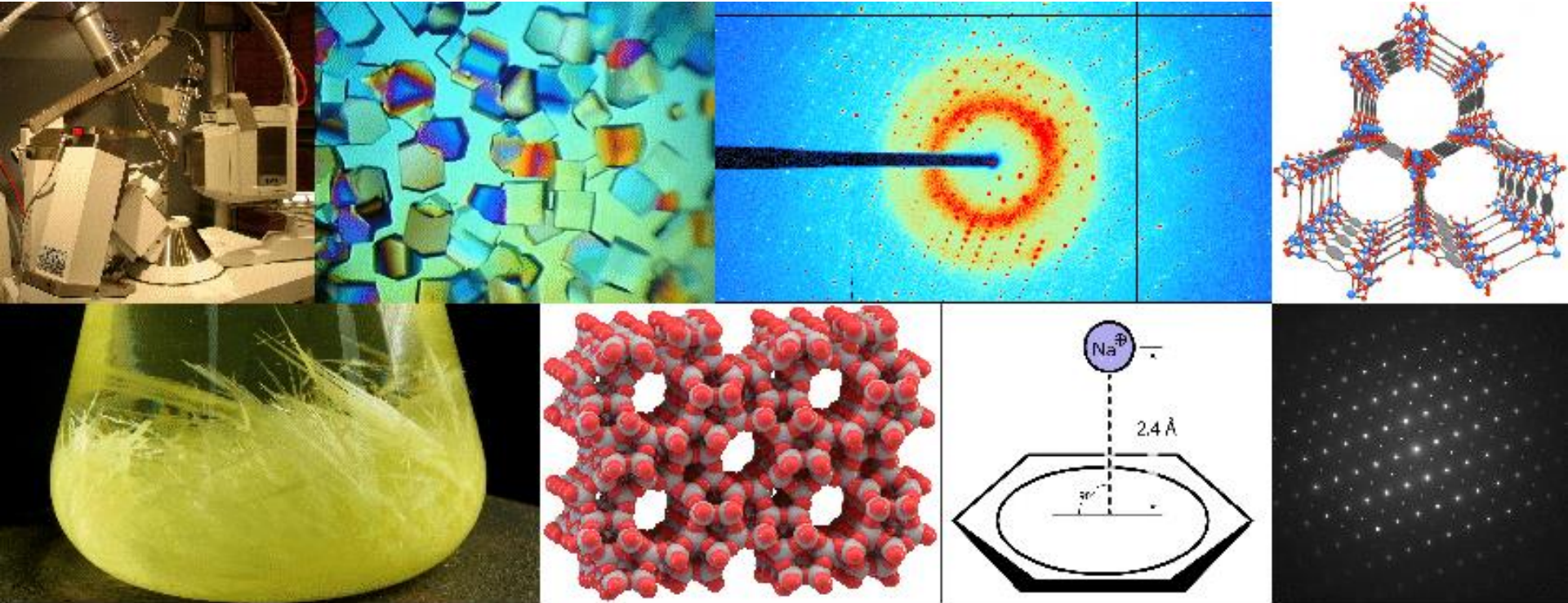


Programa de Actualización | ANUAL | 2018

CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL Y ANÁLISIS DE PROPIEDADES DE SÓLIDOS CRISTALINOS: POLIMORFOS, SOLVATOS, COCRISTALES Y SALES

Florencia Di Salvo | Sebastián Suárez

Departamento de Química Inorgánica, Analítica y Química Física, FCEN, UBA



Programa de Actualización | Agosto-Septiembre | 2018

VALIDACION DE RESULTADOS

Florencia Di Salvo | Sebastián Suárez

Departamento de Química Inorgánica, Analítica y Química Física, FCEN, UBA

Análisis Estructural

Los pasos principales

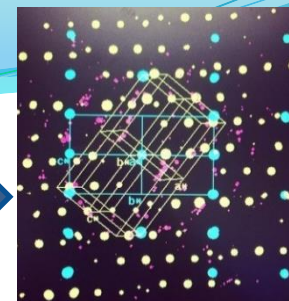
- Obtención de cristal(es)
- Montar muestra
- Estudio previo con rayos-X ("Pre-experiment")
- Medir datos de difracción ("toma de datos")
- Correcciones (absorción)
- Resolución (métodos directos, Patterson, inversión de carga)
- Refinamiento
- Análisis de los resultados
- Preparación de material para publicación



PREPARAR Y EVALUAR LOS CRISTALES



COLECTAR LOS DATOS DE DIFRACCIÓN



PROCESAR LOS DATOS DE DIFRACCIÓN

PYASP
C:\Users\Flori\Documents\TRAB...JO\DATOS\DRX\PyAsp\PYASP.ins

C10H12N2O4

$a = 5.3011(4)$ $a = 90^\circ$ $Z = 2$
 $b = 9.0784(7)$ $\beta = 92.245(6)^\circ$ $Z' = 1$ $R_t = 4.46\%$
 $c = 10.6677(7)$ $\gamma = 90^\circ$ $V = 512.99(7)$

d min (Mo) 0.74 λ 13.6 λ 2.13% complete 58%
 Shift 0.008 Max Peak 0.1 Min Peak 0.2 Gof 1.022 0(1)

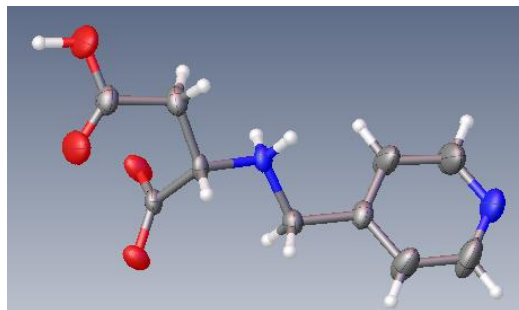
PYASP
C:\Users\Flori\Documents\TRAB...JO\DATOS\DRX\PyAsp\PYASP.ins

