

**Практические работы по курсу  
«Кристаллохимия и рентгеноструктурный анализ»**

**Работа 1. Экспериментальное получение рентгендифракционных данных**

*Задача работы:* Получение экспериментальных рентгендифракционных данных от реального кристалла.

*Необходимое оборудование и материалы:* кристаллические образцы, микроскоп, инструменты для отбора кристаллов, рентгеновский дифрактометр с управляющим компьютером.

*Необходимые программы:* CrysAlis.

*Этапы работы:*

1. Отбор кристалла, пригодного для рентгеноструктурного исследования.
2. Определение параметров элементарной ячейки, сингонии, возможных элементов симметрии кристалла.
3. Обмер и индексирование граней кристалла.
4. Получение дифракционной картины (съемка эксперимента)
5. Первичная обработка экспериментальных данных (точное определение параметров ячейки, интегрирование, внесение поправки на поглощение)

*Отчет о выполнении работы:*

Отчет должен включать:

1. Информацию о кристалле включая его фото, размеры, индцированные грани.
2. Экспериментально определенные параметры ячейки, сингонию, возможные решетки Бравэ и пространственные группы.
3. Параметры съемки эксперимента (количество фреймов, и серий фреймов, время экспозиции, расстояние до детектора, частоту измерения контрольных фреймов расчетное время продолжительности эксперимента)
4. Коэффициенты поглощения.
5. Шифр кристалла и название полученных файлов.

## **Работа 2. Расшифровка и уточнение кристаллической структуры**

*Задача работы:* Определение структуры неизвестного вещества

*Необходимое оборудование и материалы:* компьютер, лист бумаги, ручка и стул для сидения.

*Необходимые программы:* XPREP, XS, XL, XP, Mercury, WinGX

*Этапы работы:*

1. Определение решетки Бравэ и пространственной группы симметрии. Подготовка входных файлов для программ расшифровки.
2. Расшифровка структуры прямыми методами.
3. Уточнение структуры в изотропном и анизотропном приближении.
4. Определение положений атомов водорода.
5. Окончательное уточнение структуры.

*Отчет о выполнении работы:*

Отчет должен включать:

1. Шифр структуры и названия файлов.
2. Статистику систематических погасаний для имеющихся элементов симметрии, E-статистику для центра симметрии, пространственную группу симметрии.
3. Величины  $E_{\min}$ , CFOM, R(E) для расшифрованной структуры.
4. Описание методов определения положения и уточнения атомов водорода.
5. Окончательные значения факторов расходимости, показатель добротности, соотношения числа наблюдаемых отражений к числу уточняемых параметров, интервал погрешностей в геометрических параметрах структуры.
6. Химическая формула соединения.

### **Работа 3. Анализ молекулярной структуры.**

*Задача работы:* Определение особенностей строения и внутримолекулярных взаимодействий по данным РСА.

*Необходимое оборудование и материалы:* компьютер, лист бумаги, ручка и стул для сидения.

*Необходимые программы:* XP, Mercury, WinGX

*Этапы работы:*

1. Анализ длин связей и сравнение их со средними значениями. Нахождение укороченных и удлиненных связей.
2. Определение конформации циклов и заместителей. Определение отклонения атомов от плоскостей.
3. Поиск внутримолекулярных водородных связей и определение их характеристик.
4. Поиск укороченных внутримолекулярных контактов.

*Отчет о выполнении работы:*

Отчет должен включать:

1. Шифр структуры и названия файлов.
2. Химическую формулу соединения.
3. Перечень укороченных и удлиненных связей и их средние значения.
4. Описание конформации циклов и их количественные характеристики (отклонения атомов от плоскостей).
5. Описание ориентации заместителей.
6. Перечень и характеристики внутримолекулярных водородных связей.
7. Перечень укороченных внутримолекулярных контактов и сумм соответствующих вандерваальсовых радиусов.

#### **Работа 4. Анализ кристаллической структуры.**

*Задача работы:* Определение характера упаковки молекул в кристаллах и особенностей межмолекулярных взаимодействий.

*Необходимое оборудование и материалы:* компьютер, лист бумаги, ручка и стул для сидения.

*Необходимые программы:* XP, Mercury, WinGX

*Этапы работы:*

1. Определение основных структурных мотивов упаковки молекул в кристаллах (слои, каркасы, цепочки, димеры и т.д.).
2. Нахождение межмолекулярных специфических взаимодействий (водородные связи, стэкинг взаимодействия галогенные связи, дополнительная координация и др.) и определение их характеристик.
3. Определение расположения операций симметрии в кристаллах.
4. Поиск укороченных межмолекулярных контактов.

*Отчет о выполнении работы:*

Отчет должен включать:

8. Шифр структуры и названия файлов.
9. Химическую формулу соединения.
10. Описание характера упаковки молекул в кристалле, структурной единицы упаковки, операций симметрии связывающих молекулы в структурной единице упаковки (каркас, слой, цепочка, димер и пр.)
11. Перечень и характеристики межмолекулярных взаимодействий в кристалле (водородные, галогенные связи, стэкинг и т.д.).
12. Перечень укороченных межмолекулярных контактов и сумм соответствующих вандерваальсовых радиусов.

## **Работа 5. Поиск в Кембриджском банке структурных данных.**

*Задача работы:* Проведение различных типов поисков в КБСД и анализ полученных данных.

*Необходимое оборудование и материалы:* компьютер, лист бумаги, ручка и стул для сидения.

*Необходимые программы:* ConQuest, Mercury, Adobe Acrobat, VISTA

*Этапы работы:*

1. Подготовка запроса по фрагменту. Поиск, просмотр и выдача результатов поиска.
2. Подготовка запроса по текстовому полю (автор, название соединения). Поиск, просмотр и выдача результатов поиска.
3. Подготовка запроса по кристаллографическим данным (параметры ячейки, пространственная группа). Поиск, просмотр и выдача результатов поиска.
4. Задание табулирования геометрических параметров при поиске. Статистический анализ результатов поиска. Распределение геометрических параметров по величинам. Нахождение средних величин параметров. Поиск структур с максимальными отклонениями от среднего значения.
5. Взаимосвязь между геометрическими параметрами. Построение скаттерграмм. Нахождение коэффициентов корреляции между геометрическими параметрами.

*Отчет о выполнении работы:*

Отчет должен включать:

1. Шаблон, использованный для поиска (химическая формула фрагмента, фамилия автора, кристаллографические параметры и т.д.) для поиска
2. Количество найденных соединений.
3. Табулируемые геометрические параметры.
4. Количество максимумов в распределении табулируемых параметров по величинам.
5. Средние значения геометрических параметров для каждого из максимумов.
6. Химическая формула соединений с максимальными отклонениями величин геометрических параметров от средних.
7. Коэффициент корреляции между двумя геометрическими параметрами.
8. Химические формулы соединений с максимальными отклонениями величин геометрических параметров от линейной зависимости.