

# 如何使用 *WinGX* 程序分析晶体结构

## 目 录

### 一、结构解析的过程

- (一) 空间群的确定
- (二) 解初结构
- (三) 结构精修
  - 1、结构精修
  - 2、检验精修完毕的参考标准
  - 3、精修时 INS 文件中的指令和意义
  - 4、CIF 文件
  - 5、用 *WinGX* 生成键长键角表

### 二、画图

- 1、XP 中的指令
- 2、操作实例

### 三、H 键分析

- 1、策略
- 2、步骤
- 3、实例

### 四、芳香环间的相互作用

- 1、作用模型
- 2、判断芳香环间相互作用的步骤
- 3、实例

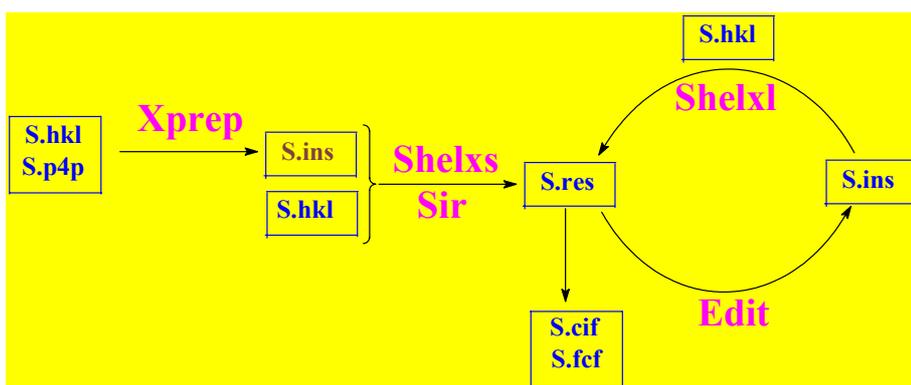
### 五、CIF 格式

# 如何使用 WinGX 程序分析晶体结构

## 一、结构解析的过程

WinGX 程序平台集成了下列主要程序：

- 1、确定空间群 (XPREP)
- 2、解初结构 (SHELXS-97、SIR-92、SIR-97、SIR-2002)
- 3、结构精修 (SHELXL)



### (一) 空间群的确定

将衍射实验得到.hkl 和.p4p 两个文件（名称应一致）拷入一个文件夹中。打开 WinGX，从标题栏 File 命令中选择 CHANGE PROJECT 下的 Select New Project，此时会出现一个对话框，添加上述的.hkl 或.p4p 文件。

- 1) 标题栏 Data 命令中选择 Xprep，出现一个新的对话框，输入.hkl 的文件名。
- 2) 出现 Select option 命令，默认[4]。
- 3) 出现 Mean(I/sigma)代表平均信/噪比（该数值要求>7，12~20 之间比较好）和格子类型。默认格子类型即可。
- 4) 选择 H:Search for higher Metric Symmetry，寻找更高的对称性。
- 5) 程序显示各种可能的晶系和格子类型。根据 $R_{int}$ 值大小确定晶系和格子类型。
- 6) 选择 S: Determine or input space group，测定或输入空间群。
- 7) 选择 S: Determine space group，测定空间群。
- 8) 程序提供可能的晶系选择，认同程序的选择即可。
- 9) 程序列出所选晶系下的可能晶格类型。

- 10) 选定晶格类型后，程序将列出各种可能的空间群。
- 11) 选定空间群后，程序提示下一选项：Define unit-cell CONTENTS（给出化合物的组成）。
- 12) 输入分子式（元素要大写如 C8 H9 N6 O7 Cu1，注意中间要用空格）。
- 13) 提示下一个选项[E]: EXIT to main menu。
- 14) 确认后，提示下一个选项[F]: Set up shelxtl FILES。
- 15) 确认后，提示输入结构名称（如 S）。
- 16) 输入结构名称后，屏幕上会给出 S.INS 文件内容，并提问 Do you wish to write the intensity data file S.hkl?
- 17) 缺省值是 No, 应键入 Y。
- 18) 提示下一个选项[Q]: Quit Program。确认后退出 Xprep 程序。

