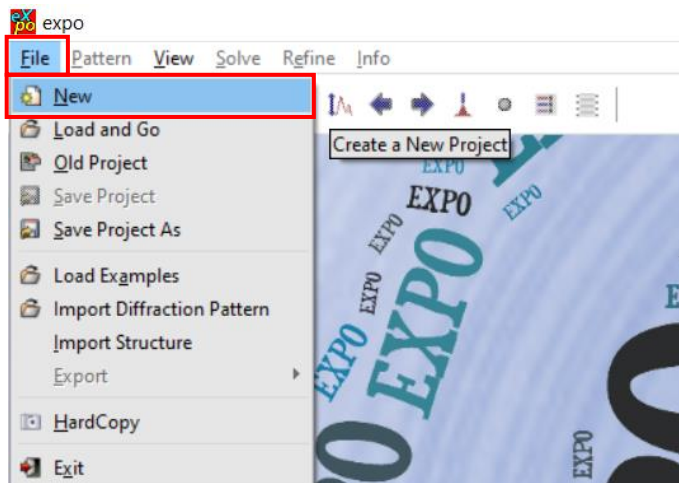


EXPO2014

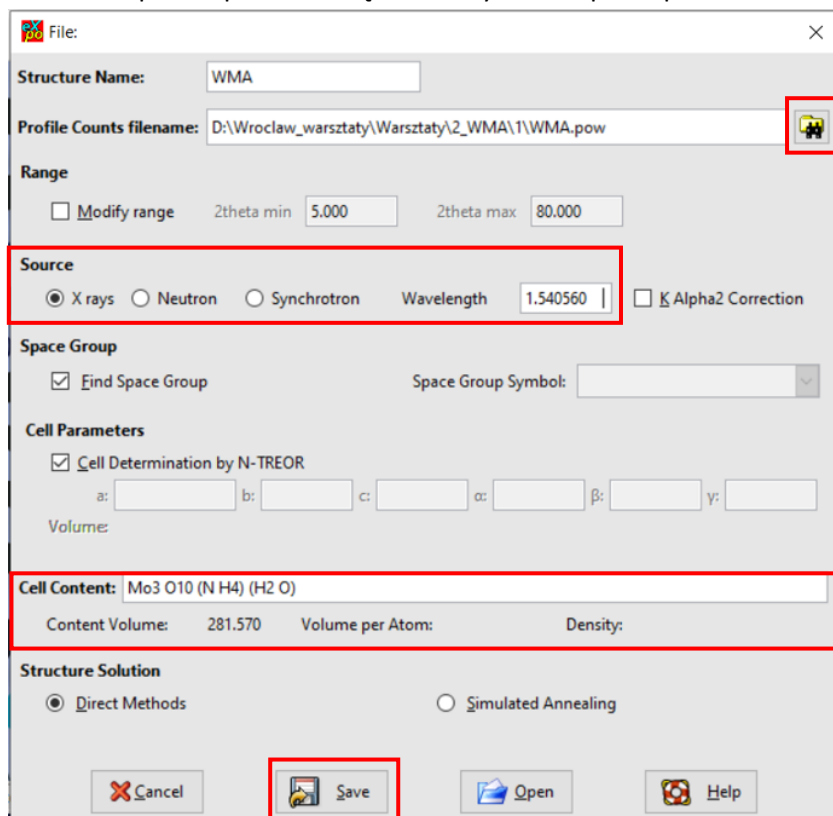
Rozwiązanie struktur krystalicznych z danych proszkowych¹

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

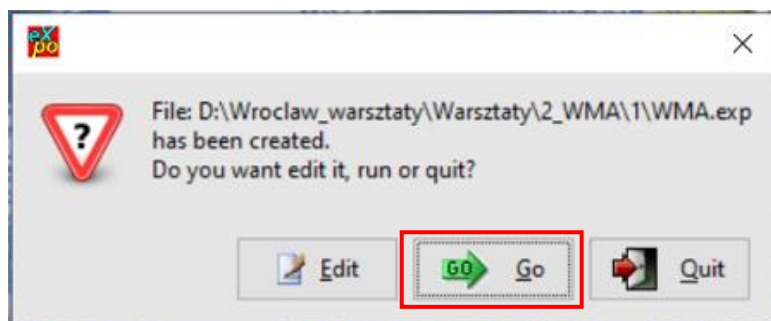
- 1) W programie EXPO2014 utwórz nowe zadanie (File > New).



