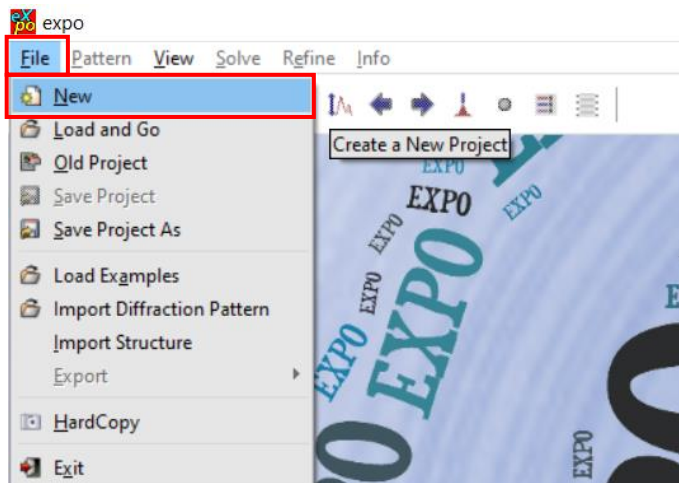


EXPO2014

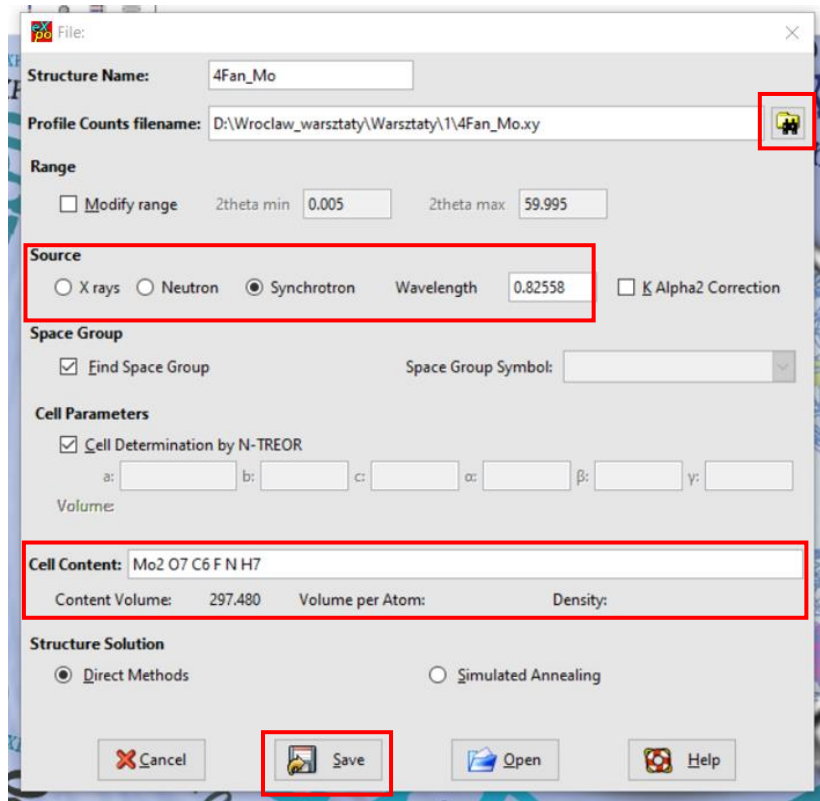
Rozwiązanie struktur krystalicznych z danych proszkowych¹

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

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

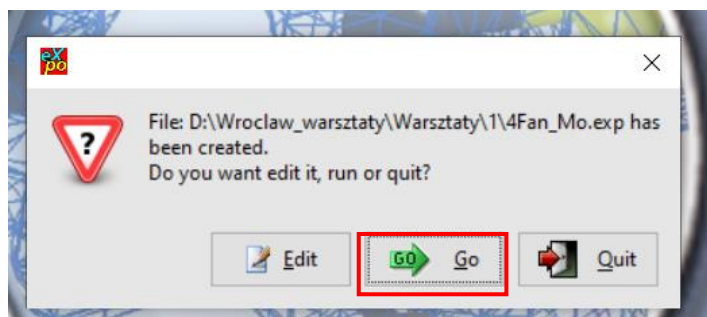


- 2) W polu "Profile Counts filename" za pomocą przycisku z lornetką wyszukaj plik 4Fan_Mo.xy. Ścieżka do pliku wprowadzi się automatycznie w puste pole.