## （二）解初结构

### 1、确定初步的结构模型

用直接法或帕特森法解决相角问题，找出部分原子或重原子的位置。

直接法一般适用于有机分子和配合物。

帕特森法尤其适用于独立单元中含有少数几个重原子的化合物。

### 2、操作程序：

- 1) 从标题栏 File 命令中选择 CHANGE PROJECT 下的 Switch Project ID 出现一个小对话框，输入上面第 8 步取的文件名（如上的 S）。
- 2) 从标题栏 Solve 命令选择 *SHELXS-97/SIR-92/SIR-97/ SIR-2002* 任意一个来解析结构。得出结构后，Exit 退出该程序。

### 3) 解初结构的 S.INS 文件的格式

```
TITL c2c in C2/c
CELL 0.71073  21.8640  9.7408  7.2275  90.000 105.323  90.000
ZERR  2.00  0.0015  0.0007  0.0007  0.000  0.009  0.000
LATT  7
SYMM -X, Y, 0.5-Z
SFAC C H N O CU
```

UNIT 40 40 16 16 2

TREF (PATT)

HKLF 4

END

LATT 晶格种类:

- 1 表示简单格子 P;
- 2 表示体心格子 I;
- 3 表示菱面体格子;
- 4 表示面心格子;
- 5 表示 A 心格子;
- 6 表示 B 心格子;
- 7 表示 C 心格子。

对于非中心对称空间群, n 为负值; 对于中心对称空间群, n 为正值

### (三) 结构精修

#### 1、结构精修

1) 点击“圆规”图标, 显示初结构。

- ① 选中结构图中不确定的原子, 从标题栏 Delete 命令中选择 Selected Atoms, 删除这些原子。
- ② 选中元素类别指认错误的原子, 按右键, 弹出对话框, 修改原子名称和元素种类
- ③ 保存为 INS 文件后, 再从标题栏 Refinement 命令中选择 Run SHELXL 进行精修。

2) 在新产生的 Q 峰中, 将可指认的 Q 峰选中 (如 Q1、Q2...等), 按右键, 弹出对话框。按顺序输入原子名称和种类。保存为 INS 文件后, 再进行精修。

3) 反复进行第二步, 运算至结构模型收敛后, 再加各向异性, 在标题栏中 Select 命令下选择 All Atoms, 按右键, 选择 Set Uij's anisotropic 命令。保存为 INS 文件后, 再进行精修。

4) 使处于割裂状态的有机分子连在一起

若独立区中出现两个不完整的分子片段, 而实际上这两个分子片段应该连在一起, 则应将其搬到一起。

① 首先判断两片段是否连在一起

在 XP 中读入 RES 文件后

》 *envi* C5 (查看片段中断开位置的环境) [ent]

C4 --- ---

C10 --- ---

(若为 C5 则自身对称无需搬移, 否则要搬移)

② 》 *sgen* 片段的另一半原子 [ent]

- 》 *kill* 删掉原先的另一半原子 [ent]
- 》 *file* Y22.res [ent] 产生新的 RES 文件。

在 **WinGX** 中将新的 RES 文件另存为 INS 文，并修改相应的原子名称后，重新精修即可。

5) 连续分子片段的质心应处在晶胞内

晶体结构解析中，连续分子片段的质心应处在晶胞内，若处在晶胞之外，可通过下列操作，将其移入晶胞内。

- ① 等效点间的对称变换
- ② 平移操作。

6) 将原子重新排序命名，并用 ***SORT*** 命令使原子按顺序排列。保存为 INS 文件后，重新编辑 INS 文件，将金属原子排在最前面，再进行精修。

7) 理论加氢：选中该碳原子，从标题栏中 Model 命令选择 ***Add Hydrogen*** 中与之相应的氢，保存为 INS 文件后，再进行精修。

8) 对于水或氮上的氢，采用差傅里叶图找氢，通过在 INS 文件中增加 PLAN 的数值，增加 Q 峰数，寻找位置合适的氢原子。

9) 氢原子指定后，需进行固定。

- ① 固定键长，在 INS 中加命令“***DFIX 0.90 0.01 Ow1 h1a Ow1 h1b***”，固定 O—H 距离。
- ② 在 INS 中将 H 原子温度因子改为-1.5，并始终将 H 原子排在其母原子后面，中间不要插入其它非氢原子。

