

ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД  
«УЖГОРОДСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ»  
Навчально-науковий інститут хімії та екології  
Кафедра неорганічної хімії



«ЗАТВЕРДЖУЮ»

Директор ІНІ хімії та екології

проф. Василь ЛЕНДЄЛ

«27» червня 2023 року

РОБОЧА ПРОГРАМА НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ  
«РЕНТГЕНІВСЬКІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ СТРУКТУРИ»

Рівень вищої освіти	другий
Галузь знань	10 Природничі науки
Спеціальність	102 Хімія
Освітня програма	Хімія
Статус дисципліни	вибіркова
Мова навчання	українська


Ужгород – 2023

Робоча програма навчальної дисципліни «Рентгенівські методи аналізу структури» для здобувачів другого рівня вищої освіти галузі знань **10 Природничі науки** спеціальності **102 Хімія** освітньої програми **Хімія**

**Розробник:** Кохан Олександр Павлович, доцент, кандидат хімічних наук, доцент кафедри неорганічної хімії ДВНЗ «Ужгородський національний університет»

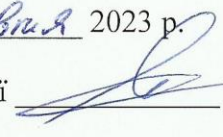
Робочу програму розглянуто та затверджено на засіданні кафедри неорганічної хімії

протокол № 12 від «13» серпня 2023 р.

Завідувач кафедри  Ігор БАРЧІЙ

Схвалено науково-методичною комісією Навчально-наукового інституту хімії та екології

протокол № 10 від «26» серпня 2023 р.

Голова науково-методичної комісії  Михайло СЛИВКА

© \_\_\_\_\_ 20 \_\_\_\_ р.

© ДВНЗ «Ужгородський національний університет 20 \_\_\_\_ р.

## ОПИС НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ

Найменування показників	Розподіл годин за навчальним планом	
	Денна форма навчання	Заочна форма навчання
Кількість кредитів ЄКТС – 4	Рік підготовки	
Загальна кількість годин – 120	2	
Кількість модулів – 2	Семестр:	
Тижневих годин для денної форми навчання:  аудиторних - 2  самостійної роботи студента – 4	3	
	Лекції:	
	18	
	Практичні (семінарські):	
	-	
Вид підсумкового контролю: залік	Лабораторні:	
	24	
Форма підсумкового контролю: комбінований	Самостійна робота:	
	78	

## 2. МЕТА НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ

Метою вивчення навчальної дисципліни «Рентгенівські методи аналізу структури» є засвоєння студентами основних понять і законів, що широко використовуються у теоретичній, експериментальній та прикладній хімії; формування у студентів основних знань про внутрішню будову речовин у твердому кристалічному стані та експериментальні методи її дослідження.

Здобувач ознайомлюється з основними характеристиками рентгендифракційних методів; принципами та методикою застосування методів порошку та монокристалічних методів (Лауе, методи обертання та коливання), отримує знання про їх переваги та обмеження; оволодіває методами встановлення та уточнення кристалічної структури з використанням комп'ютерних програм. Здобувач набуває вміння використовувати знання для експериментально-практичних досліджень, володіння методами комп'ютерного моделювання структури а також вміння планувати, організовувати та здійснювати експериментальні дослідження з використанням сучасного обладнання, грамотно обробляти їх результати та робити обґрунтовані висновки.

Відповідно до освітньо-наукової програми, вивчення дисципліни «Рентгенівські методи аналізу структури» сприяє формуванню у здобувачів вищої освіти таких компетентностей:

### Загальні компетентності (ЗК):

- ЗК 2. Здатність вчитися і оволодівати сучасними знаннями.
- ЗК 3. Здатність до абстрактного мислення, аналізу та синтезу.
- ЗК 4. Здатність застосовувати знання у практичних ситуаціях.
- ЗК 7. Здатність використовувати інформаційні та комунікаційні технології.
- ЗК 14. Здатність до пошуку, критичного аналізу та обробки інформації з різних джерел.

