

Vom Kristall zur Struktur:

Grundprinzipien der Einkristallstrukturbestimmung

AFP-Seminar

15. März 2010

Datensammlung

Integration, Datenreduktion

Raumgruppenbestimmung

Etwas Mathematik

Strukturlösung

- Patterson-Methode

- Direkte Methoden

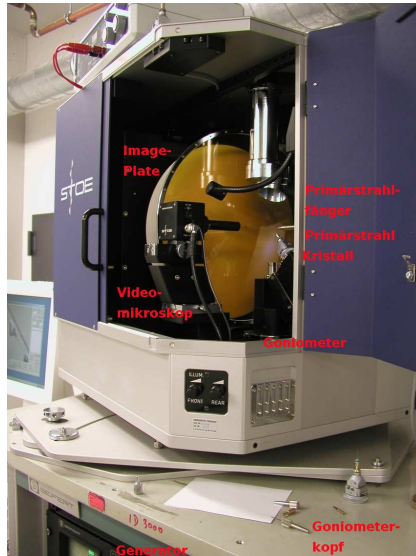
- Charge-Flipping

Strukturverfeinerung

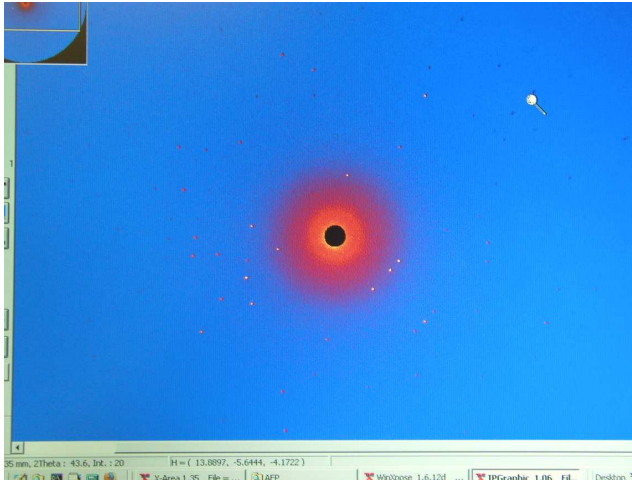
Ergebnisse

Literatur, Programme, Datenbanken

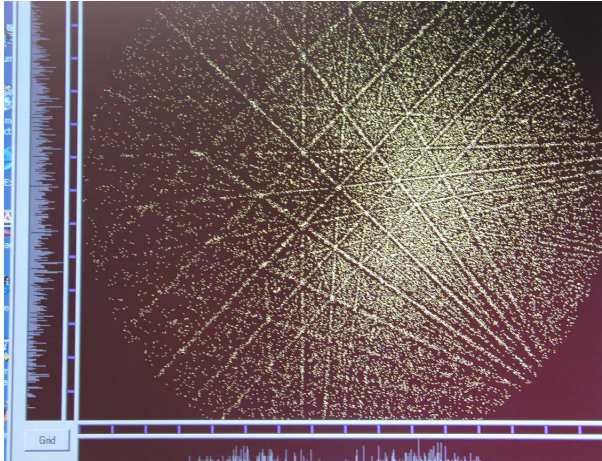
Diffraktometer mit Image-Plate-Detektor



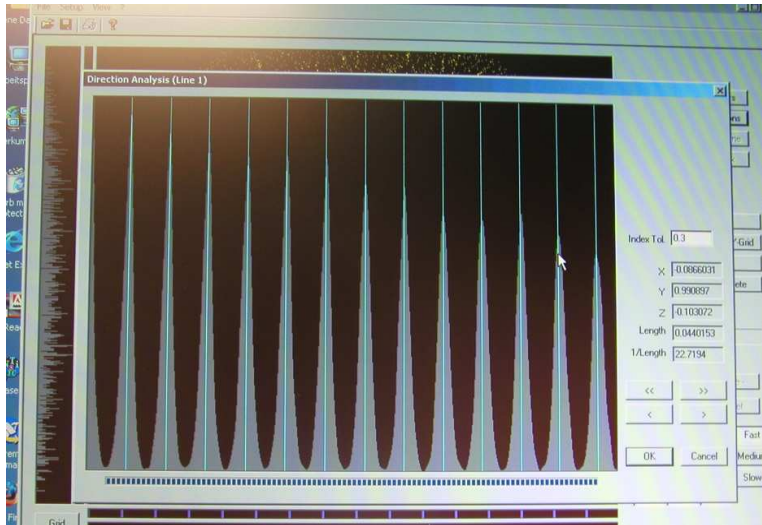
Beispiel für eine ausgelesene Platte



Indizierung I



Indizierung II



Ergebnis der Indizierung (Bsp: Sr-In-Verbindung)

08-Nov-2006 14:14 ----- Peak search -----

Selected runs/frames (available: 0 runs, 103 frames) :

Run 1 Frames 1,103

Min, max I/Sigma : 10.0, 0.0 Grid : 6 N-Skip : 0

Min, max 2Theta : 3.0, 60.0 New peaklist : Yes

3250 Peaks found, deleted 390, independent 1843

08-Nov-2006 14:14 ----- Index results -----

Number of peaks used/selected = 1843 out of 1843

Initial cell : 9.483 5.004 9.472 74.61 30.61 58.08 174.6

Final cell : 5.014 5.005 8.038 89.97 90.05 119.91 174.8

Lattice type : Trigonal P

Indexed peaks: 1649 (89.5 %)

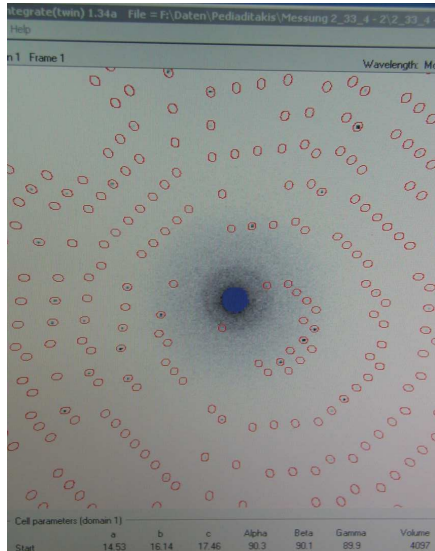
Orienting matrix : 0.118543 -0.039489 0.087210

-0.116869 0.037989 0.088717

-0.158841 -0.223891 -0.000327

Integration

Integration aller Reflexe auf allen Images (Integrationsellipse, Profile)



Datenreduktion

- ▶ Korrektur der Daten auf:
 - ▶ Meßzeit pro Platte
 - ▶ Lorentz-Faktor
 - ▶ Polarisations-Faktor
 - ▶ Absorption

Datenreduktion

- ▶ Korrektur der Daten auf:
 - ▶ Meßzeit pro Platte
 - ▶ Lorentz-Faktor
 - ▶ Polarisations-Faktor
 - ▶ Absorption
- ▶ nach:

$$F_{hkl}^2 = I_{hkl} = I_{hkl}^{roh} LPA$$

Datenreduktion

- ▶ Korrektur der Daten auf:
 - ▶ Meßzeit pro Platte
 - ▶ Lorentz-Faktor
 - ▶ Polarisations-Faktor
 - ▶ Absorption