10) 由于每次精修完毕后，将 RES 文件存为 INS 文件时，程序会自动将所有从差傅里叶图找到的氢原子排在原子列表的最后面，从而导致 H 原子不能直接排在其母原子后面，这时需重新排列这些氢原子的位置。为了避免这种情况，可用 ***MOLE*** 命令将氢原子始终绑定在其母原子后面。做法如下：

把 O 和 H 的数据按如下顺序排列好

O1	---	---	---	---	---	---
H1	---	---	---	---	---	---
Ow1	---	---	---	---	---	---
H1A	---	---	---	---	---	---
H1B	---	---	---	---	---	---
Ow2	---	---	---	---	---	---
H2A	---	---	---	---	---	---
H2B	---	---	---	---	---	---

在 O1 前打 ***mole 1*** (即把 O1 与 H1 绑定)

在 OW1 前打 ***mole 2*** (即把 OW1 与 H1A, H1B 绑定)

在 OW2 前打 *mole 3* (即把 OW2 与 H2A, H2B 绑定)  
值得注意的是, 此时不能再用 *SORT* 命令否则上述绑定无效。

- 11) 检查所有原子是不是已找完, 查看 Q 峰 (Q<1 时, 认为非氢原子已找完)。
- 12) 独立区内电荷要平衡 (如果不平衡, 要找出合理的化学或晶体学解释)
- 13) 将 INS 文件中的 X 射线波长 (0.71073 或 1.54184)、Z 值和晶胞中的各类原子数目改为正确值, 删除 *OMIT 4.0 180.0* 和 *LIST 1* 两条命令, 并加入 *ACTA*、*SIZE*、*CONF* 和 *BOND \$H* 三条命令。
- 14) 结构全部解完后, 若 *wR2* 值、*GOOF(S)* 值仍不满意, 可作如下处理:
  - ① 删坏点: 从标题栏 Edit 命令中选择 Open SHELXL.LST。若 Most Disagreeable Reflections 中有个别 Delta(F\*2)/esd 反常偏大的衍射。可在 INS 中删除这些衍射, 输入命令“omit h k l”。
  - ② 改变权重因子: 修改 INS 文件中的 *WGHT* 值。

## 2、检验精修完毕的参考标准

### 1) 化学合理

所有的键长, 键角合理, 电荷平衡

### 2) CIF 文件检测中发现的问题不论大小, 应尽可能全部解决。

### 3) 晶体学合理

- ① *R<sub>int</sub>* 值 < 10%; *R<sub>sigma</sub>* 值 < 10%。
- ② *R1*(all data) 8%~9%; *R1*(obs data) < 5%; *wR2* < 20%; *GOOF(S)* 接近 1(±0.2)。
- ③ Maximum shift/esd 收敛因子 < 0.1 (一般接近于 0)
- ④ Highest peak  $\rho_{\max}$  < 1.0, Deepest hole  $\rho_{\min}$  > -1.0
- ⑤ 是否存在实际上可连为一体, 但目前处于割裂状态的有机分子?
- ⑥ 独立区的质心是否处于晶胞内?
- ⑦ 晶体的 Z 值是否正确? 晶胞内原子数是否正确? 电荷是否平衡?
- ⑧ 数据完整度是否达到 97%?
- ⑨ 衍射数据与精修参数比要大于 7。
- ⑩ 绝对结构是否正确? 是否是孪晶?

## 3、精修时 INS 文件中的指令和意义

```
TITL cc in Cc
CELL 0.71069 8.8550 19.8770 26.0170 90.000 97.727 90.000
ZERR 2.00 0.0020 0.0030 0.0031 0.001 0.05 0.003
LATT -7
SYMM X, -Y, 1/2 + Z
SFAC C H N O NI
UNIT 160 160 32 32 16
```

```

MERG 2
DFIX 0.90 0.01 ow1 h1a ow1 h1b
FMAP 2
PLAN 5
ACTA 50.00
SIZE 0.32 0.14 0.11
BOND $H
CONF
WGHT 0.01920
L.S. 4
FVAR 0.12092
C7 1 0.924942 -0.111604 0.679894 11.00000 0.01891 0.03216 =
    0.02109 0.00007 0.00550 0.00561
.....
.....
.....
OW1 4 0.464774 0.129698 0.884545 11.00000 0.05247 0.07829 =
    0.05844 -0.00737 0.00238 0.00383
HKLF 4
END

