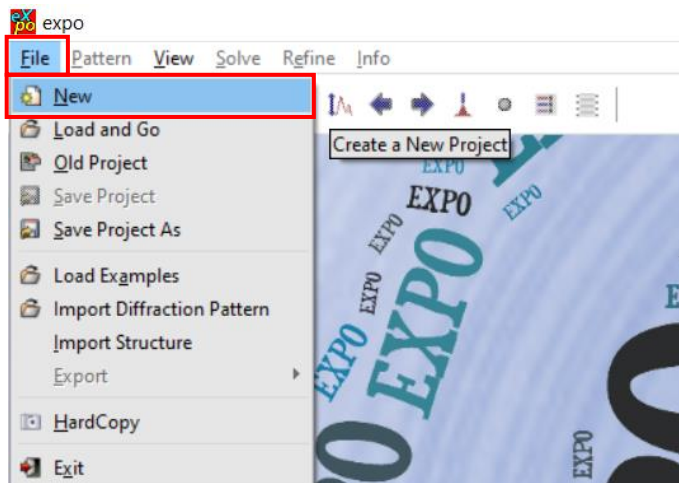


EXPO2014

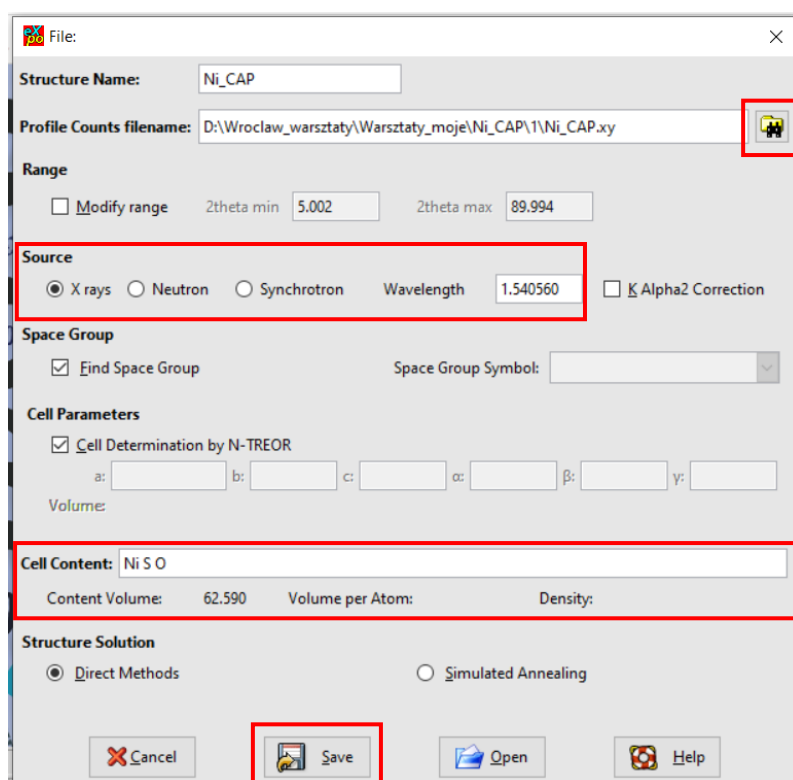
Rozwiązanie struktur krystalicznych z danych proszkowych¹

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

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

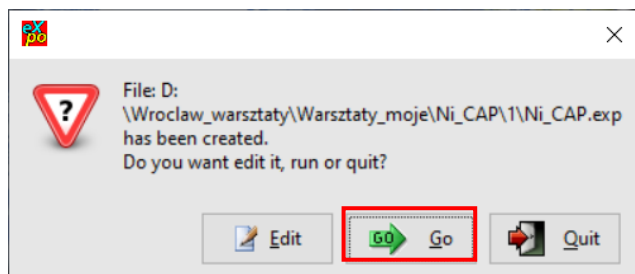


- 2) W polu "Profile Counts filename" za pomocą przycisku z lornetką wyszukaj plik Ni_CAP.xy. Ścieżka do pliku wprowadzi się automatycznie w puste pole.



