц

Вид учебной работы	Всего часов	Семестры	
		VII	
Аудиторные занятия (всего)	72	72	
В том числе:			
Лекции		36	
Практические занятия (ПЗ)			
Семинары (С)			
Лабораторные работы (ЛР)		36	
Самостоятельная работа (всего)	36	36	
Общая трудоемкость	час	108	108
	зач. ед.	3	3

5. Содержание дисциплины

5.1 Содержание разделов дисциплины

I. Симметрия и морфология кристаллов.

Понятие о кристаллическом веществе. Кристаллохимия и ее связь с другими науками. Закон постоянства углов. Гониометрия. Стереографические проекции кристаллов.

Сетка Вульфа. Закон рациональности отношений параметров. Символы граней.

Симметрия кристаллических многогранников. 32 точечные группы симметрии.

Сингонии, категории и точечные группы симметрии. Простые формы и комбинации. Установка кристаллов. Реальные формы. Реальные формы природных и искусственных кристаллов.

II. Учение о кристаллических структурах.

Понятие пространственной (кристаллической) решетки. Узел, узловой ряд, узловая сетка, узловая решетка. Трансляция. Элементарная ячейка.

Четырнадцать типов пространственных решеток Бравэ. Индексы и символы узлов, узловых рядов, узловых сеток. Кристаллическая решетка и кристаллическая структура.

Симметрия в кристаллическом пространстве. Федоровские (пространственные) группы симметрии.

Правильные системы эквивалентных точек. Подсчет числа формульных единиц в ячейке. Координационное число и координационный полиэдр (многогранник). Тетра- и октаэдрические пустоты.

Плотнейшие шаровые упаковки – гексагональная и кубическая. Структурные типы.

III. Основы рентгеноструктурного анализа.

Рентгеновские лучи. Дифракция рентгеновских лучей. Уравнение Вульфа-Брэгга. Индексы узловых сеток. Межплоскостные расстояния. Метод порошка в рентгенографии. Рентгенофазовый анализ.

IV. Полиморфизм. Изоморфизм.

Полиморфизм, различные типы полиморфизма. Структурная классификация типов полиморфизма. Изоморфизм и изоструктурность. Изоморфное замещение. Условия изоморфизма. Условие В.М. Гольдшмита. Изо- и гетероизоморфизм. Сверхструктуры.

V. Химическая связь и кристаллическая структура.

A. Металлическая связь в кристаллах.

Металлическая связь. Основные структурные типы металлов: медь, магний, альфа-железо. Применение теории шаровой плотнейшей упаковки для описания структур. Аномальные металлические структуры. Связь кристаллической структуры металлов с их физическими свойствами. Сплавы. Интерметаллические соединения. Классификация кристаллических структур интерметаллических соединений и сплавов. Системы с эвтектикой. Твердые растворы. Ограниченные твердые растворы.

B. Ионная связь в кристаллах

Ионная связь. Энергия ионных структур. Применение теории плотнейших шаровых упаковок для описания ионных структур. Правило Полинга. Ионные радиусы. Зависимость между соотношением ионных радиусов и координационным числом, правило Магнуса. Поляризация ионов, ее влияние на межатомные расстояния и координацию.

Основные структурные типы бинарных ионных соединений. Структуры двойных оксидов и двойных галогенидов.

Структурные типы шпинели, перовскита, пироклора. Особенности структур со сложными ионами. Структуры нитратов, карбонатов, сульфатов. Кристаллохимия силикатов. Структуры кристаллогидратов.

С. Ковалентная связь в кристаллах.

Природа ковалентной связи. Энергии связей. Длины связей, валентные углы. Ковалентные радиусы. Координационное число в ковалентных структурах.

Типичные ковалентные структуры: алмаз, графит. Кубический и гексагональный нитрид бора и т.п.

Д. Ван-дер-ваальсовы и водородные связи в кристаллах.

Природа ван-дер-ваальсовой связи. Водородная связь, ее особенности. Энергии ван-дер-ваальсовой и водородной связей. Ван-дер-ваальсовы (межмолекулярные) радиусы. Молекулярные структуры. Молекулярные кристаллические структуры простых веществ. Принцип плотнейшей упаковки в молекулярных кристаллах. Понятия о дипольных структурах. Жидкие кристаллы.

VI. Физико-химические свойства кристаллов.

Особенности механических свойств кристаллических тел: твердость, упругость. Пьезоэлектричество. Пироэлектричество. Магнитные свойства. Оптические свойства кристаллов. Идеальные и реальные кристаллы. Дефекты в кристаллах. Точечные дефекты. Дислокации. Кристаллохимические закономерности в периодической системе Д.И. Менделеева.

