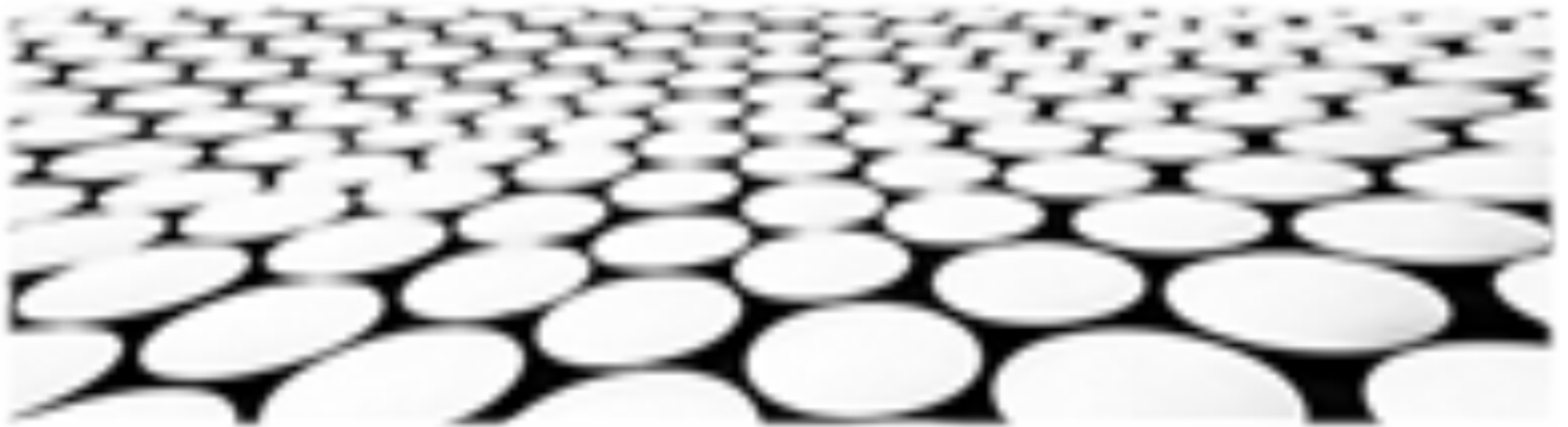


单晶X射线衍射测定分子构型





目录页

Contents Page

1. 单晶X射线衍射原理
2. 样品制备与衍射数据收集
3. 结构求解与精修
4. 晶体对称性和空间群分析
5. 分子构型的可视化和表征
6. 手性分子的绝对构型测定
7. 晶体缺陷和无序结构的影响
8. 单晶X射线衍射在分子科学中的应用



单晶X射线衍射原理



单晶X射线衍射原理

X射线的基本性质

1. X射线是一种高能电磁波，波长范围从纳米到皮米（ $10^{-9} \sim 10^{-12}$ 米）。
2. X射线具有很强的穿透力，能够穿透物质并在原子核附近发生散射。
3. X射线的波长与物质中原子序数的大小成反比，原子序数越大，X射线的波长越短。

X射线衍射

1. 当X射线照射到晶体时，会因晶体中原子周期性排列而发生衍射。
2. 衍射光线的方向和强度取决于晶体中原子排布的周期性和对称性。
3. 利用衍射光线的强度分布，可以反推出晶体中原子排列的结构。



单晶X射线衍射原理



单晶X射线衍射测定

1. 单晶X射线衍射测定是通过使用单一的晶体作为衍射样品，获得衍射数据。
2. 单晶X射线衍射数据可以用来确定分子的键长、键角和分子构型。
3. 单晶X射线衍射测定在结构化学、药物设计和材料科学等领域有着广泛的应用。

晶体生长

1. 为了进行单晶X射线衍射测定，需要制备高质量的单晶。
2. 晶体生长方法包括：溶液法、气相法和熔体法。
3. 晶体的质量和尺寸会影响衍射数据的质量。



衍射数据收集

1. 衍射数据收集过程包括选择适当的X射线源、设置几何条件和曝光时间。
2. X射线衍射仪器可以自动收集衍射数据，提高数据收集效率。
3. 衍射数据质量会影响晶体结构的解析结果。

晶体结构解析

1. 晶体结构解析的目标是利用衍射数据确定分子构型和原子排列。
2. 晶体结构解析过程包括：相位问题求解、原子坐标精修和分子构型的确定。
3. 晶体结构解析软件可以辅助完成晶体结构解析过程，提高效率和准确性。



样品制备与衍射数据收集



■ 主题名称：选择和制备结晶样品

1. 结晶样品选择：选择合适的溶剂、温度和方法结晶出适合衍射的样品，如大小、形状和纯度。
2. 晶体大小和形状：晶体应足够小以减少吸收效应，形状应规则以获得高质量衍射。
3. 晶体纯度：杂质会干扰衍射模式，因此样品必须纯化至足够水平。

■ 主题名称：晶体安装和对准

1. 晶体安装：使用细玻璃毛细管或环氧树脂将晶体固定在显微镜的载物台上。
2. 晶体对准：调整晶体使衍射束入射到晶体的主要晶面，优化衍射强度和分辨率。



结构求解与精修



■ 相位求解

1. 直接方法：利用点群对称性，从观测结构因子中确定相位。
2. Patterson方法：将观测结构因子转换为 Patterson图，其中峰值表示原子对的矢量和。
3. 分子置换：将未知结构与已知结构进行配准，从而推导出相位。

■ 结构精修

1. 全最小二乘法：最小化观测结构因子与计算结构因子的差的平方的总和。
2. 差异傅里叶合成：利用观测和计算结构因子之间的差异来识别残余电子密度。
3. 模型修正：基于差异傅里叶合成，对分子构型进行微调，从而提高结构精度。

■ 约束和先验知识

1. 几何约束：施加键长、键角和扭转角的限制条件，以提高精修的稳定性。
2. 化学先验：利用已知的化学键价、键长和几何构型，指导结构精修。
3. 密度约束：将电子密度的约束条件加入精修过程，以提高模型的物理意义。

■ 异常散射

1. 单波长异常散射：利用重原子对异常散射效应来确定原子位置。
2. 多波长异常散射：使用不同波长的 X 射线来增强异常散射信号。
3. 同步辐射技术：提供高亮度和可调波长的 X 射线，促进异常散射技术的应用。



晶体对称性和非晶序

1. 晶体对称性：利用晶体的对称性来简化结构求解和精修。
2. 非晶序：研究非晶材料的结构，如玻璃和液体，利用散射技术和计算建模。
3. 介观结构：分析介观材料的结构，如纳米材料和生物分子复合物。

结构验证和精度评估

1. 傅里叶差图：评估结构模型与观测数据的一致性。
2. 晶体学 R 值：衡量结构精修的整体质量。
3. 邦德验证度：检查键长、键角和扭转角的合理性。





晶体对称性和空间群分析



晶体对称性分析

1. 晶体对称性是指晶体在空间中具有特定的对称操作，如：平移、旋转、反射和螺旋。
2. 晶体中的对称元素包括：对称轴、对称面和对称心。
3. 晶体的对称性可以通过点群和空间群来描述，它们分别是晶体的点状对称性和空间对称性的描述。

空间群分析

1. 空间群是描述晶体对称性的一种方法，它将晶体的对称操作以及晶胞的平移对称性结合在一起。
2. 空间群由 230 个点群和 14 个布拉维格点阵的组合形成。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：
<https://d.book118.com/488071131030006065>