

**SÍNTESIS DEL 2-FENIL-3-(2-PIRIDIL)-1,3-TIAZOLIDIN-4-ONA Y ESTUDIO POR  
DIFRACCIÓN DE RAYOS-X DEL EFECTO DEL SOLVENTE BAJO CONDICIONES  
CINÉTICAS Y TERMODINÁMICAS EN LA CRISTALIZACIÓN**



UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE CIENCIAS  
ESCUELA DE QUÍMICA  
LABORATORIO DE DIFRACCIÓN DE RAYOS-X  
CIBIMOL  
BUCARAMANGA  
2006

SÍNTESIS DEL 2-FENIL-3-(2-PIRIDIL)-1,3-TIAZOLIDIN-4-ONA Y ESTUDIO POR  
DIFRACCIÓN DE RAYOS-X DEL EFECTO DEL SOLVENTE BAJO CONDICIONES  
CINÉTICAS Y TERMODINÁMICAS EN LA CRISTALIZACIÓN

HERNANDO ALBERTO CAMARGO GARCÍA

Trabajo de grado para optar el título de  
Químico

Director:

Profesor JOSE ANTONIO HENAO MARTÍNEZ, *Ph.D.*

Codirector:

Profesor VLADIMIR V. KOUZNETSOV, *Ph.D, DSc.*

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE CIENCIAS  
ESCUELA DE QUÍMICA  
LABORATORIO DE DIFRACCIÓN DE RAYOS-X  
CIBIMOL  
BUCARAMANGA  
2006

## DEDICATORIA

*A Mi ángel de la guarda  
por guiarme en la realización de mis metas.*

*A mis padres, Hernando y Maria Cecilia,  
y a mis hermanos, Javier Enrique y Carolina Andrea  
por su inacabable cariño y apoyo en mis desarrollo personal  
y por no dejarme desfallecer en momentos de dificultad.*

*A Carito Esteban  
por su compañía, cariño y comprensión en esta etapa de mi vida.*

*A mis familiares y amigos,  
por compartir triunfos y tropiezos encontrados en el transcurso de mi vida*

## **AGRADECIMIENTOS**

Al Doctor José Antonio Henao Martínez por su dirección, enseñanzas y apoyo incondicional en mi desarrollo personal e investigativo.

Al Doctor Vladimir V. Kouznetsov por su codirección en este trabajo de investigación y enseñanzas en el campo de la síntesis orgánica.

A los profesores; Ángela Marcela Montaña y Jorge Saul Ramírez, por sus aportes, sugerencias y evaluación de esta investigación.

A COLCIENCIAS por su colaboración y aporte económico mediante el proyecto de investigación código 1102-05-17590.

Al Doctor Rodrigo Torres por su colaboración y sugerencias en el desarrollo de este trabajo.

A la Doctora Elena Stashenko y el laboratorio de Cromatografía de la UIS, por su colaboración en la espectrometría de masas.

A la Escuela de Química de la UIS por su colaboración en la realización de la espectrometría infrarroja.

A todos los miembros del Laboratorio de Difracción de rayos-X, por su incondicional apoyo en el tiempo de realización de esta tesis de grado, especialmente a Jose Luis Pinto y Jesus Andelfo Pinilla.

A los miembros del laboratorio de Química Orgánica y Biomolecular, especialmente a Diego Fernando Amado y Carlos Mario Meléndez.

Y a todas aquellas personas que de una u otra forma colaboraron desinteresadamente en la realización de este proyecto, en especial a mis amigos Oveimar Barbosa, Sergio Rodríguez, Julio Rangel, Bibiana Franco, Olga Bayona, Melba Sánchez, Julián Silva, Ronald Sánchez, Miguel Angel Ramos y Angélica M. Carreño.

## CONTENIDO

	Pag
INTRODUCCIÓN	17
2. MARCO DE REFERENCIA	18
2.1 MARCO DE ANTECEDENTE	18
2.2 MARCO TEORICO	20
2.2.1 Heterociclos	20
2.2.2 Polimorfismo	22
2.2.3 Identificación de polimorfos	23
2.2.4 Cristalografía	24
2.2.4.1 Cristal	25
2.2.4.2 Puntos Reticulares	25
2.2.4.3 Celda Unidad	25
2.2.4.4 Cálculos de la celda unidad	26
2.2.4.5 Sistemas cristalinos	26
2.2.5 Difracción de Rayos-X	28
2.2.5.1 Naturaleza de los Rayos-X	28
2.2.5.2 Ley de Bragg	29
2.2.5.3 Índices de Miller	30
2.2.5.4 Técnicas de Difracción de Rayos-X	31
2.2.5.4.1 El Método de Laue	31
2.2.5.4.2 El Método de rotación	32
2.2.5.4.3 El Método de Weissenberg	33
2.2.5.4.4 El Método de polvo	34
2.2.5.4.5 El Difractómetro de polvo	35
2.2.5.4.5.1 Tratamiento de datos	36
2.2.5.4.5.2 Asignación de índices de Miller a los perfiles de difracción	39