### Фахові компетентності спеціальності (ФК):

- ФК 4. Здатність інтерпретувати, об'єктивно оцінювати і презентувати результати свого дослідження.
- ФК 5. Здатність застосовувати методи комп'ютерного моделювання для вирішення наукових, хіміко-технологічних проблем та проблем хімічного матеріалознавства.
- ФК 6. Здатність здобувати нові знання в галузі хімії та інтегрувати їх із уже наявними.
- ФК 9. Здатність обирати оптимальні методи та методики дослідження.

## 3. ПЕРЕДУМОВИ ДЛЯ ВИВЧЕННЯ НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ

Передумовами вивчення навчальної дисципліни «Рентгенівські методи аналізу структури» є наявність у здобувача освітнього ступеня бакалавра хімії та опанування таких навчальних дисциплін (НД) освітньої програми (ОП): «Хімія галогенхалькогенних неорганічних сполук» (ОК 5); «Прикладні аспекти нанохімії» (ОК 9). «Симетрія та властивості кристалів»

## 4. ОЧІКУВАНІ РЕЗУЛЬТАТИ НАВЧАННЯ

Відповідно до програми вивчення навчальної дисципліни «Рентгенівські методи аналізу структури» повинно забезпечити досягнення здобувачами вищої освіти таких програмних результатів навчання:

Знати та розуміти наукові концепції та сучасні теорії хімії, а також фундаментальні основи суміжних наук. Збирати, оцінювати та аналізувати дані, необхідні для розв'язання складних задач хімії, використовуючи відповідні методи та інструменти роботи з даними. Володіти методами комп'ютерного моделювання структури, параметрів і динаміки хімічних систем. Планувати, організовувати та здійснювати експериментальні дослідження з хімії з

використанням сучасного обладнання, грамотно обробляти їх результати та робити обґрунтовані висновки

Очікувані результати навчання, які повинні бути досягнуті здобувачами освіти після опанування навчальної дисципліни «**Рентгенівські методи аналізу структури**»:

Ознайомлення з природою виникнення рентгенівського випромінювання, дифракцією на масиві атомів кристалу; закон Вульфа-Брегга, умови Лауе; фактори, що впливають на інтенсивність розсіювання; правила погасання.

Засвоєння основ рентгendifракційних методів; принципів та методик застосування методів порошку та монокристалних методів, їх переваги та обмеження. Володіння методами комп'ютерного моделювання кристалічної структури, методами встановлення та уточнення структури за експериментально одержаними дифрактограмами з використанням комп'ютерних програм. Застосування комп'ютерних програм для індексації порошкограм та розрахунків періодів решітки, визначення числа фаз та їх ідентифікації.

Уміння обрати метод дослідження структури кристалів в залежності від завдання, відбирати зразки для проведення експериментальних досліджень структури. Вміння планувати, організовувати та здійснювати рентгенівські дослідження структури з використанням сучасного рентген- дифрактометра та відповідних програм: вміння користуватися кристалографічними базами даних, аналізувати та співставляти одержані дані з структурними аналогами, уточнення структури методом повнопрофільного аналізу. Вміння демонструвати сприйняття логічних аргументів для вироблення припущень та висновків. Навички планування, організації та здійснення експериментальних досліджень структури з використанням сучасного рентгенівського обладнання, аналізу їх адекватності вибраній моделі та вміння робити обґрунтовані висновки про кристалічну структуру.

## **5. ЗАСОБИ ДІАГНОСТИКИ ТА КРИТЕРІЇ ОЦІНЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ НАВЧАННЯ**

Засобами оцінювання та методами демонстрування результатів навчання з навчальної дисципліни є:

- поточний контроль успішності,
- завдання на лабораторному обладнанні,
- модульний контроль,
- підсумковий контроль.

### **Форми контролю та критерії оцінювання результатів навчання**

Форми поточного контролю:

- вибіркове усне опитування перед початком занять;
- фронтальне стандартизоване усне та/або письмове опитування за основними питаннями теми заняття;
- експрес-опитування;
- оцінювання якості та повноти виконання завдань модульної контрольної роботи.

