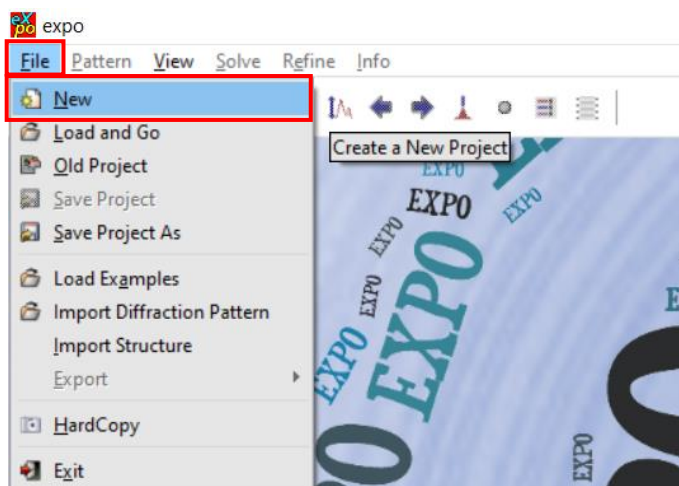


EXPO2014

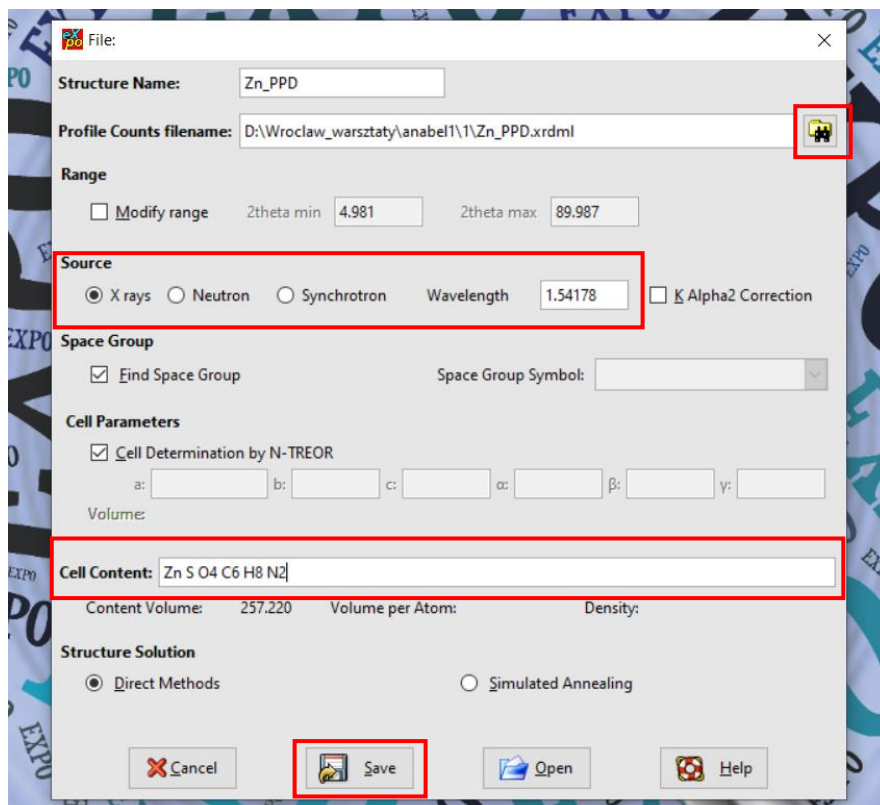
Rozwiązanie struktur krystalicznych z danych proszkowych¹

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

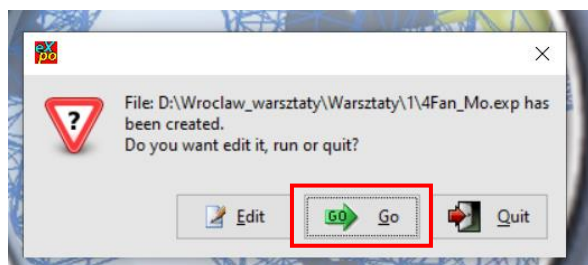
- 1) W programie EXPO2014 utwórz nowe zadanie (File > New).