- ▶ nach:

$$F_{hkl}^2 = I_{hkl} = I_{hkl}^{roh} LPA$$

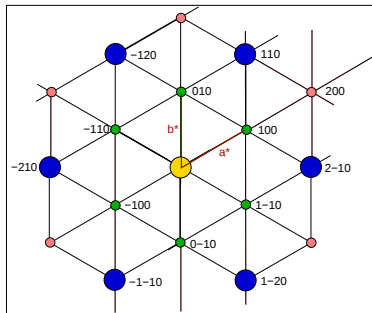
- ▶ vgl. mit Pulver-Daten:

$$F_{hkl}^2 = I_{hkl} = I_{hkl}^{roh} LPAH_{hkl}$$

Ergebnis der Messung $\mapsto$ hkl-Datei

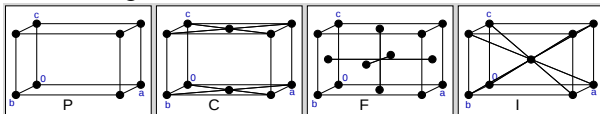
z.B. für das unbekannte Beispiel einer binären Sr-In-Legierung

-1	0	0	127.67	7.74	0
-1	1	0	164.69	20.47	0
1	-1	0	150.86	19.70	0
0	1	0	141.06	15.97	0
-1	1	0	128.60	8.67	0
0	-1	0	116.54	15.66	0
1	-1	0	129.20	8.76	0
1	0	0	128.67	9.12	0
1	0	0	130.77	8.47	0
-1	0	0	125.69	9.19	0
1	-2	0	8378.33	19.27	0
-2	1	0	9999.99	17.43	0
-2	1	0	8797.08	16.48	0
2	-1	0	9471.04	19.29	0
2	-1	0	8080.88	14.42	0
-1	2	0	9086.26	29.30	0
1	1	0	8781.39	17.79	0
-1	2	0	7946.62	18.97	0
-1	-1	0	8867.95	18.65	0
2	0	0	117.59	6.31	0
0	2	0	114.25	9.80	0
-2	0	0	116.43	4.99	0



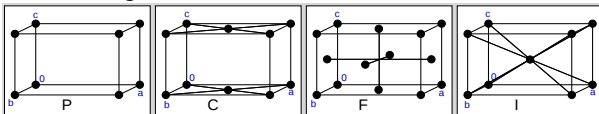
Auslöschungsbedingungen I

- Gesamtzentrierung der Gitter:



Auslöschungsbedingungen I

- Gesamtzentrierung der Gitter:



- $\mapsto$ integrale Auslöschungsbedingungen

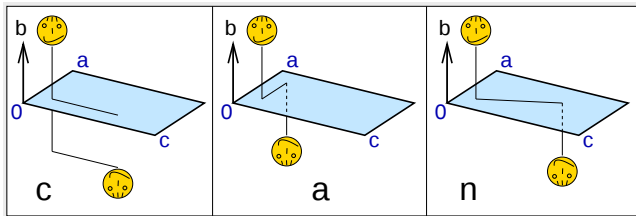
Symbol		zusätzliche Atompositionen	Bedingung für das Auftreten von Reflexen
P	primitiv	-	-
I	2 fach primitiv	$x + \frac{1}{2}, y + \frac{1}{2}, z + \frac{1}{2}$	$h+k+l=2n$
C	2 fach primitiv	$x + \frac{1}{2}, y + \frac{1}{2}, z$	$h+k=2n$
F	4 fach primitiv	$x + \frac{1}{2}, y + \frac{1}{2}, z$ $x + \frac{1}{2}, y, z + \frac{1}{2}$ $x, y + \frac{1}{2}, z + \frac{1}{2}$	$h+k=2n$ $h+l=2n$ $k+l=2n$
R	3 fach primitiv	$x + \frac{1}{3}, y + \frac{2}{3}, z + \frac{2}{3}$ $x + \frac{2}{3}, y + \frac{1}{3}, z + \frac{1}{3}$	$-h+k+l=3n$

Auslöschungsbedingungen II

- ▶ alle weiteren Symmetrieelemente mit Translationskomponenten, d.h.

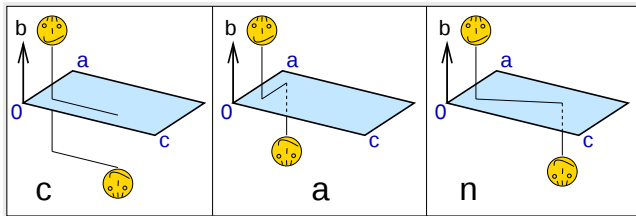
Auslöschungsbedingungen II

- ▶ alle weiteren Symmetrieelemente mit Translationskomponenten, d.h.
 - ▶ Gleitspiegelebenen (a , b , c , n , d)



Auslöschungsbedingungen II

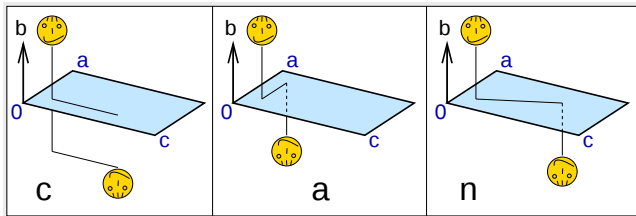
- ▶ alle weiteren Symmetrieelemente mit Translationskomponenten, d.h.
 - ▶ Gleitspiegelebenen (a , b , c , n , d)



- ▶ Schraubenachsen (n_m , z.B. 2_1 , 3_1 usw.)

Auslöschungsbedingungen II

- ▶ alle weiteren Symmetrieelemente mit Translationskomponenten, d.h.
 - ▶ Gleitspiegelebenen (a, b, c, n, d)



- ▶ Schraubenachsen (n_m , z.B. 2_1 , 3_1 usw.)
- ▶ $\mapsto$ weitere Auslöschungen:
 - ▶ zonale Auslöschungsbedingungen für Gleitspiegelebenen
 - ▶ serielle Auslöschungsbedingungen für Schraubenachsen

Beispiel Sr_xIn_y

2448 hkl - Reflexe	19 h00 - Reflexe
247 0kl - Reflexe	10 0k0 - Reflexe
278 h0l - Reflexe	30 00l - Reflexe
187 hk0 - Reflexe	154 hhl - Reflexe

Interferenzbedingung		verletzt staerker als					Beugungs-	
		0sig	2sig	4sig	6sig	8sig	symbol	
Reflexe	nur vorh. f.							
hkl	$h+k+l=2n$	1190	1044	962	891	835	I	- - -
	$h+l=2n$	1172	1032	953	884	831	B	- - -
	$h+k=2n$	1166	1027	951	896	844	C	- - - F
	$h+l=2n$	1168	1023	946	882	821	A	- - -
0kl	$k+l=2n$	120	102	94	91	88	- n	- -
	$k=2n$	121	103	95	90	85	- b	- -
....								
hhl	$l=2n$	62	13	4	1	0	- - -	c
h00	$h=2n$	11	11	9	8	8	- 21	- -
	$h=4n$	15	15	13	12	12	- 41	- -
....								
00l	$l=2n$	12	1	0	0	0	- - -	21

Beugungssymbol, Raumgruppen, Laueklasse

- ▶ Sammlung aller aus den Auslöschungsbedingungen folgenden Symmetrieelemente

Beugungssymbol, Raumgruppen, Laueklasse

- ▶ Sammlung aller aus den Auslöschungsbedingungen folgenden Symmetrieelemente
- ▶ für das Beispiel:

$$P \quad \underbrace{6_3 / -}_{1. \text{ Blickrichtung}} \quad \underbrace{-}_{2. \text{ Blickr.}} \quad \underbrace{c}_{3. \text{ Blickr.}}$$