Форма модульного контролю: виконання модульної контрольної роботи.

Форма підсумкового семестрового контролю: залік.

### **Розподіл балів, які отримують здобувачі вищої освіти (модуль 1)**

<b>Поточне оцінювання та самостійна робота</b>				<b>Модульна контрольна робота</b>	<b>Сума</b>
T1	T2	T3	T4	1	
10	10	15	15	50 балів	100 балів
50 %				50 %	100 %

## Розподіл балів, які отримують здобувачі вищої освіти (модуль 2)

Поточне оцінювання та самостійна робота					Модульна контрольна робота	Сума
T1	T2	T3	T4	T5		
10	10	10	10	10	50 балів	100 балів
50 %					50 %	100 %

### Оцінювання окремих видів навчальної роботи з дисципліни

Вид діяльності здобувача вищої освіти	Модуль 1		Модуль 2	
	Кількість	Максимальна кількість балів (сумарна)	Кількість	Максимальна кількість балів (сумарна)
Лабораторні заняття (допуск, виконання та захист)	3	50	3	70
Модульна контрольна робота		50		50
<b>Разом</b>		<b>100 балів</b>		<b>100 балів</b>

### Критерії оцінювання модульної контрольної роботи

Модульна контрольна робота включає 5 питань: 2 питання теоретичні та 3 питання практичного застосування знань для опису методів та методик визначення структури кристалів неорганічних сполук. Теоретичні питання є описовими і вимагають системних знань, вміння узагальнювати і логічно викласти програмний матеріал, обґрунтувати власну думку. Кожне питання оцінюється у 10 балів.

Перевід відсотку набраної студентом суми балів від максимальної можливої в оцінку здійснюється згідно наступної шкали:

### Критерії оцінювання підсумкового семестрового контролю

Відсоток набраної суми балів за всі види навчальної діяльності від максимально можливої	Оцінка ECTS	Оцінка за національною шкалою
		для заліку
90 – 100	A	зараховано
82-89	B	
74-81	C	
64-73	D	
60-63	E	
35-59	FX	не зараховано з можливістю повторного складання
0-34	F	не зараховано з обов'язковим повторним вивченням дисципліни

Залік з дисципліни складається в усній формі шляхом надання студентом відповідей на питання білета. Критерії оцінювання є наступними:

На **“відмінно”** оцінюється відповідь студента, коли він виявив глибокі теоретичні знання, логічно та послідовно їх виклав, знає і розуміє програмний матеріал, правильно аналізує конкретні факти, вміє робити обґрунтовані висновки, може використати теоретичні знання для розв'язування задач і тестових завдань.

На **“добре”** оцінюється відповідь студента, коли він виявив глибокі теоретичні знання, логічно і послідовно їх виклав, однак допустив деякі неточності у викладенні фактичного

матеріалу, робить неповні висновки при розв'язку задачі, але з наведеної відповіді видно, що матеріал засвоєний добре, допущені незначні помилки.

На **“задовільно”** оцінюється відповідь студента, коли він володіє програмовим матеріалом, але викладає його не в повній мірі, не володіє окремими деталями матеріалу, допускає не грубі помилки в визначеннях, важко робить висновки, узагальнення, при розв'язанні практичних задач допускає помилки.

На **“незадовільно”** оцінюється відповідь студента, коли він проявив лише фрагментарні знання, допустив грубі помилки при викладенні матеріалу, не розуміє і не оперує основними поняттями і законами хімії, фрагментарно володіє окремими розділами курсу, не може самостійно розв'язати задачу.