2.2.5.4.5.3 Determinación del números de moléculas por celda unidad Z	41
2.2.5.4.5.4 Refinamiento de las constantes de celda unidad	41
2.2.5.4.6 Difractometría de cuatro círculos	42
2.2.5.4.6.1 Montaje del monocristal	44
2.2.6 Espectrometría Infrarroja	45
2.2.7 Espectrometría de masas	46
2.2.8 Análisis Termogravimétrico (TGA)	46
2.2.9 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)	48
3. PARTE EXPERIMENTAL	50
3.1 PREPARACIÓN DE LA 2-FENIL-3-(2-PIRIDIL)-1,3-TIAZOLIDIN-4-ONA	50
3.2 PURIFICACIÓN DE COMPUESTOS (CONDICIONES CINÉTICAS)	51
3.3 ESPECTROMETRÍA INFRARROJA	53
3.4 ESPECTROMETRÍA DE MASAS	53
3.5 CRISTALIZACIÓN (CONDICIONES TERMODINÁMICAS)	53
3.6 DETERMINACIÓN DE PUNTOS DE FUSIÓN EXPERIMENTALMENTE	53
3.7 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO	53
3.8 ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO	54
3.9 ESTUDIO POR DIFRACCIÓN DE RAYOS-X DE MUESTRAS POLICRISTALINAS	54
3.9.1 Preparación de muestras	54
3.9.2 Toma de datos	54
3.9.3 Corrección de datos	55
3.9.4 Indexado de las reflexiones	55
3.9.5 Búsqueda del grupo espacial	55
3.9.6 Refinamiento de las constantes de celda unidad	55
3.10 ESTUDIO POR DIFRACCIÓN DE RAYOS-X DE MONOCRISTAL	55
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	57
4.1 SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE LA 2-FENIL-3-(2-PIRIDIL)-1,3- TIAZOLIDIN-4-ONA	57

4.2 CRISTALIZACIÓN	59
4.3 ANÁLISIS TÉRMICOS	61
4.3.1 Calorimetria diferencial de barrido (DSC)	61
4.3.2 Análisis Termogravimétrico	63
4.4 ESTUDIO POR DIFRACCIÓN DE RAYOS-X	65
4.4.1 Técnica de polvo	65
4.4.1.1 Indexado de las reflexiones	68
4.4.1.2 Búsqueda del grupo espacial	69
4.4.1.3 Refinamiento de las constantes de celda unidad	69
5. CONCLUSIONES	71
6. RECOMENDACIONES	73
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	74
LISTADO DE ANEXOS	77

## LISTA DE FIGURAS

	Pag	
Figura 1	Estructura de compuestos inhibidores de la IN	19
Figura 2	Estructuras de algunos compuestos heterocíclicos	22
Figura 3	Compuestos aromáticos heterocíclicos policíclicos	22
Figura 4	Representación general de una 2,3-diaril-1,3-tiazolidin-4-ona	23
Figura 5	Redes de Bravais	29
Figura 6	Ley de Bragg	31
Figura 7	Cámara de transmisión de Laue	32
Figura 8	Método de rotación	33
Figura 9	Eje de rotación de la cámara	34
Figura 10	Diagrama de la cámara de Weissenberg	35
Figura 11	Cono de reflexión formado en la pantalla cilíndrica	35
Figura 12	Cámara de polvo	36
Figura 13	Difractómetro de Polvo, Marca Rigaku modelo D-Max-III/B	37
Figura 14	Proceso estadístico del alisamiento de los datos	38
Figura 15	Eliminación de $K\alpha_2$	39
Figura 16	Difractómetro de cuatro círculos	44
Figura 17	Goniómetro de geometría euleriana	44
Figura 18	Goniómetro de geometría Kappa	45
Figura 19	Montaje de un goniómetro	46
Figura 20	Espectrómetro Infrarrojo	46
Figura 21	Espectrómetro de masas	47
Figura 22	Equipo de análisis termogravimétrico	48
Figura 23	Esquema de la balanza horizontal	48
Figura 24	Termobalanza vertical	49
Figura 25	Equipo empleado para el análisis térmico diferencial	50