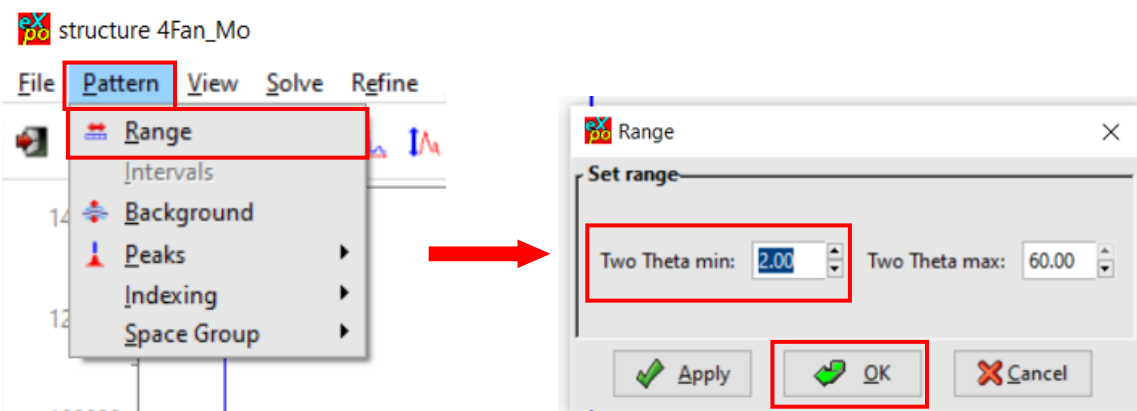
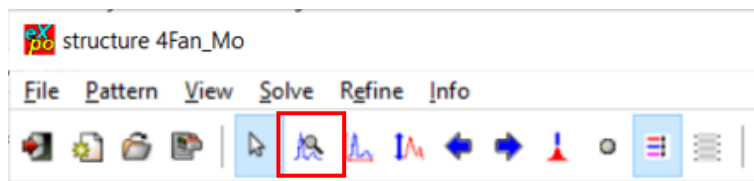
- 3) W sekcji **Source** zaznacz "Synchrotron" i wpisz długość fali 0.82558 (z kropką, nie przecinkiem!).

- 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: **Mo2 O7 C6 F N H7**
- 6) Zamknij okno (Save) i rozpocznij zadanie (Go).



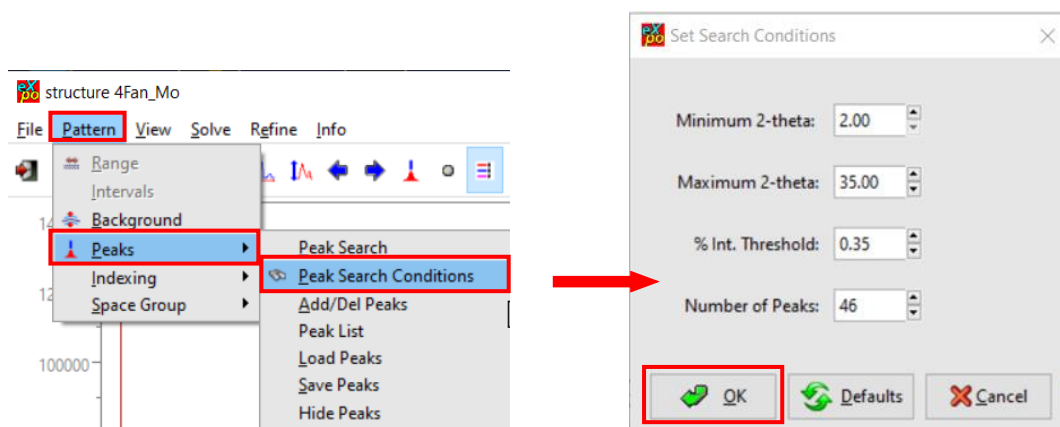
* Aby pominąć (skrócić) dotychczasowe kroki należy załadować (File > Load & Go) plik "4Fan_Mo.exp" z katalogu "HELP" (po jego uprzednim przeniesieniu).

- 7) Na pasku narzędzi wybierz lupę i obejrzyj dyfraktogram. Ponieważ poniżej 2° obserwujemy tylko nierówne tło, należy odciąć ten obszar (Pattern > Range > minimum ustawiamy na 2° > OK).