5.2 Разделы дисциплин и виды занятий

№ п/п	Наименование раздела дисциплины	Лекц.	Практ. зан.	Лаб. зан.	Семин	СРС	Всего час.
1	Симметрия и морфология кристаллов.	8		4		6	18
2	Учение о кристаллических структурах	6		10		6	22
3	Основы рентгеноструктурного анализа	10		10		6	26
4	Полиморфизм. Изоморфизм	2		2		2	6
5	Химическая связь и кристаллическая структура	6		6		10	22
6	Физико-химические свойства кристаллов	4		4		6	14

6 Лабораторный практикум

№ п/п	№ раздела дисциплины	Наименование лабораторных работ	Трудоемкость (час.)
1.	1	Элементы симметрии многогранников.	2
2.	1	Сингонии. Характерные им элементы симметрии.	2
3	1	Стереорафические проекции элементов симметрии и граней многогранников.	2
4	1	Контрольная работа.	2

5	2	Решение кристаллографических задач с помощью сетки Вульфа.	2
6	2	Изучение простых форм и определение их количества. Получение домашнего задания.	2
7	2	Геометрические константы сингоний и понятие элементарной ячейки.	2
8	2,4,5	Решетки Бравэ. Распределение их по сингониям, характерные их элементы симметрии, индексы граней.	2
9	2,4,5	Координационные числа. Поляризация ионов.	2
10	2,4	Контрольная работа.	2
11	3	Знакомство с устройством рентгеновского дифрактометра. Приготовление образцов для исследований.	2
12	3	Обработка рентгendifракционных спектров.	2
13	3	Рентгенофазовый анализ.	2
14	3,4	Определение параметров элементарной ячейки исследуемого вещества.	2
15	3,4	Контрольная работа.	2
16	5	Физические свойства минералов. Сдача домашней работы.	2
17	6	Устройства поляризованного микроскопа. Наблюдения в обычном и поляризованном свете.	2
18	1-6	Итоговая защита результатов проведенных исследований.	2

8. Материально-техническое обеспечение дисциплины

1. Лекционная аудитория с мультимедийным проектором.

2. Учебные аудитория, лаборатория рентгенографии и кристаллохимии №№ 9, 11 – с наборами многогранников, решеток Браве и кристаллических решеток, Рентгеновский дифрактометр для поликристаллических исследований ДРОН-7 для проведения лабораторных работ.

9. Информационное обеспечение дисциплины

1. Компьютеры для проведения вычислений, обработки результатов и доступа к информационным системам.

2. Программное обеспечение. Пакет программ для расчета кристаллохимических характеристик, разработанных в лаборатории рентгенографии и кристаллохимии РУДН.

10. Учебно-методическое обеспечение дисциплины:

№	Наименование	Наличие в электронном каталоге ЭБС ссылка
Основная литература		
1	Егоров-Тисменко Юрий Клавдиевич. Кристаллография и кристаллохимия [Текст] : Учебник для вузов / Ю.К. Егоров-Тисменко. - М. : КДУ, 2005. - 592 с. : ил. - ISBN 5-98227-095-4 : 550.00.	

2	Басалаев, Ю.М. Кристаллофизика и кристаллохимия : учебное пособие / Ю.М. Басалаев ; Министерство образования и науки Российской Федерации, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Кемеровский государственный университет». - Кемерово : Кемеровский государственный университет, 2014. - 403 с. : ил. - Библиогр. в кн. - ISBN 978-5-8353-1712-7	http://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=278304
Дополнительная литература		
1	Пугачев, В.М. Кристаллохимия : учебное пособие / В.М. Пугачев. - Кемерово : Кемеровский государственный университет, 2013. - 104 с. - ISBN 978-5-8353-1322-8	http://biblioclub.ru/index.php?page=book_red&id=232461
2	Лобанов Николай Николаевич. Лабораторный практикум по курсу "Рентгендифракционные методы в неорганической химии" [Текст] : Для студентов-химиков 5 курса / Н.Н. Лобанов, В.П. Полякова. - М. : Изд-во РУДН, 2007. - 118 с. : ил. - ISBN 978-5-209-02725-6 : 80.00.	
3	Урусов Вадим Сергеевич. Теоретическая кристаллохимия [Текст] : Учебник для вузов / В.С. Урусов. - М. : Изд-во МГУ, 1987. - 272 с. : ил. - 0.85.	
4	Бокий Георгий Борисович. Кристаллохимия [Текст] / Г.Б. Бокий. - 3-е изд., перераб. и доп. - М. : Наука, 1971. - 400 с. - 2.34.	
5	Асланов Леонид Александрович. Структуры веществ [Текст] / Л.А. Асланов. - М. : Изд-во МГУ, 1989. - 161 с. - ISBN 5-211-01403-0 : 0.55.	

