

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
ВЫСШАЯ ШКОЛА ЭКОНОМИКИ

Факультет физики

Лабораторная работа

«Монокристалльный рентгеноструктурный анализ»

Работу выполнил студент 3 курса
Захаров Сергей Дмитриевич



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ

Москва
2020

Содержание

1. Цель работы	2
2. Метрика качества	2
3. Выполнение работы	2
4. Вывод	3

1. Цель работы

Перед выполнением работы была поставлена следующая задача: при наличии экспериментального массива данных, а также некоторой дополнительной информации о химической формуле исследуемого соединения, определить структуру вещества с помощью пакета WinGX.

2. Метрика качества

Для определения того, насколько смоделированная нами структура совпадает с тем, что было предоставлено в качестве реальных данных, в работе использовалась метрика, носящая названия **R-фактора**:

$$R = \frac{\sum ||F_{\text{obs}}| - |F_{\text{calc}}||}{\sum |F_{\text{obs}}|} \quad (1)$$

Здесь F — структурный фактор, который согласно [1] задается как:

$$F_{\text{hkl}} = \sum_{j=1}^{j=A} f_j \exp[2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)] \quad (2)$$

В свою очередь, здесь x_j, y_j, z_j — координаты j -ого атома в долях параметра, hkl — индексы отражения, f_j — атомный фактор j -ого атома, A — число атомов в элементарной ячейке.

Индексы obs и calc в (1) следует читать как "наблюдаемый" и "смоделированный" соответственно.

3. Выполнение работы

Сразу же оговоримся, что согласно предоставленным нам данным исследуемым образцом была сахароза. Ее химическая структура необходима для дальнейшей работы и представлена на рисунке 1.

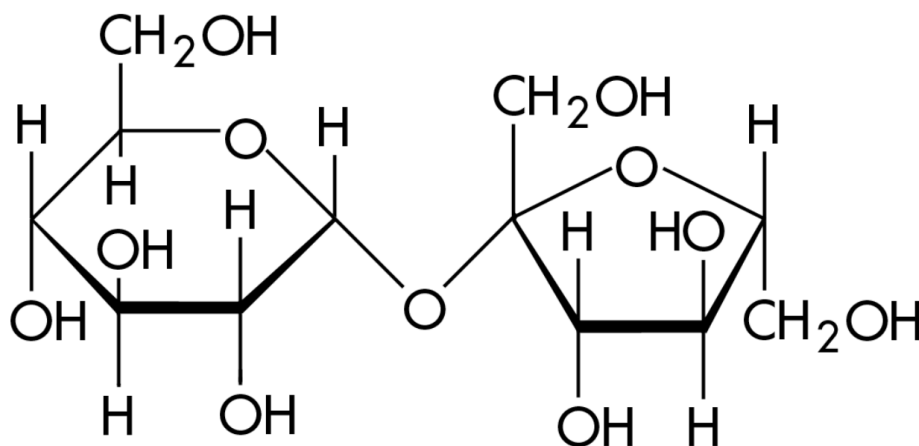


Рис. 1. Химическая структура сахарозы

Для проверки на симметрию и для определения пространственной группы образца последовательно нажмем:

MODEL → PRELIM → E-STATISTICS

MODEL → PRELIM → Assign SpaceGroup → OK

Программа отнесла образец к пространственной группе $P2_1$, что, собственно, соответствует данным для сахарозы, которые нам удалось найти.

После этого было получено решение структуры для наших данных посредством нажатия:

SOLVE → SHELXL-97 → Direct → OK

Передвижением ползунка "Percentage Q peaks" было достигнуто удаление всех лишних атомов, которые приписала программа в попытке, вероятно, расположить атомы водорода. Получив картину, похожую на структуру сахарозы [1](#), были выделены и подписаны все атомы углерода и кислорода, после чего полученная структура была сохранена посредством нажатия кнопки "Save INS file". Следующим этапом стало добавление соответствующих атомов водорода после уточнения программой структуры. Для этого было принято во внимание, что в структуре присутствуют водороды, являющиеся частью -ОН группы, а также метина и метилена. Они были также добавлены в моделируемую нами структуру посредством нажатия:

Model → Add Hydrogen → [необходимая группа]

После очередного уточнения получаем интересующее нас изображение сахарозы, представленное на рисунках [2](#), [3](#).