Figura 26	Montaje realizado en la preparación de la tiazolidinona	51
Figura 27	Espectro infrarrojo del compuesto 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona	58
Figura 28	Espectro de masas del compuesto 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona	59
Figura 29	Resultados de la técnica de DSC. (a) HC-2 en etanol, (b) HC-2 en metanol y (c) HC-2 en acetonitrilo.	62
Figura 30	Resultados del análisis termogravimétrico de (a) HC-2 en etanol, (b) HC-2 en metanol y (c) HC-2 en acetonitrilo.	64
Figura 31	Perfiles de DRX de muestras policristalinas. (a) HC-2 n-Hexano, (b) HC-2 Etanol, (c) HC-2 Metanol y (d) HC-2 Acetonitrilo.	67
Figura 32	Representación de la celda Unidad.	72
Figura 33	Perfil Simulado de Difracción de polvo a partir de datos de Monocristal.	74
Figura 34	Gráfica de la estructura de la 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona.	75

## LISTA DE ESQUEMAS

		Pag
Esquema 1	Síntesis de la 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona	52
Esquema 2	Posible mecanismo de reacción	53
Esquema 3	Posibles rutas de fragmentación	61

## LISTA DE TABLAS

		Pag
Tabla 1	Sistemas cristalinos y redes de Bravais	28
Tabla 2	Parámetros de medida de DRX en polvo	55
Tabla 3	Bandas principales presentes en el espectro IR	59
Tabla 4	Fragmentaciones observadas en el espectro de masas	60
Tabla 5	Formas cristalinas obtenidas en las cristalizaciones realizadas para establecer las condiciones termodinámicas.	60
Tabla 6	Puntos de fusión encontrados media la técnica de DSC y experimentalmente	64
Tabla 7	Resultados obtenidos del indexado	69
Tabla 8	Grupo espacial obtenido por medio de Chekcell	70
Tabla 9	Refinamiento de las constantes de celda	71
Tabla 10	Constantes de celda obtenidas por monocristal.	72
Tabla 11	Comparación de las señales obtenidas por monocristal y polvo.	73
Tabla 12	Ángulos de Torsión en la molécula 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona.	75
Tabla 13	Distancias interatómicas presentes en la molécula 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona	76
Tabla 14	Principales ángulos presentes en la molécula 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona.	76

## LISTA DE ANEXOS

- Anexo A Resultado del tratamiento de datos realizado con el programa POWDERX
- Anexo B Entrada y salida de datos del proceso de indexado mediante el programa DICVOL04.
- Anexo C Salida de datos para el cálculo del grupo espacial mediante el programa Chekcell.
- Anexo D Salida de Datos del Refinamiento

## LISTA DE ABREVIATURAS

HC-2:	2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona
IN	Integrasa
DRX:	Difracción de rayos-X
RMN:	Resonancia Magnética Nuclear
TGA:	Análisis termogravimétrico
DSC:	Calorimetría diferencial de barrido
DMSO:	Dimetilsulfóxido.
IR:	Infrarrojo
DS:	Rendija de divergencia.
RR:	Rendija receptora.
RS <sub>m</sub> :	Rendija receptora del monocromador.
F <sub>(N)</sub> :	Figura de mérito de Smith-Snyder.
M <sub>(N)</sub> :	Figura de mérito de Wolff.
7 $\alpha$ MNa:	Esteroides 7- $\alpha$ -metil $\Delta$ 5,10-noretindrona.

TITULO: SÍNTESIS DEL 2-FENIL-3-(2-PIRIDIL)-1,3-TIAZOLIDIN-4-ONA Y ESTUDIO POR DIFRACCIÓN DE RAYOS-X DEL EFECTO DEL SOLVENTE BAJO CONDICIONES CINÉTICAS Y TERMODINÁMICAS EN LA CRISTALIZACIÓN\*

AUTOR: CAMARGO GARCÍA, Hernando Alberto\*\*

PALABRAS CLAVES: Tiazolidin-4-onas, Polimorfismo, Difracción de rayos-X, Cristalografía.