11. Методические указания для обучающихся по освоению дисциплины (модуля)

Основное содержание лекционного курса по дисциплине «Кристаллохимия и основы рентгеноструктурного анализа» представлено в следующих учебно-методических работах:

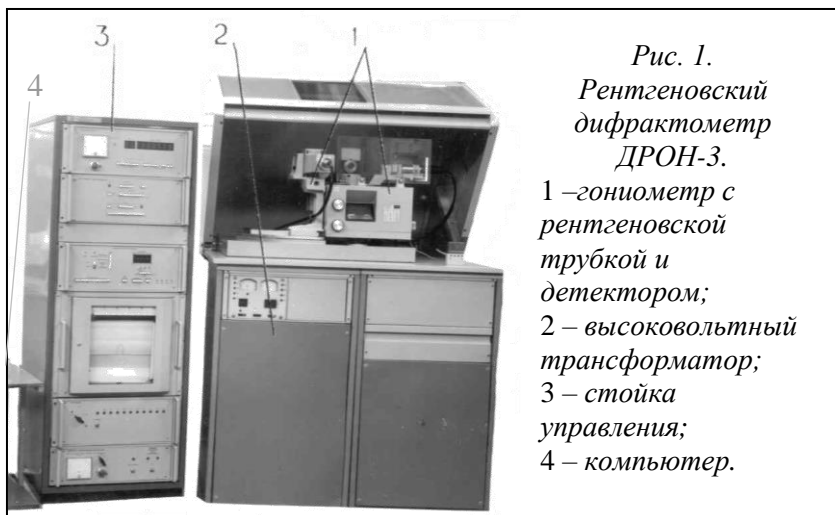
1. Н.Н. Лобанов, В.П. Полякова Лабораторный практикум по курсу «Рентгендифракционные методы в неорганической химии» - М.: Изд-во РУДН, 2007
2. Акимов В.М. Практические и лабораторные работы по кристаллохимии. Решение кристаллографических задач с помощью сетки Вульфа. Изучение кристаллических многогранников. М.: изд. УДН. 1978.
3. Практические и лабораторные работы по кристаллохимии. Задачи и упражнения. М.: изд. УДН. 1988

Лабораторная работа

«Знакомство с рентгеновским дифрактометром, первичная обработка порошковых дифракционных данных и идентификация вещества».

Цель работы: знакомство с устройством рентгеновского дифрактометра, получением и некоторыми свойствами рентгеновских лучей. Первичная обработка порошковых рентгендифракционных спектров и идентификация вещества.

Устройство рентгеновского дифрактометра ДРОН-3.



Дифрактометр ДРОН-3 (рис.1) предназначен для проведения широкого круга структурных исследований различных поликристаллических материалов.

В рентгеновском дифрактометре ДРОН-3 обычно используется монохроматическое излучение, источником которого является рентгеновская трубка. Измерение углового положения дифракционных отражений осуществляется гониометрическим устройством, которое устанавливается на жесткой плите (1). На этой плите расположена рентгеновская трубка с необходимыми юстировочными подвижками и детектор.

Импульсы поступают в устройство электронно-вычислительное унифицированное (УЭВУ) (3), усиливаются и подаются в дискриминатор, который пропускает лишь импульсы, соответствующие энергии квантов характеристического излучения. Управление гониометром производится с панели стойки управления УЭВУ (3) и компьютером (4).



Гониометр (рис. 2) размещен на основании 1 и включает гониометрическое устройство 11, стойку 8 с механизмом юстировки, защитный кожух рентгеновской трубки 9 и защиту 12.

Устройство УЭВУ совместно с детектором предназначено для задания режимов работы, управления гониометром, измерения и регистрации скорости счета квантов рентгеновского излучения.

Дифрактометр имеет несколько режимов работы:

1) Запись аналоговой дифрактограммы.

Запись дифракционной картины исследуемого образца на диаграммную ленту в заданном угловом интервале с отметкой на ней угловых перемещений детектора.

Для записи дифрактограммы задаются следующие параметры:

- Скорость движения гониометра (для рентгенофазового анализа обычно 2° в минуту);
- Начальный и конечный углы;
- Шкала масштабирования;
- Интервал меток (обычно 1°);

2) Регистрация по точкам.

Измерение импульсов в каждой точке, при постоянном временном интервале и при шаговом сканировании в заданном угловом интервале с выводом информации о числе импульсов и значений угла в каждой точке на компьютер.

Для регистрации по точкам задаются следующие параметры:

- Шаг сканирования (обычно $0,02^\circ$ или $0,05^\circ$);
- Время в экспозиции в точке (выбирается в зависимости от необходимой точности и рассеивающей способности образца) (1-10 сек и более);
- Начальный и конечный углы.
- Скорость движения гониометра (2° - 4° в минуту)

Приготовление поликристаллических образцов

При проведении рентгеновского фазового анализа поликристаллических материалов требуется плоский образец. Это может быть:

- порошок, нанесенный на плоскость держателя;
- таблетка, спрессованная из порошка;
- срез (шлиф) поликристаллического агрегата, например, металла.