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

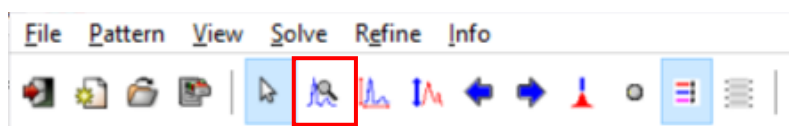


- 3) W sekcji **Source** zaznacz "X rays" i wpisz długość fali 1.54056 (z kropką, nie przecinkiem!).
- 4) Upewnij się, że pola "Modify range" i "K Alpha2 Correction" są odznaczone, a pola "Find Space Group", "Cell Determination" i "Direct Methods" są zaznaczone.
- 5) W Polu "Cell Content" wpisz przewidywany skład związku: *Mo3 O10 (N H4) (H2 O)*
- 6) Zamknij okno (Save) i rozpocznij zadanie (Go).

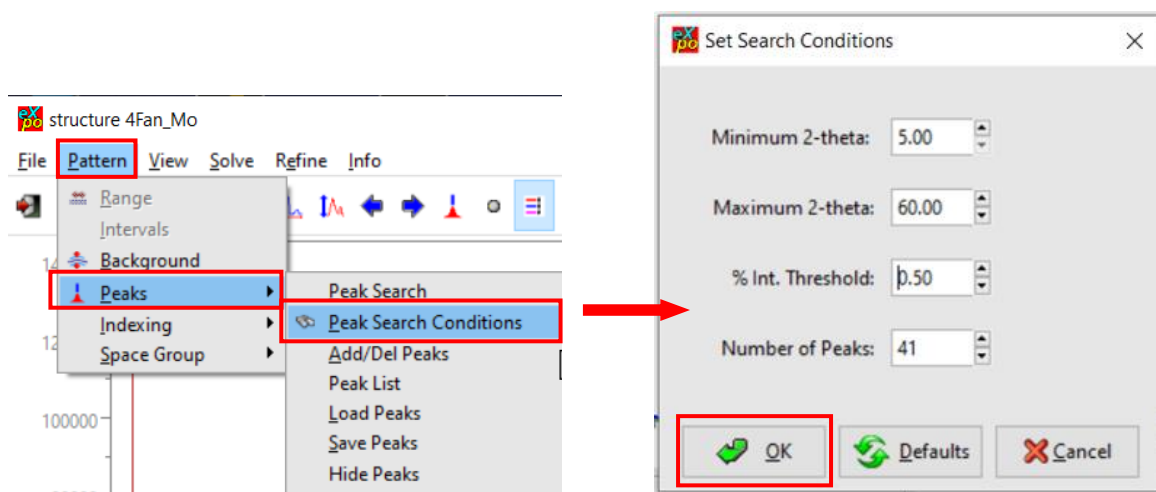


* Aby pominąć (skrócić) dotychczasowe kroki należy załadować (File > Load & Go) plik "WMA.exp" z katalogu "HELP" (po jego uprzednim przeniesieniu).

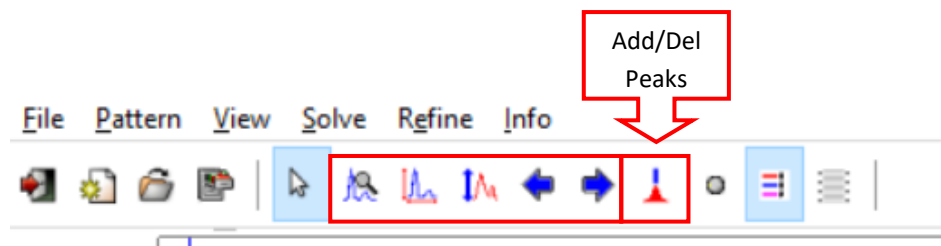
- 7) Na pasku narzędzi wybierz lupę i obejrzyj dyfraktogram.



