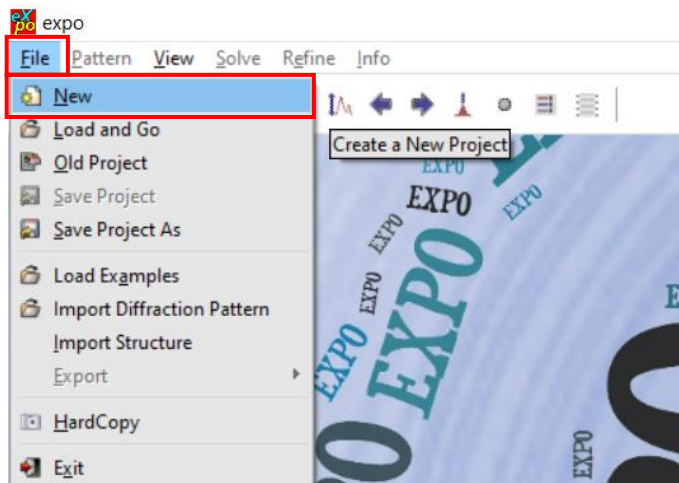


EXPO2014

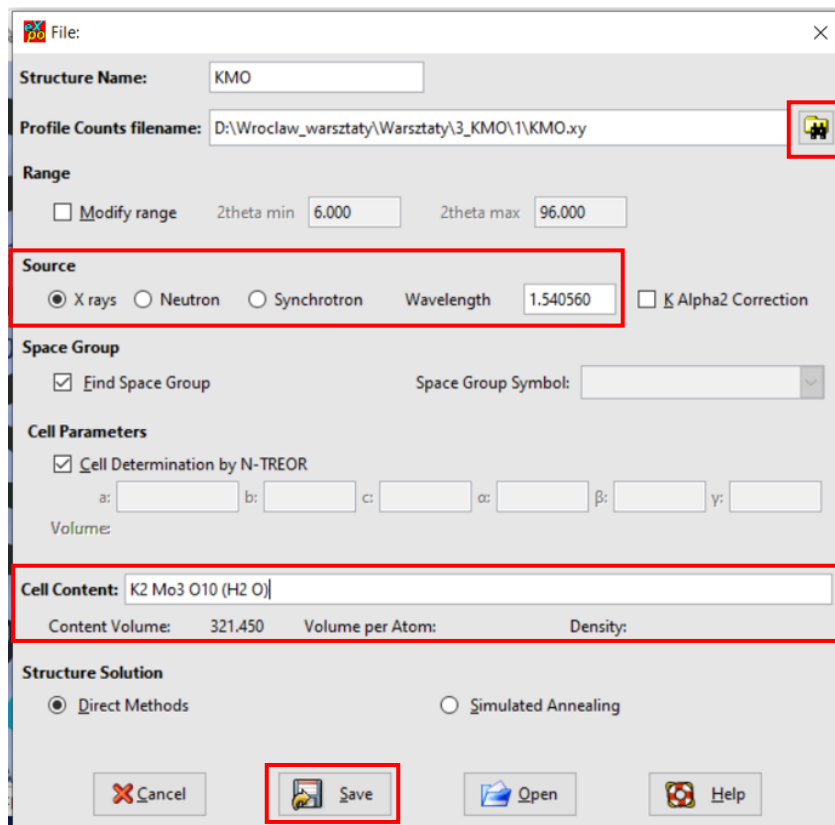
Rozwiązanie struktur krystalicznych z danych proszkowych¹

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

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

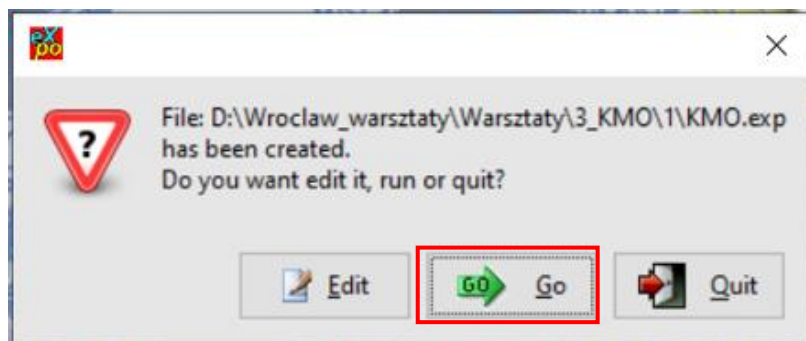


- 2) W polu "Profile Counts filename" za pomocą przycisku z lornetką wyszukaj plik "KMO.xy". Ścieżka do pliku wprowadzi się automatycznie w puste pole.