Beugungssymbol, Raumgruppen, Laueklasse

- ▶ Sammlung aller aus den Auslöschungsbedingungen folgenden Symmetrieelemente
- ▶ für das Beispiel:

$$P \quad \underbrace{6_3 / -}_{1. \text{ Blickrichtung}} \quad \underbrace{-}_{2. \text{ Blickr.}} \quad \underbrace{c}_{3. \text{ Blickr.}}$$

- ▶ Bestimmung der Laueklasse (Mittelung über symmetrie-äquivalente Daten
 $\mapsto R_{int}$)

Beugungssymbol, Raumgruppen, Laueklasse

- ▶ Sammlung aller aus den Auslöschungsbedingungen folgenden Symmetrieelemente
- ▶ für das Beispiel:

$$P \quad \underbrace{6_3/-}_{1. \text{ Blickrichtung}} \quad \underbrace{-}_{2. \text{ Blickr.}} \quad \underbrace{c}_{3. \text{ Blickr.}}$$

- ▶ Bestimmung der Laueklasse (Mittelung über symmetrie-äquivalente Daten
 $\mapsto R_{int}$)
- ▶ mögliche Raumgruppen, hier $P6_3/mmc$ und $P6_3mc$

Das Phasenproblem

► Basics:
$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)} \quad (1)$$

bzw. in Vektorform:
$$F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)} \quad (2)$$

mit

- $F_{\vec{h}}$: Strukturfaktor
- $j = 1 \dots N$: Atome in der Elementarzelle
- f_j : Atomformfaktoren = f(Gesamtelektronenzahl des Atoms, λ , Θ)
- $e^{\dots}$ = Phase $\mapsto$ Strukturinformation $\vec{x}_j$ (relative Anordnung der Streuzentren zueinander)

Das Phasenproblem

► Basics:
$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)} \quad (1)$$

bzw. in Vektorform:
$$\vec{F}_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)} \quad (2)$$

mit

- $F_{\vec{h}}$: Strukturfaktor
 - $j = 1 \dots N$: Atome in der Elementarzelle
 - f_j : Atomformfaktoren = f(Gesamtelektronenzahl des Atoms, λ , Θ)
 - $e^{\dots}$ = Phase $\mapsto$ Strukturinformation $\vec{x}_j$ (relative Anordnung der Streuzentren zueinander)
- alternativ zu (2) als Integral über das Volumen der Elementarzelle:

$$\vec{F}_{\vec{h}} = \int_{VEZ} \rho_{\vec{x}} e^{2\pi i\vec{h}\vec{x}} dV \quad (3)$$

Das Phasenproblem

► Basics:
$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)} \quad (1)$$

bzw. in Vektorform:
$$\vec{F}_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)} \quad (2)$$

mit

- $\vec{F}_{\vec{h}}$: Strukturfaktor
 - $j = 1 \dots N$: Atome in der Elementarzelle
 - f_j : Atomformfaktoren = f(Gesamtelektronenzahl des Atoms, λ , Θ)
 - $e^{\dots}$ = Phase $\mapsto$ Strukturinformation $\vec{x}_j$ (relative Anordnung der Streuzentren zueinander)
- alternativ zu (2) als Integral über das Volumen der Elementarzelle:

$$\vec{F}_{\vec{h}} = \int_{VEZ} \rho_{\vec{x}} e^{2\pi i \vec{h}\vec{x}} dV \quad (3)$$

► Phasenproblem:

- $\vec{F}_{\vec{h}}$ nicht messbar, sondern nur Reflex-Intensitäten $I_{\vec{h}} = F_{\vec{h}}^2$
- $\mapsto$ Phaseninformation (bei zentrosymmetrischen Strukturen Vorzeicheninformation) geht verloren

Prinzip der Fouriertransformation

Prinzip der Fouriertransformation

- ▶ eindimensional: (Mathe I/II):
 - ▶ periodische Funktion $f(x)$ (Periode L) $\mapsto$ als Fourier-Reihe entwickelt:

$$f(x) = \sum_n A_n e^{2\pi i \frac{nx}{L}} \quad (4 \text{ a})$$

Prinzip der Fouriertransformation

- ▶ eindimensional: (Mathe I/II):
 - ▶ periodische Funktion $f(x)$ (Periode L) $\mapsto$ als Fourier-Reihe entwickelt:

$$f(x) = \sum_n A_n e^{2\pi i \frac{nx}{L}} \quad (4 \text{ a})$$

- ▶ mit Fourier-Koeffizienten:

$$A_n = \frac{1}{L} \int f(x) e^{-2\pi i \frac{nx}{L}} dx \quad (3 \text{ a})$$

Prinzip der Fouriertransformation

- ▶ eindimensional: (Mathe I/II):

- ▶ periodische Funktion $f(x)$ (Periode L) $\mapsto$ als Fourier-Reihe entwickelt:

$$f(x) = \sum_n A_n e^{2\pi i \frac{nx}{L}} \quad (4 \text{ a})$$

- ▶ mit Fourier-Koeffizienten:

$$A_n = \frac{1}{L} \int f(x) e^{-2\pi i \frac{nx}{L}} dx \quad (3 \text{ a})$$

- ▶ Übertragung:

Prinzip der Fouriertransformation

- ▶ eindimensional: (Mathe I/II):

- ▶ periodische Funktion $f(x)$ (Periode L) $\mapsto$ als Fourier-Reihe entwickelt:

$$f(x) = \sum_n A_n e^{2\pi i \frac{nx}{L}} \quad (4 \text{ a})$$

- ▶ mit Fourier-Koeffizienten:

$$A_n = \frac{1}{L} \int f(x) e^{-2\pi i \frac{nx}{L}} dx \quad (3 \text{ a})$$

- ▶ Übertragung:

- ▶ Strukturfaktor $F \mapsto$ periodische Funktion der Elektronendichte $\rho_{\vec{x}}$:

$$F_{\vec{h}} = \int \rho_{\vec{x}} e^{2\pi i \vec{h} \cdot \vec{x}} dV \quad (3)$$

Prinzip der Fouriertransformation

- ▶ eindimensional: (Mathe I/II):

- ▶ periodische Funktion $f(x)$ (Periode L) $\mapsto$ als Fourier-Reihe entwickelt:

$$f(x) = \sum_n A_n e^{2\pi i \frac{nx}{L}} \quad (4 \text{ a})$$

- ▶ mit Fourier-Koeffizienten:

$$A_n = \frac{1}{L} \int f(x) e^{-2\pi i \frac{nx}{L}} dx \quad (3 \text{ a})$$

- ▶ Übertragung:

- ▶ Strukturfaktor $F \mapsto$ periodische Funktion der Elektronendichte $\rho_{\vec{x}}$:

$$F_{\vec{h}} = \int \rho_{\vec{x}} e^{2\pi i \vec{h} \cdot \vec{x}} dV \quad (3)$$

- ▶ Vergleich mit Prinzip der Fourier-Synthese

- ▶ $F_{\vec{h}}$ sind die Fourierkoeffizienten der periodischen Funktion $\rho_{\vec{x}}$:

$$\rho_{\vec{x}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}} e^{-2\pi i \vec{h} \cdot \vec{x}} \quad (4)$$

- ▶ Elektronendichte = Fourierreihe der F-Werte
 - ▶ F-Werte = Fouriertransformierte der Elektronendichte

Prinzip der Fouriertransformation

- ▶ eindimensional: (Mathe I/II):