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

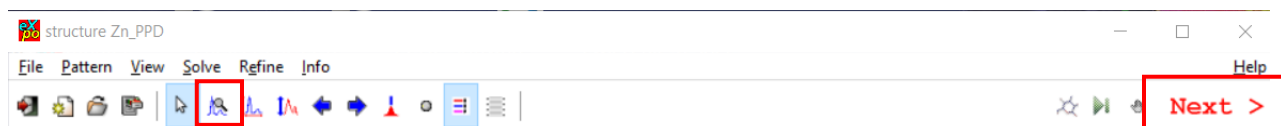


- 3) W sekcji **Source** zaznacz "X rays" i wpisz długość fali 1.54178 (z kropką, nie przecinkiem!).
- 4) Upewnij się, że pola "Modify range" i "K Alpha2 Correction" są odznaczone, a pola "Find Space Group", "Cell Determination" i "Direct Methods" są zaznaczone.
- 5) W Polu "Cell Content" wpisz przewidywany skład związku: Zn S O4 C6 H8 N2
- 6) Zamknij okno (Save) i rozpocznij zadanie (Go).

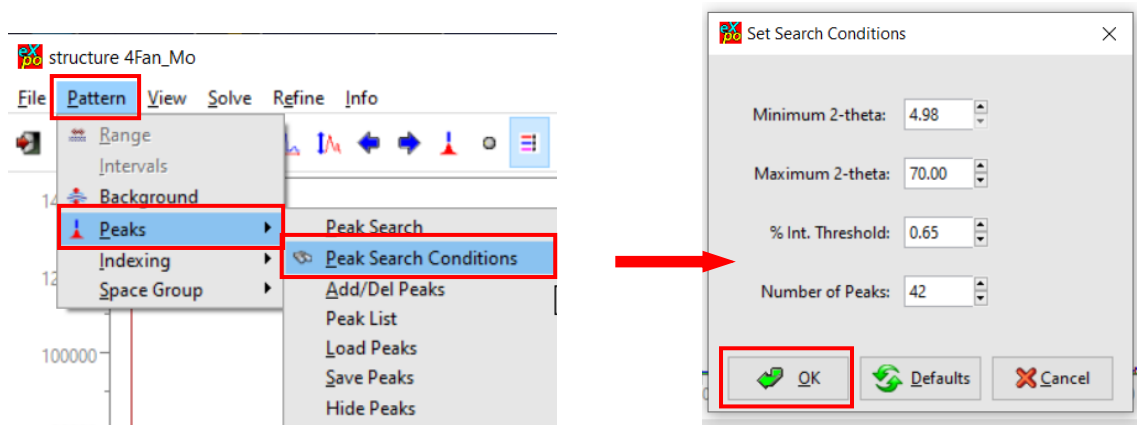


* Aby pominąć (skrócić) dotychczasowe kroki należy załadować (File > Load & Go) plik "Zn_PPD.exp" z katalogu "HELP" (po jego uprzednim przeniesieniu).

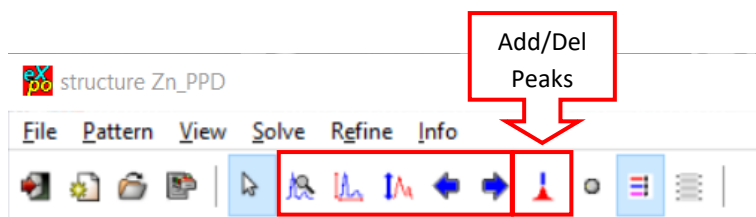
- 7) Na pasku narzędzi wybierz lupę i obejrzyj dyfraktogram.



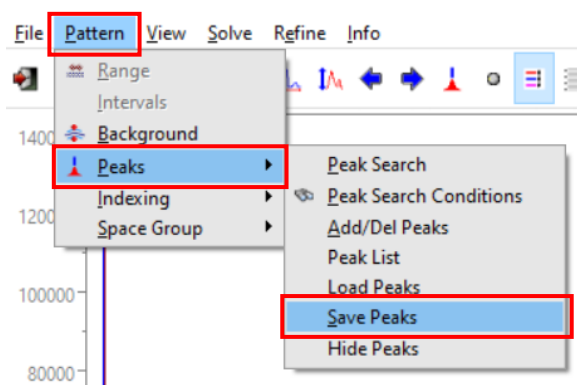
- 8) Przejdź do wyznaczenia położenia maksimów dyfrakcyjnych (Next). Domyślna procedura nie zawsze działa wystarczająco dobrze. W naszym przykładzie nie zaznacza wielu drobnych maksimów.
- 9) Zmodyfikuj ustawienia wyszukiwania maksimów (Pattern > Peaks > Peak Search Conditions > **Maximum 2-theta** = 70°, **% Int. Threshold** = 0.65, **Number of Peaks** = 42 > 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 "Zn_PPDS.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=7.23**, **b=16.83** **c=6.56** i **kąty 90°** (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 "**(Zn S O4 C6 H8 N2)4**" > OK).