- 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: **K₂ Mo₃ O₁₀ (H₂ O)**
- 6) Zamknij okno (Save) i rozpocznij zadanie (Go).

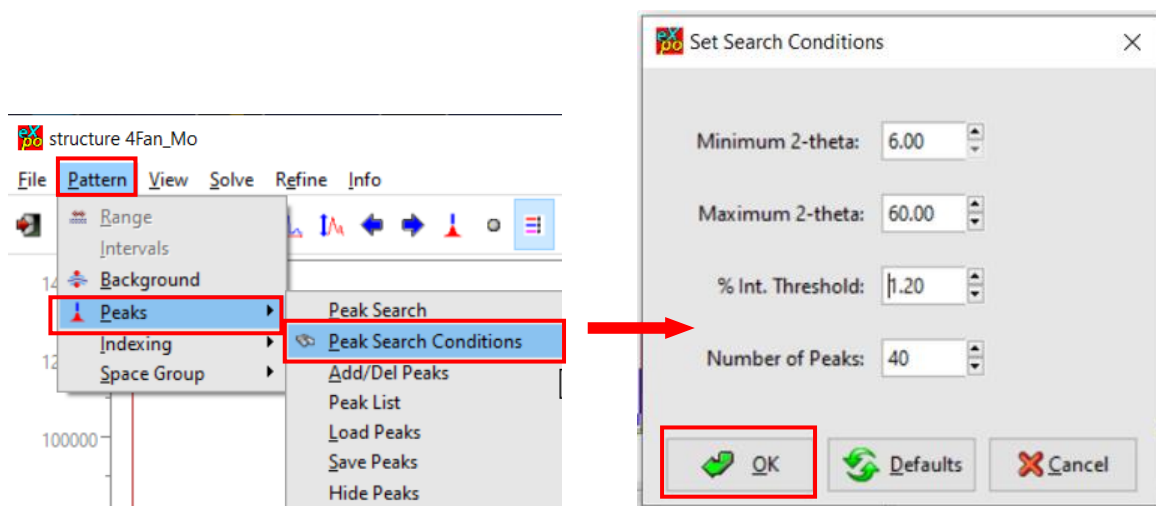


* Aby pominąć (skrócić) dotychczasowe kroki należy załadować (File > Load & Go) plik "KMO.exp" z katalogu "HELP" (po jego uprzednim przeniesieniu).

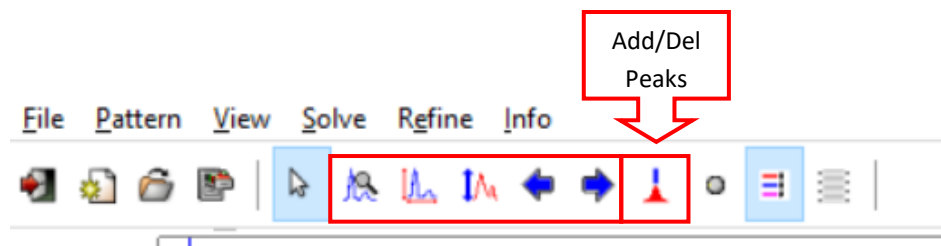
- 7) Na pasku narzędzi wybierz lupę i obejrzyj dyfraktogram.