- ▶ periodische Funktion $f(x)$ (Periode L) $\mapsto$ als Fourier-Reihe entwickelt:

$$f(x) = \sum_n A_n e^{2\pi i \frac{nx}{L}} \quad (4 \text{ a})$$

- ▶ mit Fourier-Koeffizienten:

$$A_n = \frac{1}{L} \int f(x) e^{-2\pi i \frac{nx}{L}} dx \quad (3 \text{ a})$$

- ▶ Übertragung:

- ▶ Strukturfaktor $F \mapsto$ periodische Funktion der Elektronendichte $\rho_{\vec{x}}$:

$$F_{\vec{h}} = \int \rho_{\vec{x}} e^{2\pi i \vec{h} \cdot \vec{x}} dV \quad (3)$$

- ▶ Vergleich mit Prinzip der Fourier-Synthese

- ▶ $F_{\vec{h}}$ sind die Fourierkoeffizienten der periodischen Funktion $\rho_{\vec{x}}$:

$$\rho_{\vec{x}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}} e^{-2\pi i \vec{h} \cdot \vec{x}} \quad (4)$$

- ▶ Elektronendichte = Fourierreihe der F-Werte
 - ▶ F-Werte = Fouriertransformierte der Elektronendichte

- ▶ Anwendung:

- ▶ für bekannte $F \mapsto$ Elektronendichtekarte $\rho_{\vec{x}}$ mit (4) berechenbar
 - ▶ $\mapsto$ Basis jeder Strukturverfeinerung

Übersicht: realer – reziproker Raum

Raum	reziprok	real
Ort (Koord.)	$\vec{h} = h, k, l$	$\vec{x} = x, y, z$
Amplitude	Strukturfaktor F	Elektronendichte ρ
	$F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)} \quad (2)$ $F_{\vec{h}} = \int \rho_{\vec{x}} e^{2\pi i\vec{h}\vec{x}} dV \quad (3)$	$\rho_{\vec{x}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}} e^{-2\pi i\vec{h}\vec{x}} \quad (4)$
Symmetrie	11 Laueklassen 81 Beugungssymbole aus F^2 <u>keine</u> Translationssymmetrie	32 Punktgruppen 230 Raumgruppen translationssymmetrisch

Patterson-Methode

- ▶ älteste Methode, auch ohne Rechner verwendbar

Patterson-Methode

- ▶ älteste Methode, auch ohne Rechner verwendbar
- ▶ Idee: analog (4) für ρ_x :

$$\rho_{\vec{x}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}} e^{-2\pi i \vec{h} \vec{x}} \quad (4)$$

werden statt F einfach F^2 (Messung!) eingesetzt

↳ neue Funktion (Patterson-Funktion) (mit Ortskoordinaten $u, v, w = \vec{u}$):

$$P_{\vec{u}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}}^2 e^{-2\pi i \vec{h} \vec{u}} \quad (5)$$

Patterson-Methode

- ▶ älteste Methode, auch ohne Rechner verwendbar
- ▶ Idee: analog (4) für $\rho_{\vec{x}}$:

$$\rho_{\vec{x}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}} e^{-2\pi i \vec{h} \vec{x}} \quad (4)$$

werden statt F einfach F^2 (Messung!) eingesetzt

↳ neue Funktion (Patterson-Funktion) (mit Ortskoordinaten $u, v, w = \vec{u}$):

$$P_{\vec{u}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}}^2 e^{-2\pi i \vec{h} \vec{u}} \quad (5)$$

- ▶ durch Einsetzen von (3)

$$F_{\vec{h}} = \int \rho_{\vec{x}} e^{2\pi i \vec{h} \vec{x}} dV \quad (3)$$

für F in (5) folgt für $P_{\vec{u}}$:

$$P_{\vec{u}} = \frac{1}{V} \int_V \rho_{\vec{x}} \rho_{\vec{x}+\vec{u}} dV \quad (6)$$

Patterson-Methode

- ▶ älteste Methode, auch ohne Rechner verwendbar
- ▶ Idee: analog (4) für $\rho_{\vec{x}}$:

$$\rho_{\vec{x}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}} e^{-2\pi i \vec{h} \vec{x}} \quad (4)$$

werden statt F einfach F^2 (Messung!) eingesetzt

↳ neue Funktion (Patterson-Funktion) (mit Ortskoordinaten $u, v, w = \vec{u}$):

$$P_{\vec{u}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}}^2 e^{-2\pi i \vec{h} \vec{u}} \quad (5)$$

- ▶ durch Einsetzen von (3)

$$F_{\vec{h}} = \int \rho_{\vec{x}} e^{2\pi i \vec{h} \vec{x}} dV \quad (3)$$

für F in (5) folgt für $P_{\vec{u}}$:

$$P_{\vec{u}} = \frac{1}{V} \int_V \rho_{\vec{x}} \rho_{\vec{x}+\vec{u}} dV \quad (6)$$

- ▶ ↳ $P_{\vec{u}}$ ist Amplitude in einem Vektorraum $\vec{u}$ (Patterson-Raum)

Übersicht: realer – reziproker – Patterson-Raum

Raum	reziprok	real	Vektor
Ort (Koord.)	$\vec{h} = h, k, l$	$\vec{x} = x, y, z$	$\vec{u} = u, v, w; u = x_1 - x_2 \dots$
Amplitude	Strukturfaktor F	Elektronendichte ρ	Pattersonfunktion P
	$F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)} \quad (2)$ $F_{\vec{h}} = \int \rho_{\vec{x}} e^{2\pi i\vec{h}\vec{x}} dV \quad (3)$	$\rho_{\vec{x}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}} e^{-2\pi i\vec{h}\vec{x}} \quad (4)$	$P_{\vec{u}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}}^2 e^{-2\pi i\vec{h}\vec{u}} \quad (5)$ $P_{\vec{u}} = \frac{1}{V} \int_V \rho_{\vec{x}} \rho_{\vec{x}+\vec{u}} dV \quad (6)$
Symmetrie	11 Laueklassen 81 Beugungssymbole aus F^2 <u>keine</u> Translationssym.	32 Punktgruppen 230 Raumgruppen translationssymmetrisch	24 Pattersongruppen Harker-Geraden; Harker-Schnitte translationssymmetrisch

Patterson-Funktion: Anwendung

- ▶ anschaulich:
 - ▶ Patterson-Maxima an den Orten $\vec{u}$, wo Kombinationsvektoren 2-er Atome liegen (Vektorraum!)
 - ▶ d.h. erkennbar werden Abstände vom jeweiligen Atom aus gesehen
 - ▶ in vielen Programmen implementiert (z.B. SHELXS-97: PATT)

Patterson-Funktion: Anwendung

- ▶ anschaulich:
 - ▶ Patterson-Maxima an den Orten $\vec{u}$, wo Kombinationsvektoren 2-er Atome liegen (Vektorraum!)
 - ▶ d.h. erkennbar werden Abstände vom jeweiligen Atom aus gesehen
 - ▶ in vielen Programmen implementiert (z.B. SHELXS-97: PATT)
- ▶ Nachteile:
 - ▶ sehr breites Maximum bei $P_{0,0,0}$
 - ▶ Maxima hängen immer von zwei atomaren Elektronendichten ab
 - ▶ Maxima sind breiter als bei der Fouriersynthese der F-Werte (Elektronendichtekarten)
 - ▶ sehr viele Peaks, da die Maxima bei Interkombinationsvektoren liegen