```

#### 4、CIF 文件

CIF 文件是晶体结构数据的标准格式。在 INS 文件中加上指令“ACTA”，就会在精修之后产生相应的 CIF 文件。

#### 5、用 WinGX 生成键长键角表

在 WinGX 的标题框中 Publish 命令中选择 **CIF TABLES**，出现一新的对话框，选择 Crystal/atom tables form.CIF 命令，确定。其它均选默认格式，最终得到--.Tex 文件，可用 Word 编辑此文件。

注意：

- 1) 生成的键长、键角表中的两个有对称性相关的等价数值如 Cu1—N1#1, N1—Cu1#1 只留一个数据。
- 2) 由对称性产生的键角 N1#1—Cu—N1 夹角（如 180°），应该删掉。
- 3) 误差只保留 1 位有效数字，如 2.137(12)应为 2.14(1)。

## 二、画图

### 1、XP 中的指令

**read** READ filecode 读入指定文件中的原子和晶体参数。

**fmol** 从 code.res 文件读出原子坐标等信息，并建立起原子间的连接方式。

**proj** 显示分子的结构，可以选择旋转分子的立体结构。

**kill** 除所指定的原子，如 kill \$Q（删除所有 Q 峰），kill C1 to C2。

**labl** LABL code size 将定义如何标注原子和标注字体的大小。

**telp** TELP [ent] 将产生球棍图, TELP 0-30 [ent] (概率为 30%)。  
**view** VIEW plotfile 显示保存的图形文件  
**draw** 将文件转换成其它格式

## 2、操作实例

输入以下命令:

```
》 read xx.res [ent]
》 fmol all [ent]
》 proj (看分子图形)
》 kill type2 [ent] (去掉所有 H 原子)
》 kill ow2 [ent] (去掉水)
》 labl 1 400 [ent] (定义大小)
》 telp all [ent]
```

出现 plotfile 命令, 命名

```
》 view 命名 (查看刚刚画的图)
```

```
》 draw 名称
```

出现提示: SLPT device 默认为 A 模式, [ent]

出现提示: Name of postscript file to be created:重新命名

出现提示: Color (C) or black/white(CR)选择颜色, 彩色 C[ent],黑白直接[ent]。

得到结构的圆球图。用 Adobe Photoshop 打开—.ps 文件即可看到。

若想得到椭球图, 将》 telp all 命令改为 telp 0-30 即可。

## 三、H 键分析

### 1、策略



- 1) X 代表给体原子, 通常为 O、N 和 F, 有时还包括 C。其中 X = O、N 和 F 时, 是经典的氢键; X = C 时属于非经典氢键, 此时氢键作用力比较小。
- 2) Y 代表受体原子, 通常包括 O、N、F 和 Cl。
- 3) 通常要求 X-H...Y 的夹角  $\alpha > 110^\circ$ , 理论上这个角度最理想时应为  $180^\circ$
- 4) 对于 O-H...O 氢键, O...O 的距离一般是 2.6-3.3 Å;
- 5) 分子内与分子间氢键:  
分子内氢键 (X、H、Y 都在独立区内)  
分子间氢键 (X、H 在一独立区内; Y 在另一独立区)

### 2、步骤

- 1) 确定给体 X 有哪些原子, 分别列出;
- 2) 在 XP 中, 用 **ENVI** 命令经运算, 找到所有可能的受体, 并记录下来以备后用 (一般选择距离在 2.6-3.3 Å 之内的受体)。

- 3) 在 XP 中, 找上述所有可能受体的对称代码 (其中 1555 为独立区内的)。
- 4) 打开 INS, 将这些对称代码按格式输入(EQIV), 并添加氢键计算命令 (HTAB), 进行精修运算。程序会指出哪些氢键的角度不合理, 打开 INS 文件, 删掉不合理氢键的计算命令, 重新精修。

### 3、实例

相关指令意义:

- envi** ENVI delta KEYWORDS 计算出 KEYWORDS 所指定原子与在其半径加上 delta 值范围内所有原子的距离。
- sgen** SGEN symcode KEYWORDS 根据对称代码产生新的原子, 对称性代码可以通过 ENVI 指令找出, 如 sgen 6555 O1[ent]将产生 O1 原子在 6555 对称代码处的原子 O1A。
- info** 显示所有原子坐标信息。