## DESCRIPCIÓN

Entre las tareas que la cristalografía lleva a cabo con más frecuencia es la determinación de la estructura atómica y/o molecular de los materiales cristalinos. Ello permite interpretar adecuadamente el comportamiento de las propiedades de estos materiales. El polimorfismo es la capacidad que tiene un compuesto para cristalizar en más de una estructura cristalina y la Difracción de rayos-X se considera la técnica más útil para su estudio, ya que los patrones de difracción de los diversos polimorfos siempre presentan notables diferencias.

Las tiazolidinonas son una clase de heterociclos que llama la atención ya que poseen un amplio rango de actividades biológicas tales como antibacteriana, antifúngica, antimicrobiana y anti-inflamatoria. La presente investigación se enfocó en conocer los diferentes tipos de polimorfos o solvatos que pueda presentar el compuesto **2-FENIL-3-(2-PIRIDIL)-1,3-TIAZOLIDIN-4-ONA** bajo condiciones cinéticas y termodinámicas, ya que se ha encontrado que las 2,3-diaril-1,3-tiazolidin-4onas en general presentan actividad antiviral contra el VIH y antifúngica ante el *Rizoctonia solani* y el *Fusarium oxysporum*.

La metodología desarrollada se basó en realizar la síntesis de la tiazolidinona, seguida de su purificación, utilizando n-hexano como solvente para determinar la condición cinética, y cristalizaciones a 20°C en diferentes solventes (etanol, metanol y acetonitrilo) para establecer las condiciones termodinámicas. Los cristales obtenidos se caracterizaron por Difracción de rayos-X y análisis térmicos (TGA y DSC). Los resultados mostraron la presencia de una forma polimórfica estable obtenida utilizando como solvente n-hexano, acetonitrilo, metanol y etanol, además de otra menos estable que se aprecia levemente en etanol, la cual no pudo ser indexada por la poca cantidad de datos encontrados para esta fase..

---

\*Trabajo de Grado

\*\*Facultad de Ciencias, Escuela de Química, HENAO MARTÍNEZ José Antonio.

TITLE: SYNTHESIS OF 2-PHENYL-3-(2-PIRIDINE)-1,3-THIAZOLIDIN-4-ONE AND X-RAY DIFFRACTION STUDY OF SOLVENT EFFECT UNDER KINETIC AND THERMODYNAMIC CONDITIONS ON CRYSTALLIZATION\*

AUTHOR: CAMARGO GARCÍA, Hernando Alberto\*\*

KEY WORDS: X-ray Diffraction, Polymorphism, Thiazolidinone, Crystallography.

#### ABSTRACT

Between the tasks that the crystallography carries out with more frequency it is the determination of the atomic and/or molecular structure of the crystalline materials. It allows to suitably interpret the behavior of the properties of these materials. The polymorphism is the capacity that has a compound to crystallize in more than a crystalline structure and the ray-x Diffraction considers the most useful technique for its study, since the patterns of diffraction of the diverse polymorphs always present/display remarkable differences.

Thiazolidinones is a class of heterocycles that calls the attention since they have an ample range of biological activities such as antibacterial, antifungal, antimicrobial and anti-inflammatory. The present investigation focused in knowing the different types from polymorphs or solvates that can present the compound 2-PHENYL-3-(2-PIRIDINE)-1,3-THIAZOLIDIN-4-ONE under kinetic and thermodynamic conditions, since it has been that 2,3-diaryl-1,3-thiazolidin-4-ones in general presents antiviral activity against the VIH and antifungicide before the *Rizoctonia solani* and the *Fusarium oxysporum*.

The developed methodology was based on making the synthesis of thiazolidinone, followed of its purification, using n-hexane like reliable determining the kinetic condition, and reliable crystallizations to 20°C in different (ethanol, methanol and acetonitrile) to establish the thermodynamic conditions. The obtained crystals characterized by Diffraction of rays-x and thermal analyses (TGA and DSC). The results showed the presence of a stable polymorphic form obtained using like reliable n-hexane, acetonitrile, methanol and ethanol, in addition to other less stable than it is appraised slightly in ethanol, which could not be indexed by the little amount of data found for this phase.

---

\*Project of Grade

\*\*Science Faculty, Chemistry, HENAO MARTÍNEZ José Antonio.

## INTRODUCCIÓN

Los derivados de compuestos heterocíclicos son ampliamente estudiados debido a que se ha encontrado que la gran mayoría de estos compuestos poseen actividad biológica, por lo tanto son los más utilizados en la química de medicamentos y fármacos. Las tiazolidinonas son una clase de heterociclos que llama la atención ya que poseen un amplio rango de actividades biológicas tales como antibacteriana, antifúngica, antimicrobiana y anti-inflamatoria.

