

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
Львівський національний університет імені Івана Франка
Факультет хімічний
Кафедра неорганічної хімії

Затверджено

на засіданні кафедри неорганічної хімії
факультету хімічного
Львівського національного університету імені Івана Франка
(протокол № 12/2 від 07.02. 2020 р.)

Завідувач кафедри  Р.С. Гладішевський

Силабус з навчальної дисципліни
«Практичні аспекти визначення кристалічної структури»,
що викладається в межах ОПН підготовки доктора філософії
(третього (освітньо-наукового) рівня вищої освіти)
для здобувачів за спеціальністю 102 Хімія

Львів 2020 р.

Назва курсу	Практичні аспекти визначення кристалічної структури
Адреса викладання курсу	Хімічний факультет ЛНУ імені Івана Франка, вул. Кирила і Мефодія, 6
Факультет та кафедра, за якою закріплена дисципліна	Хімічний факультет Кафедра неорганічної хімії
Галузь знань, шифр та назва спеціальності	10 Природничі науки 102 Хімія
Викладач курсу	Миськів Мар'ян Григорович, д.х.н., професор
Контактна інформація викладача	magian.myskiv@lnu.edu.ua
Консультації по курсу відбуваються	За домовленістю з аспірантами за їхньої потреби
Сторінка курсу	https://chem.lnu.edu.ua/academics/postgraduates
Інформація про курс	Навчальна дисципліна є складовою частиною теоретичної підготовки аспірантів спеціалізації “неорганічна хімія”. Курс розроблено таким чином, щоб надати аспірантам необхідні знання для розшифровки кристалічної структури спираючись на аналіз дифракційної картини моно та полікристалічних зразків. Тому у курсі представлено як огляд теоретичних уявлень про особливості дифракції рентгенівського проміння на кристалічних об'єктах разом із практичними особливостями проведення експерименту на сучасних дифрактометра, етапами обробки масиву дифракційних даних, розшифровки структури та інтерпретації отриманої структурної інформації
Коротка анотація курсу	Дисципліна “Практичні аспекти визначення кристалічної структури” є дисципліною зі спеціальності 102 Хімія для освітньої програми підготовки аспірантів, яка викладається у 3-му семестрі в обсязі 3 кредитів (за Європейською Кредитно-Трансферною Системою ECTS). Вона покликана сформувати науковця, який не тільки володіє певною системою теоретичних знань, практичних умінь та навичок, а й може самостійно мислити, аналізувати, планувати і проводити наукові дослідження та одержувати нові наукові результати
Мета та цілі курсу	Метою вивчення курсу “Практичні аспекти визначення кристалічної структури ” є формування в аспірантів необхідних теоретичних знань і практичних навиків, що дозволяють визначити кристалічну структуру речовин методом дифракції X-променів як від монокристалу, так і полікристалічних зразків. Аспіранти повинні ознайомитися із сучасними підходами до проведення дифракційного експерименту та розшифровки кристалічної структури за отриманими даними, що є важливим аспектом виконання дисертаційних робіт з неорганічної хімії.
Література для вивчення дисципліни	Базова: 1. Muller P. Inorganic structural chemistry / P. Muller. – Chichester : John Wiley & Sons Ltd, 2006. – 268 p. 2. Muller P. Crystal Structure Refinement: A Crystallographer's Guide to SHELXL / P. Muller, R. Herbst-Irmer, A.L. Spek, T.R. Schneider, M.R. Sawaya. Oxford University Press, USA, 2006. – 213 p. 3. Sheldrick G.M. Crystal structure refinement with SHELXL / G.M. Sheldrick // Acta Cryst. C. – 2015. – V. 71, №. 1. – P. 3–8. 4. Palatinus L. SUPERFLIP – a computer program for the solution of crystal structures by charge flipping in arbitrary dimensions / L. Palatinus, G. Chapuis // J. Appl. Crystallogr. – 2007. – V. 40, №. 4. – P. 786–790.

