

Session III, Tuesday, June 11

L9

HANDS-ON CHEMICAL CRYSTALLOGRAPHY COURSE USING OLEX2**E. Rakovský**

Univerzita Komenského v Bratislave, Prírodovedecká fakulta, katedra anorganickej chémie, Mlynská dolina, Ilkovičova 6, 842 15 Bratislava 4, Slovak Republic
erik.rakovsky@uniba.sk

Our course on Chemical Crystallography teaches the theory of small molecule crystallography and offers possibility of full hands-on experience from the data collection to structure refinement, analysis of results and manuscript preparation. Our aim is to introduce non-specialists to basics of single crystal structure determination instead of creation of expert crystallographers and to learn them when to ask for expert advice.

The main problem of crystallography courses was using of too many computer programs to perform even basic tasks: at least one program for structure solution, one for structure refinement, text editor for preparation of input files/checking of output files and logs, one for molecular graphics. With the *WinGX* suite [1], there was an integrated – in some way – solution, but it brings up even broader range of utilities. Moreover, its installation was quite problematic for many students with lower computer skills; problems arose also with students using non-Windows operation systems.

With the introduction of *Olex2* [2, 3], the integrated solution was at one's disposal. We obtained very capable graphical front end as integral part of molecular graphics suite covering all the basic needs of small molecule crystallography (although somewhat less capable when polyhedral representation of the structures is preferable). The

installation is straightforward, including full integration of *SHELX* [4] software package, which is, due to presence of *olex2.solve* and *olex2.refine* modules, not needed. The tools for assessment of data and structure solution are also included, together with online CIF validation, local structure database and help system.

Two examples covering absolute structure determination, basics of hydrogen atoms refinement and hydrogen bonds analysis were thoroughly tested and included as a part of completely redesigned lecture notes. For those, who wants to specialise, essential differences between *Olex2* and *SHELX* program package are mentioned, what makes the transition pretty straightforward.

1. L. J. Farrugia, *J. Appl. Crystallogr.* **32**, (1999), 837.
2. L. J. Bourhis, O. V. Dolomanov, R. J. Gildea, J. a. K. Howard, H. Puschmann, *Acta Crystallogr.* **A71**, (2015), 59.
3. O. V. Dolomanov, L. J. Bourhis, R. J. Gildea, J. a. K. Howard, H. Puschmann, *J. Appl. Crystallogr.* **42**, (2009), 339.
4. G. M. Sheldrick, *Acta Crystallogr.* **A64**, (2008), 112.

This work has been supported by the Ministry of Education of Slovak Republic (Grant VEGA 1/0507/17).

L10

Use of program packages in CSD database for teaching**VYUŽITIE PROGRAMOVÉHO BALÍKU OLEX2 A CSD DATABÁZY PRI VÝUKE ŠTUDENTOV V RÁMCI PREDMETU LABORATÓRIUM DIFRAKČNÝCH METÓD****Ján Moncol'**

Ústav anorganickej chémie, technológie a materialov, Fakulta chemickej a potravinárskej technológie, Slovenská technická univerzita v Bratislave, Radlinského 9, 812 37 Bratislava, Slovenská Republika

Difrakčné metódy v poslednom období našli široké uplatnenie v rôznych oblastiach výskumu ako aj praxe. Z tohto dôvodu sa zvyšuje význam výuky difrakčných metód aj v rámci vysokoškolských kurzov.

V rámci inžinierskeho študijného programu na FCHPT STU - technická chémia so zameraním na anorganickú chémiu majú študenti dva povinne voliteľné predmety a názvami Difrakčné metódy v kryštalochémii a Laboratórium difrakčných metód. Tieto dva predmety sú navzájom prepojené, Predmet Difrakčné metódy v kryštalochémii je zameraný na teoretické základy a obsahom je: kryštalo-

chémia, kryštály a ich vlastnosti, štruktúrna kryštalografia, symetria kryštálov a kryštálových štruktúr, bodové grupy symetrie, priestorové grupy symetrie, stavebné častice a typy kryštálových štruktúr, izomorfia, polymorfia, polytypia, ideálny a reálny kryštál. Ďalej sa v rámci predmetu venuje pozornosť : difrakcii na monokryštáli, rtg. štruktúrnej analýze, riešeniu a spresňovaniu kryštálových štruktúr, difrakcii na polykryštalických vzorkách, difrakčnému obrazu a jeho interpretácii, využitiu monokryštálových a práškových difrakčných metód, kryštalografickým databázam a ich využitiu. Predmet Laboratórium difrakčných



metód nadväzuje a prakticky rozvíja poznatky získané v rámci predmetu Difrakčné metódy v kryštalochémii.

Na tieto dva predmety nadväzuje predmet Difrakčné metódy v kryštalochémii v rámci doktorandského štúdiijného programu anorganická chémia. Okrem týchto predmetov sa v rámci FCHPT STU vyučujú aj ďalšie predmety ako je Pokročilá rtg. štruktúrna kryštalografia v rámci doktorandského štúdiijného programu chemická fyzika.