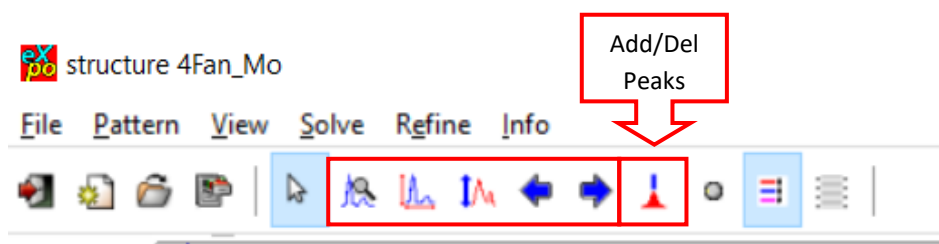


- 8) Przejdź do wyznaczenia położenia maksimów dyfrakcyjnych (Next). Domyślna procedura nie zawsze działa wystarczająco dobrze. W naszym przykładzie nie zaznacza wielu drobnych maksimów w rejonie niskokątowym, a zaznacza zbyt wiele w rejonie wysokokątowym.

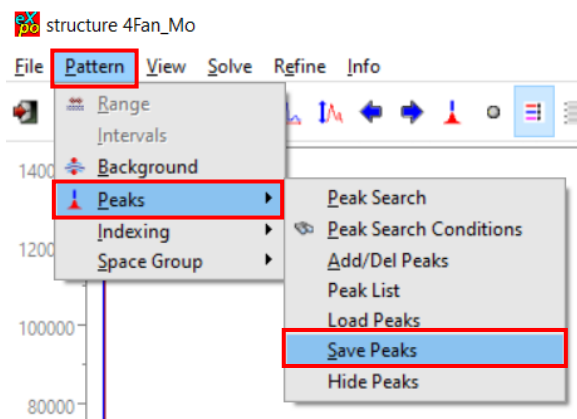
- 9) Zmodyfikuj ustawienia wyszukiwania maksimów (*Pattern > Peaks > Peak Search Conditions > Maximum 2-theta = 35°, % Int. Threshold = 0.35, Number of Peaks = 46 > OK*)



- 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 "4Fan_MoSet.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 maksimum nieprzypisanych - jak najmniejsza).

Prawidłowy wynik to **a=16.26**, **b=5.92** **c=4.10** i **kąty** w zakresie 85° - 95° (OK).

Plausible cell parameters

Select cell

Nr.	Prog.	a	b	c	alpha	beta	gamma	Vol.	M20	FOMnew	Mc20	shift	NIX	Symmetry In
1	N	16.26069	5.92211	4.09665	91.466	94.202	85.266	392.0	86.00	2.749	-	0.000	0	P 1
2	N	16.23803	5.91609	4.09154	91.443	94.220	85.269	390.6	24.00	1.365	-	-0.021	0	P 1
3	N	16.22918	5.92264	4.09591	93.165	93.776	94.441	390.9	27.00	1.160	-	-0.021	1	P 1
4	N	16.25527	5.93362	4.10098	93.243	93.717	94.490	392.8	27.00	1.153	-	0.000	1	P 1
5	N	16.27671	5.94615	4.10797	93.431	93.788	94.394	394.7	23.00	1.038	-	0.021	1	P 1
6	N	32.50325	11.36205	5.92064	90.000	94.640	90.000	2179.3	9.00	0.314	-	0.021	1	P 1 21/a 1
7	N	32.44107	9.79102	7.42031	90.000	95.815	90.000	2344.8	9.00	0.292	-	-0.021	1	P 1 _ 1

OK Cancel Export

- 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 "**Mo2 O7 (C6 F N H7)2**") > OK).