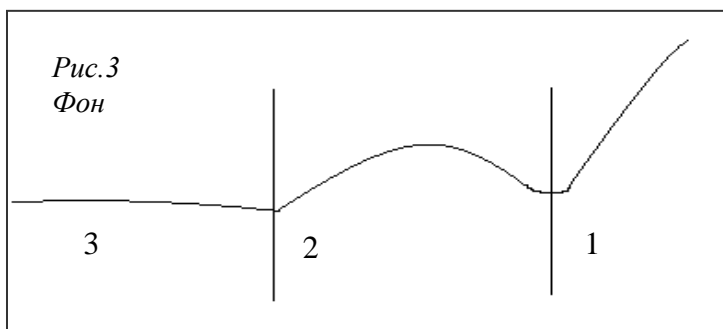
Предварительное измельчение порошка производится в агатовой ступке. Оптимальный размер частиц в порошке составляет ~ 10 мкм. Порошковый образец насыпают в рентгеновскую кювету и перемешивают с каким-либо связующим материалом. Можно использовать вазелин, но в очень малых количествах. Обычно готовят "кашицу" из порошка со спиртом, затем прессуют, чтобы порошок не высыпался из кюветы. Препарат можно готовить и прессованием на стекле. Стекланный кружок (кварцевую кювету) диаметром ~ 25 мм смазывают пленкой вазелина. Сверху равномерным слоем наносят порошок образца. На порошок накладывают стеклянную пластину и, слегка покачивая ее, и постепенно увеличивая давление, разравнивают порошок, прессуют его. За счет прессования в препарате может возникнуть нежелательная текстура по плоскостям спайности или граням кристаллитов, которая может привести к перераспределению интенсивностей в образце и неточному их определению. Затем кювету с таблеткой фиксируют в держателе, находящемся на гониометрическом устройстве, и проводят съемку образца при заданных условиях.

Алгоритм обработки дифрактограмм.

1. Отделение фона.

Отделение фона – удаление низкочастотной составляющей спектра. Фон определяется в результате усреднения интенсивностей по тем участкам, где нет пиков. Отделение фона у пиков проводят на основании участков фона слева и справа от пика. На рис. 3 представлен общий вид фона на дифрактограмме.

1 – вклад первичного излучения, **2** – вклад возможной аморфной составляющей и **3** – низкочастотный фон.



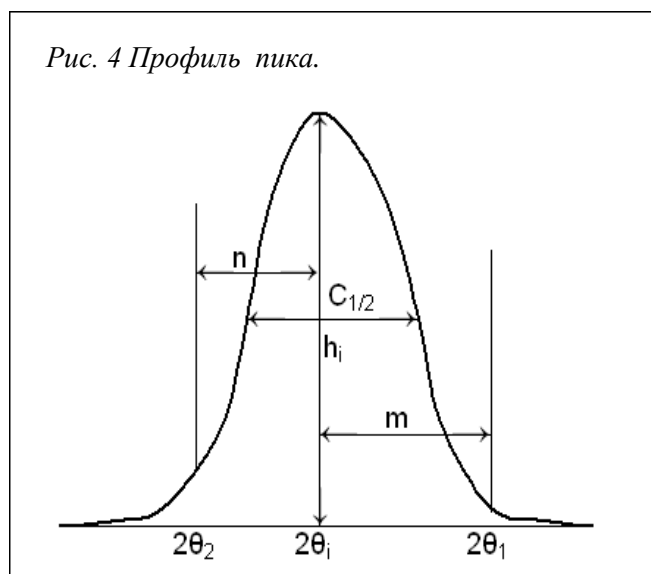
2. Определение характеристик дифракционных отражений (пиков).

▪ На рентгенограмме фиксируются и нумеруются все линии, у которых отношение интенсивности сигнала к интенсивности фона $I_{\text{сигн}}/I_{\text{фона}}$ больше заданного значения (как правило, 2).