La metodología planteada en esta investigación consistió en realizar la síntesis del compuesto **2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona (HC-2)** vía reacción multicomponente seguida de recristalizaciones a partir de diferentes solventes bajo condiciones cinéticas y termodinámicas. Los cristales obtenidos se caracterizaron por medio de difracción de rayos-X (DRX) de muestras policristalinas y monocristalinas, y por técnicas de análisis termogravimétrico (TGA) y calorimetría diferencial de barrido (DSC). Bajo estas condiciones se pretendía conocer si se favorece la obtención de formas polimórficas e isoméricas con el propósito de continuar posteriormente estudios de actividad biológica sobre cada uno de ellos.

## 2. MARCO DE REFERENCIA

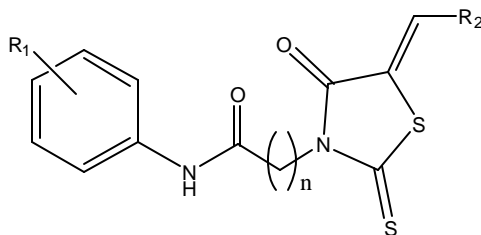
### 2.1 MARCO DE ANTECEDENTES

Las tiazolidin-4-onas son bien conocidas por sus actividades farmacológicas. Se han encontrado que varias tiazolidinonas sustituidas poseen actividades anestésicas, sedativas, anticonvulsivas entre otras.

En publicaciones recientes se han estudiado diversos derivados de este tipo de compuesto. En el año 2001 la profesora Barreca M. L. y sus colaboradores de la Universidad de Messina (Italia), descubrieron que los 2,3-diaril-1,3-tiazolidin-4-onas son potentes agentes anti-VIH. El resultado de sus estudios dan evidencia que las tiazolidinonas sustituidas en las posiciones dos y tres influyen ampliamente en dicha actividad, por lo tanto este tipo de compuestos se consideran como una nueva clase de potentes agentes antivirales.<sup>1</sup>

La VIH-1 integrasa (IN) es una enzima esencial para la replicación del virus; investigaciones recientes realizadas por Raveendra Dayam y sus colaboradores han demostrado que compuestos que poseen en su estructura el anillo correspondiente a las tiazolidinonas, presentan actividad catalítica como inhibidores de la VIH-1 integrasa. En la Figura 1 se puede observar la estructura de este tipo de compuestos.<sup>2</sup>

Figura 1. Estructura de compuestos inhibidores de la IN.



Ibadur Siddiqui, y sus colaboradores de la Universidad de Allahabad, India, han encontrado que las 4-tiazolidinonas tienen amplias propiedades anticonvulsivas y de hipnosis. En general, la presencia del enlace N-C-S en heterociclos hace que este tipo de compuestos presenten actividades antitubercular, antifúngica y antianalgésica.<sup>3</sup>

El profesor Veeresa G. y su equipo de trabajo de la Universidad de Tennessee, Memphis y la Universidad de Ohio State, Columbus, sintetizaron, 4-tiazolidinonas usando un método de condensación one-pot de tres componentes asistida por microondas usando como disolvente etanol y llevando a cabo la reacción en recipientes abiertos y a presión atmosférica. Esta metodología empleada produjo rendimientos hasta del 90% en la síntesis de tiazolidinonas.<sup>4</sup>

Dandia Anshu y sus colaboradores de la Universidad de Rajasthan, Jaipur, India en conjunto con investigadores de la Universidad de Paris-Sud, rue Jean-Baptiste Climent de Francia utilizaron un método regioselectivo de ciclo-condensación de tres componentes asistido por microondas desarrollado para la síntesis de una serie de tiazolidinonas. Éste es un método rápido, eficaz, que produce altos resultados de componentes puros en comparación con los procedimientos convencionales de dos etapas. Por medio de la Difracción de rayos-X se confirmó la estructura cristalina regioselectiva de éste tipo de compuestos. Los compuestos sintetizados “in vitro” han demostrado buena actividad contra patógenos como *Rhizoctonia solani*, *Oxysporum de Fusarium* y *capsici de Collectotrichum*.<sup>5</sup>