Patterson-Funktion: Anwendung

- ▶ anschaulich:
 - ▶ Patterson-Maxima an den Orten $\vec{u}$, wo Kombinationsvektoren 2-er Atome liegen (Vektorraum!)
 - ▶ d.h. erkennbar werden Abstände vom jeweiligen Atom aus gesehen
 - ▶ in vielen Programmen implementiert (z.B. SHELXS-97: PATT)
- ▶ Nachteile:
 - ▶ sehr breites Maximum bei $P_{0,0,0}$
 - ▶ Maxima hängen immer von zwei atomaren Elektronendichten ab
 - ▶ Maxima sind breiter als bei der Fouriersynthese der F-Werte (Elektronendichtekarten)
 - ▶ sehr viele Peaks, da die Maxima bei Interkombinationsvektoren liegen
- ▶ daher i.A. nur geeignet für
 - ▶ Schweratomstrukturen (z.B. Metallkomplexe) (1 Vektor dominiert P_u)
 - ▶ aber: bei Schweratom-Ersatz auch für Proteine

Beispiel: SHELXS-97-Input

```
TITL  Sr - In
CELL  0.71070   5.009   5.009   8.036   90.0   90.0  120.0
ZERR  2          0.0020  0.0020  0.0040   0.0   0.0   0.0
      P 63/M M C,NR.194*CB*
LATT  1
SYMM  -Y,      X-Y, Z
SYMM  Y-X, -X,  Z
      . . . . .
SYMM  X-Y, -Y,  .5+Z
SFAC  SR IN
UNIT  4 4
OMIT  2
PATT
FMAP  10
HKLF  4 1
```

Beispiel: SHELXS-97-Output (Auszug I)

Super-sharp Patterson for SrIn

Maximum = 999.10, minimum = -69.32 highest memory used = 9320 / 3956

0.1 seconds CPU time

Rms Patterson density excluding points close to the origin or an equivalent
lattice point is 34.45

	X	Y	Z	Weight	Peak	Sigma	Length
1	0.0000	0.0000	0.0000	24.	999.	29.00	0.00
2	0.0000	0.0000	0.4092	12.	347.	10.07	3.29
3	0.6667	0.3333	0.5000	12.	343.	9.97	4.95
4	0.6667	0.3333	0.2076	6.	253.	7.34	3.34
5	0.6667	0.3333	0.2945	6.	224.	6.49	3.74
6	0.6667	0.3333	0.0870	6.	150.	4.35	2.98
7	0.5000	0.0000	1.0000	8.	48.	1.41	2.50
8	0.5000	0.0000	0.5000	8.	47.	1.36	4.73
9	0.9364	0.1840	0.0000	2.	42.	1.21	1.12

vgl.: eine In-Atomposition (s.u.): $2/3, 1/3, 0.4569$

Beispiel: SHELXS-97-Output (Auszug II)

Patterson vector superposition minimum function for Sr - In

Patt. sup. on vector 1 0.6667 0.3333 0.2076 Height 253. Length 3.34

Maximum = 217.13, minimum = -123.52 highest memory used = 12281 / 7798

58 Superposition peaks employed, maximum height 49.5 and minimum height 2.8 on at

Heavy-Atom Location for SrIn

109 reflections used for structure factor sums

Solution 1 CFOM = 81.78 PATFOM = 99.9 Corr. Coeff. = 90.5 SYMFOM = 99.9

Shift to be added to superposition coordinates: 0.3326 1.1656 0.3485

Name	At.No.	x	y	z	s.o.f.	Minimum distances/PATSMF (self first)		
IN1	52.4	0.6667	0.3333	0.4569	0.1667	2.97		
						160.2		
IN2	48.1	1.0000	0.0000	0.2500	0.0833	4.02	3.34	
						169.6	247.6	
SR3	13.3	0.6667	0.3333	0.6546	0.1667	1.53	1.59	2.99
						0.0	64.3	0.0

Direkte Methoden: Prinzip

- ▶ Brute force-Methode zur Phasenbestimmung

Direkte Methoden: Prinzip

- ▶ Brute force-Methode zur Phasenbestimmung
- ▶ Idee/Grundprinzipien
 - ▶ $\rho_{\vec{x}}$ darf an keinem Ort $\vec{x}$ negativ sein ($\rho_{\vec{x}} > 0$)
 - ▶ $\rho_{\vec{x}}$ ist an den Atompositionen konzentriert

Direkte Methoden: Prinzip

- ▶ Brute force-Methode zur Phasenbestimmung
- ▶ Idee/Grundprinzipien
 - ▶ $\rho_{\vec{x}}$ darf an keinem Ort $\vec{x}$ negativ sein ($\rho_{\vec{x}} > 0$)
 - ▶ $\rho_{\vec{x}}$ ist an den Atompositionen konzentriert
- ▶ $\mapsto$ Reflexstatistiken
 - ▶ Harker-Kasper-Ungleichungen (1948)
 - ▶ Sayre-Gleichung (1952) (Triplet-Beziehung, TPR)
$$s(\vec{h}_1)s(\vec{h}_2)s(\vec{h}_1 + \vec{h}_2) \approx 1$$
mit:
 - ▶ s: Vorzeichen
 - ▶ $\approx$ ist mit einer bestimmten Wahrscheinlichkeit (abhängig vom F-Wert)
 - ▶ Quartett-Beziehungen,

Direkte Methoden: Prinzip

- ▶ Brute force-Methode zur Phasenbestimmung
- ▶ Idee/Grundprinzipien
 - ▶ $\rho_{\vec{x}}$ darf an keinem Ort $\vec{x}$ negativ sein ($\rho_{\vec{x}} > 0$)
 - ▶ $\rho_{\vec{x}}$ ist an den Atompositionen konzentriert
- ▶ $\mapsto$ Reflexstatistiken
 - ▶ Harker-Kasper-Ungleichungen (1948)
 - ▶ Sayre-Gleichung (1952) (Triplet-Beziehung, TPR)
$$s(\vec{h}_1)s(\vec{h}_2)s(\vec{h}_1 + \vec{h}_2) \approx 1$$
mit:
 - ▶ s: Vorzeichen
 - ▶ $\approx$ ist mit einer bestimmten Wahrscheinlichkeit (abhängig vom F-Wert)
 - ▶ Quartett-Beziehungen,
- ▶ statistische Aussagen zu Beziehung zwischen den Vorzeichen von mindestens 3 Reflexen

Direkte Methoden: Prinzip

- ▶ Brute force-Methode zur Phasenbestimmung
- ▶ Idee/Grundprinzipien
 - ▶ $\rho_{\vec{x}}$ darf an keinem Ort $\vec{x}$ negativ sein ($\rho_{\vec{x}} > 0$)
 - ▶ $\rho_{\vec{x}}$ ist an den Atompositionen konzentriert
- ▶ $\mapsto$ Reflexstatistiken
 - ▶ Harker-Kasper-Ungleichungen (1948)
 - ▶ Sayre-Gleichung (1952) (Triplet-Beziehung, TPR)
$$s(\vec{h}_1)s(\vec{h}_2)s(\vec{h}_1 + \vec{h}_2) \approx 1$$
mit:
 - ▶ s: Vorzeichen
 - ▶ $\approx$ ist mit einer bestimmten Wahrscheinlichkeit (abhängig vom F-Wert)
 - ▶ Quartett-Beziehungen,
- ▶ statistische Aussagen zu Beziehung zwischen den Vorzeichen von mindestens 3 Reflexen
- ▶ bei nichtzentrosymmetrischen Strukturen komplizierter

Direkte Methoden: Anwendung (Programm-Prinzip)