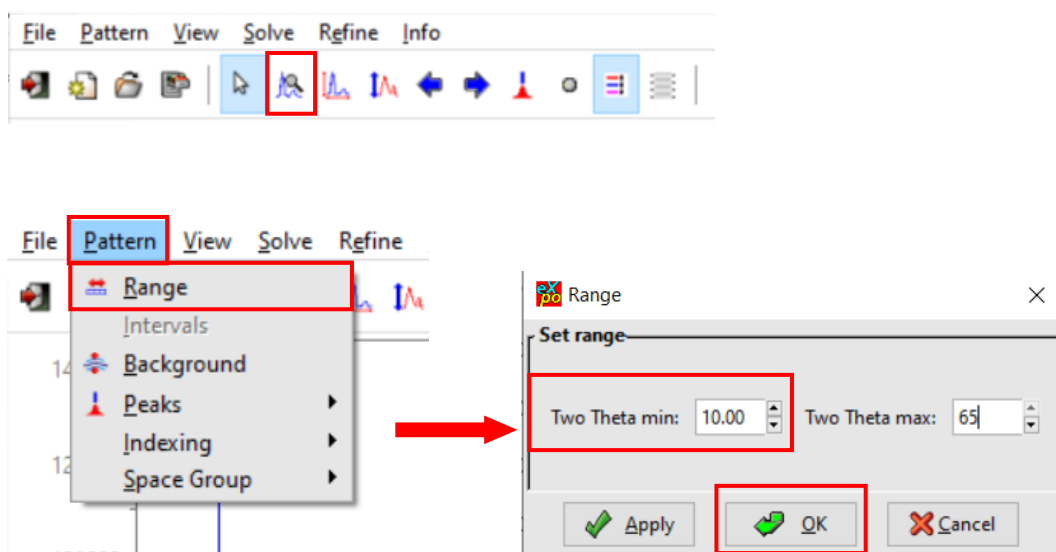
- 3) W sekcji **Source** zaznacz "X rays" i wpisz długość fali 1.540560 (z kropką, nie przecinkiem!).

- 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: NiO_5
- 6) Zamknij okno (Save) i rozpocznij zadanie (Go).

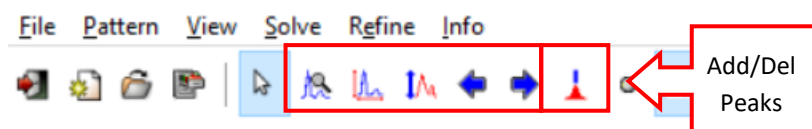


* Aby pominąć (skrócić) dotychczasowe kroki należy załadować (File > Load & Go) plik "Ni_CAP.exp" z katalogu "HELP" (po jego uprzednim przeniesieniu).

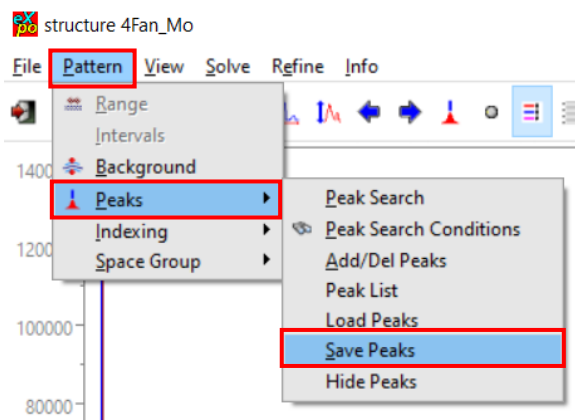
- 7) Na pasku narzędzi wybierz lupę i obejrzyj dyfraktogram. Ponieważ poniżej 10° obserwujemy tylko nierówne tło od kapilary, należy odciąć ten obszar (Pattern > Range > minimum ustawiamy na 10° > OK).