**步骤一 (在 XP 中, 输入给体受体的距离命令经程序运算, 找到可能的受体。)**

```
XP 中
  >> read c2c.res
  >> fmol all
  >> proj
  >> envi O1 2.5 (找出可作为 O1 受体的所有原子)
  .....
  .....
  N1    1555    2.701
  OW2   1555    2.617
```

备注: 看到 N1 和 OW2 符合距离要求。记录下来:

```
O1--- H --- N1 (1555)
O1--- H --- Ow2 (1555)
```

同理 >> envi Ow1 2.5 (找出可作为 O1 受体的所有原子)

```
N1    2555    2.861
```

记录 OW1—H---N2 (2555)

**步骤二 (在 XP 中, 找各上述所有可能受体的对称代码)**

- >> **sgen** 2555 Ag1 (求出对称代码为 2555 的 Ag 1 原子坐标)
- >> **info** (与原始 Ag 1 原子坐标比较, 得到对称代码的坐标变换关系)
  - (2555) → X+0.5, Y+0.5, Z
- >> **sgen** 3776 Ag1 (求出对称代码为 3776 的 Ag 1 原子坐标)
- >> **info** (与原始 Ag 1 原子坐标比较, 得到对称代码的坐标变换关系)
  - (3776) → 2-X, 1+Y, 0.5-Z

.....  
 在 INS 中键入下列命令行：  
 Eqiv \$1 X+0.5, Y+0.5, Z  
 Eqiv \$2 2-X, 1+Y, 0.5-Z  
 Eqiv \$3 2-X, 1+Y, 0.5-Z

.....  
 Htab O1 N1  
 Htab O1 OW2  
 Htab OW1 O2 \$1  
 Htab OW1 O2 \$2

.....  
 保存 INS 文件后，重新精修。精修完毕后，会警告角度在 100° 以下的不合理氢键：

O1 N1  
 OW1 O3 \$1

.....  
 在 INS 中将计算这些氢键的 HTAB 命令删掉，重新精修。

H 键计算结果在 CIF 中的格式：

O1	H11	OW2	0.849(10)	1.8(4)	2.617(14)	169(16)
			↓	↓	↓	↓
			D-H 距离	H-A 距离	D-A 距离	角度

.....  
 最后得出结论  
 独立区内氢键：  
 O1-H11-OW2  
 独立区间氢键：  
 OW1-H1A-O4  
 OW1-H1B-O2

#### 四、芳香环间的相互作用

##### 1、作用模型



## 2、判断芳香环间相互作用的步骤

- 1) 找出有可能与所研究芳香环存在相互作用的所有其它芳香环。
  - A、在 XP 中，找出独立区内所有芳香环的质心位置。
  - B、若其它芳香环质心与所研究芳香环质心距离  $l < 4.6\text{\AA}$ ，则芳香环间可能存在相互作用。
- 2) 在  $l < 4.6\text{\AA}$  的情况下，计算其它芳香环质心与所研究芳香环所处平面的距离  $d$ 。若  $d < 3.9\text{\AA}$ ，则芳香环间可能存在相互作用。
- 3) 在  $l < 4.6\text{\AA}$ ，且  $d < 3.9\text{\AA}$  的情况下，计算其它芳香环与所研究芳香环的滑程  $s$ 。若  $s < 2.1\text{\AA}$ ，则芳香环间确实存在相互作用。

$$\text{滑程Slippage } s = (l^2 - d^2)^{1/2}$$

- 4) 在  $l < 4.2\text{\AA}$ ， $d < 3.9\text{\AA}$ ， $s < 2.1\text{\AA}$  的情况下，若两个芳香环所处平面的夹角小于  $20^\circ$ ，则两芳香环间的作用为  $\pi$ - $\pi$  堆积；若大于  $20^\circ$ ，则为 C-H... $\pi$  作用。
- 5) 描述两芳香环间的作用时，应提供  $d$  值、 $s$  值，并指明是  $\pi$ - $\pi$  堆积，还是 C-H... $\pi$  作用。

## 3、实例

### 1) 相关指令意义：

- cent** 计算并显示所指定原子的中心位置，如，cent C1 to C5 将计算这 5 个原子的中心点坐标。
- mpln** MPLN KEYWORDS 计算所指定原子所形成的最小二乘平面，并计算该平面与先前用 MPLN 或 LINE 指令所计算的平面的法线或矢量所形成的夹角。