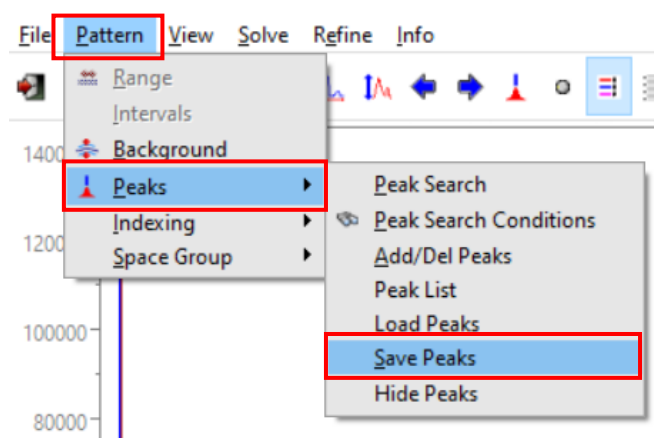
- 8) Przejdź do wyznaczenia położenia maksimów dyfrakcyjnych (Next).
- 9) Zmodyfikuj ustawienia wyszukiwania maksimów (Pattern > Peaks > Peak Search Conditions > **Maximum 2-theta = 60°**, **% Int. Threshold = 1.20**, **Number of Peaks = 40** > OK)



- 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*).

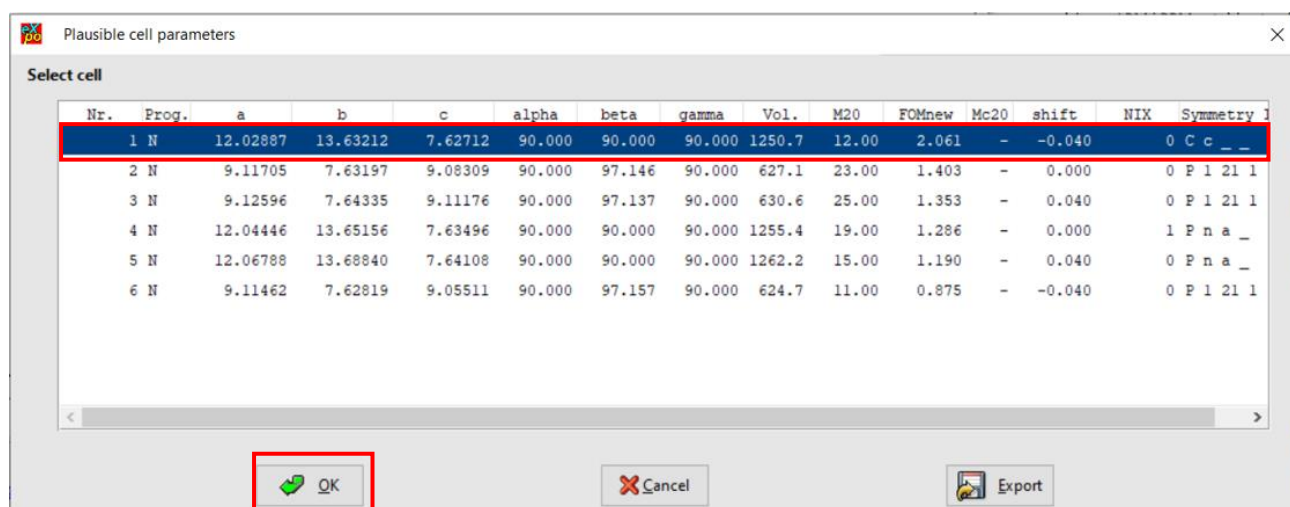


* Można też załadować przygotowane pozycje maksimów z pliku "KMO.Set.txt" z katalogu "HELP"

- 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 $a=12.03$, $b=13.65$, $c=7.63$ i $\alpha = \gamma = \beta = 90^\circ$ (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 "**(K2 Mo3 O10 (H2 O)3)4**" > OK).

Missing Information

Cell Parameters

a: 12.028872 b: 13.632123 c: 7.627120 α: 90.0000 β: 90.0000 γ: 90.0000

Volume: 1250.688

Space Group

☒ Find Space Group

Space Group Symbol: P m m m

Cell Content: (K2 Mo3 O10 (H2 O)3)4

Content Volume: 1458.200 Volume per Atom: 17.371 Density: 3.081

OK

- 15) Wybieramy grupę przestrzenną ("**C cmm**" > OK > OK).

