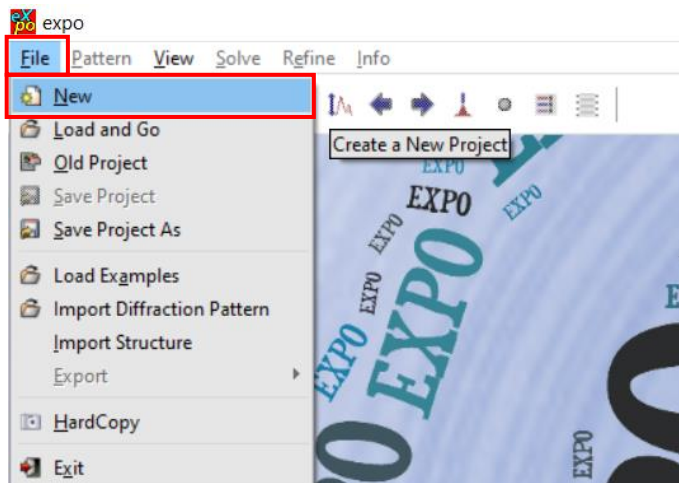


EXPO2014

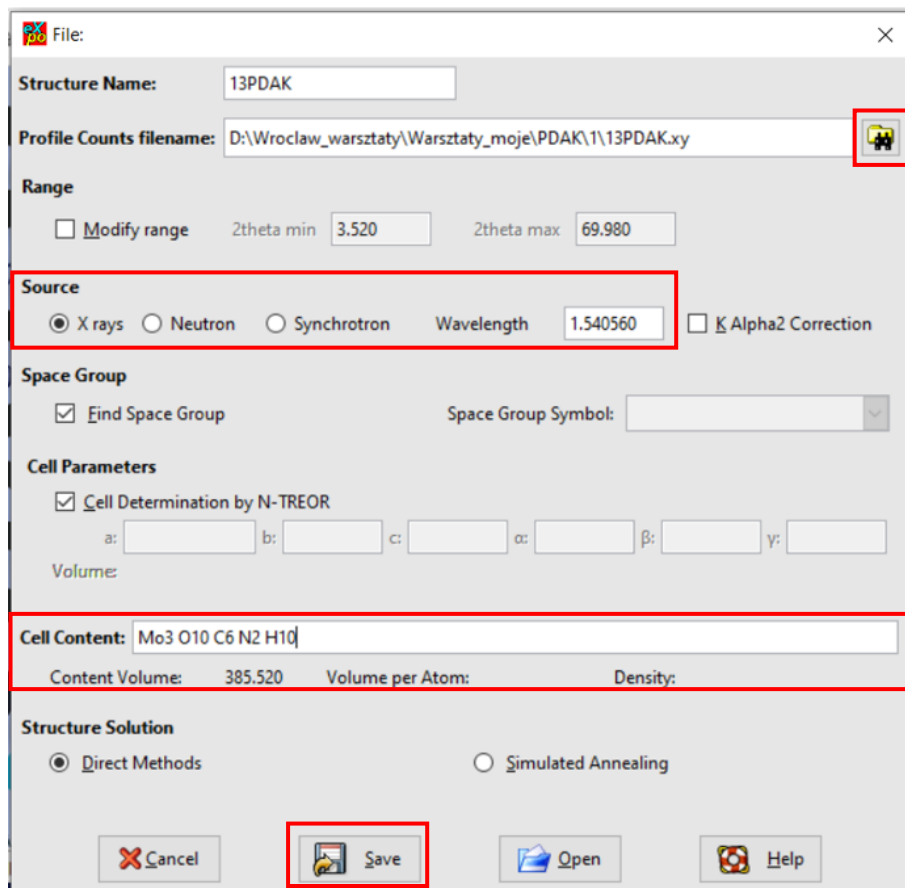
Rozwiązanie struktur krystalicznych z danych proszkowych¹

*W przypadku korzystania z plików z katalogu "HELP" proszę je przenieść/skopiować do katalogu nadrzędnego.