Aparte del estudio de las síntesis de tiazolidinonas, a través del tiempo se ha venido estudiando el polimorfismo de éste tipo de compuestos heterocíclicos, ya que las diferentes formas de cristalización de un compuesto influyen en la actividad biológica que estos puedan presentar, es así, que un grupo de investigadores de la Universidad de Nijmegen, Holanda, dirigidos por Stoica, (2004) realizaron un estudio de la influencia del solvente en el hábito cristalino del esteroide 7 $\alpha$ MNa el cual es usado como un ingrediente activo en terapias de reemplazo de hormonas. De ésta

investigación se pudo observar que el tamaño y la forma del cristal dependen de la velocidad de la reacción, y el hábito cristalino resulta de la velocidad de crecimiento de las caras del cristal en diferentes direcciones.<sup>6</sup>

Recientemente, en el Laboratorio de Difracción de Rayos-X de la Universidad Industrial de Santander, se realizó el estudio del efecto del solvente sobre la cristalización de la 3-(4-fluorofenil)-2-( $\alpha$ -naftil)-1,3-tiazolidin-4-ona mediante difracción de Rayos-X, encontrando en su investigación dos estructuras polimórficas de esta tiazolidinona. El primer polimorfo cristalizó en el sistema monoclinico y un grupo espacial  $P2_1/c$ , con constantes de celda  $a = 10.7047$ ;  $b = 10.8716$ ;  $c = 13.3076$ ;  $\beta = 101.081$  y  $V = 1519.82$  y el segundo polimorfo cristalizó en el sistema monoclinico con grupo espacial  $P2_1/a$  y constantes de celda  $a = 13.6878$ ;  $b = 6.3614$ ;  $c = 16.4928$ ;  $\beta = 97.1999$  y  $V = 1424.75$ .<sup>7</sup>

## 2.2 MARCO TEÓRICO

### 2.2.1 Heterocíclos

Un gran número de compuestos orgánicos, en los que se encuentran productos de origen natural, fármacos sintéticos y sistemas de interés teórico, son heterociclos.

Los heterociclos son aquellos compuestos cíclicos cuyos anillos están formados, además de carbono e hidrógeno, por otro(s) elemento(s) como nitrógeno, oxígeno, azufre, etc.

Generalmente, este grupo de compuestos se divide en tres grandes grupos:

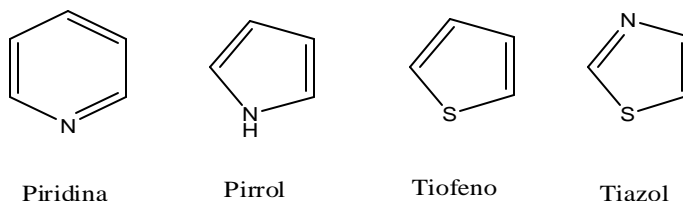
- Heteroparafinas (heterociclos alifáticos).
- Heteroolefinas (heterociclos no saturados).
- Heterociclos aromáticos.

Los heterociclos alifáticos y no saturados se pueden ver como análogos cíclicos de los éteres, las amidas, las enaminas, los sulfatos, etc. Esta analogía se hace más evidente cuando se comparan propiedades que resultan ser comunes para los dos tipos de compuestos.

Los heterociclos aromáticos son compuestos que, aunque teniendo un heteroátomo en su anillo, conservan ciertas propiedades típicas de la química del benceno. A su vez, el heteroátomo puede desempeñar un papel de relevancia en el sentido de “otorgarle” propiedades “especiales” a la molécula que de esta manera la hace diferente a los sistemas benzoaromáticos.<sup>8</sup>

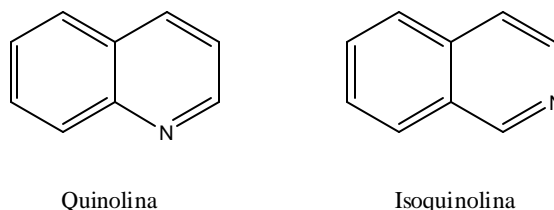
Algunos compuestos heterocíclicos aromáticos son piridina, pirrol, tiofeno o tiazol. En su estabilidad y comportamiento químico recuerdan más al benceno que a los alquenos. En la Figura 2 se ilustran algunas estructuras de compuestos heterocíclicos.

Figura 2. Estructuras de algunos compuestos heterocíclicos.