	<p>5. CrysAlisPro, Version 1.171. 37.33 (release 27-03-2014 CrysAlis171.NET). Agilent Technologies. Yarnton □: England : 2014.</p> <p>Допоміжна:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. Dolomanov O. V. OLEX2: a complete structure solution, refinement and analysis program / O. V. Dolomanov, L.J. Bourhis, R.J. Gildea, J.A.K. Howard, H. Puschmann // J. Appl. Crystallogr. – 2009. – V. 42, №. 2. – P. 339–341. 2. SHELXL-97. Program for the structure refinement. University of Gottingen: Germany, 1997. 3. Sheldrick G.M. SHELXT – Integrated space-group and crystal-structure determination / G.M. Sheldrick // Acta Cryst. A. – 2015. – V. 71, №. 1. – P. 3–8. 4. Kraus W. POWDER CELL – a program for the representation and manipulation of crystal structures and calculation of the resulting X-ray powder patterns / W. Kraus, G. Nolze // J. Appl. Crystallogr. – 1996. – V. 29, №. 3. – P. 301–303. 5. Masciocchi N. The contribution of powder diffraction methods to structural co-ordination chemistry / N. Masciocchi, A. Sironi // J. Chem. Soc. - Dalt. Trans. – 1997. – V. 14, №. 24. – P. 4643–4650. 6. Akselrud L. WinCSD □: software package for crystallographic calculations (Version 4) / L. Akselrud, Y. Grin // J. Appl. Crystallogr. – 2014. – V. 47, №. 2. – P. 803–805. 7. Carvajal J.R. Recent development of the Program FULLPROF / J.R. Carvajal // Comm. Powder Diff. (IUCr), Newsl. – 2001. – V. 26. – P. 12–19. 8. STOE WinXPOW Version 3.03 Stoe Cie GmbH. Darmstadt – 2010. 9. International Tables for Crystallography / ed. M. I. Aroyo. – Chester, England : International Union of Crystallography, 2016. <p>Інформаційні ресурси:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. [Електронний ресурс] http://www.iucr.org 2. [Електронний ресурс] http://it.iucr.org 3. [Електронний ресурс] http://www.olexsys.org 4. [Електронний ресурс] http://wincsd.eu 5. [Електронний ресурс] https://www.platonsoft.nl/platon/ 6. [Електронний ресурс] http://shelx.uni-ac.gwdg.de/ 7. [Електронний ресурс] https://www.ill.eu/sites/fullprof/ 8. [Електронний ресурс] https://www.rigaku.com/products/smc/crysalis 9. [Електронний ресурс] http://www.stoe.com
Тривалість курсу	90 год
Обсяг курсу	48 год аудиторних занять, з них 32 год лекційних занять, 16 год практичних занять, та 42 год самостійної роботи (очна форма навчання) 18 год аудиторних занять, з них 12 год лекційних занять, 6 год практичних занять, та 72 год самостійної роботи (заочна форма навчання)
Очікувані результати навчання	У результаті вивчення курсу аспірант буде знати: можливості сучасних методів рентгеноструктурного аналізу окремих класів неорганічних сполук з метою характеристики внутрішньої будови конкретної речовини та її подальшої модифікації для створення матеріалів з прогнозованими властивостями; вміти: визначати кристалічну структуру неорганічних сполук, оцінювати якість дифракційних масивів, формувати cif-файли необхідні для публікації результатів
Ключові слова	Тверде тіло, кристалічна структура, методи визначення