▪ **Определение величины угла 2θ отражения**

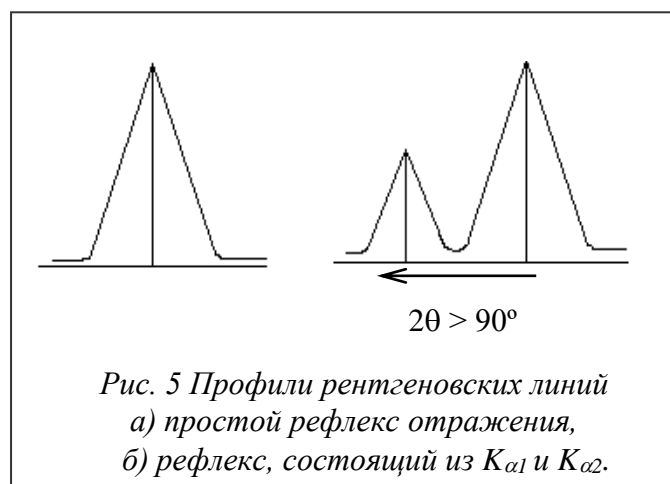
На дифрактограмме имеются отметки углов поворота счетчика, которые соответствуют пройденным градусам (увеличение углов 2θ идет справа налево). Над каждой меткой карандашом обозначаются значения этих углов в градусах. Затем определяют угол 2θ для каждой вершины пика. Для этого измеряют линейкой расстояния m или n в мм (Рис. 4): m – расстояние от правой метки до перпендикуляра, опущенного из вершины пика, а n – расстояние от левой метки до этого перпендикуляра и рассчитывают угол по формуле:

$$2\theta_{\text{hkl}} = 2\theta_1 + m \cdot \Delta \quad \text{или} \quad 2\theta_{\text{hkl}} = 2\theta_2 - n \cdot \Delta,$$



где Δ – цена деления (соответствие 1 мм и градуса).

Нужно помнить, что с увеличением значений углов 2θ , начиная с $\sim 40-60^\circ$, появляется асимметрия пиков со стороны больших углов за счет расщепления пиков на $K_{\alpha 1}$ и $K_{\alpha 2}$. Дублет разрешается тем лучше,



чем больше угол 2θ , меньше скорость движения счетчика и совершеннее и однороднее изучаемые кристаллы (рис.5, б). Однако при расчете учитываются только пики, соответствующие K_{01} .

▪ **Определение величины относительной интенсивности отражения $I_{отн}$**

Интенсивность отражения оценивают по высоте пика в мм с помощью линейки, отсчет ведется от уровня фона спектра. После чего рассчитывается относительная интенсивность отражений по формуле:

$$I_{отн} = (h_i / h_{max}) * 100\%,$$

где h_i – высота i -ого пика, h_{max} – высота максимального пика.

▪ **Значение межплоскостных расстояний d** определяют по уравнению Вульфа – Брэгга:

$$d_{hkl} 2\sin\theta_{hkl} = n \lambda, \quad \text{при } n=1 \text{ и } \lambda=1,5405 \text{ \AA}$$

Идентификация соединений по таблице.

В приложении №1 в таблице приведены межплоскостные расстояния и интенсивности четырех отражений ряда соединений, в последней колонке - номер этого вещества в базе данных JCPDS-ICDD PDF-2. После определения углов $2\theta_i$, d_i , h_i , $I_{отн}$, выбирают 4 наиболее интенсивных (высоких) пика. В таблице приложения №1, в первом столбце, находят межплоскостное расстояние приблизительно равное первому экспериментальному межплоскостному расстоянию пика исходного вещества. От найденного значения отсчитывают 3 – 5 строк вверх и вниз. Затем сравнивают значение второго по интенсивности пика данного вещества со значениями межплоскостных расстояний, данных во втором столбце таблицы. То же проделывают с остальными значениями пиков. В итоге находится одна строка значений межплоскостных расстояний и интенсивностей, подходящая для указанного соединения. Как правило, интенсивности 100% пиков совпадают, интенсивности других пиков могут отличаться. В конце строки в последней колонке дан номер карточки установленного соединения. Экспериментальные данные и соответствующие им данные установленного соединения, приведенные в карточке, заносятся в таблицу.

Пример таблицы идентификации соединения.

Исходное вещество		12 - 460		
$d, \text{ \AA}$	$I, \%$	$d, \text{ \AA}$	$I, \%$	$h k l$
4,81	100	4,8200	100	0 0 2
4,35	45	4,3400	40	1 1 0
4,30	20	4,3000	20	2 0 0
–	–	3,3500	10	2 0 2
–	–	3,3100	6	1 1 2
2,43	15	2,4400	16	1 2 0

Практическая часть.

Порядок выполнения работы.

1. Ознакомиться с презентацией лабораторной работы на компьютере.
2. Ознакомиться с устройством и принципами работы дифрактометра.
3. Приготовить образец для получения дифрактограммы на дифрактометре.
4. Провести регистрацию дифракционного спектра исследуемого образца.
5. Обработать дифрактограмму (получить величины углов $2\theta_i$, d_i , I , соответствующих пиков).
6. Полученные данные записать в таблицу №1.

Таблица №1.

№ дифрактограммы.

№	$2\theta, ^\circ$	$d, \text{Å}$	$h_i, \text{мм}$	$I, \%$

7. После проведения идентификации вещества, составить таблицу №2.

Таблица №2.

<i>Исходное вещество</i>		<i>Найденное вещество</i>		
$d, \text{Å}$	$I, \%$	$d, \text{Å}$	$I, \%$	hkl

Требования к письменному отчету.