C10H12N2O4

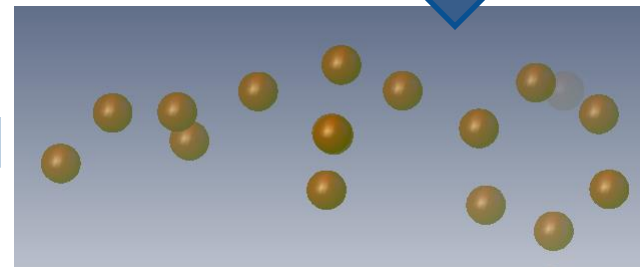
$a = 5.3011(4)$ $a = 90^\circ$ $Z = 2$
 $b = 9.0784(7)$ $\beta = 92.245(6)^\circ$ $Z' = 1$ $R_t = 4.25\%$
 $c = 10.6677(7)$ $\gamma = 90^\circ$ $V = 512.99(7)$

d min (Mo) 0.74 λ 13.6 λ 2.13% complete 58%
 Shift 0.000 Max Peak 0.1 Min Peak -0.2 Gof 1.021 0(1)

VALIDAR Y CHEQUEAR LA ESTRUCTURA



REFINAR LA ESTRUCTURA CRISTALINA



RESOLVER LA ESTRUCTURA CRISTALINA

ANALIZAR LOS DATOS ESTRUCTURALES

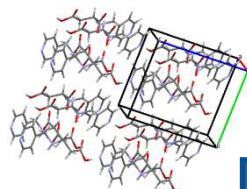
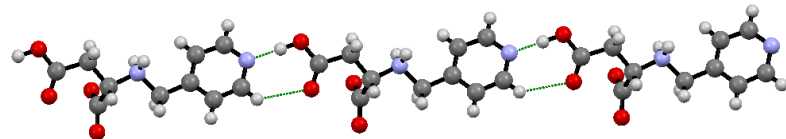


Table 4 Bond Lengths for PYASP.

Atom	Atom	Length/Å	Atom	Atom	Length/Å
C4	C12	1.516 (4)	C9	N3	1.490 (4)
C4	N3	1.503 (3)	C10	C12	1.512 (4)
C4	C3	1.542 (4)	C10	O0AA	1.296 (5)
N5	C14	1.318 (6)	C10	O1AA	1.192 (5)
N5	C15	1.316 (6)	C13	C14	1.378 (5)
C8	C9	1.509 (4)	C15	C16	1.380 (5)
C8	C13	1.378 (5)	O1	C3	1.255 (4)
C8	C16	1.368 (5)	O2	C3	1.236 (4)

PREPARAR FIGURAS Y TABLAS



Archivo cif

```

# PYSP - Humpal
File Edit Format View Help
Data: pyasp
  _audit_creation_date 2016-09-12
  _audit_creation_method
  _solved 1.2
  _compiled 2016.09.09 svn:3337 for Gladosy, GSE svn:52371
  _publ_contact_author_address ?
  _publ_contact_author_email ?
  _publ_contact_author_id ?
  _publ_contact_author_name ?
  _publ_contact_author_phone ?
  _publ_section_references ?
  _journal L. J., Dolanovoy, O. V., Gilmore, R. J., Howard, J. A. K., Puschmann, H. (2015). Acta Cryst. A71, 59-75.
  _journal O. V., Bourhis, L. J., Gilmore, R. J., Howard, J. A. K. & Puschmann, H. (2015). J. Appl. Cryst. 42, 159-161.
  _journal G. H. (2015). Acta Cryst. C71, 3-8.
  _chemical_name_common ?
  _chemical_name_systematic ?
  _chemical_formula_moiety 'C10 H12 N2 O4'
  _chemical_formula_sum 'C10 H12 N2 O4'
  _chemical_formula_weight 224.32
  _chemical_absolute_configuration ?
  _chemical_milling_angle ?
  _chemical_posit ?
  _chemical_posit ?
  _chem _chem _chem
  _atom_type_label ?
  _atom_type_description ?
  _atom_type_scatter_dispersion_real ?
  _atom_type_scatter_dispersion_imag ?
  _atom_type_scatter_source ?

```

COMUNICAR LOS RESULTADOS

Obtención de los resultados

http://shelx.uni-ac.gwdg.de/SHELX/shelxs_keywords.php

Registration
Downloads
Tutorials & talks
Wikis & manuals
Open access papers
SM GUIs etc.
MM GUIs etc.
SHELX workshops
SHELX user list
Recent changes
FAQs
Back to first page

SFAC elements

These element symbols define the order of scattering factors to be employed by the program. The first 94 elements of the periodic system are recognized. SHELXS uses absorption coefficients from International Tables (1991) volume C. For organic structures the first two SFAC types should be C and H, in that order; the E-Fourier recycling generally assigns the first SFAC type (i.e. C) to peaks.

SFAC a1 b1 a2 b2 a3 b3 a4 b4 c df' df'' mu r wt

Scattering factor in the form of an exponential series, followed by real and imaginary corrections, linear absorption coefficient, covalent radius and atomic weight. In addition, a 'label' consisting of up to 4 characters beginning with a letter (e.g. Ca2+) may be included before a1. The two SFAC formats may be used in the same .ins file; the order of the SFAC instructions (and the order of element names in the first type of SFAC instruction) define the scattering factor numbers which are referenced by atom instructions. Not all numbers on this instruction are actually used by SHELXS, but the full data must be given for compatibility with SHELXL.

SPIN phi1[0] phi2[0] phi3[0]

The following fragment (which should begin with a FRAG instruction) is rotated by the specified angles (in radians). This instruction is used to reinput angles from the Patterson search program PATSEE.

A SHELXS job that is already running may be terminated gracefully by creating a file *name.fin* in the directory in which SHELXS is running. Many GUIs can generate the .ins file. The following example *ylid.ins* was set up, together with *ylid.hkl*, by the Bruker AXS program XPREP:

Obtención de los resultados

http://shelx.uni-ac.gwdg.de/SHELX/shelxl_html.php

Registration
Downloads
Tutorials & talks
Wikis & manuals
Open access papers
SM GUIs etc.
MM GUIs etc.
SHELX workshops
SHELX user list
Recent changes
FAQs
Back to first page

FMAP `code[2]` `axis[#]` `nl[53]`

The unique unit of the cell for performing the Fourier calculation is set up automatically unless specified by the user using FMAP and GRID; the value of axis must be non-zero to suppress the automatic selection. The program chooses a 53 x 53 x nl or 103 x 103 x nl grid depending on the resolution of the data. axis is 1, 2 or 3 to define the direction perpendicular to the layers. Dispersion corrections are applied (so that the resulting electron density is real) and Friedel opposites are merged after the least-squares refinement and analysis of variance but before calculating the Fourier synthesis. Reflections with $\sigma(F)$ relatively large compared with $|F_c|$ are weighted down, this helps to reduce noise. The r.m.s. fluctuation of the map relative to the mean density is also calculated; in the case of a difference map this gives an estimate of the 'noise level' and so may be used to decide whether individual peaks are significant. Usually FMAP 2 is employed to find missing atoms, but if a significant part of the structure is missing, FMAP 5 or 6 may be better. ACTA requires FMAP 2 so that the difference density is on an absolute scale. If code is made negative, both positive and negative peaks are listed, sorted on the absolute value of the peak height. This is useful for neutron diffraction data.