1. geschickte Wahl starker Reflexe (große E-Werte)
2. zufällige Wahl von Phasen/Vorzeichen für diese Reflexe
3. Test auf Konsistenz mit den statistischen Aussagen (TPR usw.) $\mapsto$ z.B. CFOM
4. $\mapsto$ schlechte Übereinstimmung $\mapsto$ 2
5. $\mapsto$ gute Übereinstimmung $\mapsto$ Berechnung der Phasen aller Reflexe aus den TPRs usw.
6. Fouriersynthese der E-Werte $\mapsto$ Elektronendichte-Karten
7. Zuordnung der Maxima der Elektronendichte zu Atomen

Direkte Methoden: Beispiel mit SHELXS-97: Input

```
TITL  SrIn
CELL  0.71070   5.009   5.009   8.036   90.0   90.0  120.0
ZERR  2          0.0020  0.0020  0.0040   0.0   0.0   0.0
      P 63/M M C,NR.194*CB*
LATT  1
SYMM  -Y,      X-Y, Z
      . . . . .
SYMM  X-Y, -Y,  .5+Z
SFAC  SR IN
UNIT  2 4
OMIT  2
TREF
FMAP  10
HKLF  4 1
```

Beispiel: SHELXS-97-Output (Auszug I)

SUMMARY OF PARAMETERS FOR SrIn

```

ESEL Emin 1.200 Emax 5.000 DelU 0.005 renorm 0.700 axis 0
OMIT s 2.00 2theta(lim) 180.0
INIT nn 7 nf 16 s+ 0.800 s- 0.200 wr 0.200
PHAN steps 10 cool 0.900 Boltz 0.400 ns 24 mtp 40 mnqr 10
TREF np 256. nE 24 kapscal 0.900 ntan 2 wn -0.950
FMAP code 10
PLAN npeaks -5 del1 0.500 del2 1.500
MORE verbosity 1
TIME t 9999999.

```

19 Reflections and 95. unique TPR for phase annealing

19 Phases refined using 95. unique TPR

19 Reflections and 95. unique TPR for R(alpha)

0 Unique negative quartets found, 0 used for phase refinement

ONE-PHASE SEMINVARIANTS

h	k	l	E	P+	Phi
-2	4	0	1.865	1.00	
0	2	2	1.656	0.32	
0	4	2	1.693	0.25	
-2	4	4	1.663	0.86	

Beispiel: SHELXS-97-Output (Auszug II)

Following phases held constant with unit weights for the initial 4 weighted tangent cycles (before phase annealing):

h	k	l	E	Phase/Comment
-1	2	0	1.604	random phase
-2	4	0	1.865	0 sigma-1 = 0.997
.....				
-2	4	4	1.663	0 sigma-1 = 0.859

All other phases random with initial weights of 0.200 replaced by $0.2 \cdot \alpha$ (or 1 if less) during first 4 cycles - unit weights for all phases thereafter

128 Parallel refinements, highest memory = 414 / 5520

Try	Ralpha	Nqual	Sigma-1	M(abs)	CFOM	Seminvariants
1420309.	0.756	0.000	0.623	0.573	0.756	++++
597829.	0.035	0.000	1.000	1.230	0.035	+---+
.....						
1702605.	0.035	0.000	1.000	1.230	0.035	+---+

CFOM Range	Frequency
------------	-----------

0.000 - 0.020	0
0.020 - 0.040	232
0.040 - 0.060	0

.....

Beispiel: SHELXS-97-Output (Auszug III)

E-Fourier for SrIn

Maximum = 646.79, minimum = -152.38 highest memory used = 8680 / 1741

Heavy-atom assignments:

	x	y	z	s.o.f.	Height
IN1	0.6667	0.3333	0.0456	0.1667	646.8

Peak list optimization

RE = 0.290 for 1 surviving atoms and 41 E-values Highest memory used = 1495 / 30

E-Fourier for SrIn

Maximum = 634.84, minimum = -153.68 highest memory used = 8696 / 1741

Peak list optimization

RE = 0.134 for 2 surviving atoms and 41 E-values Highest memory used = 1511 / 30

....

E-Fourier for SrIn

Maximum = 600.29, minimum = -141.74 highest memory used = 8720 / 1741

IN1	0.	0.6667	0.3333	0.0456	0.167	3.14	0 1	3.326	
							0 2	3.326	120.8
							0 3	2.342	49.0 87.9
							0 4	2.605	30.2 145.1 77.0
							0 5	1.866	74.4 87.4 108.2 68.3
							1 IN1	2.983	164.6 43.8 121.2 161.7 101

.....

1	487.	1.0000	0.0000	0.2500	0.083	4.12	0 IN1	3.326
---	------	--------	--------	--------	-------	------	-------	-------

Direkte Methoden: Vor/Nachteile

► Vorteile:

- gute Chance für die meisten Strukturen mit gleichen Streuern (reine Organik, Intermetallisches)
- bei Anwendung von Quartetts recht robust (z.B. bzgl. Symmetriefehlern)
- heute die am meisten verwendete Methode bei Standard-Strukturanalysen
- in SHELXS-97 umfassend implementiert (Quartett-Beziehung, Phase-Annealing usw.)

Direkte Methoden: Vor/Nachteile

► Vorteile:

- gute Chance für die meisten Strukturen mit gleichen Streuern (reine Organik, Intermetallisches)
- bei Anwendung von Quartetts recht robust (z.B. bzgl. Symmetriefehlern)
- heute die am meisten verwendete Methode bei Standard-Strukturanalysen
- in SHELXS-97 umfassend implementiert (Quartett-Beziehung, Phase-Annealing usw.)

► Nachteile:

- Probleme mit zentrosymmetrischen Strukturen (wie auch bei Patterson)
- Lösung von Strukturen
 - mit mehr als 3 Dimensionen (modulierte Strukturen),
 - mit extremer dynamischer Fehlordnung von Schweratomen,
 - aus Pulvern,
 - von Quasikristallen

nicht möglich

Charge-Flipping: Idee und Algorithmus

- ▶ G. Oszlanyi, A. Sütő (2004)

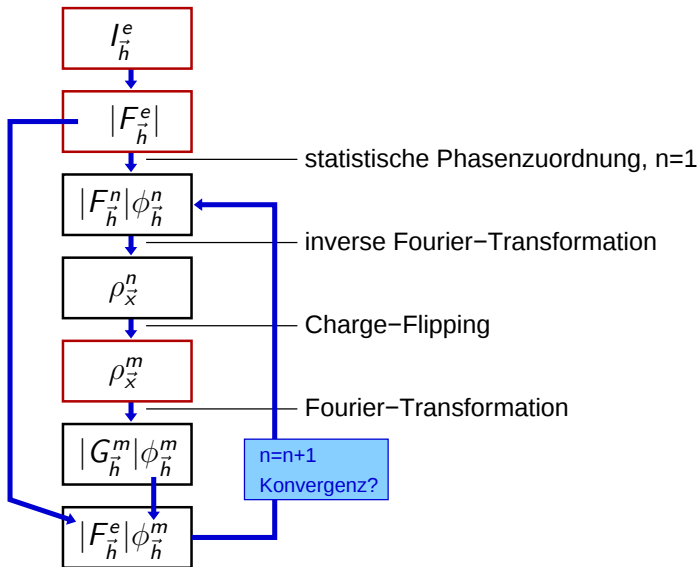
Charge-Flipping: Idee und Algorithmus

- ▶ G. Oszlanyi, A. Sütő (2004)
- ▶ Ansatz/Idee
 - ▶ die Elektronendichte darf an keinem Ort $\vec{x}$ negativ sein ($\rho_{\vec{x}} > 0$)