Find space group

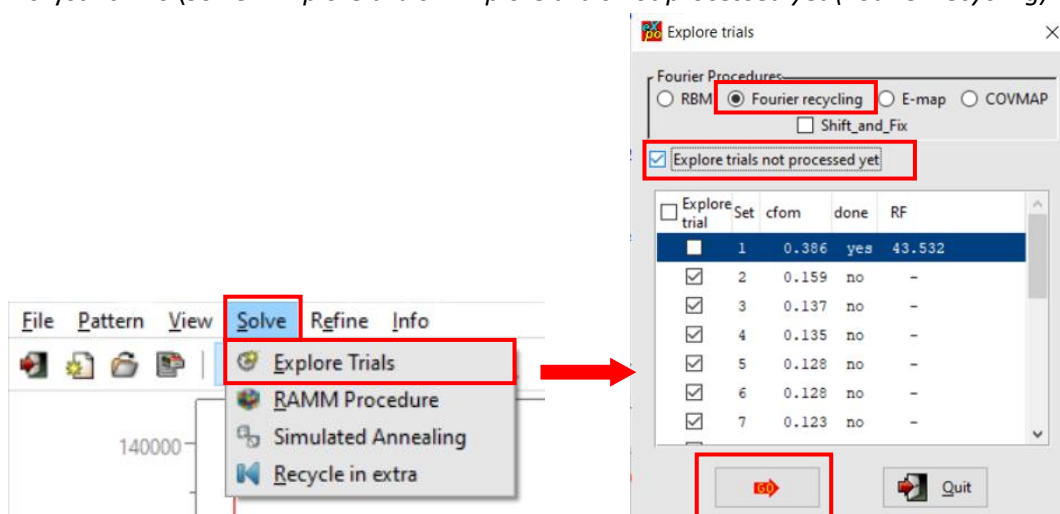
| Space Group | Extinction symbol | FoM | Nabs | Nasym | No. in CSD | % of CSD | Rank | Chiral |
|----------------|-------------------|--------------|-----------|----------|------------|-------------|-----------|-----------|
| C c m 21 | C c - - | 0.305 | 35 | 9 | 1142 | 0.14 | 27 | no |
| C c m m | C c - - | 0.305 | 35 | 5 | 786 | 0.10 | 40 | no |
| C c 2 m | C c - - | 0.305 | 35 | 9 | 145 | 0.02 | 95 | no |
| C 2 2 21 | C - - 21 | 0.253 | 32 | 9 | 1412 | 0.17 | 24 | yes |
| C c c 2 | C c c - | 0.146 | 36 | 9 | 105 | 0.01 | 114 | no |
| C c c m | C c c - | 0.146 | 36 | 5 | 89 | 0.01 | 125 | no |
| C m c 21 | C - c - | 0.121 | 33 | 9 | 1142 | 0.14 | 27 | no |
| C m c m | C - c - | 0.121 | 33 | 5 | 786 | 0.10 | 40 | no |
| C 2 c m | C - c - | 0.121 | 33 | 9 | 145 | 0.02 | 95 | no |