- 8) Przejdź do wyznaczenia położenia maksimów dyfrakcyjnych (Next).
- 9) 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).

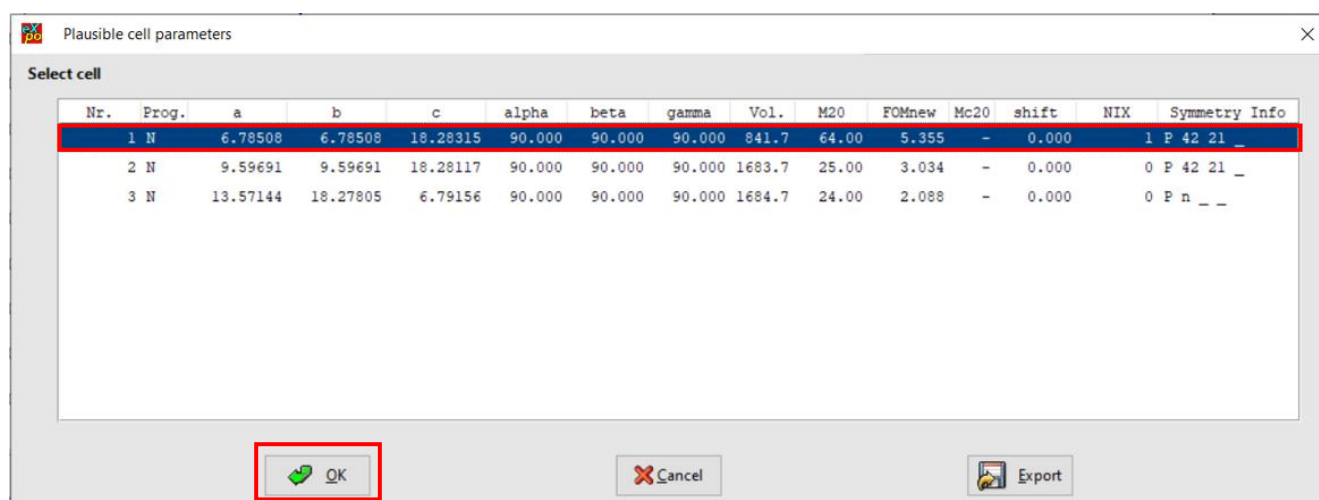


- 10) Dobrze jest zapisać sobie zestaw maksimów na wypadek ewentualnych poprawek (*Pattern > Peaks > Save Peaks > ... > OK*).



* Można też załadować przygotowane pozycje maksimów z pliku "4Fan_MoSet.txt" z katalogu "HELP"

- 11) Przystąp do wskaźnikowania (*Next*) i pozwól programowi znaleźć kilka możliwości z umiarkowanym przesunięciem.
- 12) Wybierz najlepszy rezultat kierując się wartością **FOMnew** (jak największa), **M20** (jak największa) i **NIX** (liczba maksimów nieprzypisanych - jak najmniejsza).
Prawidłowy wynik to ***a=b=6.79, c=18.28 i kąty 90° (OK)***.



- 13) 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 "(Ni O10 S)4" > OK).

Missing Information

Cell Parameters

a: 6.785080 b: 6.785080 c: 18.283148 α: 90.0000 β: 90.0000 γ: 90.0000

Volume: 841.707

Space Group

☒ Find Space Group

Space Group Symbol: P 4/m m m

Cell Content: (Ni S O10)4

Content Volume: 660.400 Volume per Atom: 17.536 Density: 1.979

OK

- 14) Wybieramy grupę przestrzenną ("P 4₁2₁2 " > OK > OK).