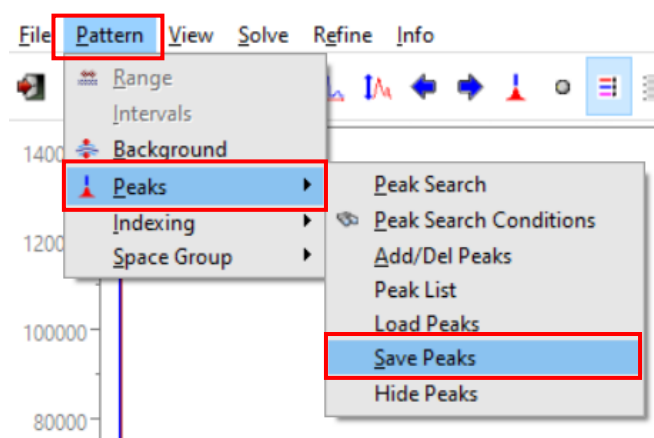
- 8) Przejdź do wyznaczenia położenia maksimów dyfrakcyjnych (Next). Domyślna procedura nie zawsze działa wystarczająco dobrze. W naszym przykładzie nie zaznacza wielu drobnych maksimów w rejonie niskokątowym, a zaznacza zbyt wiele w rejonie wysokokątowym.
- 9) Zmodyfikuj ustawienia wyszukiwania maksimów (*Pattern > Peaks > Peak Search Conditions > Maximum 2-theta = 60°, % Int. Threshold = 0.50, Number of Peaks = 41 > 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).

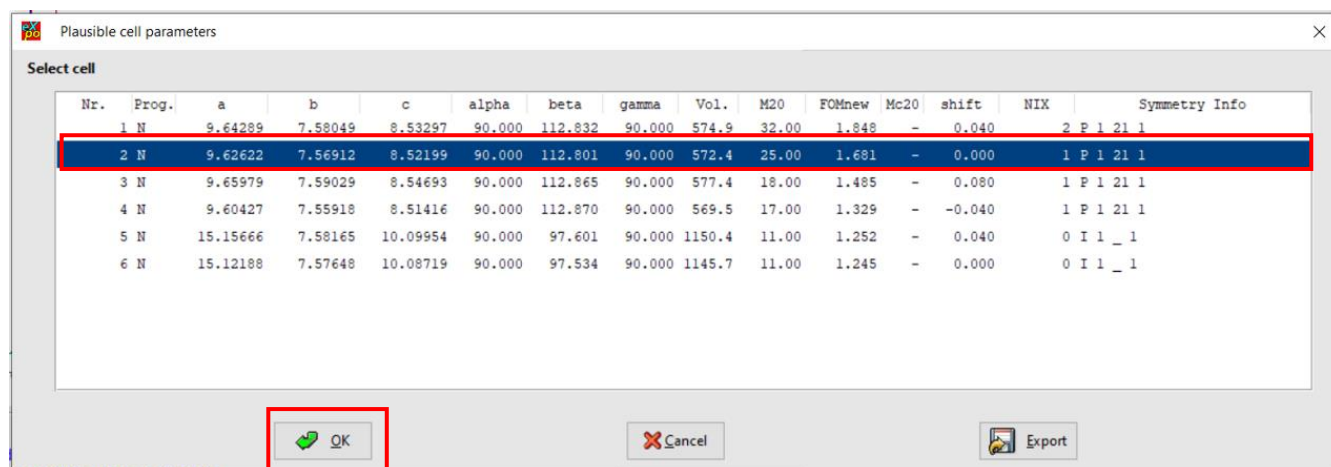


- 11) Dobrze jest zapisać sobie zestaw maksimów na wypadek ewentualnych poprawek (*Pattern > Peaks > Save Peaks > ... > OK*).



* Można też załadować przygotowane pozycje maksimów z pliku "WMA.Set.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 $a=9.63$, $b=7.57$, $c=8.52$ i $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = 112.82^\circ$ (OK).



- 14) Uzupełnij dane o składzie kierując się wiedzą chemiczną, dodatkowymi badaniami i statystyczną wartością objętości na atom inny niż wodór równą ok. 18 Å³ (Wprowadź "(Mo3 O10 (N H4)2)2 (H2 O)" > OK).

Missing Information

Cell Parameters

a: 9.626216 b: 7.569122 c: 8.521988 α: 90.0000 β: 112.80051 γ: 90.0000

Volume: 572.409

Space Group

☒ Find Space Group

Space Group Symbol: P 2/m

Cell Content: (Mo3 O10 (N H4)2)2 (H2 O)2

Content Volume: 627.380 Volume per Atom: 17.888 Density: 2.912

OK

- 15) Wybieramy grupę przestrzenną ("P 21/m" > OK > OK).