code=2: Difference electron density synthesis with coefficients ($F_o - F_c$) and phases $\varphi(\text{calc})$.

code=3: Electron density synthesis with coefficients F_o and phases $\varphi(\text{calc})$.

code=4: Electron density synthesis with coefficients ($2F_o - F_c$) and phases $\varphi(\text{calc})$. $F(000)$ is included in the Fourier summations for code=3 and 4.

code=5: Sim-weighted ($2mF_o - DF_c$) Fourier.

code=6: Sim-weighted ($2mF_o - DF_c$) Fourier, coefficients sharpened by multiplying with $\sqrt{(E/F)}$.

Presentación de los resultados

La IUCr
presenta
para otros
(Crystallography
in the
_cell_length
definido

```
349 loop_
350   _space_group_symop_operation_xyz
351     'x, y, z'
352     '-x, -y, -z'
353
354   _cell_length_a          9.4250(6)
355   _cell_length_b          11.6209(4)
356   _cell_length_c          12.6080(5)
357   _cell_angle_alpha       88.708(3)
358   _cell_angle_beta        68.696(5)
359   _cell_angle_gamma       86.313(4)
360   _cell_volume            1283.89(11)
361   _cell_formula_units_Z   2
362   _cell_measurement_temperature 170(2)
363   _cell_measurement_reflns_used 4224
364   _cell_measurement_theta_min 3.7620
365   _cell_measurement_theta_max 28.5600
366
367   _exptl_crystal_description prism
368   _exptl_crystal_colour    orange
369   _exptl_crystal_density_meas ?
370   _exptl_crystal_density_method ?
371   _exptl_crystal_density_diffrn 1.292
372   _exptl_crystal_F_000      532
373   _exptl_transmission_factor_min ?
374   _exptl_transmission_factor_max ?
375   _exptl_crystal_size_max    0.5
376   _exptl_crystal_size_mid    0.4
377   _exptl_crystal_size_min    0.35
378   _exptl_absorpt_coefficient_mu 0.086
379   _shelx_estimated_absorpt_T_min ?
380   _shelx_estimated_absorpt_T_max ?
381   _exptl_absorpt_correction_type multi-scan
382   _exptl_absorpt_correction_T_min 0.97954
383   _exptl_absorpt_correction_T_max 1.00000
384   _exptl_absorpt_process_details 'CrysAlisPro, Oxford Diffraction (2009) '
385   _diffrn_ambient_temperature 170(2)
386   _diffrn_radiation_wavelength 0.71073
```

formato para la
estructural (y
fichero CIF
auto-definido,

ex.html

También
twin, par

duladas, para

Presentación de los resultados

El fichero CIF es parte del más amplio “Crystallographic Information Framework,” (también “CIF”) que engloba definiciones más allá del análisis estructural.

Un comité de la IUCr, el “Committee for the Maintenance of the CIF Standard,” (COMCIFS) es responsable de las definiciones del contenido del CIF.

Hay más información sobre COMCIFS aquí: <http://www.iucr.org/resources/cif/comcifs>

Los programas que adquieren y procesan datos de difracción, como por ejemplo ShelxL2014, escriben el fichero CIF.

Presentación de los resultados

En la presentación de datos numéricos, existe una practica casi universal sobre el redondeo:

Para limitar el error de redondeo al 25% o menos de la magnitud de la desviación estándar del dato, el redondeo se hace de tal manera que la desviación estándar tenga una magnitud de entre 2 y 19 unidades del último dígito del dato; y la desviación estándar se redondea hacia arriba. Por ejemplo:

Una distancia de 1.54249 \AA con desviación estándar de 0.01532 \AA se redondea a $1.542(16) \text{ \AA}$. Y una distancia de 2.16352 \AA con desviación estándar de 0.00481 \AA se redondea en $2.164(5) \text{ \AA}$.

Presentación de los resultados

Resultados numéricos para el átomo N11:

N11	0.68828	-0.00148	0.58618	0.01357	<i>x, y, z, Uiso</i>
	0.00039	0.00053	0.00018	0.00081	s.u.'s of <i>x, y, z, Uiso</i>

Presentación:

N11 N 0.6883(4) -0.0015(5) 0.58618(18) 0.0136(8) Uiso 1 1 d . . .

Para N11, la coordenada x es 0.6883 con desviación estandar de 0.0004.
La coordenada z es 0.58618 con desviación estandar 0.00018.

Resultados numéricos para el átomo N13:

N13	0.01580	0.01491	0.01136	-0.00508	-0.00004	-0.00192
	0.00205	0.00203	0.00180	0.00163	0.00158	0.00179

Presentación:

N13 0.016(2) 0.015(2) 0.0114(18) -0.0051(16) 0.0000(16) -0.0019(18)

Presentación de los resultados

Presentación de **puentes de hidrógeno** en forma de tabla:

"D": dador, el átomo enlazado al átomo de hidrógeno. La descripción de la interacción emplea por defecto la posición del dador en la parte asimétrica de referencia.

"A": aceptor, el átomo electronegativo con interacción atractivo con el átomo de hidrógeno.

"Coords. A": la transformación por simetría y desplazamiento reticular, necesaria para llevar el aceptor desde su posición en la parte asimétrica de referencia a la posición donde forma la interacción con el dador.