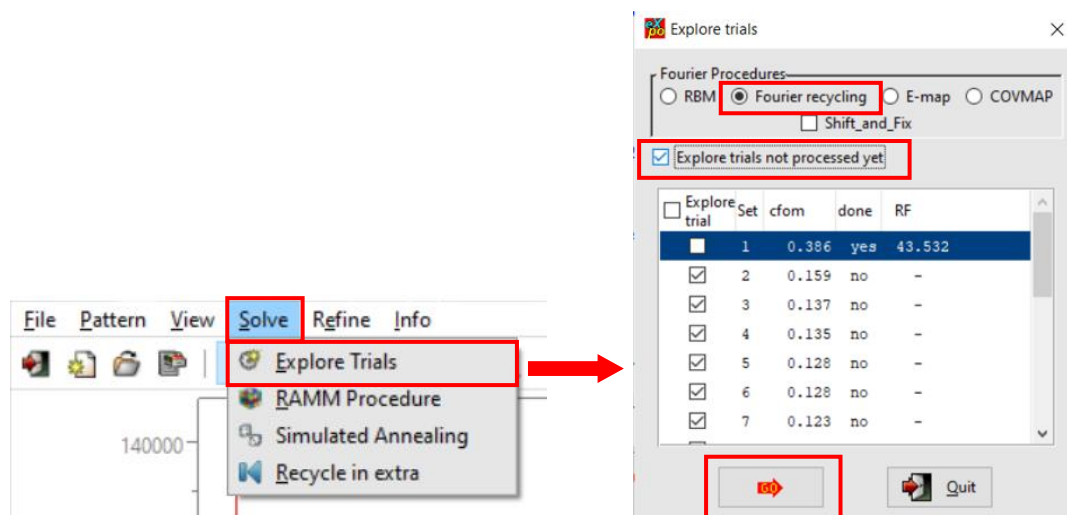
Find space group

Space Group	Extinction symbol	FoM	Nabs	Nasym	No. in CSD	% of CSD	Rank	Chiral
P 42 21 2	P 42 21 -	0.252	7	6	140	0.02	98	yes
P 41 21 2	P 41 21 -	0.252	9	6	1574	0.19	23	yes
P 43 21 2	P 41 21 -	0.252	9	6	1364	0.17	25	yes
P 41	P 41 - -	0.107	7	12	742	0.09	41	yes
P 43	P 41 - -	0.107	7	12	619	0.08	45	yes
P 41 2 2	P 41 - -	0.107	7	6	68	0.01	145	yes
P 43 2 2	P 41 - -	0.107	7	6	59	0.01	151	yes
P 42	P 42 - -	0.107	5	12	84	0.01	131	yes
P 42/m	P 42 - -	0.107	5	6	99	0.01	119	no
P 42 2 2	P 42 - -	0.107	5	6	9	0.00	218	yes