Los compuestos aromáticos heterocíclicos pueden ser también policíclicos. Un anillo de benceno y un anillo de piridina, por ejemplo, pueden compartir un lado común en dos formas distintas. Una forma de unión origina un compuesto llamado quinolina y la otra, la isoquinolina. En la Figura 3 se representan las estructuras de la quinolina e isoquinolina.<sup>9</sup>

Figura 3. Compuestos aromáticos heterocíclicos policíclicos.

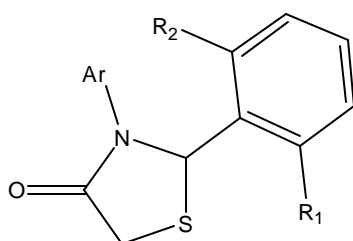


La experiencia ha mostrado que los compuestos con actividad biológica son a menudo derivados de estructuras heterocíclicas. En realidad, una de las más ricas fuentes de diversidad de la química medicinal son pequeños anillos heterociclos que, además, a

menudo exhiben actividad biológica y pueden servir como escalones para encontrar diversas funcionalidades.

Las tiazolidinonas, Figura 4, son una clase de heterociclos, derivados del tiazol, que atraen mucho la atención ya que se han reportado que poseen un amplio rango de actividades biológicas, incluyendo antifúngicas, antibacteriana, antihistamínica, antimicrobiana y anti-inflamatoria.<sup>4</sup>

Figura 4. Representación general de una 2,3-diaril-1,3-tiazolidin-4-ona.<sup>1</sup>



### 2.2.2 Polimorfismo

El polimorfismo es la capacidad que tiene un compuesto para cristalizar en más de una estructura cristalina. Por ejemplo, el carbono puede existir en forma de grafito o diamante pero también como fullereno y nanotubo que son formas recientemente descubiertas. El polimorfismo solo puede ocurrir en el estado sólido, y la diferencia entre estos dos polimorfos cualesquiera desaparece cuando éstos se funden.

Además, en el caso de cristales obtenidos en solución, el solvente puede quedar incluido en el sólido cristalino, dando lugar a los llamados *solvatos*. Probablemente el uso más común, involucra la confusión entre solvatos (incluyendo hidratos) y materiales cristalinos que no contienen disolvente (anhídridos en el caso del agua). Los cristales solvatados exhiben un amplio rango de comportamientos. En un extremo, el disolvente es fuertemente enlazado, y fuertes condiciones son requeridas para el proceso de desolvatación. En muchos de estos casos el disolvente es parte integral de la estructura

cristalina original, y su eliminación lleva al colapso de la estructura y la formación de una nueva estructura. En el otro extremo se encuentran los solvatos en los cuales el solvente es débilmente enlazado, y la desolvatación no lleva al colapso de la estructura original. Cualquiera entre los dos extremos es también posible. Entonces, se habla de solvatos polimórficos cuando una transformación hacia otra forma cristalina tiene lugar mediante la desolvatación y de *pseudopolimorfismo* si se mantiene la estructura cristalina.

### **2.2.3 Identificación de polimorfos**

En muchos casos, la presencia de diversos polimorfos en una muestra se puede poner de manifiesto visualmente debido a diferencias en la coloración o el hábito cristalino de cada una de las diversas formas. No obstante, el polimorfismo también se puede detectar utilizando una gran variedad de técnicas experimentales que van desde las medidas más sencillas hasta los métodos de análisis más sofisticados cómo:

- Medidas del índice de refracción.
- Medidas de la velocidad de disolución.
- Análisis térmico.
- Observación al microscopio óptico de luz polarizada.
- Difracción de rayos-X.
- Espectroscopia Raman e infrarrojo (IR).
- Espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN).

Aunque cualquiera de las técnicas mencionadas podría ser utilizada para detectar el polimorfismo, para hacer una descripción estructural detallada de las diferentes modificaciones de un polimorfo hay que utilizar la difracción de Rayos-X de monocristal aunque pueda resultar muy difícil obtener monocristales lo bastante grandes y de suficiente calidad cómo para poder aplicar esta técnica.

Una vez se ha conseguido la identificación y caracterización de los diferentes polimorfos, es posible utilizar algunos métodos físicos para hacer una cuantificación de la composición polimórfica y del grado de cristalinidad de una muestra. Estas técnicas incluyen la difracción de rayos-X de polvo, las espectroscopias RMN, Raman e IR así como la calorimetría diferencial de barrido (DSC) o el análisis termogravimétrico (TGA).