D—H...A	D...A Å	D—H Å	H...A Å	D—H...A (°)	coords. A
O(1w) - H(11)...O(1)	2.757(3)	0.81(4)	1.96(4)	166(4)	x,y,z
O(1w) - H(12)...O(2)	2.739(3)	0.74(4)	2.00(4)	177(3)	x,1/2-y,-1/2+z
O(2w) - H(21)...O(2)	2.777(3)	0.79(3)	2.02(3)	162(3)	x,-1+y,z
O(2w) - H(22)...O(4)	2.877(3)	0.78(3)	2.11(3)	169(3)	x,y,z
O(3w) - H(31)...O(2)	2.945(3)	0.88(4)	2.10(4)	162(4)	x,y,z
O(3w) - H(32)...O(1)	2.863(3)	0.82(3)	2.05(4)	174(3)	-x,1-y,-z
O(4w) - H(41)...O(3)	2.798(3)	0.78(4)	2.02(4)	177(4)	x,y,z

Presentación de los resultados

Interacciones intra- e inter-moleculares: $\pi \dots \pi$

Por ejemplo, empleando anillos presentes en la estructura:

Nr	1	P	Q	R	S	Sigref	0.003	Sigpln	0.005	Chisq	8.9	Pl.Hyp.	P<5

Ring		0.3533 (11)	0.0844 (12)	0.9317 (4)	6.178 (10)	#C (11)	0.002 (2)	#C (12)	-0.004 (3)	#C (13)	0.002 (3)	#C (14)	0.003 (3)
A	6	2.156 (7)	1.069 (11)	10.317 (5)	6.178 (10)	#C (15)	-0.006 (3)	#C (16)	0.003 (3)	Cl (14)	0.017 (1)	N (1)	-1.165 (2)

Nr	2	P	Q	R	S	Sigref	0.003	Sigpln	0.005	Chisq	8.2	Pl.Hyp.	P<5

Ring		0.4042 (12)	0.6695 (9)	-0.6232 (10)	2.682 (4)	#C (21)	-0.002 (3)	#C (22)	0.005 (3)	#C (23)	-0.006 (3)	#C (24)	0.002 (3)
A	6	2.467 (7)	6.552 (9)	-4.641 (10)	2.682 (4)	#C (25)	0.002 (3)	#C (26)	-0.002 (3)	N (1)	0.056 (2)	N (2)	-0.021 (2)

Presentación de los resultados

El programa Platon busca posibles interacciones, que pueden ser del tipo $\pi\cdots\pi$:

```
=====
Analysis of Short Ring-Interactions with Cg-Cg Distances < 6.0 Angstrom and Beta < 60.0Deg.
=====
```

```
- Cg(I)      = Plane number I (= ring number in () above)
- Alpha     = Dihedral Angle between Planes I and J (Deg)
- Beta      = Angle Cg(I)-->Cg(J) or Cg(I)-->Me vector and normal to plane I (Deg)
- Gamma     = Angle Cg(I)-->Cg(J) vector and normal to plane J (Deg)
- Cg-Cg     = Distance between ring Centroids (Ang.)
- CgI_Perp  = Perpendicular distance of Cg(I) on ring J (Ang.)
- CgJ_Perp  = Perpendicular distance of Cg(J) on ring I (Ang.)
- Slippage  = Distance between Cg(I) and Perpendicular Projection of Cg(J) on Ring I (Ang.).
- P,Q,R,S   = J-Plane Parameters for Carth. Coord. (Xo, Yo, Zo)
```

"Cg" se refiere a las
coordenadas del centro de
gravedad del anillo.

Cg(I)	Res(I)	Cg(J)	[ARU(J)]	Cg-Cg	Transformed	J-Plane	P, Q, R, S	Alpha	Beta	Gamma	CgI_Perp	CgJ_Perp	Slippage
Cg(1)	[1] -> Cg(2)	[1565.01]	5.7444(18)	0.4042	0.6695-0.6232	9.2334	67.59(14)	55.5	48.2	-3.8310(12)	-3.2524(13)		
Cg(1)	[1] -> Cg(2)	[2665.01]	4.9062(18)	-0.4042	-0.6695 0.6232	-6.3373	67.59(14)	11.4	79.0	0.9349(12)	-4.8089(13)		
Cg(1)	[1] -> Cg(2)	[2666.01]	5.9017(18)	-0.4042	-0.6695 0.6232	-1.6962	67.59(14)	21.1	51.1	-3.7062(12)	5.5076(13)		
Cg(2)	[1] -> Cg(1)	[1545.01]	5.7442(18)	0.3533	0.0844 0.9317	5.1088	67.59(14)	48.2	55.5	-3.2522(13)	-3.8310(12)		
Cg(2)	[1] -> Cg(1)	[2666.01]	5.9017(18)	-0.3533	-0.0844-0.9317	-7.3640	67.59(14)	51.1	21.1	5.5075(13)	-3.7062(12)		
Cg(2)	[1] -> Cg(1)	[2765.01]	5.7926(18)	-0.3533	-0.0844-0.9317	0.7963	67.59(14)	54.0	62.7	-2.6529(13)	3.4023(12)		
Cg(2)	[1] -> Cg(2)	[2655.01]	5.5801(18)	-0.4042	-0.6695 0.6232	0.2143	0.00(15)	58.7	58.7	-2.8960(12)	-2.8960(12)	4.770	
Cg(2)	[1] -> Cg(2)	[2665.01]	4.1135(18)	-0.4042	-0.6695 0.6232	-6.3373	0.00(15)	27.3	27.3	3.6557(13)	3.6557(12)	1.886	
-----								0.0	11.4	79.0	-3.831	-4.809	
Min or Max								4.114					

```
[ 1565] = X,1+Y,Z
[ 2665] = 1-X,1-Y,-Z
[ 2666] = 1-X,1-Y,1-Z
[ 1545] = X,-1+Y,Z
[ 2765] = 2-X,1-Y,-Z
[ 2655] = 1-X,-Y,-Z
```

Al igual que con los puentes de hidrógeno, el usuario tiene
que decidir si estas interacciones son de verdad
importantes en la estructura. (En este caso, no lo son.)

Presentación de los resultados

Interacciones intra- e inter-moleculares: Y-X... π

El programa Platon busca posibles interacciones, que pueden ser del tipo X-H... π o Y-X... π :

```
=====
Analysis of Y-X...Cg(Pi-Ring) Interactions (X..Cg < 4.0 Ang. - Gamma < 30.0 Deg)
=====
```

Y--X(I)	Res(I)	Cg(J)	[ARU(J)]	X..Cg	Transformed J-Plane P, Q, R, S	X-Perp	Gamma	Y-X..Cg	Y..Cg	Y-X,Pi
C(14)	-Cl(14)	[1] -> Cg(2)	[1665.01]	3.4742(15)	0.4042 0.6695-0.6232 11.7007	-3.422	9.91	159.29(11)	5.142(3)	67.09
				-----		-----		-----		
			Min or Max	3.474		-3.422	9.9	159.29	5.142	67.09

[1665] = 1+X,1+Y,Z

The Cg(I) refer to the Ring Centre-of-Gravity numbers given in () in the Ring-Analysis above

Cg(I)	x	y	z	Xo	Yo	Zo
Cg(1)	0.76785(19)	0.78808(12)	0.35668(12)	6.1477(12)	7.7093(11)	3.6015(12)
Cg(2)	0.4372(2)	0.28637(13)	0.05888(12)	3.0357(14)	2.7259(12)	0.5946(12)

"Cg" se refiere a las coordenadas del centro de gravedad del anillo.