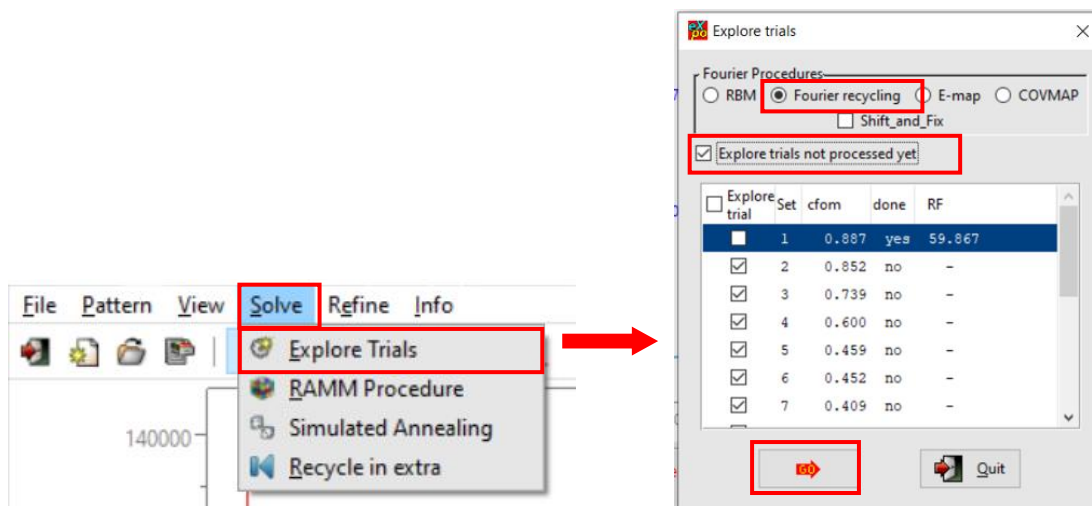
- 15) Wybierz grupę przestrzenną ("**Bbmm**" > OK > OK).

* Aby pominąć (skrócić) dotychczasowe kroki należy załadować (File > Load & Go) plik "Zn_PPD1.exp" z katalogu "HELP" (po jego uprzednim przeniesieniu).