В письменный отчет должны быть включены следующие материалы:

- 1 Название работы.
- 2 Цель работы.
- 3 Краткая теория.
- 4 Практическая часть, включающая дифрактограмму, таблицы №1 и №2.
- 5 Вывод, в котором указать найденное вещество и сингонию, в которой кристаллизуется данное вещество.

Лабораторная работа**«Определение параметров элементарной ячейки различных соединений».**

Цель работы: вычисление параметров элементарной ячейки установленного соединения с помощью программы Krist Project.

Практическая часть.**Порядок выполнения работы.**

1. Ознакомиться с презентацией лабораторной работы на компьютере.
2. Изучить инструкцию пользователя программы Krist Project, которая находится в приложении №2.
3. Рассчитать с помощью программы Krist Project параметры кристаллической решетки для установленного соединения. Исходными данными для расчета являются экспериментальные значения углов 2θ , либо величины межплоскостных расстояний d и соответствующие им индексы hkl .
4. Провести анализ точности экспериментальных и полученных результатов.
5. Провести аналогичные расчеты для других указанных соединений.

Требования к письменному отчету.

В письменный отчет должны быть включены следующие материалы:

4. Название работы.
5. Цель работы.
6. Краткая теория.
7. Практическая часть, включающая распечатки результатов расчета с помощью программы Krist Project.
8. Вывод, в котором указать соединение, сингонию, рассчитанные параметры кристаллической решетки и точность их расчета.

Инструкция по пользованию программой Krist Project v2.0.

Программа предназначена для определения параметров элементарной ячейки кристаллического образца любой сингонии с известными индексами отражений.

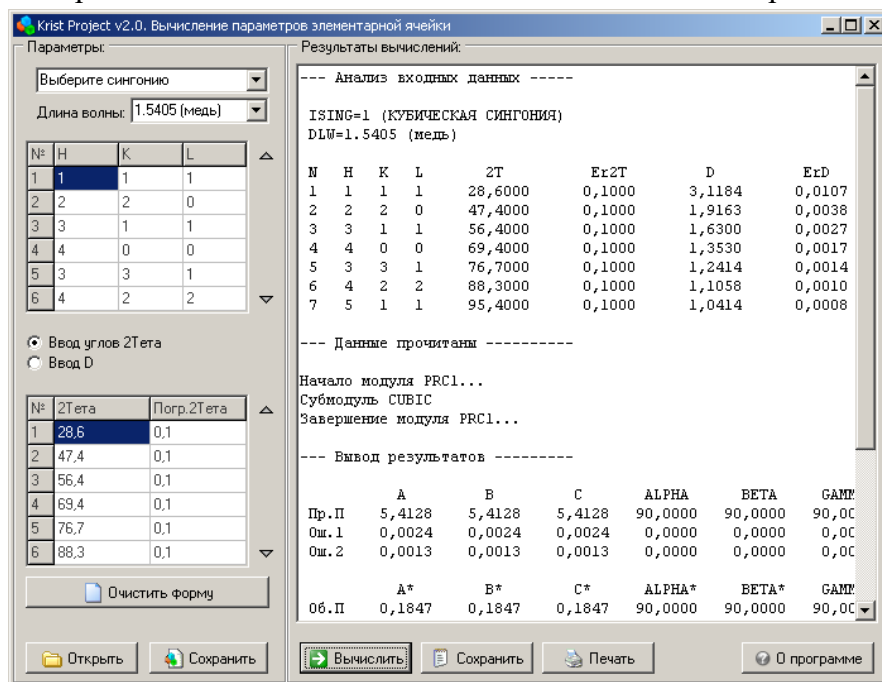


Рис. 1. Пользовательский интерфейс программы Krist

Параметры элементарной ячейки определяются по линиям с известными индексами отражений. Исходными данными для расчета являются экспериментальные значения углов 2θ , либо величины межплоскостного расстояния d (выбирается пользователем) и соответствующие им индексы hkl .

Для расчета с помощью программы Krist v2.0 необходимо ввести следующие данные:

- **Тип сингонии.**

Для этого необходимо в поле выбора «выберите сингонию» выбрать соответствующий. Вашему расчету тип сингонии. В поле выбора перечислены все семь возможных типов сингоний по порядку от кубической до триклинной (рис. 2).

- **Длина волны излучения.**

По умолчанию при расчете программа использует длину волны медного излучения ($\lambda_{Cu\ K\alpha 1} = 1.54051$), поэтому в случае, если у вас другое излучение, необходимо ввести с клавиатуры длину волны (в ангстремах), которая будет сохранена в памяти программы в случае успешного расчета с новыми данными (рис. 3).