* Aby pominąć (skrócić) dotychczasowe kroki należy załadować (File > Load & Go) plik "WMA1.exp" z folderu HELP

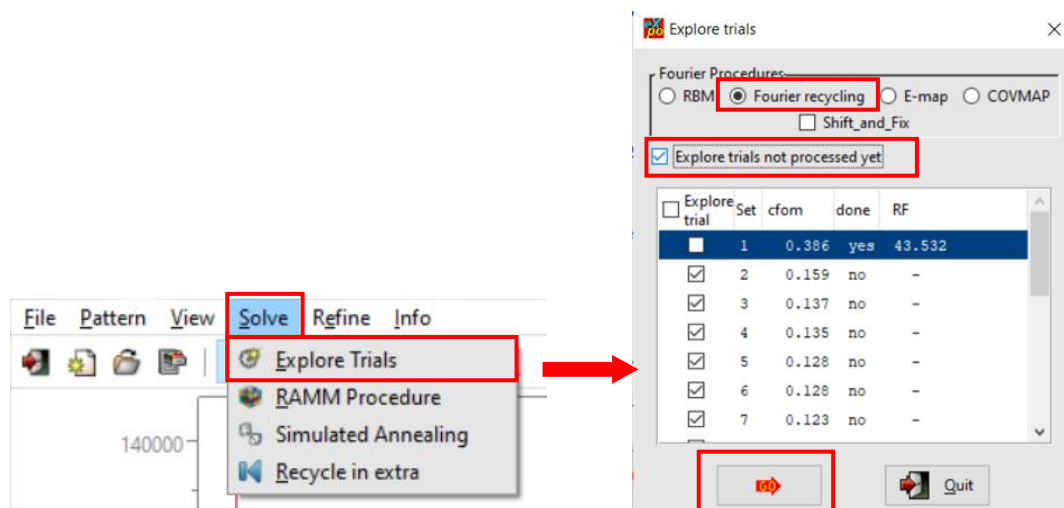
Find space group

Space Group	Extinction symbol	FoM	Nabs	Nasym	No. in CSD	% of CSD	Rank	Chiral
P 21	P 1 21 1	0.792	1	16	41791	5.18	5	yes
P 21/m	P 1 21 1	0.792	1	8	4023	0.50	17	no
P 2	P 1 - 1	0.205	0	16	142	0.02	96	yes
P 2/m	P 1 - 1	0.205	0	8	110	0.01	111	no
P m	P 1 - 1	0.205	0	16	21	0.00	202	no
P 21/c	P 1 21/c 1	0.002	6	8	279041	34.57	1	no
P 21/a	P 1 21/a 1	0.001	7	8	279041	34.57	1	no
P 2/c	P 1 c 1	0.001	5	8	5232	0.65	14	no
P c	P 1 c 1	0.001	5	16	3447	0.43	18	no