## 6. ПРОГРАМА НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ

### 6.1. Зміст навчальної дисципліни

#### Модуль 1

- Тема 1. **Природа і основні властивості рентгенівського випромінювання.** Виникнення рентгенівського випромінювання. Неперервний та характеристичний рентгенівський спектр випромінювання. Спектр поглинання і фільтрація рентгенівських променів.
- Тема 2. **Дифракція рентгенівських променів.** Обернена решітка. Сфера Евальда. Сфера відбивання і дифракційний напрямок. Закон Вульфа-Брегга. Умови Лауе виникнення дифрагованого променя і методи рентгеноструктурного аналізу.
- Тема 3. **Інтенсивності рентгенівських дифракційних максимумів.** Розсіяння рентгенівських променів у кристалах. Структурна амплітуда. Інтерференційна функція Лауе. Температурний множник інтенсивності розсіяння. Фактор Дебая – Валлера. Інтегральна інтенсивність. Множник Лоренца. Геометричний множник розсіяння. Множник повторюваності. Множник поглинання. Правила погасання.
- Тема 4. **Апаратура та методи рентгеноструктурних досліджень.** Генерування рентгенівського випромінювання. Використання дифрактометрів у рентгенодифракційних дослідженнях. Рентгенооптичні схеми вимірювання дифракційних спектрів. Особливості реєстрації дифракційної картини дифрактометричним методом. Статистична похибка вимірювання інтенсивності розсіяння в режимі покрокового сканування. Фактори, що впливають на профіль дифракційного максимуму. Вибір оптимального режиму вимірювання дифракційних спектрів

#### Модуль 2

- Тема 1. **Метод порошку.** Завдання, що розв'язуються методом порошку. Розрахунки порошкограм. Застосування комп'ютерних програм для індексації порошкограм. Розрахунки періодів решітки. Застосування поправок. Визначення типу решітки Браве за погасаннями.
- Тема 2. **Рентгенівський фазовий аналіз (РФА).** Визначення числа фаз та їх ідентифікація. Визначення областей гомогенності сполук та границь твердих розчинів. Побудова фазових діаграм.
- Тема 3. **Метод Лауе.** Апаратура і завдання методу Лауе. Опис дифракційної картини лауєграми за допомогою оберненої решітки. Визначення елементів симетрії за лауєграмою. Закон центросиметричності Фріделя. Орієнтація кристалів за допомогою методу Лауе.
- Тема 4. **Методи обертання та Вейсенберга.** Опис дифракційної картини рентгенограм обертання за допомогою оберненої решітки. Індекссування шарових ліній аналітичним і графічним методами. Особливості методу коливання (Вейсенберга). Визначення періодів решітки за допомогою рентгенгонометричної зйомки.
- Тема 5. **Уточнення структури методом повнопрофільного аналізу порошкограм.** Метод Рітвельда. Використання комп'ютерних програм

### 6.2. Структура навчальної дисципліни

Назви змістових модулів і тем	Кількість годин					
	усьог о	у тому числі				
		л	п	лаб	інд	с.р.
<b>Модуль 1</b>						
Тема 1. Природа і основні властивості рентгенівського випромінювання.	8	2				6
Тема 2. Дифракція рентгенівських променів.	8	2				6
Тема 3. Інтенсивності рентгенівських дифракційних максимумів.	10	2		4		8
Тема 4. Апаратура та методи рентгеноструктурних досліджень.	14	2		4		8
Модульна контрольна робота	2					2
<b>Разом за модулем 1</b>	<b>46</b>	<b>8</b>		<b>8</b>		<b>30</b>
<b>Модуль 2</b>						
Тема 1. Метод порошку.	14	2		4		8
Тема 2. Рентгенівський фазовий аналіз (РФА).	14	2		4		8
Тема 3. Метод Лауе.	10	2				8
Тема 4. Методи обертання та Вейсенберга	10	2				8
Тема 5. Уточнення структури методом повнопрофільного аналізу порошкограм. Метод Рітвельда	24	2		8		14
Модульна контрольна робота	2					2
<b>Разом за модулем 2</b>	<b>74</b>	<b>10</b>		<b>16</b>		<b>48</b>
Усього годин	<b>120</b>	<b>18</b>		<b>24</b>		<b>78</b>