Согласно выводу программы, мы получили R-фактор, равный $R = 0.0702$ (см. рисунок [4](#)).

4. Вывод

- Было установлено, что данный нам образец принадлежит к пространственной группе $P2_1$, что, с учетом того, что объект — сахароза, соответствует реальности.
- Была смоделирована структура сахарозы на основании предоставленных данных с итоговым $R = 0.0702$.

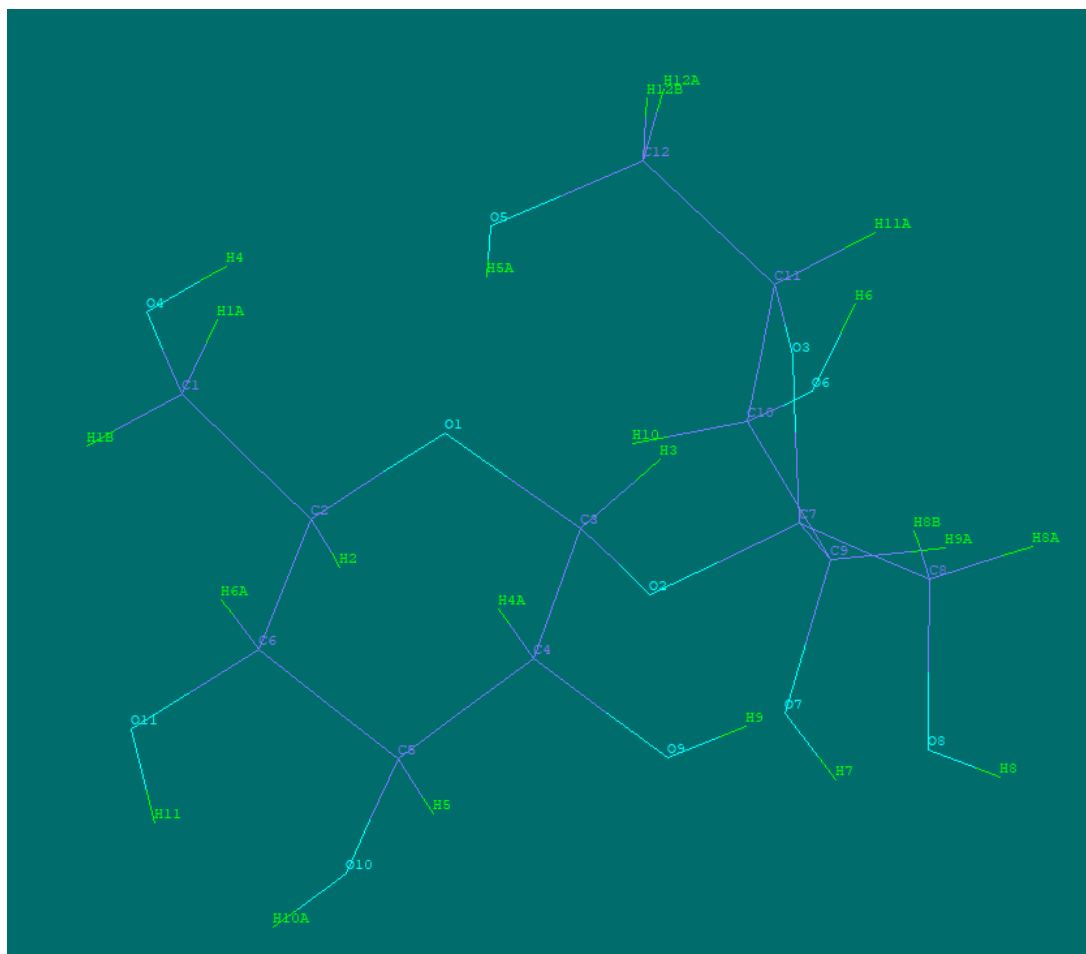


Рис. 2. Смоделированная структура сахарозы, вид (а)