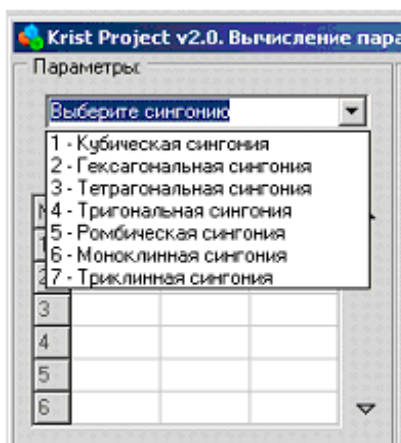


Рис. 2 Выбор типа сингонии

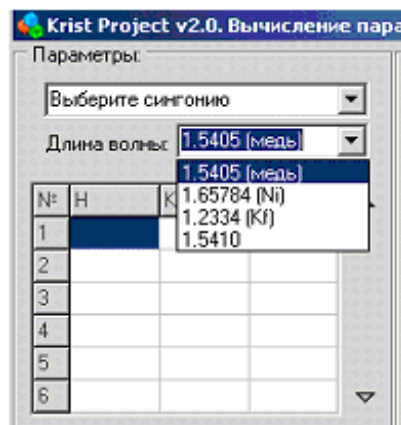


Рис. 3

Ввод длины излучения.

- НКЛ –дифракционные индексы отражений. Число введенных значений НКЛ должно совпадать с числом линий (число линий не более 50) (рис. 4).
- Углы 2θ или межплоскостные расстояния d . Необходимо указать какие данные будут вводиться - значения углов 2θ , либо величины межплоскостных расстояний d . Далее вводятся имеющиеся значения (рис. 5).

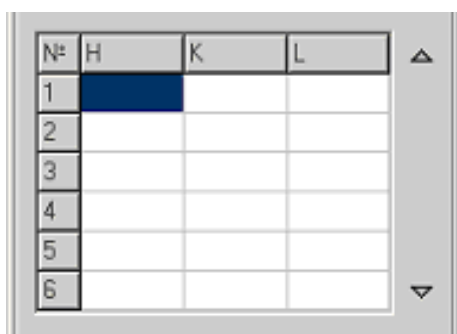
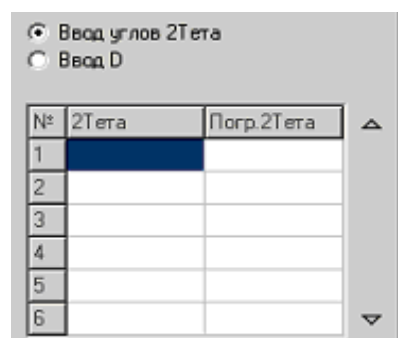


Рис. 4. Ввод h k l.

Рис. 5. Ввод углов 2θ или d

- Ошибка определения углов 2θ .
По умолчанию это 0.1. Если у Вас другие данные, необходимо ввести значение ошибки определения в первой строке, и такое же значение будет присвоено всем остальным автоматически. Причем следует иметь в виду, что автоматически значение присваивается для всех линий, находящихся в списке ниже активной строки. Если необходимо, можно изменить точность отдельных линий (рис. 5).
 - Введенные данные могут быть сохранены. Для этого с помощью мыши необходимо нажать кнопку «Сохранить» в разделе «Ввод данных» (рис. 6).
 - Поля могут быть очищены при нажатии кнопки «Очистить форму» (рис. 6).
- Если уже существуют файлы с данными, по которым необходимо произвести расчет, необходимо нажать кнопку «Открыть».

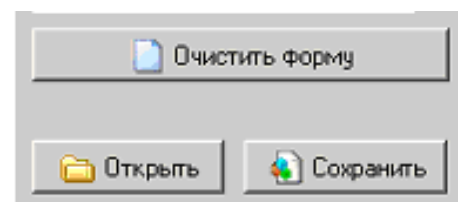


Рис. 6. Сохранить, открыть.

Для запуска расчета необходимо с помощью мыши нажать кнопку «Вычислить» (рис. 1). Если все данные введены корректно, в окне появятся результаты вычислений, которые также могут быть сохранены при нажатии кнопки «Сохранить»

в разделе «Результаты вычислений» (рис.7). При нажатии кнопки «Печать» будут распечатаны вычисления, которые пользователь может видеть в окне «Результаты вычислений» (рис. 7).

Рис. 7 Результаты вычислений.