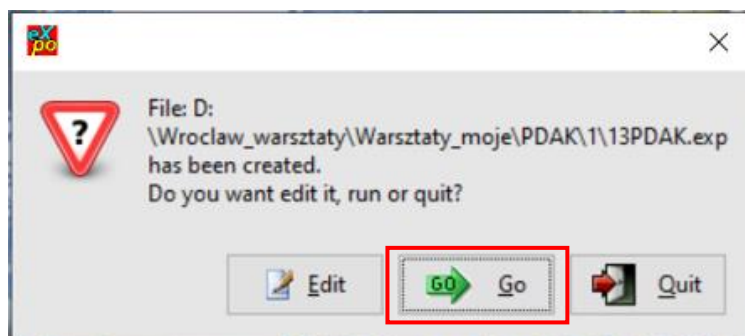
- 1) W programie EXPO2014 utwórz nowe zadanie (*File > New*).



- 2) W polu "Profile Counts filename" za pomocą przycisku z lornetką wyszukaj plik "PDAK.xy". Ścieżka do pliku wprowadzi się automatycznie w puste pole.

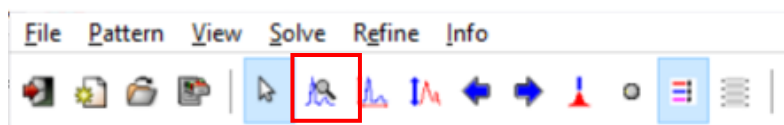


- 3) W sekcji **Source** zaznacz "X rays" i wpisz długość fali 1.54056 (z kropką, nie przecinkiem!).
- 4) Upewnij się, że pola "Modify range" i "K Alpha2 Correction" są odznaczone, a pola "Find Space Group", "Cell Determination" i "Direct Methods" są zaznaczone.
- 5) W Polu "Cell Content" wpisz przewidywany skład związku: *Mo3 O10 C6 N2 H10*
- 6) Zamknij okno (Save) i rozpocznij zadanie (Go).

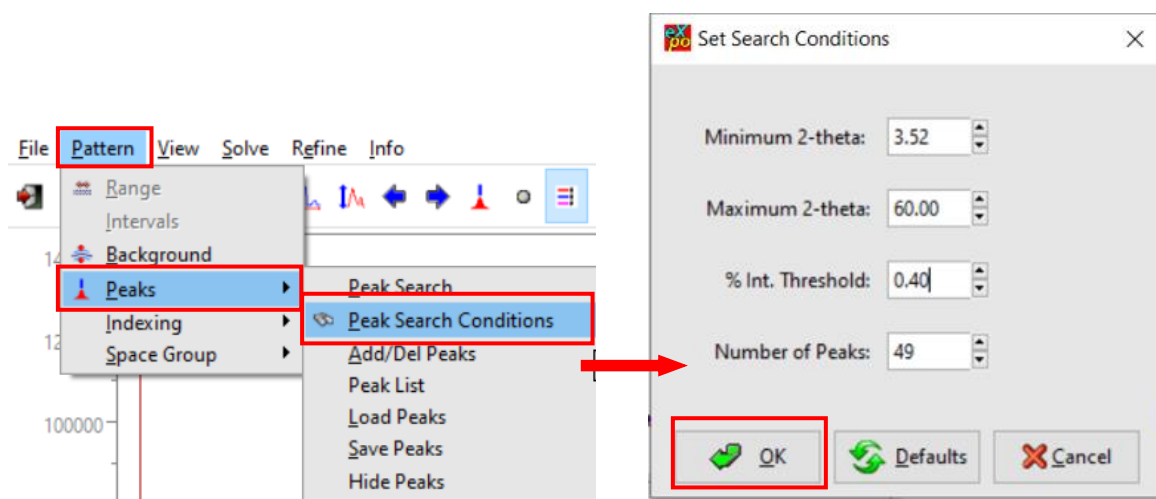


* Aby pominąć (skrócić) dotychczasowe kroki należy załadować (File > Load & Go) plik "13PDak.exp" z katalogu "HELP" (po jego uprzednim przeniesieniu).

