

Практикум по рентгенодифракционным методам исследования

Общее описание

Практикум состоит из двух частей, посвященных монокристалльной и порошковой рентгеновской дифракции соответственно.

В рамках практикума по порошковой рентгеновской дифракции студенты получают представление об устройстве и принципах работы дифрактометра Bruker D8 Advance с зеркалом Гёбеля, участвуют в подготовке образца полипропилена к эксперименту и запуске эксперимента по определению степени кристалличности. Студенты получают представление о различных режимах сканирования, используемых в рентгенодифракционных экспериментах, и учатся правильно выбирать шаг, времени экспозиции и измеряемый диапазон на основании данных грубого предварительного сканирования. Результаты эксперимента интерпретируются с помощью программ Bruker EVA и Bruker TOPAS, студенты проводят поиск образца в базе данных и определяют степень кристалличности полимера методом независимого уточнения пиков.

В рамках практикума по монокристалльной рентгеновской дифракции студенты получают представление о принципах работы с монокристалльным рентгеновским CCD дифрактометром Bruker SMART 1000. Студенты приобретают базовые навыки выбора кристалла для рентгеноструктурного исследования, оптической центрировки кристалла на дифрактометре и проверки качества кристалла (индивидуальность, отражающая способность) по виду дифракционной картины. Студенты проводят индицирование монокристалла с помощью программы Bruker SMART как финальную стадию подготовки к эксперименту, выясняют, как качество кристалла связано с успехом индицирования методом разностных векторов и стабильностью процедуры уточнения параметров элементарной ячейки методом наименьших квадратов. Студенты приобретают навык планирования продолжительности эксперимента исходя из отражающей способности монокристалла. Поскольку эксперимент может занимать неприемлемо долгое для практикума время (демонстрация проводится на реальных образцах кристаллов органических или и металлоорганических соединений, исследуемых в лаборатории в данный момент), процедура расшифровки и уточнения кристаллической структуры демонстрируется на примере массива данных для типичного образца с хорошей отражающей способностью.

Цель:

Дать общее представление о проведении и результатах порошковых и монокристалльных рентгенодифракционных экспериментов. Приобретаемые навыки охарактеризованы в описании эксперимента. Таким образом, при условии полного усвоения материала после прохождения практикума студенты будут обладать навыками, достаточными для проведения соответствующих рентгенодифракционных экспериментов.

Литература:

Пушаровский Д. Ю. Рентгенография минералов — М.: ЗАО «Геоинформмарк», 2000