Al igual que con los puentes de hidrógeno, el usuario tiene que decidir si estas interacciones son de verdad importantes en la estructura. (En este caso, no lo son.)

Validación de los resultados

Comprobación de los resultados ("structure validation") es el proceso de "confirmar la veracidad o exactitud de" los resultados de un análisis estructural.

La comprobación automática por software ha llegado a ser un paso importante en la finalización de un análisis estructural, tanto en el campo de la estructura macromolecular como en el de la cristalografía química, es decir, de molécula pequeña.

Software para "structure validation" o comprobación está bastante desarrollado en el campo de la estructura macromolecular:

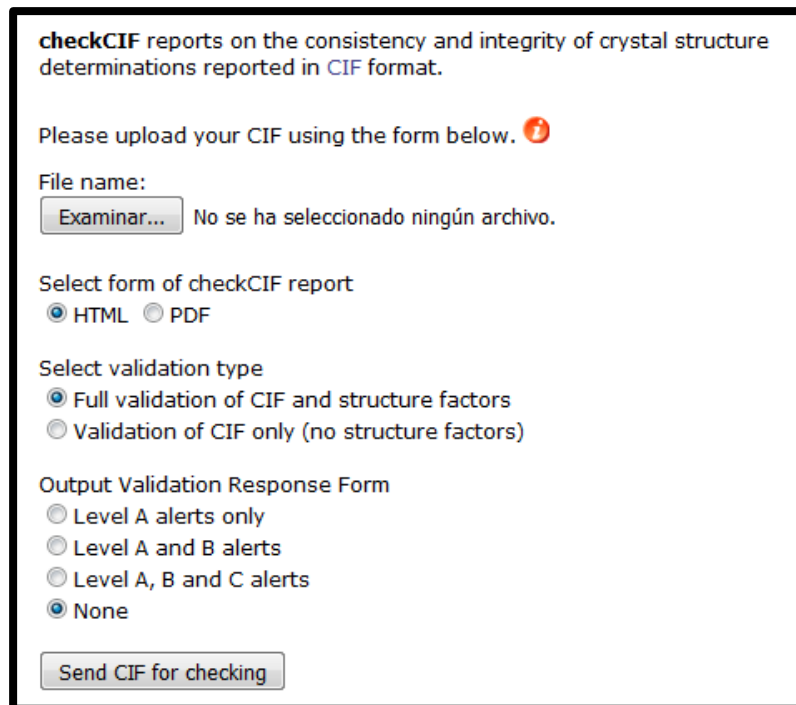
https://en.wikipedia.org/wiki/Structure_validation

Para estructuras pequeñas (es decir, no macromoleculares), existe software para comprobación, que prueba la auto-consistencia de los resultados y también prueba unos aspectos químicos de los resultados.

Validación de los resultados

CheckCIF es una herramienta proporcionada por la Unión Internacional de Cristalografía, para comprobar la consistencia y otros aspectos de los resultados de un análisis estructural.

Los resultados entran en forma del “Crystallographic Information File” (CIF) y la aplicación se encuentra aquí: <http://checkcif.iucr.org/>



checkCIF reports on the consistency and integrity of crystal structure determinations reported in CIF format.

Please upload your CIF using the form below. ?

File name:
 No se ha seleccionado ningún archivo.

Select form of checkCIF report
☒ HTML ☐ PDF

Select validation type
☒ Full validation of CIF and structure factors
☐ Validation of CIF only (no structure factors)

Output Validation Response Form
☐ Level A alerts only
☐ Level A and B alerts
☐ Level A, B and C alerts
☒ None

CheckCIF emite “Alertas” de varios niveles, siendo el más severo nivel A, nivel B menos, etc.

Es posible formular respuestas a las alertas, que se pueden incluir en el CIF, a través de un formulario de respuesta, el “Validation Response Form.”

La mayoría de las revistas hoy en día exigen una copia del informe de CheckCIF si se remite un artículo con análisis estructural.

Validación de los resultados

La salida de CheckCIF es un informe, que se puede sacar como .html o como .pdf.

The following ALERTS were generated. Each ALERT has the format

test-name_ALERT_alert-type_alert-level.

Click on the hyperlinks for more details of the test.

●Alert level G

PLAT005_ALERT_5_G No Embedded Refinement Details found in the CIF Please Do !

PLAT233_ALERT_4_G Hirshfeld (M-X Solvent) Au -- C1 .. 6.7 s.u.

PLAT244_ALERT_4_G Low 'Solvent' Ueq as Compared to Neighbors of C1 Check

PLAT899_ALERT_4_G SHELXL97 is Deprecated and Succeeded by SHELXL 2014 Note

PLAT952_ALERT_5_G Calculated (ThMax) and CIF-Reported Lmax Differ 2 Units

0 **ALERT level A** = Most likely a serious problem - resolve or explain

0 **ALERT level B** = A potentially serious problem, consider carefully

0 **ALERT level C** = Check. Ensure it is not caused by an omission or oversight

5 **ALERT level G** = General information/check it is not something unexpected

0 ALERT type 1 CIF construction/syntax error, inconsistent or missing data

0 ALERT type 2 Indicator that the structure model may be wrong or deficient

0 ALERT type 3 Indicator that the structure quality may be low

3 ALERT type 4 Improvement, methodology, query or suggestion

2 ALERT type 5 Informative message, check

Validación de los resultados

Sin embargo

- Un CIF informe e
- Lo que se Fobs², Fc
- Un FCF autores se

```
exp.FCF - Notepad
File Edit Format View Help
loop_
_space_group_symop_operation_xyz
'x, y, z'
'-x, -y, -z'
_cell_length_a      9.4250
_cell_length_b      11.6209
_cell_length_c      12.6080
_cell_angle_alpha   88.708
_cell_angle_beta    68.696
_cell_angle_gamma   86.313
_shelx_F_squared_multiplier      1.000
loop_
_refln_index_h
_refln_index_k
_refln_index_l
_refln_F_squared_calc
_refln_F_squared_meas
_refln_F_squared_sigma
_refln_observed_status
2  0  0      143.24      146.88      8.24 o
3  0  0      674.03      712.99      16.33 o
4  0  0      896.44      944.65      21.71 o
5  0  0       86.29       97.90       7.73 o
6  0  0      191.88      182.75      14.28 o
7  0  0       60.69       72.78       9.80 o
8  0  0      148.30      144.04      14.91 o
9  0  0       29.82       25.76       8.60 o
10 0  0       30.61       24.20       8.84 o
11 0  0      168.21      186.17      28.01 o
-11 1  0       23.71       42.64      18.78 o
```

adecuada de un
s.
amiento, incluido el
estructura de los
absoluta, etc.)