- 7) Na pasku narzędzi wybierz lupę i obejrzyj dyfraktogram.



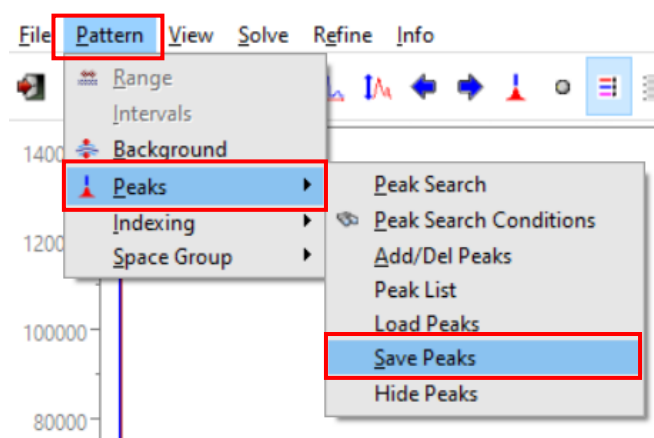
- 8) Przejdź do wyznaczenia położenia maksimów dyfrakcyjnych (Next). Domyślna procedura nie zawsze działa wystarczająco dobrze. W naszym przykładzie nie zaznacza wielu drobnych maksimów w rejonie niskokątowym, a zaznacza zbyt wiele w rejonie wysokokątowym.
- 9) Zmodyfikuj ustawienia wyszukiwania maksimów (Pattern > Peaks > Peak Search Conditions > **Maximum 2-theta** = 60°, **% Int. Threshold** = 0.50, **Number of Peaks** = 49 > OK)



- 10) Dokonaj ręcznej inspekcji dyfraktogramu dodając niezaznaczone maksima i usuwając niewłaściwie przypisane, zwłaszcza w rejonie niskokątowym (Przycisk *Add/Del Peaks* na pasku narzędzi oraz LPM i PPM, a także strzałki przy odpowiednim powiększeniu).



- 11) Dobrze jest zapisać sobie zestaw maksimów na wypadek ewentualnych poprawek (*Pattern > Peaks > Save Peaks > ... > OK*).