### 2) 操作过程：

在 XP 中

» read \_res

» fmol all

» proj

» cent/x c1 c2 c3 c4 c5 n1

苯环上的原子（生成 x1a 质心）



_cell_measurement_theta_max	?	(确定晶胞时衍射点的最大 $\theta$ 值)
_exptl_crystal_description	?	(衍射实验晶体的形状)
_exptl_crystal_colour	?	(衍射实验晶体的颜色)
_exptl_crystal_size_max	?	(衍射实验晶体的尺寸)
_exptl_crystal_size_mid	?	
_exptl_crystal_size_min	?	
_exptl_crystal_density_meas	?	(晶体的测量密度)
_exptl_crystal_density_diffn	1.670	(衍射实验计算得到的晶体密度)
_exptl_crystal_density_method	'not measured'	(测量晶体密度的方法)
_exptl_crystal_F_000	1844	(晶胞内电子的数目)
_exptl_absorpt_coefficient_mu	1.458	(晶体对 X 射线吸收系数)
_exptl_absorpt_correction_type	?	(吸收校正的方法)
_exptl_absorpt_correction_T_min	?	(最小透过率)
_exptl_absorpt_correction_T_max	?	(最大透过率)
_exptl_absorpt_process_details	?	(吸收校正所用程序的参考文献)
_exptl_special_details		(实验中的特殊情况)
;		
?		
;		
_diffn_ambient_temperature	293(2)	(衍射实验温度)
_diffn_radiation_wavelength	0.71069	(衍射波长)
_diffn_radiation_type	MoK $\alpha$	(衍射光源)
_diffn_radiation_source	'fine-focus sealed tube'	(放射源)
_diffn_radiation_monochromator	graphite	(用的单色器)
_diffn_measurement_device_type	?	(衍射仪的名称)
_diffn_measurement_method	?	(扫描方式)
_diffn_detector_area_resol_mean	?	( )
_diffn_standards_number	?	(标准衍射的数量)
_diffn_standards_interval_count	?	(标准衍射测量的间隔)
_diffn_standards_interval_time	?	(标准衍射测量的时间间隔)
_diffn_standards_decay_%	?	(测量过程中是否衰减)
_diffn_reflns_number	17622	(总衍射数目)
_diffn_reflns_av_R_equivalents	0.0523	(等效点平均标准误差)
_diffn_reflns_av_sigma/netI	0.0619	(平均背景强度与平均衍射强度比值)
_diffn_reflns_limit_h_min	-9	(最小和最大衍射指标)
_diffn_reflns_limit_h_max	12	
_diffn_reflns_limit_k_min	-15	
_diffn_reflns_limit_k_max	12	
_diffn_reflns_limit_l_min	-31	
_diffn_reflns_limit_l_max	31	
_diffn_reflns_theta_min	1.56	(最小 $\theta$ 角)
_diffn_reflns_theta_max	25.00	(最大 $\theta$ 角)
_reflns_number_total	6221	(参加精修的独立衍射数目)
_reflns_number_gt	4370	(强度大于 $2\sigma$ 的衍射数目)
_reflns_threshold_expression	>2sigma(I)	
_computing_data_collection	?	
_computing_cell_refinement	?	
_computing_data_reduction	?	
_computing_structure_solution	?	
_computing_structure_refinement	'SHELXL-97 (Sheldrick, 1997)'	
_computing_molecular_graphics	?	
_computing_publication_material	?	
_refine_ls_structure_factor_coef	Fsqd	(基于 F*F 的精修)
_refine_ls_matrix_type	full	(精修矩阵类型)
_refine_ls_weighting_scheme	calc	(权重方案)
_refine_ls_weighting_details	'calc w=1/[ $s^2(F_o^2)+0.0658P$ ] $^2+0.1795P$ ] where $P=(F_o^2+2F_c^2)/3$ '	(获得粗结构的方法)
_atom_sites_solution_primary	direct	(进一步就解析结构的方法)
_atom_sites_solution_secondary	difmap	(获得氢原子的方法)
_atom_sites_solution_hydrogens	geom.	(精修中氢原子的处理方案)
_refine_ls_hydrogen_treatment	mixed	
_refine_ls_extinction_method	none	
_refine_ls_extinction_coef	?	
_refine_ls_number_reflns	6221	(参加精修独立衍射点数目)
_refine_ls_number_parameters	490	(参数数目)

```

_refine_ls_number_restraints      2          (几何限制参数数目)
_refine_ls_R_factor_all           0.0748    (对于全部衍射点的 R1 值)
_refine_ls_R_factor_gt           0.0489    (对于可观测衍射点的 R1 值)
_refine_ls_wR_factor_ref         0.1374    (对于全部衍射点的 wR2 值)
_refine_ls_wR_factor_gt         0.1226    (对于可观测衍射点的 wR2 值)
_refine_ls_goodness_of_fit_ref   1.072     (对于可观测衍射点的 S 值)
_refine_ls_restrained_S_all      1.083     (对与全部衍射点的 S 值)
_refine_ls_shift/su_max          0.001     (最后精修过程中的最大移动值)
_refine_ls_shift/su_mean         0.000     (最后精修过程中的平均移动值)