### 6.3. Теми лабораторних занять

№ з/п	Назва теми	Кількість годин
1	Одержання експериментальних дифрактограм зразків різної дисперсності. Визначення розміру кристалітів (за Шерером)	4
2	Індексація дифрактограми порошку. Однофазні і багатофазні зразки. Програми DICVOL 04 (06), Unit Cell.	4
3	Визначення типу та параметрів елементарної комірки. Індивідуальні речовини та тверді розчини. Програма Vesta	4
4	Рентгенівський фазовий аналіз багатофазних зразків.	4
5	Встановлення та візуалізація кристалічної структури індивідуальної сполуки методом повнопрофільного аналізу (метод Рітвельда). Програма EXPO -2013.	4
6	Встановлення кристалічної структури твердого розчину. Визначення коефіцієнтів заповнення позицій та координат атомів	4
	<b>Разом</b>	<b>24</b>

### 6.4. Самостійна робота

№ з/п	Назва теми	Кількість годин
1	Походження рентгенівського випромінювання. Неперервний та характеристичний рентгенівський спектр випромінювання. Спектр	6

	поглинання і фільтрація рентгенівських променів	
2	Обернена решітка. Сфера Евальда. Сфера відбивання і дифракційний напрямок. Умови Лауе виникнення дифрагованого променя.	6
3	Структурна амплітуда. Інтерференційна функція Лауе. Температурний множник інтенсивності розсіяння. Фактор Дебая – Валлера. Інтегральна інтенсивність. Множник Лоренца. Геометричний множник розсіяння. Множник повторюваності. Множник поглинання	8
4	Рентгенооптичні схеми вимірювання дифракційних спектрів. Особливості реєстрації дифракційної картини дифрактометричним методом.	4
5	Статистична похибка вимірювання інтенсивності розсіяння в режимі покрокового сканування. Фактори, що впливають на профіль дифракційного максимуму.	4
6	Застосування комп'ютерних програм для індексації порошкограм. Розрахунки періодів решітки. Застосування поправок. Визначення типу решітки Браве за погасаннями	8
7	Визначення числа фаз та їх ідентифікація. Побудова фазових діаграм.	8
8	Визначення елементів симетрії за лауеграмою. Закон центросиметричності Фріделя. Орієнтація кристалів за допомогою метода Лауе.	8
9	Опис дифракційної картини рентенограм обертання за допомогою оберненої решітки. Індексуння шарових ліній аналітичним і графічним методами.	8
10	Уточнення структури методом повнопрофільного аналізу порошкограм. Метод Рітвельда..	6
11	Використання комп'ютерних програм EXPO -2013 (2014) для уточнення структури	8
12	Модульні контрольні роботи №1 і №2	4
	<b>Разом</b>	<b>78</b>

## **7. ІНСТРУМЕНТИ, ОБЛАДНАННЯ ТА ПРОГРАМНЕ ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ, ВИКОРИСТАННЯ ЯКИХ ПЕРЕДБАЧАЄ НАВЧАЛЬНА ДИСЦИПЛІНА**

Технічні засоби: дифрактометр ДРОН-4-07 з системою автоматичного управління рентгенівським дифрактометром «САУД-2014-1» та програмою реєстрації і обробки дифрактограми «САУД-2014-1».

Обладнання: вимірювальні засоби, комп'ютери

Програмне забезпечення: програми VESTA, Powder Cell -2.4, EXPO – 2014

## **8. РЕКОМЕНДОВАНІ ДЖЕРЕЛА ІНФОРМАЦІЇ**

### **Основна література**

1. Рентгеноструктурний аналіз у матеріалознавстві: навч.-метод. посіб.: [для вищ. навч. закл.] / С. І. Мудрий, Ю. О. Кулик, А.С. Якимович. – Львів: ЛНУ імені Івана Франка, 2017. – 227 с.
2. Рентгеноструктурний аналіз матеріалів у дисперсному стані. навч.-метод. посібн. / П.І. Лобода, О.П. Карасевська, І.Ю. Троснікова. - К.: КНТ, 2012. – 336 с.
3. Дутчак Я.Й. Рентгенівський практикум: навч.-метод. посібн. / Я.Й. Дутчак– Львів : Видавниче об'єднання “Вища школа”, 1975. – 92 с.