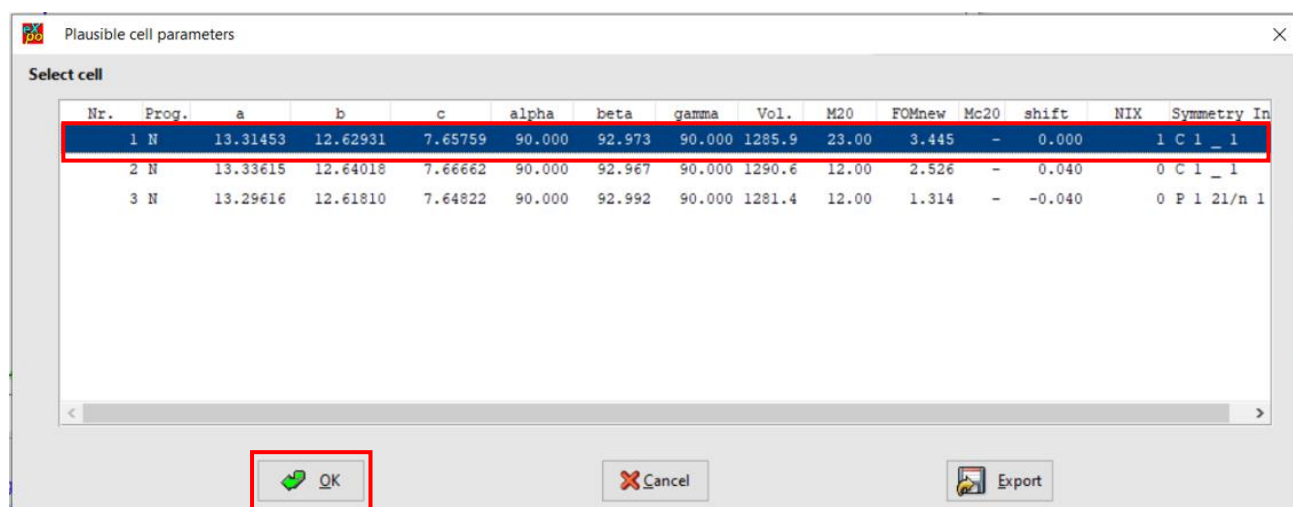


* Można też załadować przygotowane pozycje maksimów z pliku "13PDAKSet.txt" z katalogu "HELP"

- 12) Przystąp do wskaźnikowania (*Next*) i pozwól programowi znaleźć kilka możliwości z umiarkowanym przesunięciem.

- 13) Wybierz najlepszy rezultat kierując się wartością **FOMnew** (jak największa), **M20** (jak największa) i **NIX** (liczba maksimów nieprzypisanych - jak najmniejsza).

Prawidłowy wynik to $a=13.31$, $b=12.63$, $c=7.66$ i $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 92.97^\circ$ (OK).



- 14) Uzupełnij dane o składzie kierując się wiedzą chemiczną, dodatkowymi badaniami i statystyczną wartością objętości na atom inny niż wodór równą ok. 18 \AA^3 (Wprowadź "(Mo3 O10 C6 N2 H10)4" > OK).

Missing Information

Cell Parameters

a: 13.314526 b: 12.629307 c: 7.657589 α : 90.0000 β : 92.97334 γ : 90.0000

Volume: 1285.915

Space Group

☒ Find Space Group

Space Group Symbol: P 2/m

Cell Content: (Mo3 O10 C6 N2 H10)4

Content Volume: 1542.080 Volume per Atom: 15.309 Density: 2.882

OK

- 15) Pozwalamy programowi na przeprowadzenie analizy intensywności i wygaszeń (Next > Next > Next).

- 16) W oparciu o analizę wygaszeń i jak największy parametr Fig. Mer. wybieramy grupę przestrzenną ("C 2/c" > OK > OK). Należy zwrócić uwagę, że grupa wygaszeniowa C 1 c 1 ma mniejsze prawdopodobieństwo niż C 1 _ 1, ale dyfraktogram nie łamie reguł wygaszeń tej pierwszej, a mniejsze prawdopodobieństwo wynika z refleksów nakładających się z pozycją refleksów wygaszonych.

* Aby pominąć (skrócić) dotychczasowe kroki należy załadować (File > Load & Go) plik "13PDAK1.exp" z folderu HELP