Validación - PLATON

<http://www.cryst.chem.uu.nl/spek/>

P L A T O N

A Multipurpose Crystallographic Tool

(C) 1980-2007 A.L.Spek - 4QM-Version: 160707

GRAPHICS	GEOM-CALC	VOIDS FLIP	SYMMETRY	ABSORPTION	REPORT	MISC-TOOLS
PLUTONauto	CALC ALL	CALC SOLV	ADDSYM	DELrefABS	VALIDATION	SYSTEM-S
ORTEP/ADP	CALC INTRA	CALC K.P.I	ADDSYM-EQL	ABSPslScan	ASYM-VIEW	FCF2HKL
NEWMAN	CALC INTER	SQUEEZE	ADDSYM-EXT	ABSTampa	FCF-VALID	EXPAND-P1
RING-PLOTS	CALC COORD	CALC-FCF	ADDSYM-PLT	ABSGauss	SUPPLEMMAT	FCF-GENER
PLANE-PLOT	CALC METAL	CONTOUR-SQ	ADDSYM-SHX	ABSXtal	ANALofVAR	HKL-GENER
POLYHEDRA	CALC GEOM	SOLV F3D	NEWSYM	ABSSphere	ByvoetPair	HKL-TRANSF
CONTOUR-DF	CALC HBOND	SOLV PLOT	NQNSYM	MULscanABS	ASYM-EXPCT	EXOR-RES
CONTOUR-FO	CALC TMA	CAVITY-PLT	LEPAGE	SHXABS	ASYM-VALID	ANIS-RES
AutoMolFlt	L.S.-PLANE		DELRED		DLfFourtler	RENAME-RES
HKL2Powder	DLhedAngle		MOLSYM		EXPECT-HKL	PDB -pdb
SLmPowderP	AngleLLnes		SPGRfromEX		CSD-CELL	SPF -el d
RadDlstFun	AngLsplLLn		ASYM		CSD-QUEST	SHELXL-res
PATTERSON	CremerPapL	FLIP-PATT	ASYMaverFR		StructTldy	CIF -acc
	BondValenc	FLIPPER	LePageTwln		CALC OMEGA	AUTO-RENUM
PLUTONatlv	HFIX - RES	STRUCTURE?	TwlnRotMat	Xtal Hablt	CIF-LOCAL	

Xtal Data (CIF) sk3053.clf- Set 1(1): I

RefL Data (SHELXL) sk3053.fcf [NO-DIAC] (1): I

Browser - HELP

INSTRUCTION INPUT via KEYBOARD or LEFT-MOUSE-CLICKS (HELP with RIGHT CLICKS)

>>

PLATON MENU

OptionMenus

NoMove

NoDisorder

Organic

Round

Parentheses

Label-Alias

R/S-Determ

Norm-H-bond

NoSymm

Join-Expand

LstARU RCell

LstCellSymm

ListAtoms

ListBonds

LstFlagRadi

Exclude H

MinQPeakHgt

MinQPeakDis

Q-Peak-Incl

KeyInstruct

Prev Next

SAVE-InstrS

ENTRY-LIST

Reset End

Exit

MenuActive

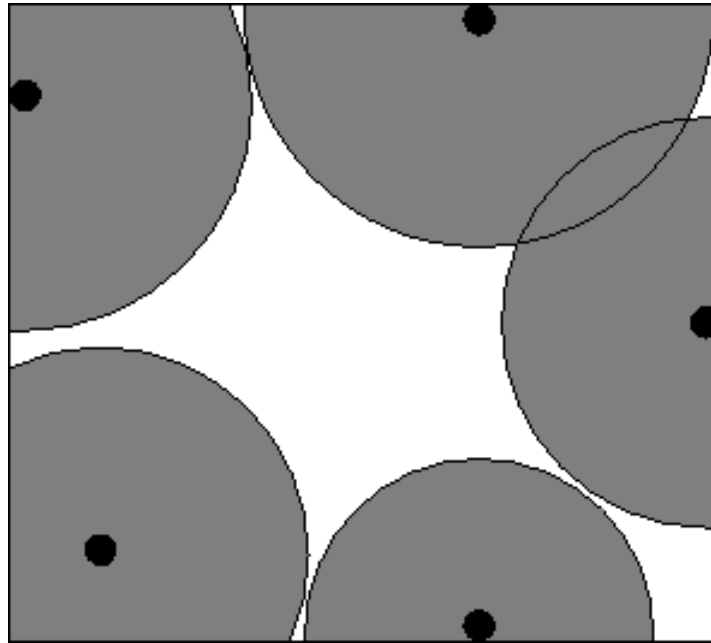
Validación - PLATON

- ADDSYM – Detection and Handling of Missed (Pseudo)Symmetry
- TwinRotMat – Detection of Twinning
- SOLV – Report of Solvent Accessible Voids
- SQUEEZE – Handling of Disordered Solvents in Least Squares Refinement
(Easy to use Alternative for Clever Disorder Modelling)
- BijvoetPair – Post-refinement Absolute Structure Determination
(Alternative for Flack x)
- VALIDATION – PART of IUCr CHECKCIF