4. V.K. Pecharsky, P.Yu. Zavalij, Fundamentals of powder diffraction and structural characterization of materials. Springer, 2005. – 732 p.
5. Structure Determination from Powder Diffraction Data. / Ed. W.I.F. David, K. Shankland, L.B. McCusker and Ch. Baerlocher. Oxford University Press, 2002. – 358 p.
6. Gregory S. Girolami. X-ray Crystallography. University Science Books. Mill Valley, California, 2016. – 493 p.

#### Допоміжна література

1. Dollase W.A. Correction of intensities for preferred orientation of the March model / W.A. Dollase. *J. Appl. Crystallogr.* 1986, Vol. 19. 267–272.
2. Rietveld H.M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures / H.M. Rietveld *J. Appl. Crystallogr.* 1969, Vol. 2. 65-71.
3. Ю.В. Ворошилов, В.И. Павлишин. Основы кристаллографии и кристаллохимии. Рентгенография кристаллов: Учебник. — Киев: КНТ, 2011. – 568 с.
4. Caglioti G. Choice of collimators for a crystal spectrometer for neutron diffraction / G. Caglioti, A. Paoletti, F.P. Ricci . *Nucl. Instrum.* 1958, Vol. 3. 223-228.
5. Структурный анализ в физическом материаловедении: учеб. Пособие / Л.И. Гладких, С.В. Малыхин, А.Т. Пугачев, М.В. Решетняк. – Харків: Вид-во «Підручник НТУ “ХПІ”». – 2014. – 384 с.
6. Holland T.J.B., Redfern S.A.T. Unit cell refinement from powder diffraction data: the use of regression diagnostics. *Mineralogical Magazine.* 1997. V.61, P.65-77.
7. EXPO 2013: a kit of tools for phasing crystal structures from powder data / [A. Altomare, C. Cuocci, C. Giacovazzo et al.]. *J. Appl. Crystallogr.* 2013. 46, 1231–1235.
8. Crystallography Open Database (COD)
9. International Tables for Crystallography

#### Інформаційні ресурси в мережі Інтернет

1. <http://www.icdd.com/>
2. Crystallography Open Database <https://www.crystallography.net/cod/>
3. [http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/powdcell/a\\_v/v\\_1/powder/e\\_cell.html](http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/powdcell/a_v/v_1/powder/e_cell.html)
4. Journal of Applied Crystallography <https://onlinelibrary.wiley.com/journal/s16005767>
5. J. Phys Photonics <https://iopscience.iop.org/journal/2515-7647>
6. J. Applied Optics <https://opg.optica.org/ao/home.cfm>
7. VESTA <https://jp-minerals.org/vesta/en/>
8. <http://rruff.geo.arizona.edu/AMS/amcsd.php>

**Результати перегляду  
робочої програми навчальної дисципліни**

Робоча програма перезатверджена на 20 \_\_/20\_\_ н.р. без змін; зі змінами (Додаток \_\_)  
(потрібне підкреслити)

протокол № \_\_ від «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ р. Завідувач кафедри \_\_\_\_\_ (І.Є.Барчій)

Робоча програма перезатверджена на 20 \_\_/20\_\_ н.р. без змін; зі змінами (Додаток \_\_)  
(потрібне підкреслити)

протокол № \_\_ від «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ р. Завідувач кафедри \_\_\_\_\_ (І.Є.Барчій)

Робоча програма перезатверджена на 20 \_\_/20\_\_ н.р. без змін; зі змінами (Додаток \_\_)  
(потрібне підкреслити)

протокол № \_\_ від «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ р. Завідувач кафедри \_\_\_\_\_ (І.Є.Барчій)

Робоча програма перезатверджена на 20 \_\_/20\_\_ н.р. без змін; зі змінами (Додаток \_\_)  
(потрібне підкреслити)

протокол № \_\_ від «\_\_» \_\_\_\_\_ 20\_\_ р. Завідувач кафедри \_\_\_\_\_ (І.Є.Барчій)