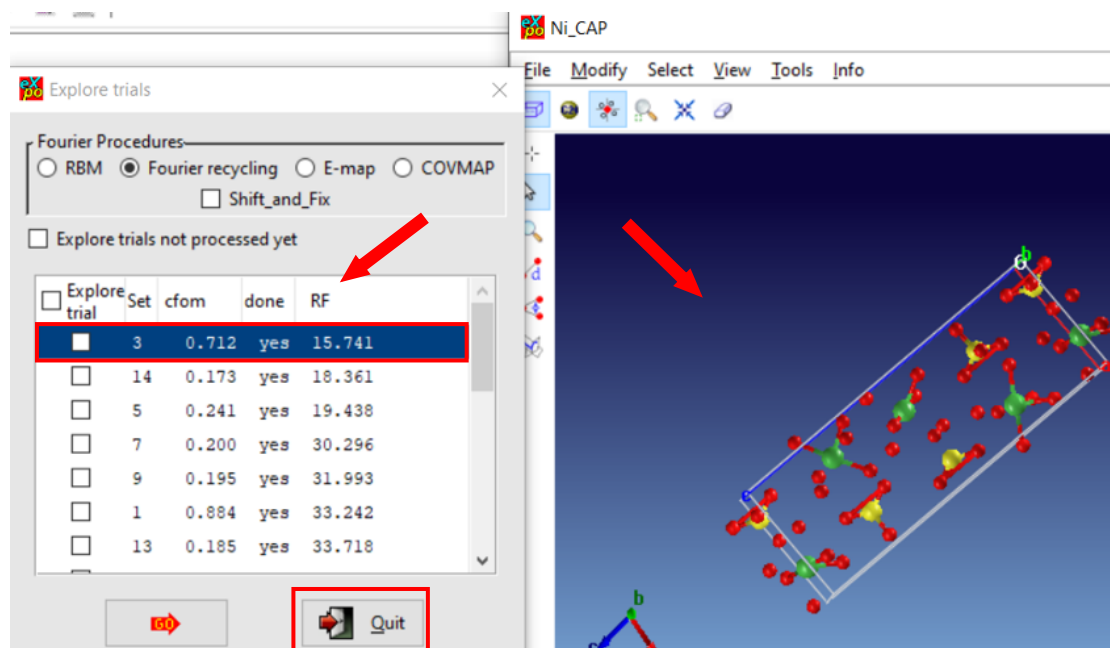
List OK Cancel

* Aby pominąć (skrócić) dotychczasowe kroki należy załadować (File > Load & Go) plik "Ni_CAP1.exp" z katalogu HELP.

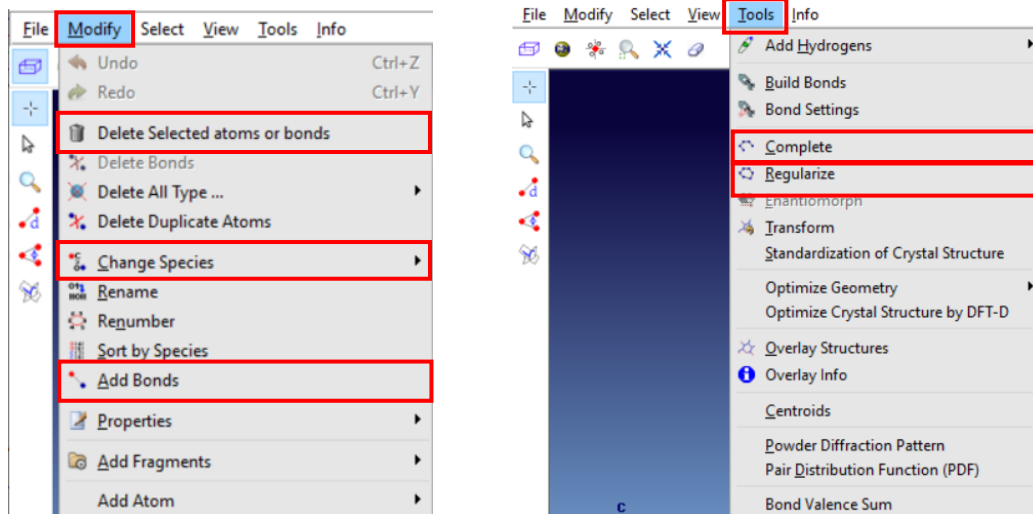
- 15) Przystąp do rozwiązania struktury metodami bezpośrednimi (*Next > Next > Next > Next*) i obejrzyj uzyskany rezultat. Jeśli nie jest zadowalający, sugerujemy przeliczenie rozwiązania dla innych początkowych zestawów faz z największym parametrem **cfom**, a jeśli mamy dużo czasu to wszystkich 20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



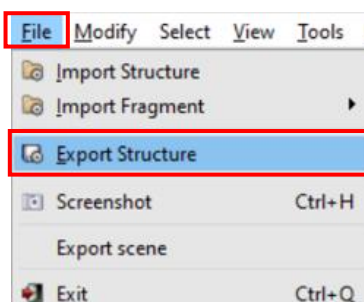
- 16) Wybierz najlepszy model kierując się oceną wizualną i jak najniższą wartością RF (*Quit*)



- 17) 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*)



- 18) 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