List

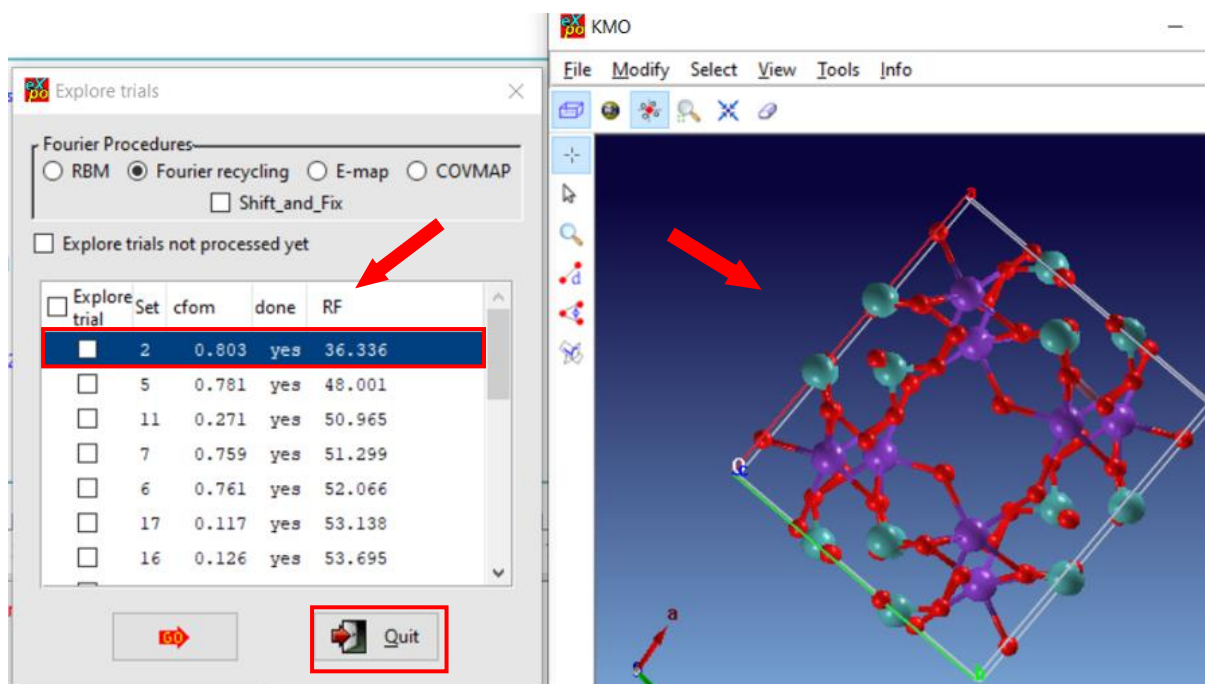
OK Cancel

* Aby pominąć (skrócić) dotychczasowe kroki należy załadować (File > Load & Go) plik "KMO1.exp" z katalogu HELP

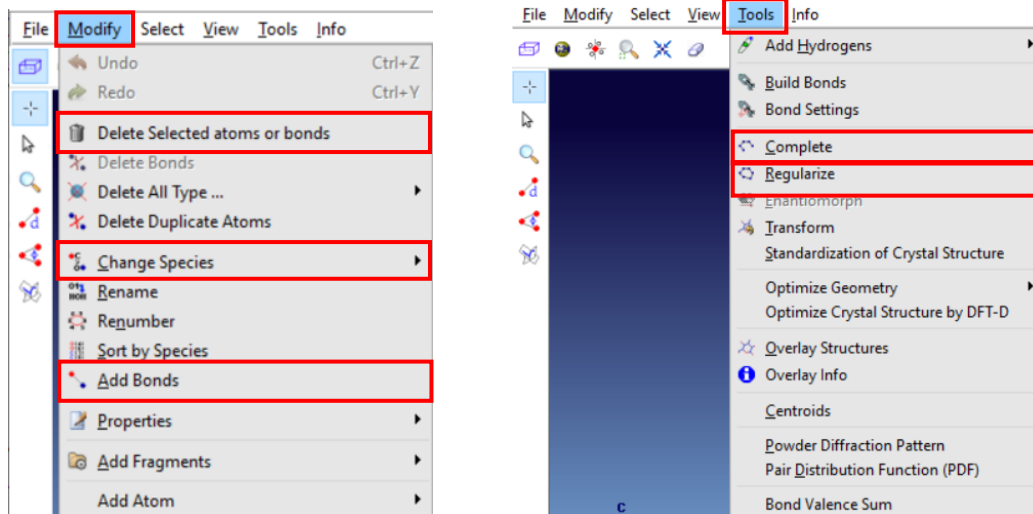
- 16) Przystąp do rozwiązania struktury metodami bezpośrednimi (*Next > Next > Next > Next*) i obejrzyj uzyskany rezultat. Jeśli nie jest zadowalający, sugerujemy przeliczenie rozwiązania dla innych początkowych zestawów faz z największym parametrem **cfom**, a jeśli mamy dużo czasu to wszystkich 20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



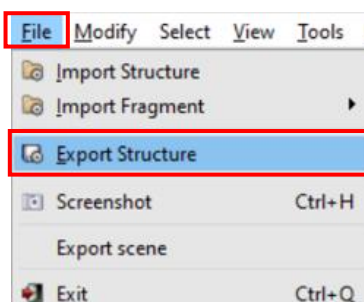
- 17) Wybierz najlepszy model kierując się oceną wizualną i jak najniższą wartością RF (*Quit*)



- 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