Missing Information

Cell Parameters

a: 16.263203 b: 5.921435 c: 4.096749 α: 91.47778 β: 94.20321 γ: 85.26077

Volume: 392.039

Space Group

☒ Find Space Group

Space Group Symbol: P -1

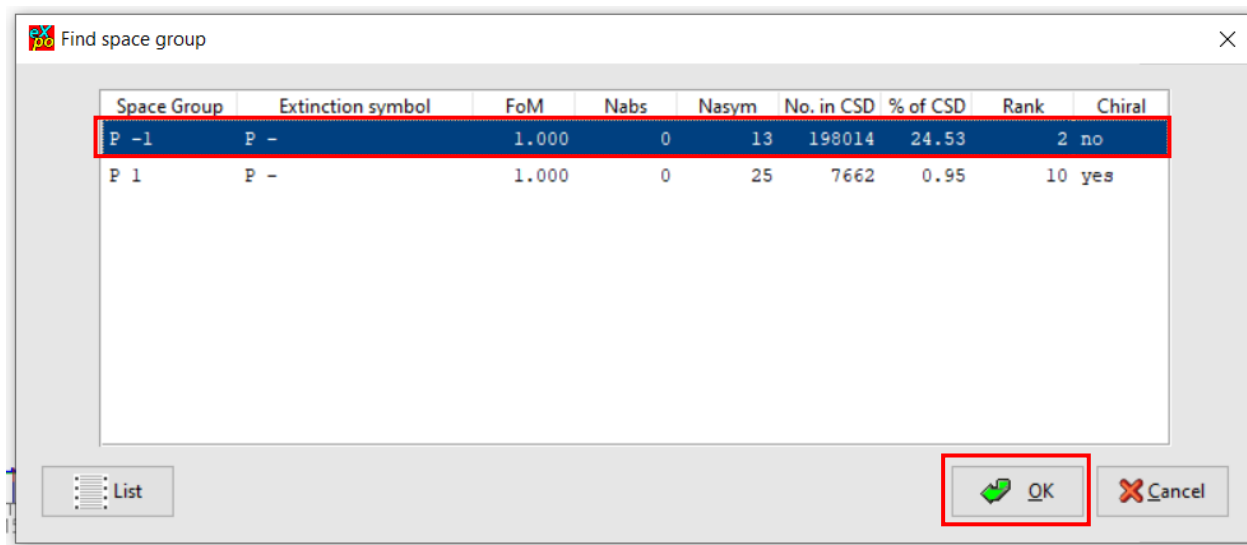
Cell Content: Mo2 O7 (C6 F N H7)2

Content Volume: 439.230 Volume per Atom: 15.682 Density: 2.237

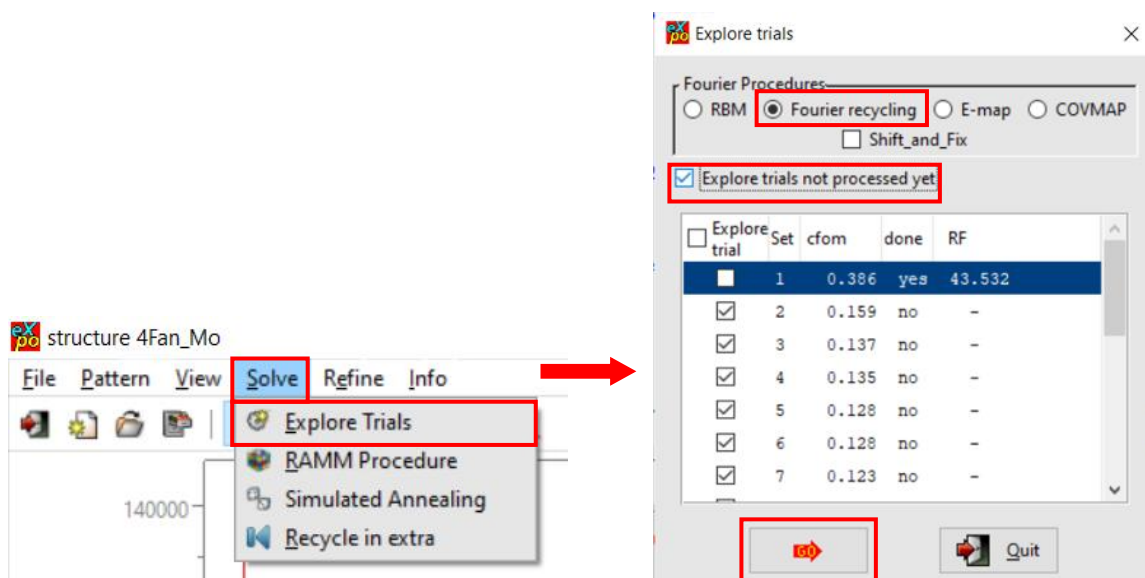
OK

15) Wybieramy grupę przestrzenną ("**P -1**" > OK > OK).