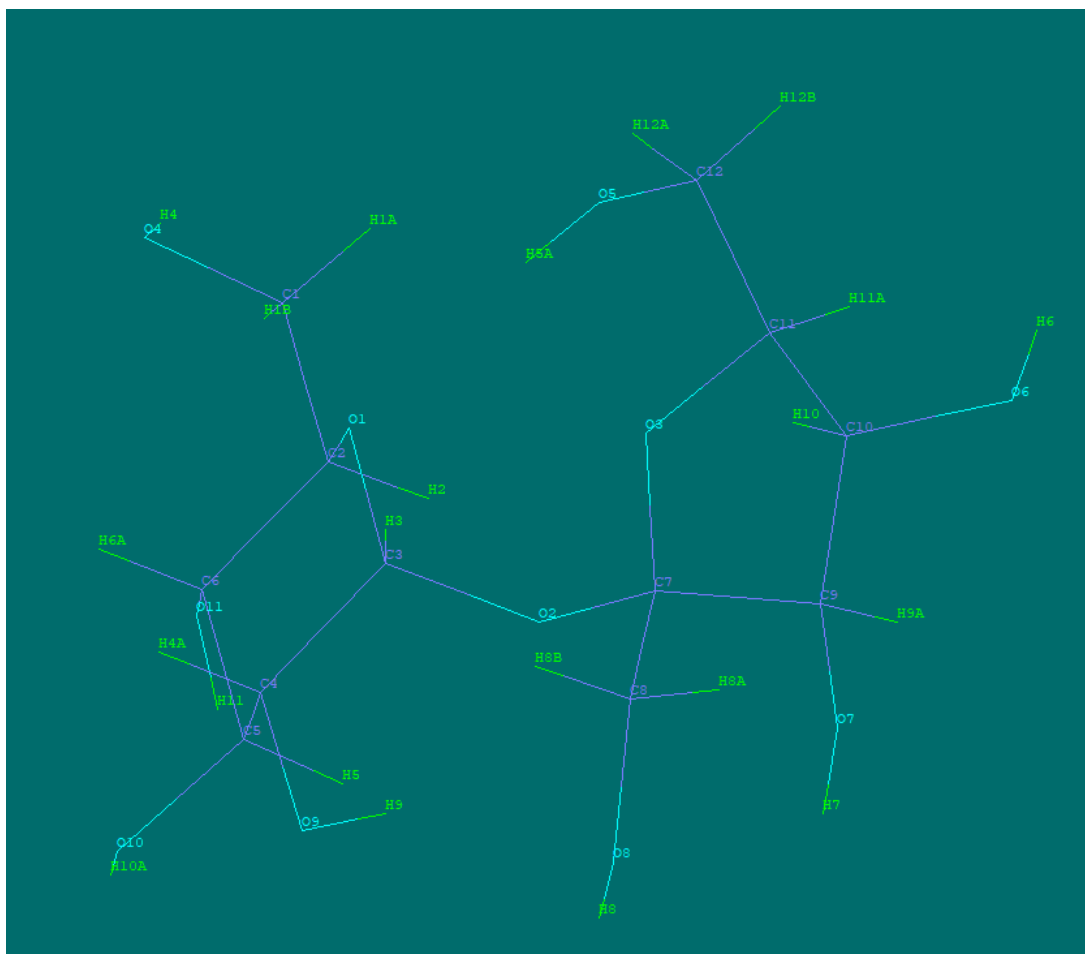


Рис. 3. Смоделированная структура сахарозы, вид (b)

```

Goof = S = 1.351; Restrained Goof = 1.350 for 1 restraints
Mean shift/su = 0.367 Maximum = -1.844 for U13 C7 at 15:31:48
Max. shift = 0.008 A for C1 Max. dU = -0.002 for C12
wR2 = 0.2052 before cycle 4 for 2412 data and 208 / 208 parameters
Goof = S = 1.326; Restrained Goof = 1.326 for 1 restraints
Mean shift/su = 0.140 Maximum = 0.722 for U11 O7 at 15:31:48
Max. shift = 0.003 A for C3 Max. dU = 0.001 for C8
wR2 = 0.2487 before cycle 5 for 3175 data and 2 / 208 parameters
Goof = S = 1.421; Restrained Goof = 1.421 for 1 restraints
R1 = 0.0813 for 2412 Fo > 4sig(Fo) and 0.1107 for all 3175 data
wR2 = 0.2487, Goof = S = 1.421, Restrained Goof = 1.421 for all data

** Extinction (EXTI) or solvent water (SWAT) correction may be required **

R1 = 0.0822 for 1615 unique reflections after merging for Fourier
Highest peak 0.65 at 0.4755 0.0800 0.6730 [ 0.99 A from C3 ]
Deepest hole -0.47 at 0.5023 0.1153 0.3200 [ 0.92 A from C6 ]

*****
+ 3 finished at 15:31:48 Total CPU time: 0.5 secs +
*****

When refining structures with SHELXL-97 please quote the following reference:

G. M. Sheldrick (2008) Acta Cryst., A64, 112-122.

*****
+ SHELXL-97 - CRYSTAL STRUCTURE REFINEMENT - WinGX VERSION +
+ Copyright(C) George M. Sheldrick 1993-7 Release 97-2 +
+ 3 started at 15:35:34 on 02-Dec-2020 +
*****

Read instructions and data - 3.hkl
Data: 3175 unique, 763 suppressed R(int) = 0.0559 R(sigma) = 0.0798
Systematic absence violations: 0 Bad equivalents: 28
wR2 = 0.1962 before cycle 1 for 2412 data and 208 / 208 parameters
Goof = S = 0.988; Restrained Goof = 0.988 for 1 restraints