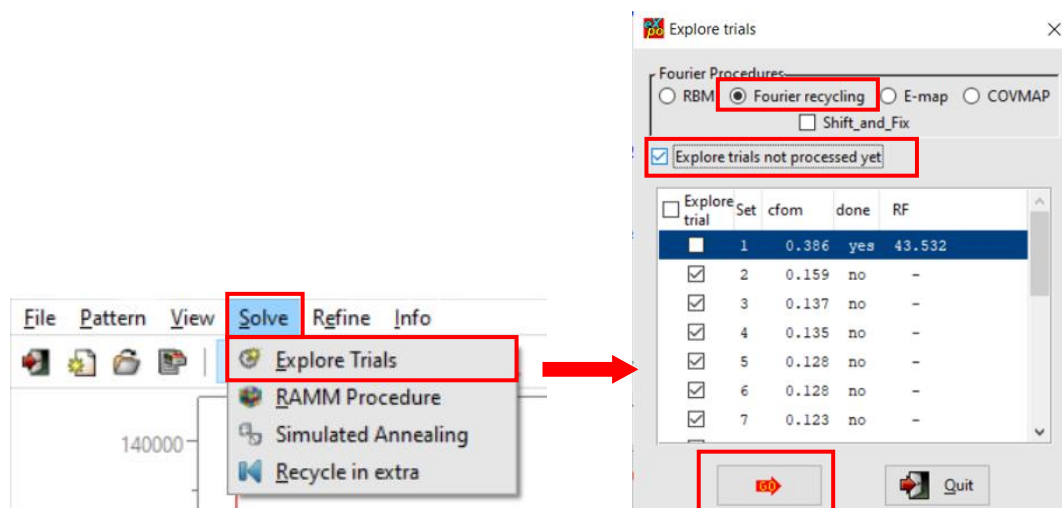
Find space group

Space Group	Extinction symbol	FoM	Nabs	Nasym	No. in CSD	% of CSD	Rank	Chiral
C 2	C 1 - 1	0.513	42	21	6826	0.85	12	yes
C 2/m	C 1 - 1	0.513	42	11	4094	0.51	16	no
C m	C 1 - 1	0.513	42	21	293	0.04	69	no
C 2/c	C 1 c 1	0.318	46	11	67434	8.35	3	no
C c	C 1 c 1	0.318	46	21	8450	1.05	9	no
P 21/a	P 1 21/a 1	0.099	12	21	279041	34.57	1	no
P 21/c	P 1 21/c 1	0.057	9	21	279041	34.57	1	no
P 21/n	P 1 21/n 1	0.049	13	21	279041	34.57	1	no
P 21	P 1 21 1	0.047	2	42	41791	5.18	5	yes