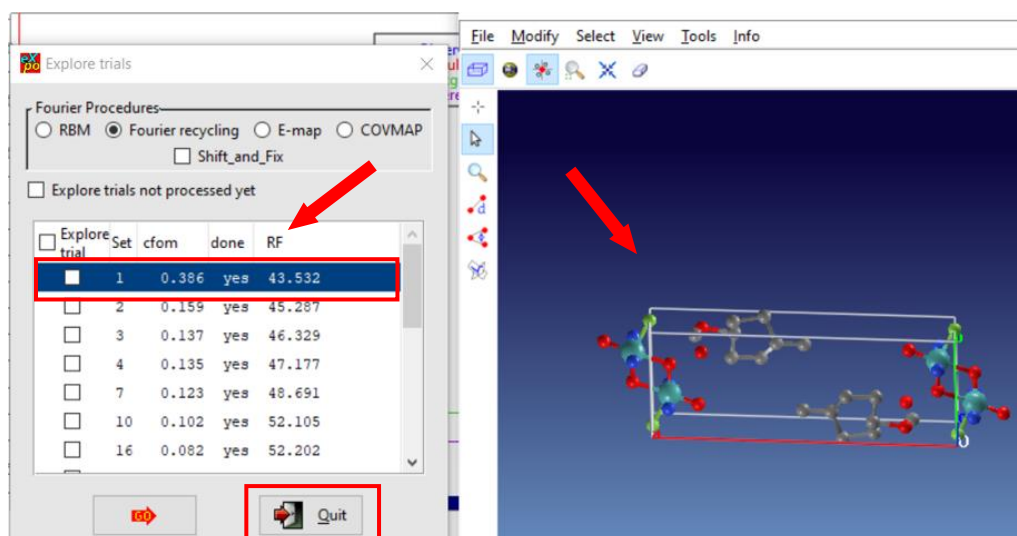
* Aby pominąć (skrócić) dotychczasowe kroki należy załadować (File > Load & Go) plik "4Fan_Mo1.exp" z



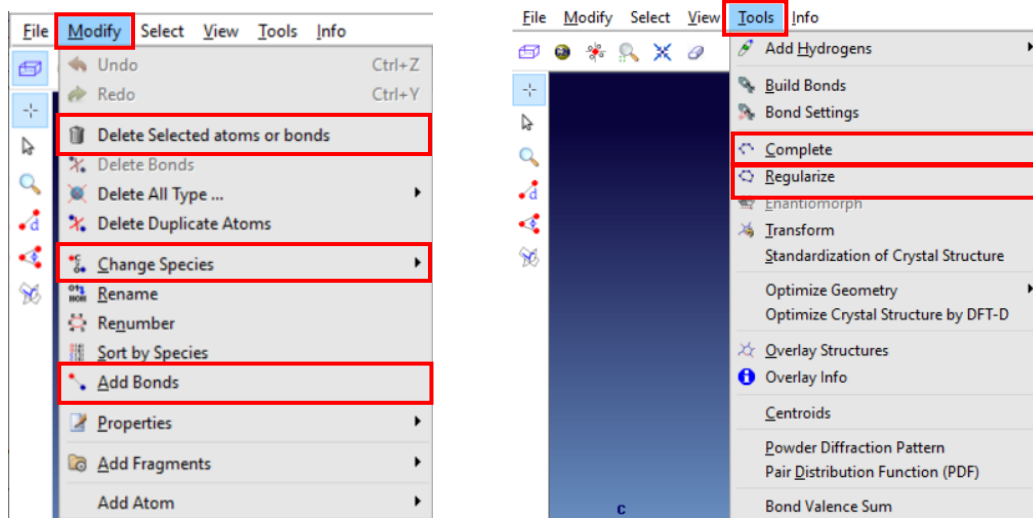
16) Przystępujemy do rozwiązywania struktury metodami bezpośrednimi (Next > Next > Next > Next) i obejrzyj uzyskany rezultat. Jeśli nie jest zadowalający, sugerujemy przeliczenie rozwiązania dla innych początkowych zestawów faz z największym parametrem **cfom**, a jeśli mamy dużo czasu to wszystkich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



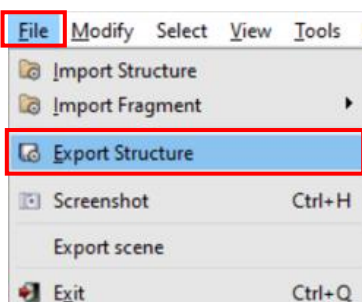
17) Wybierz najlepszy model kierując się oceną wizualną i jak najniższą wartością RF (Quit)



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) Satysfakcjonujący 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