Mean shift/su = 0.880 Maximum = 3.334 for x 05 at 15:35:34
Max. shift = 0.017 A for O10 Max. dU = -0.003 for C2
wR2 = 0.1782 before cycle 2 for 2412 data and 208 / 208 parameters
Goof = S = 0.896; Restrained Goof = 0.896 for 1 restraints
Mean shift/su = 0.321 Maximum = -1.141 for x C2 at 15:35:34
Max. shift = 0.006 A for O10 Max. dU = -0.001 for C12
wR2 = 0.1768 before cycle 3 for 2412 data and 208 / 208 parameters
Goof = S = 0.889; Restrained Goof = 0.889 for 1 restraints
Mean shift/su = 0.043 Maximum = 0.208 for U13 O9 at 15:35:34
Max. shift = 0.001 A for C2 Max. dU = 0.000 for O10
wR2 = 0.1768 before cycle 4 for 2412 data and 208 / 208 parameters
Goof = S = 0.889; Restrained Goof = 0.888 for 1 restraints
Mean shift/su = 0.011 Maximum = 0.063 for OSF at 15:35:34
Max. shift = 0.000 A for O11 Max. dU = 0.000 for C8
wR2 = 0.2419 before cycle 5 for 3175 data and 2 / 208 parameters
Goof = S = 1.088; Restrained Goof = 1.088 for 1 restraints
R1 = 0.0686 for 2412 Fo > 4sig(Fo) and 0.0988 for all 3175 data
wR2 = 0.2419, Goof = S = 1.088, Restrained Goof = 1.088 for all data

** Extinction (EXTI) or solvent water (SWAT) correction may be required **

R1 = 0.0702 for 1615 unique reflections after merging for Fourier
Highest peak 0.56 at 0.3968 0.4823 0.1774 [ 0.08 A from O2 ]
Deepest hole -0.50 at 0.3001 0.5102 0.8837 [ 0.18 A from H7 ]

*****
+ 3 finished at 15:35:35 Total CPU time: 0.5 secs +
*****

When refining structures with SHELXL-97 please quote the following reference:

G. M. Sheldrick (2008) Acta Cryst., A64, 112-122.

```

Рис. 4. К полученному *R*

Список литературы

- [1] Рентгendifракционные методы изучения структуры монокристаллов, поликристаллических и аморфных материалов