Результаты вычислений:

--- Анализ входных данных ---

РОМБИЧЕСКАЯ СИГНОНИЯ
Длина волны = 1,5405

N	H	K	L	2Тета	Эксп. Ош	D	Эксп. Ош
1	0	1	2	28.774	0.010	3.100	0.001
2	1	0	4	29.453	0.010	3.030	0.001
3	0	0	6	31.542	0.010	2.834	0.001
4	1	1	0	35.964	0.010	2.495	0.001
5	1	1	3	39.417	0.010	2.284	0.001
6	2	0	2	43.165	0.010	2.094	0.000

	A	B	C	ALFA	BETA
Пр. парам:	4.2800	3.1773	17.0443	90.0000	90.0000
Ошибки 1:	0.0009	0.0008	0.0048	0.0000	0.0000
Ошибки 2:	0.0765	0.0780	0.5066	0.0000	0.0000

	A*	B*	C*	ALFA*	BETA*
Обр. парам:	0.2336	0.3147	0.0587	90.0000	90.0000

Вычислить Сохранить Печать О программе

ПЕРЕЧЕНЬ ДОМАШНИХ ЗАДАНИЙ ПО ТЕМАМ

Самостоятельная работа студентов подразделяется на два вида: внеаудиторная самостоятельная работа и аудиторная:

- к аудиторной работе относятся:

- 1) все виды лабораторных работ, которые студент выполняет по изложенным в Руководстве к лабораторным занятиям методикам;
- 2) выполнение контрольных работ по индивидуальному варианту.

- к внеаудиторной самостоятельной работе относятся:

- 1) подготовка к выполнению лабораторных работ в соответствии с требованиями лабораторного практикума. Выполнение Домашней самостоятельной работы.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ДЛЯ СТУДЕНТОВ

Согласно учебному плану при изучении кристаллохимии предполагается проведение лабораторных работ и контрольных работ. В конце семестра проводится итоговый контроль в виде письменно-устного экзамена.

Самостоятельная работа студентов включает в себя подготовку к этим видам работ и контроля.

Подготовка к лабораторным работам

Прежде чем начать выполнение лабораторной работы, следует ознакомиться с соответствующим теоретическим разделом лекционного курса «Кристаллохимия и основы рентгеноструктурного анализа» (компетенции ОПК-1,3, ПК-1,4). Далее следует внимательно ознакомиться с описанием проведения лабораторной работы, основные этапы алгоритма обработки данных (компетенции ПК1, 4). Студент дополнительно должен изучить и знать основные блоки прибора, инструкцию работы с программой, при использовании программного обеспечения (компетенции ОПК-1,3, ПК-1, 4).

Правила оформления работы в лабораторном журнале.

1. Название работы.
2. Цель работы.
3. Краткое теоретическое введение (основные законы и формулы, уравнения или графики, относящиеся к теме лабораторной работы).
4. Экспериментальная часть:
 - схема прибора или установки;
 - конкретное задание на лабораторную работу;
 - результаты измерений в виде таблиц и графиков;
 - расчёты по экспериментальным данным;
 - оценка погрешности измерений.
5. Выводы или заключение о результатах данной лабораторной работы.

Измерения и расчеты, проводимые по этим измерениям, в лабораторный журнал необходимо заносить с размерностью вычисленных величин (компетенции ОПК-1, 3, ПК-1, 4).

Подготовка к контрольным работам и защите лабораторных работ (компетенции ОПК-1, 3, ПК-1, 4)

В контрольной работе проверяется ход решения, и итоговый ответ. Поэтому при подготовке к такой контрольной работе студент должен закрепить навыки решения задач, приобретенные как при разборе решенных задач, приведенных в лабораторном практикуме и при работе в аудитории.

Защита лабораторных работ включают в себя теоретические вопросы, поэтому при устной беседе преподаватель – студент преподаватель оценивает не только правильность ответов на заданные вопросы, но также умение студентов мыслить, давать обобщающие характеристики, делать выводы.

12. Фонд оценочных средств для проведения промежуточной аттестации обучающихся по дисциплине

Материалы для оценки уровня освоения учебного материала дисциплины «Кристаллохимия и основы рентгеноструктурного анализа» (оценочные материалы), включающие в себя перечень компетенций с указанием этапов их формирования, описание показателей и критериев оценивания компетенций на различных этапах их формирования, описание шкал оценивания, типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы, методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующих этапы формирования компетенций, разработаны в полном объеме в соответствии с требованиями «Регламента формирования фондов оценочных средств (ФОС)», утвержденного приказом ректора от 05.05.2016 г. № 420 и доступны для обучающихся на странице дисциплины в ТУИС РУДН.

Знания студентов оцениваются по рейтинговой системе. Оценка знаний по рейтинговой системе основана на идее поощрения систематической работы студента в течение всего периода обучения.

При выставлении оценок используется балльно-рейтинговая система, в соответствии с Положением о БРС оценки качества освоения основных образовательных программ, принятого Решением Ученого совета университета (протокол №6 от 17.06.2013 г) и утвержденного Приказом Ректора Университета от 20.06.2013 года.

Программа составлена в соответствии с требованиями ОС ВО РУДН.

Разработчики:

Доцент кафедры неорганической химии,
к.х.н., доцент



Н.Н. Лобанов

Заведующий кафедрой
неорганической химии, д.х.н.



В.Н. Хрусталеv