Solvent Accessible Voids

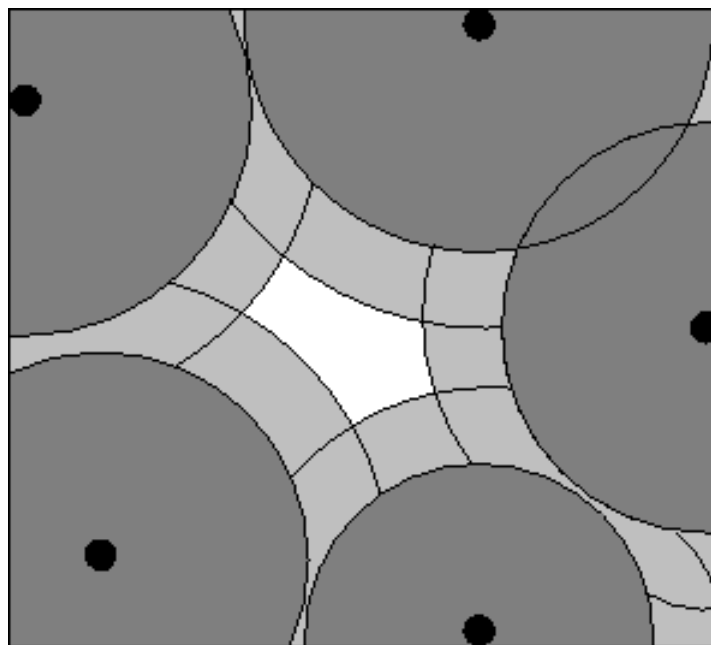
- Una estructura cristalina típica tiene solo el 65% del espacio ocupado.
- El volumen restante está en los ''huecos'' entre los átomos (demasiado pequeño para acomodar un átomo de H)
- Los huecos accesibles a solventes se pueden definir como regiones en la estructura que pueden acomodar al menos una esfera con un radio de 1,2 Angstrom sin intersecarse con ninguna de las esferas de van der Waals asignadas a cada átomo en la estructura.

Solvent Accessible Voids



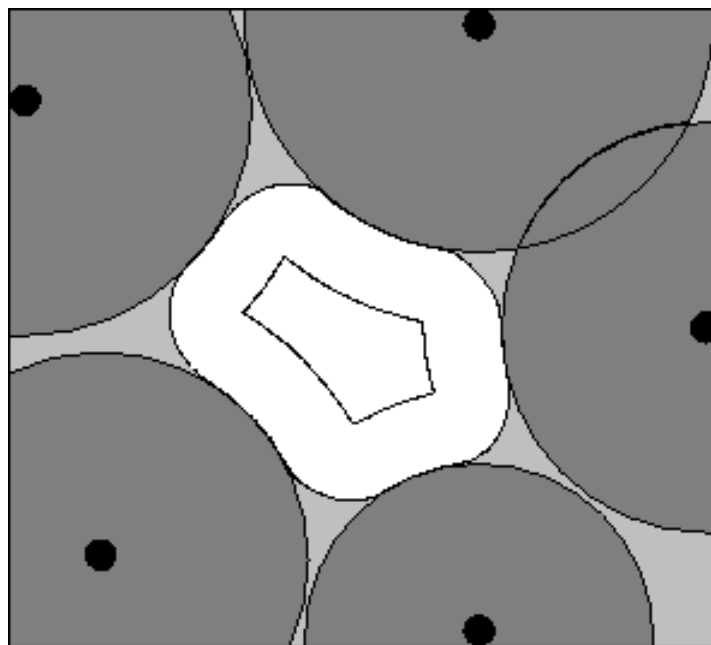
STEP #1 – EXCLUDE VOLUME INSIDE THE
VAN DER WAALS SPHERE

Solvent Accessible Voids



STEP # 2 – EXCLUDE AN ACCESS RADIAL VOLUME
TO FIND THE LOCATION OF ATOMS WITH THEIR
CENTRE AT LEAST 1.2 ANGSTROM AWAY

Solvent Accessible Voids

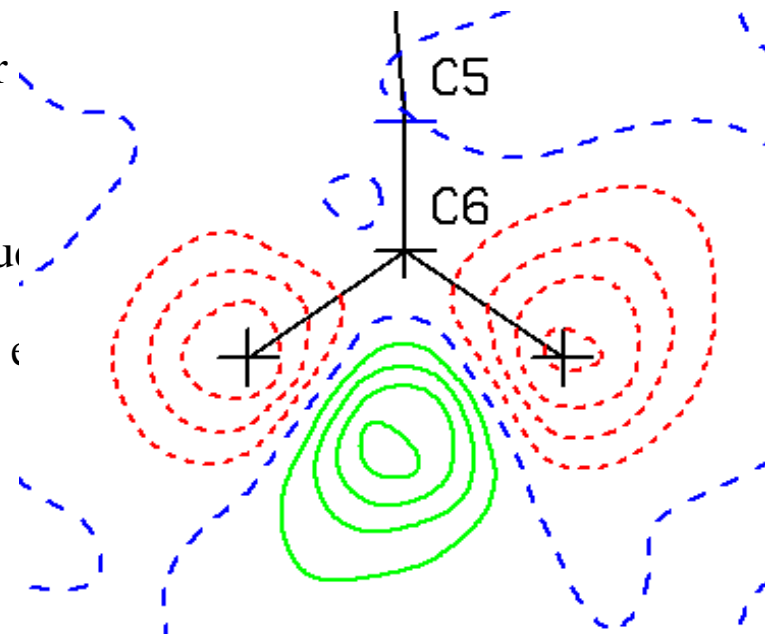


STEP # 3 – EXTEND INNER VOLUME WITH POINTS WITHIN
1.2 ANGSTROM FROM ITS OUTER BOUNDS

Validación - PLATON

Los procedimientos de validación son herramientas excelentes para:

- Establecer estándares de calidad (no solo en R-Value)
- Ahorre mucho tiempo en control, tanto por reviewer.
- Señala las características interesantes (pseudosymmetry)
- Expone un problema que solo una persona puede detectar
- Prueba de una BUENA estructura