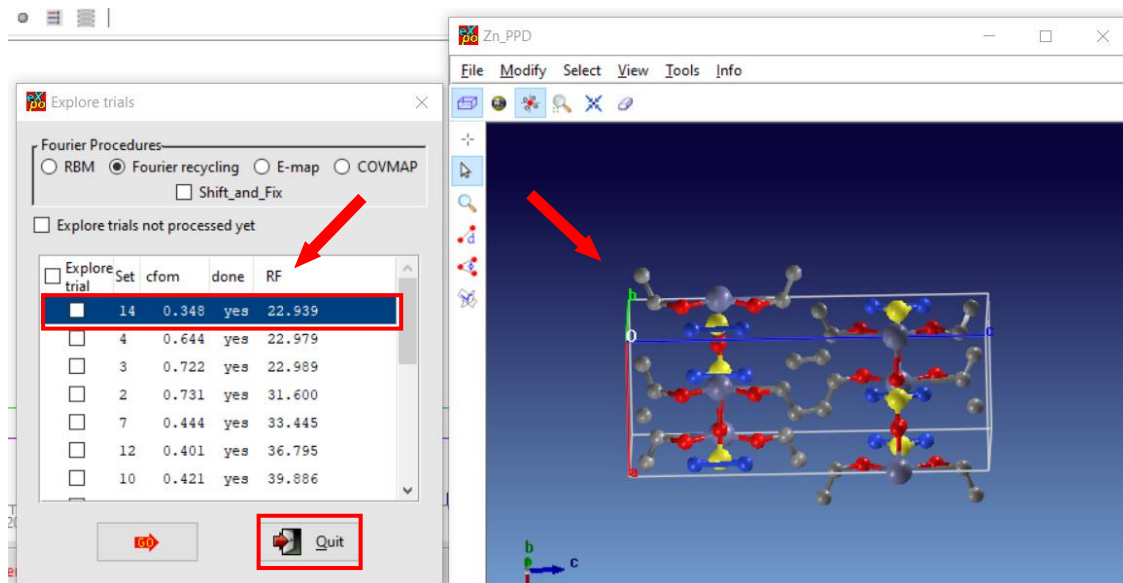
Space Group	Extinction symbol	FoM	Nabs	Nasym	No. in CSD	% of CSD	Rank	Chiral
B b 21 m	B b - -	0.204	43	7	1142	0.14	27	no
B b m m	B b - -	0.204	43	4	786	0.10	40	no
B b m 2	B b - -	0.204	43	7	145	0.02	95	no
B 2 21 2	B - 21 -	0.135	39	7	1412	0.17	24	yes
B b 2 b	B b - b	0.101	45	7	105	0.01	114	no
B b m b	B b - b	0.101	45	4	89	0.01	125	no
P b n a	P b n a	0.069	24	7	6867	0.85	11	no
B m 21 b	B - - b	0.067	41	7	1142	0.14	27	no
B m m b	B - - b	0.067	41	4	786	0.10	40	no

- 16) Komórkę możemy przetransformować do komórki standardowej.

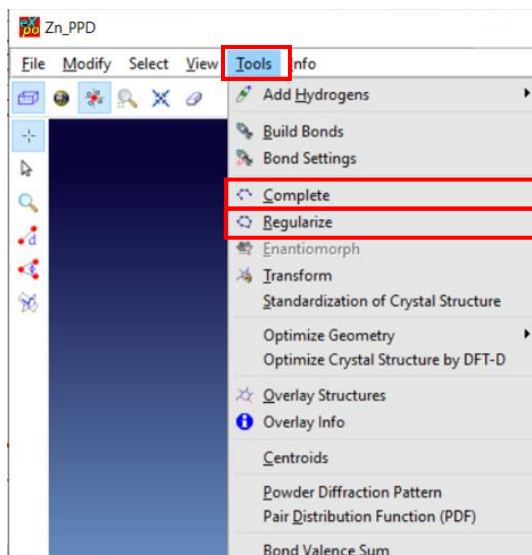
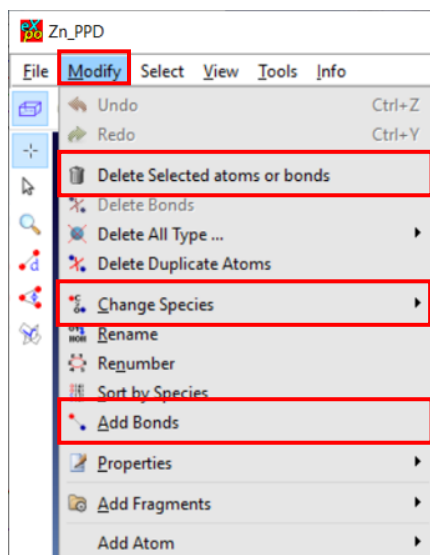
- 17) Przystąp do rozwiązania struktury metodami bezpośrednimi (*Next > Next > Next > Next*) i obejrzyj uzyskany rezultat. Jeśli nie jest zadowalający, sugerujemy przeliczenie rozwiązania dla innych początkowych zestawów faz z największym parametrem **cfom**, a jeśli mamy dużo czasu to wszystkich 20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



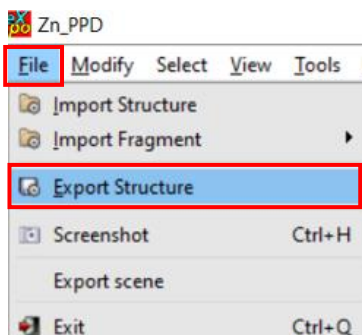
- 18) Wybierz najlepszy model kierując się oceną wizualną i jak najniższą wartością RF (*Quit*)



- 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