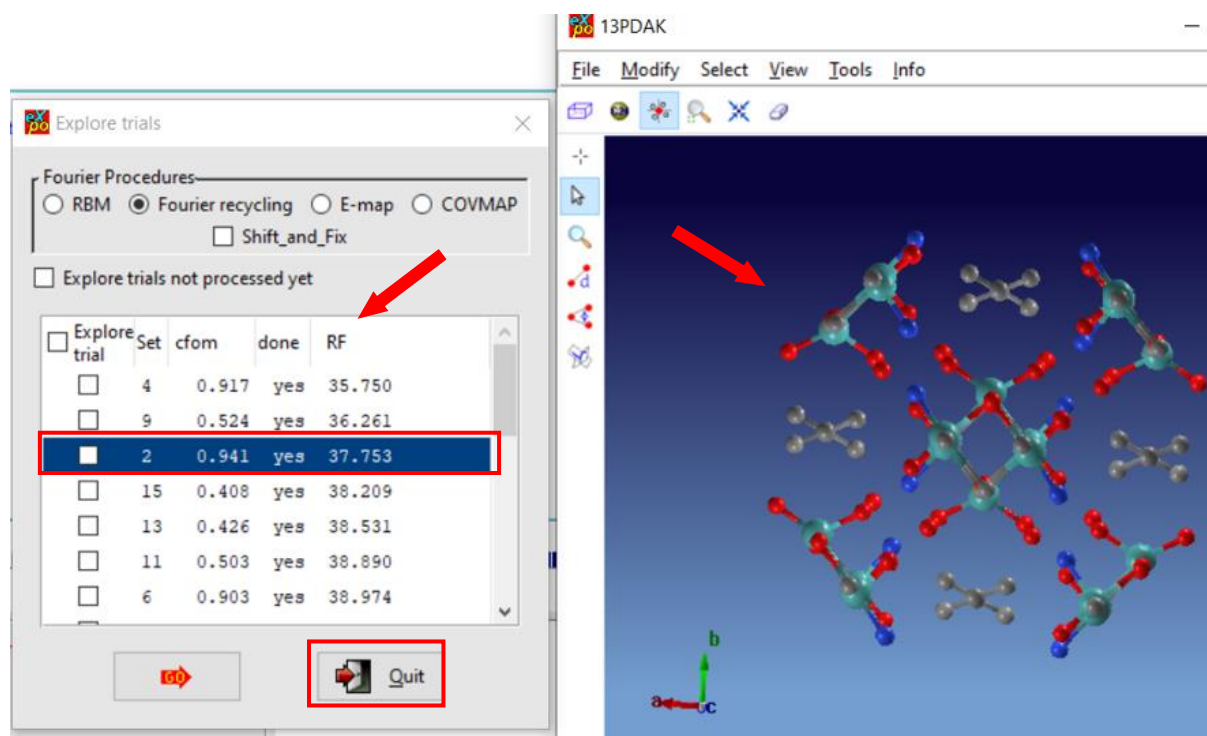
List OK Cancel

Lista wygaszeń

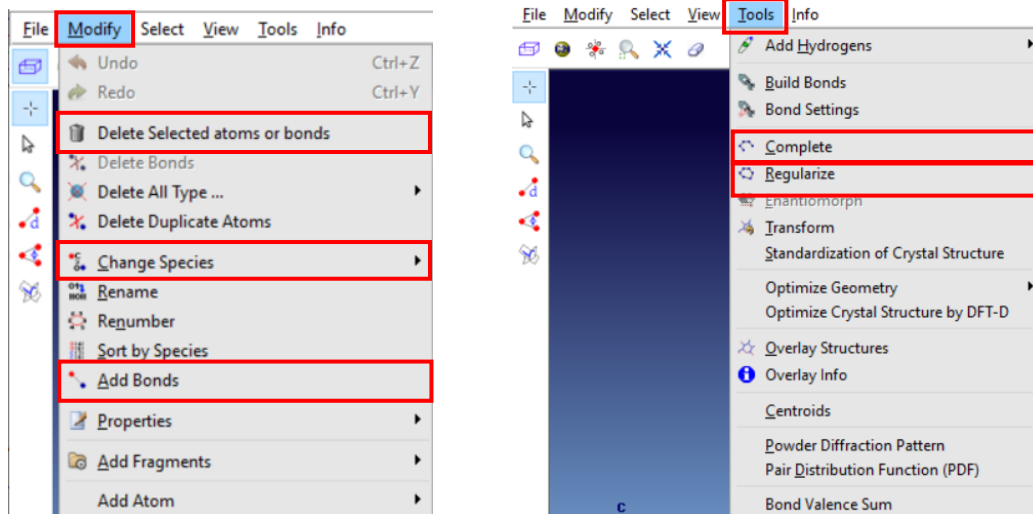
- 17) Przystąp do rozwiązania struktury metodami bezpośrednimi (*Next > Next > Next > Next*) i obejrzyj uzyskany rezultat. Jeśli nie jest zadowalający, sugerujemy przeliczenie rozwiązania dla innych początkowych zestawów faz z największym parametrem **cfom**, a jeśli mamy dużo czasu to wszystkich 20 (*Solve > Explore trials > Explore trials not processed yet (Fourier recycling) > GO*)



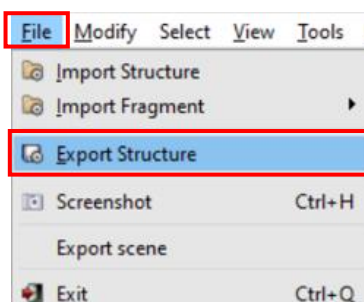
- 18) Wybierz najlepszy model kierując się oceną wizualną i jak najniższą wartością RF (*Quit*)



- 19) Wybrany model należy zmodyfikować ręcznie zgodnie z wiedzą chemiczną. Zmień typy atomowe zaznaczonych atomów (*Modify > Change Species > ...*), usuń nieprawidłowe atomy (*Modify > Delete Selected*), uzupełnij pierścień benzenowy w razie potrzeby (*Tools > Complete oraz Tools > Regularize*)



- 20) Satisfakcjonujący model struktury wyeksportuj do pliku .cif (*File > Export structure > ... > OK*)



¹ A. Altomare, C. Cuocci, C. Giacovazzo, A. Moliterni, R. Rizzi, N. Corriero and A. Falcicchio, (2013). *J. Appl. Cryst.* 46, 1231-1235