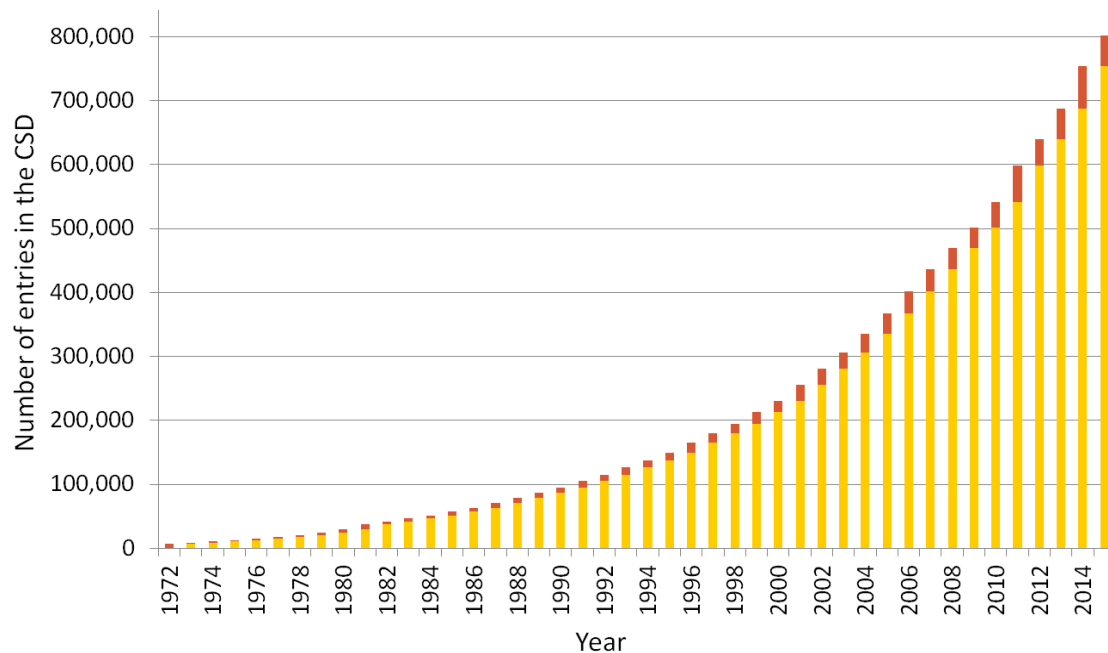
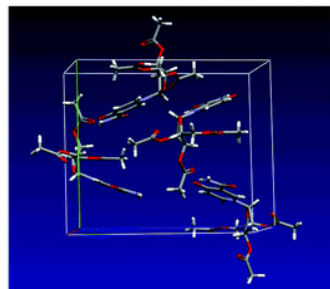
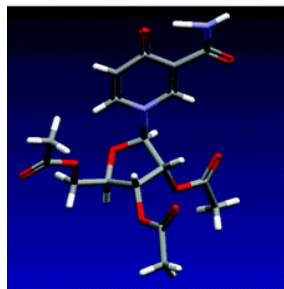
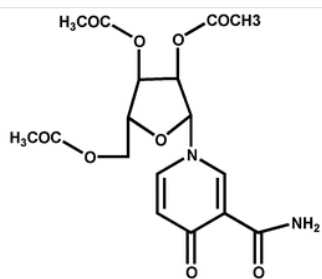


Mapa de diferencia en el plano CH2
Los átomos de hidrógeno CH2 calculado
definitivamente no están en las posiciones F (obs)

Cambridge Structural Data Base (CSD)

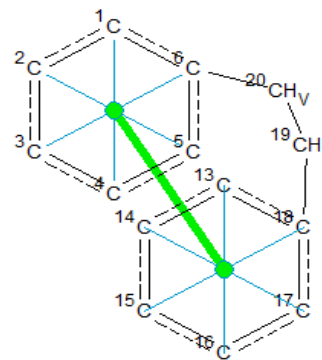
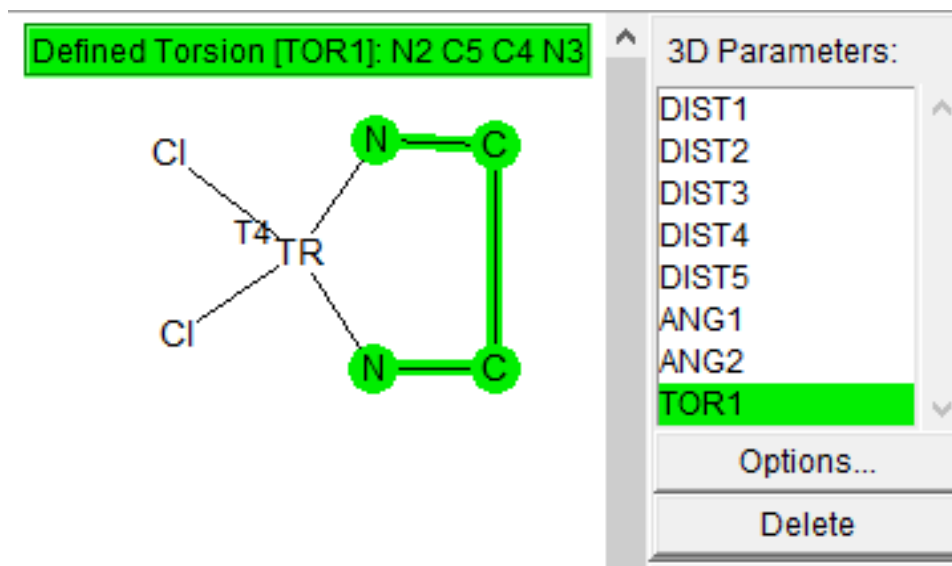
La base de datos de Cambridge contiene los datos estructurales cristalográficos derivados de estudios de difracción de rayos X o neutrones en compuestos orgánicos, organometálicos y complejos metálicos. Esta base de datos excluye proteínas, polímeros de alto peso molecular y sales puramente inorgánicas. Cada una de las entradas se identifica con un código de referencia de 8 caracteres (REFCODE) y contiene información bibliográfica que especifica la referencia de la revista, autores y nombre del compuesto

BASYOJ
4-Oxonicotinamide-1-(1'-beta-D-2',3',5'-tri-O-acetyl-ribofuranoside)
Source: Rothmannia longiflora
C17 H20 N2 O9
G.Bringmann,M.Ochse,K.Wolf,J.Kraus,
K.Peters,E.-M.Peters,M.Herderich,
L.Ake Assi, F.S.K.Tayman
Phytochemistry (1999) **51**, 271.
Melting Point: 198-201 deg.C.
P212121
a 8.218 b 13.783 c 16.303
alpha 90.0 beta 90.0 gamma 90.0
R = 5.6%



Cambridge Structural Data Base (CSD)

ConQuest es el programa principal para buscar información en esta base de datos, y proporciona una amplia gama de opciones para búsquedas flexibles lo que permite analizar el contenido de más de 800 mil estructuras cristalinas



Geometric Parameters

To construct Parameter/Object:
Select atoms (main window) or object (list below)
Hit 'Define' to construct Parameter/Object

Current Selection:
CENT1 CENT2

Valid Parameters

Distance: Define

All Parameters...

Defined Objects:

- CENT1
- CENT2**
- PLN1
- PLN2

Valid Objects

Vector: Define

Dummy Point: Define...

Centroid: Define

Reset Done