Laboratórium difračných metód sa vyučuje v dvoch blokoch rozdelených a) využitie CSD databázy [1] a základy riešenia kryštalových štruktúr monokryštalovou štruktúrnou analýzou, a b) základy a využitie práškových difrakčných metód.

V rámci prvého bloku sa študenti naučia pracovať s CSD databázou [1] a hlavne programom CONQUEST [2]. V rámci toho sa naučia hľadať štruktúry pomocou nakresleného fragmentu, ďalej využitím refcodu a ďalších spôsobov hľadania, vrátane kombinovaných hľadanií použitím logických kombinácií “AND”, “NOT” a “OR”.

V rámci práce si študenti vyhľadajú kryštalové štruktúry obsahujúce tetrajadrové komplexy $\text{Cu}_4\text{OCl}_6\text{L}_4$. Komplexy obsahujúce tento fragment sú zaujímavé aj z dôvodu vyššej symetrie, pričom v databáze sú príklady kryštalových štruktúr vo všetkých siedmich kryštalografických sústavách. Tento súbor si ďalej študenti spracujú na vlastnom počítači v nainštalovanom programe MERCURY [3]. Študenti sa naučia pracovať s programom MERCURY, a využijú pri kreslení obrázkov, zobrazenie vodíkových väzieb, medzimolekulových interakcií a pod. Súbor kryštalových štruktúr s fragmentom $\text{Cu}_4\text{OCl}_6\text{L}_4$, študenti využijú pri precvičení prvkov symetrie v module prvkov symetrie programu MERCURY [3].

Základy monokryštalovej štruktúrnej analýzy si študenti osvoja riešením známej kryštalovej štruktúry komplexu medi pomocou programového balíku OLEX2 [4]. Kryštalovú štruktúru študenti riešia pomocou programu Olex2.solve [5] a postupne dohľadávajú ďalšie atómy. Po dohľadanií všetkých atómov sa kryštalová štruktúra vypresní v programe Olex2.refine [5]. Po doriešení kryštalovej štruktúry študenti vytvoria CIF súbor, vytvoria tabuľky výsledkov riešenia, a nakreslia obrázky kryštalovej štruktúry. Po zvládnutí riešenia modelovej kryštalovej štruktúry,

každý študent obdrží dáta na riešenie kryštalovej štruktúry ďalšej látky. Túto druhú kryštalovú štruktúru riešia študenti už samostatne a výsledkom je vyriešenie kryštalovej štruktúry, nakreslenie obrázku v programe OLEX2 [4] a vytvorenie tabuliek. Výsledky študenti spracujú formou protokolu.

V rámci tohto bloku študenti absolvujú aj exkurziu pri monokryštalovom difraktometri Stoe StadiVari, kde sa zúčastnia výberu monokryštálov, úprave vzorky a lepeniu vzorky. Ďalej študenti majú komentovanú ukážku merania monokryštálu, výber stratégie zberu dát, redukcia dát, až po samotné riešenie kryštalovej štruktúry.

V rámci druhého bloku sa študenti okrem iného naučia využívať práškovú difrakciu na overenie čistoty a porovnanie práškovej vzorky s kryštalovou štruktúrou získanou z monokryštálu. V rámci tohto procesu využívajú program MERCURY [3] na simulovanie práškoveho difrakčného záznamu.

V závere možno povedať, že študenti získajú základné skúsenosti práce s CSD databázou a možnosť využiť databázu pri samostatnej vedeckej práci v rámci prípravy diplomovej práce. Základy riešenia kryštalovej štruktúry umožní študentom chápať výsledky štruktúrnej analýzy. Študenti sa ďalej naučia rozumieť údajom v CIF súbore, pričom samostatne si môžu vytvoriť tabuľky a nakresliť kryštalovú štruktúru.

1. C. R. Groom, I. J. Bruno, M. P. Lighfoot & S. C. Ward, *Acta Cryst.*, B72 (2016) 171–179.
2. I. J. Bruno, J. C. Cole, P. R. Edgington, M. Kessler, C. F. Macrae, P. McCabe, J. Pearson & R. Taylor, *Acta Cryst.*, B58 (2002) 389–397.
3. C. F. Macrae, I. J. Bruno, J. A. Chisholm, P. R. Edgington, P. McCabe, E. Pidcock, L. Rodriguez-Monge, R. Taylor, J. van de Streek & A. P. Wood, *J. Appl. Cryst.*, 41 (2008) 466–470.
4. O. V. Dolomanov, L. J. Bourhis, R. J. Gildea, J. A. K. Howard & H. Puschmann, *J. Appl. Cryst.*, 42 (2009) 339–341.
5. L. J. Bourhis, O. V. Dolomanov, R. J. Gildea, J. A. K. Howard & H. Puschmann, *Acta Cryst.*, A71 (2015) 59–75.