```

```

loop_
  _atom_site_label
  _atom_site_type_symbol
  _atom_site_fract_x
  _atom_site_fract_y
  _atom_site_fract_z
  _atom_site_U_iso_or_equiv
  _atom_site_adp_type
  _atom_site_occupancy
  _atom_site_symmetry_multiplicity
  _atom_site_calc_flag
  _atom_site_refinement_flags
  _atom_site_disorder_assembly
  _atom_site_disorder_group
Co1 Co 0.24607(6) 0.22650(5) 0.68040(2) 0.02368(18) Uani 1 1 d

```

.. (以上为原子坐标, 各向同性振动参数, 原子占有率等)

```

loop_
  _atom_site_aniso_label
  _atom_site_aniso_U_11
  _atom_site_aniso_U_22
  _atom_site_aniso_U_33
  _atom_site_aniso_U_23
  _atom_site_aniso_U_13
  _atom_site_aniso_U_12
Co1 0.0208(4) 0.0285(4) 0.0221(3) 0.0000(3) 0.0043(2) 0.0005(2)
O4 0.023(2) 0.047(2) 0.053(2) 0.0077(18) -0.0001(16) -0.0039(15)

```

.. (以上为原子各向异性振动参数)

```

_geom_special_details
;
All esds (except the esd in the dihedral angle between two l.s. planes)
are estimated using the full covariance matrix. The cell esds are taken
into account individually in the estimation of esds in distances, angles
and torsion angles; correlations between esds in cell parameters are only
used when they are defined by crystal symmetry. An approximate (isotropic)
treatment of cell esds is used for estimating esds involving l.s. planes.
;

```

.. (以上为分子几何中要说明的问题)

```

loop_
  _geom_bond_atom_site_label_1
  _geom_bond_atom_site_label_2
  _geom_bond_distance
  _geom_bond_site_symmetry_2
  _geom_bond_publ_flag
Co1 O1 2.064(3) . ?
Co1 O2 2.064(3) . ?

```

.. (以上为键长数据以及对称代码。“yes”表示要列入精选键长, 键角表, 带“?”的不发表)

```

loop_
  _geom_angle_atom_site_label_1
  _geom_angle_atom_site_label_2
  _geom_angle_atom_site_label_3
  _geom_angle
  _geom_angle_site_symmetry_1
  _geom_angle_site_symmetry_3
  _geom_angle_publ_flag
O1 Co1 O2 83.00(12) . . ?
O7 Co2 O9 171.62(12) . . ?
...

```

(以上为键角数据以及对称转换代码。“yes”表示要列入精选键长,键角表,带“?”的不发表)

<code>_diffn_measured_fraction_theta_max</code>	0.998 (对于最大 $\theta$ 角, 收集的完整率)
<code>_diffn_reflns_theta_full</code>	25.00 (精修中使用的 $\theta$ 角为 25 度)
<code>_diffn_measured_fraction_theta_full</code>	0.998 ( $\theta$ 角为 25 度时, 数据的完整程度)
<code>_refine_diff_density_max</code> 1.129	( $\Delta F$ 图中最大电子密度峰值)

.....

Flack x parameter = 0.0193 with esd 0.0094

Expected values are 0 (within 3 esd's) for correct and +1 for inverted absolute structure. [Note that this rough estimate ignores correlation with other parameters](#); if the above value differs significantly from zero, it is ESSENTIAL to test the inverted structure or refine x as a full-matrix parameter using TWIN and BASF。