Charge-Flipping: Idee und Algorithmus

- ▶ G. Oszlanyi, A. Sütő (2004)
- ▶ Ansatz/Idee
 - ▶ die Elektronendichte darf an keinem Ort $\vec{x}$ negativ sein ($\rho_{\vec{x}} > 0$)
- ▶ Algorithmus
 1. Start: statistische Phasenzuordnung $\phi_{\vec{h}}^n$ zu allen beobachteten Reflexen $\vec{h}$ (alle anderen Reflexe: $\phi^n=0$; $\phi_{\vec{0}}^n$ kritisch!)
 2. $\rho_{\vec{x}}^n$ mittels inverser Fourier-Transformation (Gl. 4) berechnen (in einem Volumen-Grid von $N_1 \times N_2 \times N_3$ Pixeln)
 3. negative Dichten $\rho_{\vec{x}}^n$ durch positive gleicher Höhe austauschen $\mapsto$ Charge-Flipping $\mapsto$ modifizierte Dichte ($\rho_{\vec{x}}^m$)
 4. aus dieser modifizierten Dichte $\rho_{\vec{x}}^m$ mittels Fourier-Transformation (Gl. 3) temporäre Strukturfaktoren $G_{\vec{h}}^m$ berechnen
 5. durch Kombination der experimentellen Amplituden mit den Phasen von $G_{\vec{h}}^m$ die neuen Strukturfaktoren F^{n+1} für den nächsten Zyklus ermitteln (alle nicht gemessenen Reflexe: $\phi = 0$)
 6. GOTO 2 (Wiederholung der Schritte 2-5 bis zur Konvergenz)

Charge-Flipping: Flowchart



Verfeinerung der Atomparameter (Least-Squares-Verfahren)

- Lageparameter $\vec{x}_j$ gegen beobachtete Strukturfaktoren $F_{\vec{h}}$ per L.S. verfeinerbar:

$$F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)} \quad (2)$$

Verfeinerung der Atomparameter (Least-Squares-Verfahren)

- ▶ Lageparameter $\vec{x}_j$ gegen beobachtete Strukturfaktoren $F_{\vec{h}}$ per L.S. verfeinerbar:

$$F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)} \quad (2)$$

- ▶ Fourier-Karten $\mapsto$ Elektronendichten
 - ▶ $F_{\vec{h}}$ sind die Fourierkoeffizienten der periodischen Funktion $\rho_{\vec{x}}$:

$$\rho_{\vec{x}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}} e^{-2\pi i\vec{h}\vec{x}} \quad (4)$$

Verfeinerung der Atomparameter (Least-Squares-Verfahren)

- ▶ Lageparameter $\vec{x}_j$ gegen beobachtete Strukturfaktoren $F_{\vec{h}}$ per L.S. verfeinerbar:

$$F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)} \quad (2)$$

- ▶ Fourier-Karten $\mapsto$ Elektronendichten

- ▶ $F_{\vec{h}}$ sind die Fourierkoeffizienten der periodischen Funktion $\rho_{\vec{x}}$:

$$\rho_{\vec{x}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}} e^{-2\pi i\vec{h}\vec{x}} \quad (4)$$

- ▶ Differenz-Fourier-Karten $\mapsto$ Restelektronendichten (weitere Atome?)

- ▶ $F_{\vec{h}}^{obs} - F_{\vec{h}}^{calc}$ sind Fourierkoeffizienten der periodischen Funktion $\Delta\rho_{\vec{x}}$:

$$\Delta\rho_{\vec{x}} = \rho_{\vec{x}}^{obs} - \rho_{\vec{x}}^{calc} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} (F_{\vec{h}}^{obs} - F_{\vec{h}}^{calc}) e^{-2\pi i\vec{h}\vec{x}} \quad (4 d)$$

Beispiel-Input (Programm SHELXL-97)

```

TITL SrIn                      P63/mmc
CELL  0.71070   5.009   5.009   8.036   90.00   90.0   120.00
ZERR  2         0.0020   0.0020   0.0040   0.000   0.0   0.000
LATT  1
SYMM      X - Y ,           X ,   0.50000 + Z
SYMM      - Y ,           X - Y ,           Z
SYMM      - X ,           - Y ,   0.50000 + Z
SYMM     - X + Y ,           - X ,           Z
SYMM      Y ,           - X + Y ,   0.50000 + Z
SYMM      - Y ,           - X ,   0.50000 - Z
SYMM      X - Y ,           - Y ,           - Z
SYMM      X ,           X - Y ,   0.50000 - Z
SYMM      Y ,           X ,           - Z
SYMM     - X + Y ,           Y ,   0.50000 - Z
SYMM      - X ,           - X + Y ,           - Z
SFAC SR IN
UNIT  2    4
L.S.  10
ACTA
FVAR  0.1
IN1   2    0.666667   0.333333   0.045645   10.16667   0.01000
SR1   1    0.000000   0.000000   0.250000   10.08330   0.01000
HKLF  4 1
END

```

Beispiel-Output (Programm SHELXL-97)

```

...
V =      174.61      F(000) =      272.0      Mu =  28.02 mm-1      Cell Wt =      634.52
...
  h    k    l      Fo^2      Sigma      Why rejected
-1    2    1      28.35      6.28      observed but should be systematically absent
....
-2    4    3      21.40      4.31      observed but should be systematically absent

  2448 Reflections read, of which  210 rejected
-6 =< h =<  6,      -6 =< k =<  6,      -10 =< l =<  9,      Max. 2-theta =   57.66
....
Inconsistent equivalents etc.

  h    k    l      Fo^2      Sigma(Fo^2)  N  Esd of mean(Fo^2)
-1    2    0      8818.58      6.07      9   167.33
  0    3    0      4758.56      3.83      9   121.31
....
-1    2   10      614.42      1.99     15    14.95

  49 Inconsistent equivalents
 109 Unique reflections, of which      0 suppressed

```

Beispiel-Output (Programm SHELXL-97)

```

Least-squares cycle 10      Maximum vector length = 511      Memory required = 1163 /
wR2 = 0.2099 before cycle 10 for 109 data and 4 / 4 parameters
GooF = S = 1.967;      Restrained GooF = 1.967 for 0 restraints

ATOM      x      y      z      sof      U11      U22      U33      U
In1      0.66667  0.33333  0.04531  0.16667  0.02225
    0.00189  0.00000  0.00000  0.00024  0.00000  0.00105
Sr1      0.00000  0.00000  0.25000  0.08330  0.02314
    0.00000  0.00000  0.00000  0.00000  0.00000  0.00115

Final Structure Factor Calculation for SrIn      P63/mmc

Total number of l.s. parameters = 4      Maximum vector length = 511      Memory requi
wR2 = 0.2099 before cycle 11 for 109 data and 0 / 4 parameters

R1 = 0.0531 for 104 Fo > 4sig(Fo) and 0.0550 for all 109 data

```

Beispiel-Output (Programm SHELXL-97)

Bond lengths and angles

In1 -	Distance	Angles
In1_\$4	2.9822 (0.0015)	
In1_\$6	2.9822 (0.0015)	114.24 (0.06)
In1_\$5	2.9822 (0.0015)	114.24 (0.06) 114.24 (0.06)
In1_\$12	3.2898 (0.0041)	104.13 (0.07) 104.13 (0.07) 104.13 (0.07)
Sr1_\$13	3.3270 (0.0014)	72.50 (0.03) 72.50 (0.03) 164.50 (0.10) 60.37 (0.03)

.....