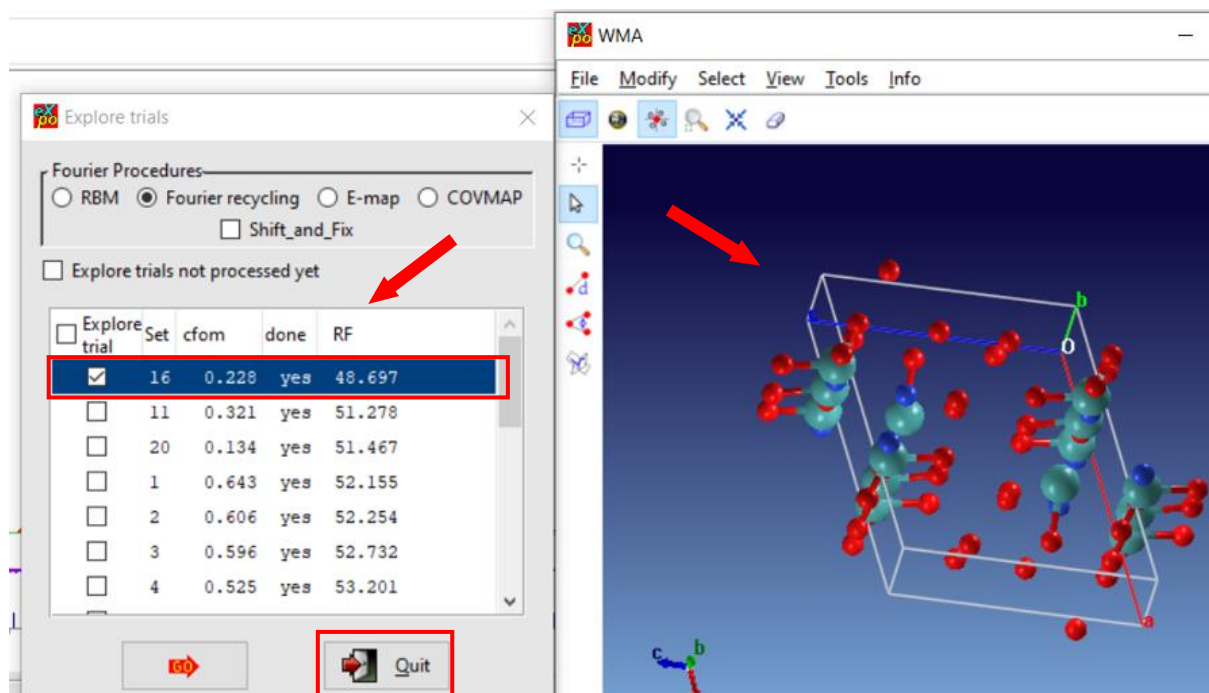
List

OK Cancel

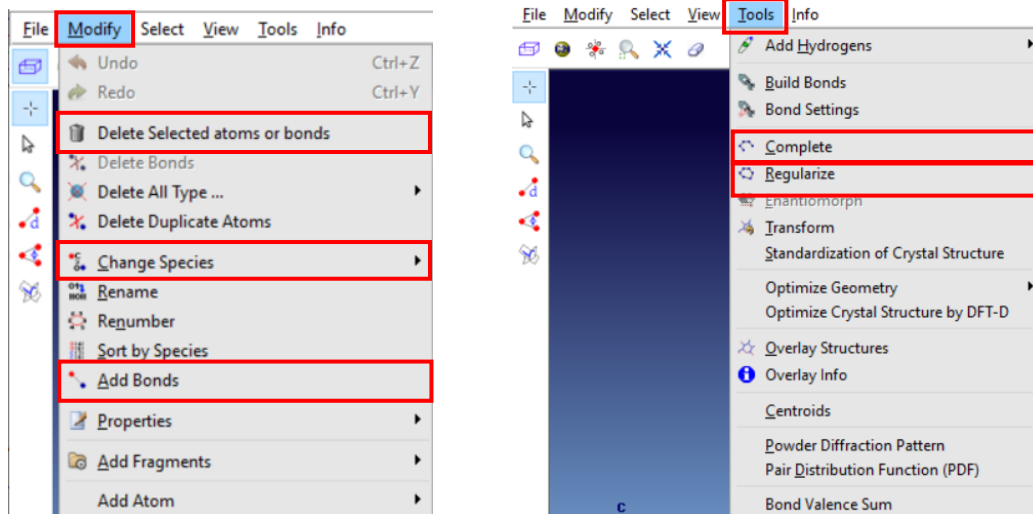
- 16) Przystąp do rozwiązania struktury metodami bezpośrednimi (*Next > Next > Next > Next*) i obejrzyj uzyskany rezultat. Jeśli nie jest zadowalający, sugerujemy przeliczenie rozwiązania dla innych początkowych zestawów faz z największym parametrem **cfom**, a jeśli mamy dużo czasu to wszystkich 20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



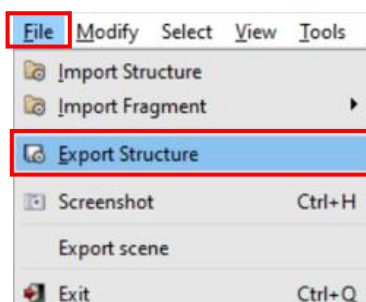
- 17) Wybierz najlepszy model kierując się oceną wizualną i jak najniższą wartością RF (*Quit*)



- 18) 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*)



- 19) 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