Формат курсу	Очний, заочний аудиторні заняття та самостійна робота
Теми	Тема 1. Основи дифракції X-променів на кристалічних об'єктах. Тема 2. Точкові та просторові групи симетрії. Тема 3. Характеристика методів монокристалу та порошку. Тема 4. Закони погашень дифракційних променів. Визначення дифракційної групи. Тема 5. Встановлення просторової групи симетрії. Тема 6. Структурна амплітуда, структурний фактор. Тема 7. Уточнення структури методом найменших квадратів. Тема 8. Особливості дослідження структури полікристалічних зразків Тема 9. Збір та інтерпретація даних експерименту на сучасних дифрактометра Тема 10. Отримання дифракційного масиву за низьких температур. Тема 11. Аналіз структурної інформації
Підсумковий контроль, форма	іспит у кінці семестру письмовий
Пререквізити	для вивчення курсу аспіранти повинні мати базові знання з фізики та хімії твердого тіла
Навчальні методи та техніки, які будуть використовуватися під час викладання курсу	лекції, колаборативне навчання (форма – тьюторство) науково-орієнтоване навчання, дискусія, підготовка рефератів за заданими темами, підготовка аспірантами синтезованих ними зразків та проведення їхніх досліджень за допомогою електронних мікроскопів, обробка та аналіз результатів
Необхідне обладнання	ПЕОМ, комп'ютерний проектор, дифрактометр CAD, HCG
Критерії оцінювання (окремо для кожного виду навчальної діяльності)	Оцінювання проводиться за 100-бальною шкалою (ECTS). Підсумкова оцінка: відмінно (100-90 балів), добре (89-71 бал), задовільно (51-70 балів). Жодні форми порушення академічної доброчесності не толеруються: списування та плагіат; несвоєчасне виконання поставленого завдання і т. ін. Аспіранти заохочуються до використання також й іншої літератури та джерел, яких немає серед рекомендованих.
Питання до екзамену.	1. Основи дифракції X-променів на кристалічних об'єктах. Особливості дифракції на полі- та монокристалічних об'єктах. 2. Точкові та просторові групи симетрії. 3. Характеристика методів монокристалу та порошку. 4. Закони погашень дифракційних променів. Взаємозв'язок елементів симетрії кристалічної структури та характеру дифракційної картини Визначення дифракційної групи. 5. Встановлення просторової групи симетрії. Абсолютна структура. Параметр Флека. 6. Структурна амплітуда, структурний фактор. Визначення кристалічної структури речовини. 7. Уточнення структури методом найменших квадратів. Фактори розбіжності. Поправка на абсорбцію рентгенівського проміння. Ізотропні та анізотропні параметри зміщення атомів. 8. Особливості дослідження структури полікристалічних зразків. Врахування текстур зразка, метод внутрішнього стандарту. 9. Збір та інтерпретація даних експерименту на сучасних дифрактометра 10. Отримання дифракційного масиву за низьких температур. 11. Аналіз структурної інформації: характеристики координаційного оточення, встановлення структурного типу, пошук споріднених сполук

Опитування	Анкету-оцінку з метою оцінювання якості курсу буде надано по завершенню курсу.
-------------------	--