Electron density synthesis with coefficients Fo-Fc

Highest peak	1.25	at	0.6667	0.3333	0.1080	[0.50 A from IN1]
Deepest hole	-3.81	at	0.6667	0.3333	0.0401	[0.04 A from IN1]

Mean = -0.01, Rms deviation from mean = 0.49 e/A³, Highest memory used = 1227

Fourier peaks appended to .res file

		x	y	z	sof	U	Peak	Distances to nearest atoms (in
Q1	1	0.8009	0.6019	0.1047	0.50000	0.05	0.79	1.26 IN1 2.08 SR1 2.79 IN1 3
Q2	1	0.5368	0.0735	0.1205	0.50000	0.05	0.78	1.28 IN1 2.21 IN1 2.73 SR1 2
Q3	1	0.5916	0.1832	0.1908	0.50000	0.05	0.75	1.34 IN1 2.22 IN1 2.67 SR1 2

Ergebnisse I

- ▶ Kristallographische Daten
 - ▶ Gitterkonstanten, Raumgruppe
 - ▶ Koordinaten aller Atome
 - ▶ 'Temperaturfaktoren' (Schwingungs-Ellipsoide; Informationen über die Bewegung der Atome um ihre Gleichgewichtslage)
 - ▶ Gütefaktoren für die Strukturbestimmung (R-Werte)

Ergebnisse I

- ▶ Kristallographische Daten
 - ▶ Gitterkonstanten, Raumgruppe
 - ▶ Koordinaten aller Atome
 - ▶ 'Temperaturfaktoren' (Schwingungs-Ellipsoide; Informationen über die Bewegung der Atome um ihre Gleichgewichtslage)
 - ▶ Gütefaktoren für die Strukturbestimmung (R-Werte)
- ▶ in Files mit diversen Formaten
 - ▶ SHELX (s.o., für die entsprechenden Programmsysteme als Input brauchbar)
 - ▶ CIF (Crystal Information File; Standard der IUCr, etwas kryptisch)
 - ▶ PDB (Protein Database, für die PDB-Datenbank)
 - ▶ FDAT (für die Cambridge Crystallographic Database, CCDC)
 - ▶ CRYSTIN (für die ICSD, Inorganic Crystal Structure Database)
 - ▶ ...

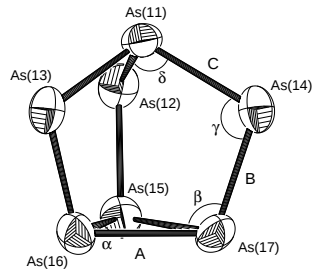
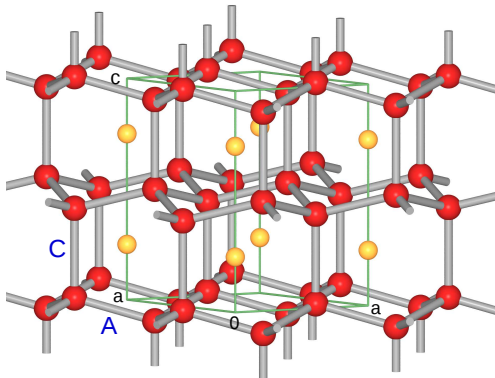
Ergebnisse I

- ▶ Kristallographische Daten
 - ▶ Gitterkonstanten, Raumgruppe
 - ▶ Koordinaten aller Atome
 - ▶ 'Temperaturfaktoren' (Schwingungs-Ellipsoide; Informationen über die Bewegung der Atome um ihre Gleichgewichtslage)
 - ▶ Gütefaktoren für die Strukturbestimmung (R-Werte)
- ▶ in Files mit diversen Formaten
 - ▶ SHELX (s.o., für die entsprechenden Programmsysteme als Input brauchbar)
 - ▶ CIF (Crystal Information File; Standard der IUCr, etwas kryptisch)
 - ▶ PDB (Protein Database, für die PDB-Datenbank)
 - ▶ FDAT (für die Cambridge Crystallographic Database, CCDC)
 - ▶ CRYSTIN (für die ICSD, Inorganic Crystal Structure Database)
 - ▶ ...
- ▶ berechenbar hieraus:
 - ▶ Koordinationszahlen
 - ▶ Atomabstände
 - ▶ Bindungswinkel
 - ▶ Torsionswinkel
 - ▶ Beste Ebenen
 - ▶ ...

Ergebnisse I

- ▶ Kristallographische Daten
 - ▶ Gitterkonstanten, Raumgruppe
 - ▶ Koordinaten aller Atome
 - ▶ 'Temperaturfaktoren' (Schwingungs-Ellipsoide; Informationen über die Bewegung der Atome um ihre Gleichgewichtslage)
 - ▶ Gütefaktoren für die Strukturbestimmung (R-Werte)
- ▶ in Files mit diversen Formaten
 - ▶ SHELX (s.o., für die entsprechenden Programmsysteme als Input brauchbar)
 - ▶ CIF (Crystal Information File; Standard der IUCr, etwas kryptisch)
 - ▶ PDB (Protein Database, für die PDB-Datenbank)
 - ▶ FDAT (für die Cambridge Crystallographic Database, CCDC)
 - ▶ CRYSTIN (für die ICSD, Inorganic Crystal Structure Database)
 - ▶ ...
- ▶ berechenbar hieraus:
 - ▶ Koordinationszahlen
 - ▶ Atomabstände
 - ▶ Bindungswinkel
 - ▶ Torsionswinkel
 - ▶ Beste Ebenen
 - ▶ ...
- ▶ div. Abbildungen der Molekül- bzw. der gesamten Kristallstrukturen

Ergebnisse II



Literatur, Programme, Datenbanken

- ▶ Literatur

- ▶ W. Massa: Einführung in die Kristallstrukturanalyse, Teubner.
- ▶ Giacovazzo et al. (ed.): Fundamentals of Crystallography, Oxford.

Literatur, Programme, Datenbanken

- ▶ Literatur
 - ▶ W. Massa: Einführung in die Kristallstrukturanalyse, Teubner.
 - ▶ Giacovazzo et al. (ed.): Fundamentals of Crystallography, Oxford.
- ▶ Programme
 - ▶ Messungen und Datenreduktion: jeweils Hersteller-eigene Programme
 - ▶ Strukturlösung: SHELXS-97 (G. Sheldrick, Göttingen)
 - ▶ Strukturverfeinerung: SHELXL-97 (G. Sheldrick, Göttingen)
 - ▶ viele Auswertetools, Zeichenprogramme usw. (s.a. Links auf Web-Seite)

Literatur, Programme, Datenbanken

- ▶ Literatur
 - ▶ W. Massa: Einführung in die Kristallstrukturanalyse, Teubner.
 - ▶ Giacovazzo et al. (ed.): Fundamentals of Crystallography, Oxford.
- ▶ Programme
 - ▶ Messungen und Datenreduktion: jeweils Hersteller-eigene Programme
 - ▶ Strukturlösung: SHELXS-97 (G. Sheldrick, Göttingen)
 - ▶ Strukturverfeinerung: SHELXL-97 (G. Sheldrick, Göttingen)
 - ▶ viele Auswertetools, Zeichenprogramme usw. (s.a. Links auf Web-Seite)
- ▶ Datenbanken
 - ▶ ICSD (Inorganic Crystal Structure Database) (Anorganik ohne Intermetallische Phasen) (teuer)
 - ▶ Pearsons Crystal Data (Intermetallische Phasen + sonstige Anorganik) (sehr teuer)
 - ▶ Pauling-File (Intermetallische Phasen) (frei nach Registrierung)
 - ▶ CSD (Cambridge Crystallographic Database) (Organik, Metallorganik) (teuer)
 - ▶ PDB (Protein Database) (frei im WEB)

! DANKE !