Таблиця 1. Схема курсу

Тиждень	Тема	Форма діяльності	Література. ***Ресурси в Інтернеті	Завдання	Термін виконання
1	Тема 1. Основи дифракції X-променів на кристалічних об'єктах.	Лекції, практичні заняття	Базова: 1. Muller P. <i>Inorganic structural chemistry</i> / P. Muller. – Chichester : John Wiley & Sons Ltd, 2006. – 268 p. 2. Muller P. <i>Crystal Structure Refinement: A Crystallographer's Guide to SHELXL</i> / P. Muller, R. Herbst-Irmer, A.L. Spek, T.R. Schneider, M.R. Sawaya. Oxford University Press, USA, 2006. – 213 p. 3. Sheldrick G.M. <i>Crystal structure refinement with SHELXL</i> / G.M. Sheldrick // <i>Acta Cryst. C.</i> – 2015. – V. 71, №. 1. – P. 3–8. 4. Palatinus L. <i>SUPERFLIP – a computer program for the solution of crystal structures by charge flipping in arbitrary dimensions</i> / L. Palatinus, G. Chapuis // <i>J. Appl. Crystallogr.</i> – 2007. – V. 40, №. 4. – P. 786–790. 5. <i>CrysAlisPro, Version 1.171. 37.33 (release 27-03-2014 CrysAlis171.NET).</i> Agilent Technologies. Yarnton □: England : 2014. Допоміжна: 1. Dolomanov O. V. <i>OLEX2: a complete structure solution, refinement and analysis program</i> / O. V. Dolomanov, L.J. Bourhis, R.J. Gildea, J.A.K. Howard, H. Puschmann // <i>J. Appl. Crystallogr.</i> – 2009. – V. 42, №. 2. – P. 339–341. 2. <i>SHELXL-97. Program for the structure refinement.</i> University of Gottingen: Germany, 1997. 3. Sheldrick G.M. <i>SHELXT – Integrated space-group and crystal-structure determination</i> / G.M. Sheldrick // <i>Acta Cryst. A.</i> – 2015. – V. 71, №. 1. – P. 3–8. 4. Kraus W. <i>POWDER CELL – a program for the representation and manipulation of crystal structures and calculation of the resulting X-ray powder patterns</i> / W. Kraus, G. Nolze // <i>J. Appl. Crystallogr.</i> – 1996. – V. 29, №. 3. – P. 301–303. 5. Masciocchi N. <i>The contribution of powder diffraction methods to structural coordination chemistry</i> / N. Masciocchi, A. Sironi // <i>J. Chem. Soc. - Dalt. Trans.</i> – 1997. – V. 14, №. 24. – P. 4643–4650. 6. Akselrud L. <i>WinCSD □: software package for crystallographic calculations (Version 4)</i> / L. Akselrud, Y. Grin // <i>J. Appl. Crystallogr.</i> – 2014. – V. 47, №. 2. – P. 803–805.	Визначення дифракційного групи з масиву даних	лютий
2	Тема 2. Точкові та просторові групи симетрії..	Лекції, практичне заняття		Визначення абсолютної симетрії деяких сполук	березень
3	Тема 3. Характеристика методів монокристалу та порошку.	Лекції, практичне заняття		Визначення структури на основі монокристалічних даних	березень
4	Тема 4. Закони погашень дифракційних променів. Визначення дифракційної групи.	Лекції, практичні заняття		Уточнення структури методом найменших квадратів	березень
5-6	Тема 5. Встановлення просторової групи симетрії.	Лекції, практичні заняття		Аналіз дифрактограми полікристалічного зразка	квітень
7-8	Тема 6. Структурна амплітуда, структурний фактор.	Лекції, практичні заняття		Ознайомлення із сучасним програмним забезпеченням для розшифровки кристалічних структур	квітень
9-10	Тема 7. Уточнення структури методом найменших квадратів.	Лекції, практичні заняття		Ознайомлення із сучасним програмним забезпеченням для розшифровки	травень

			7. Carvajal J.R. Recent development of the Program FULLPROF / J.R. Carvajal // <i>Comm. Powder Diffr. (IUCr), Newsl.</i> – 2001. – V. 26. – P. 12–19. 8. STOE WinXPOW Version 3.03 Stoe Cie GmbH. Darmstadt – 2010.	кристалічних структур	
11	Тема 8. Особливості дослідження структури полікристалічних зразків	Лекції, практичні заняття	9. <i>International Tables for Crystallography</i> / ed. M. I. Aroyo. – Chester, England : International Union of Crystallography, 2016. ***Інформаційні ресурси:	Аналіз структурних даних	травень
12-13	Тема 9. Збір та інтерпретація даних експерименту на сучасних дифрактометра	Лекції, практичні заняття	10. [Електронний ресурс] http://www.iucr.org 11. [Електронний ресурс] http://it.iucr.org 12. [Електронний ресурс] http://www.olexsys.org		
14-15	Тема 10. Отримання дифракційного масиву за низьких температур.	Лекції, практичні заняття	13. [Електронний ресурс] http://wincsd.eu 14. [Електронний ресурс] https://www.platonsoft.nl/platon/ 15. [Електронний ресурс] http://shelx.uni-ac.gwdg.de/		
16	Тема 11. Аналіз структурної інформації	Лекції, практичні заняття	16. [Електронний ресурс] https://www.ill.eu/sites/fullprof/ 17. [Електронний ресурс] https://www.rigaku.com/products/smc/crysalis 18. [Електронний ресурс] http://www.stoe.com		