No obstante, cada sistema polimórfico presenta problemas particulares relacionados con el tipo de técnica cuantitativa utilizada ya que ninguna de ellas se puede aplicar de forma general. Por ejemplo, en la espectroscopia IR de transmisión, en que la muestra que se quiere estudiar se mezcla con polvo de KBr para fabricar un disco por compresión, se puede dar el caso que la compresión del polvo produzca las transformaciones polimórficas. También en el caso de muestras con determinadas morfologías puede haber orientaciones cristalográficas preferenciales que invaliden el análisis cuantitativo con difracción de rayos-X. En el caso de utilizar el DSC para la identificación de polimorfos, a menudo se da una superposición de los picos correspondientes a las diferentes fases.

En cualquier caso, la difracción de rayos-X resulta ser la técnica más útil para el estudio del polimorfismo de una muestra ya que los patrones de difracción de los diversos polimorfos siempre presentan notables diferencias y el patrón de difracción de cada estructura cristalina corresponde a la huella digital del mismo.<sup>10</sup>

#### **2.2.4 Cristalografía**

La cristalografía trata de la estructura y propiedades del estado cristalino. El estudio de los cristales puede suministrar nueva información química sobre las estructuras específicas de los compuestos.

#### **2.2.4.1 Cristal**

Un cristal se compone de átomos dispuestos en un modelo que se repite periódicamente en las tres dimensiones.

El modelo al que se refiere esta definición puede consistir en un solo átomo, un grupo de átomos, una molécula o un grupo de moléculas. El rango importante de un cristal es la periodicidad o regularidad de la disposición de estos modelos.

Los cristales tienen frecuentemente formas poliédricas características, limitadas por caras planas, y una gran parte de la belleza de los cristales se debe a este desarrollo de caras. Sin embargo, las caras pueden no ser lisas o pueden destruirse, y no son esenciales para la definición de un cristal. Además, los cristales a menudo son demasiado pequeños para ser vistos sin la ayuda de un potente microscopio, y muchas sustancias se componen de miles de cristales diminutos (policristalinos).

#### **2.2.4.2 Puntos Reticulares**

Para entender la definición de puntos reticulares, se supone una pared infinita cubierta con papel. El motivo o patrón del papel puede tener cualquier complejidad y todo el se repite periódicamente en dos dimensiones. Un sistema de puntos de referencia puede obtenerse escogiendo un punto al azar. Todos los puntos idénticos a este constituyen el conjunto de puntos reticulares. Todos estos puntos tienen exactamente los mismos alrededores y son idénticos en posición con relación al patrón o motivo que se repite.

Este conjunto de puntos idénticos en dos dimensiones constituye una red. El término retículo espacial se reserva frecuente para una distribución de puntos tridimensional y en una dimensión el término apropiado es fila.

#### **2.2.4.3 Celda Unidad**

Si se unen los puntos reticulares por líneas rectas podemos dividir nuestro espacio bidimensional en paralelogramos. En tres dimensiones el espacio se divide en

paralelepípedos. La repetición de estos paralelepípedos por traslación desde un punto reticular a otro engendra el retículo. El paralelepípedo generador se llama celda unidad.

Una celda unidad es siempre un paralelepípedo, y es como una plantilla para todo el cristal. Si se conoce la disposición exacta de los átomos dentro de la celda unidad, entonces se sabe la disposición atómica de todo el cristal. El proceso para determinar la estructura de un cristal consiste, por consiguiente, en localizar los átomos dentro de una celda unidad.

El tamaño y forma de la celda unidad pueden ser especificados por medio de las longitudes  $a$ ,  $b$  y  $c$  de las tres aristas independientes y los tres ángulos  $\alpha$ ,  $\beta$  y  $\gamma$  entre estas aristas. Estos ejes definen un sistema de coordenadas apropiado al cristal.<sup>11</sup>

#### **2.2.4.4 Cálculos de la celda unidad**

El volumen  $V$  de la celda está dado por la siguiente Ecuación (1)

$$V = abc(1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma)^{1/2} \quad (1)$$

Mediante el reemplazo de las condiciones para los ejes y ángulos de la celda en la ecuación 1 se puede obtener el volumen para cada sistema cristalino.

#### **2.2.4.5 Sistemas Cristalinos**

Los cristales se describen mediante los sistemas cristalinos. Existen 7 sistemas cristalinos (Tabla 1) y cada uno de ellos tiene sus condiciones de simetría que deben cumplir.

Los sistemas cristalinos se describen por:

- ? Sus ejes cristalográficos.
- ? Los ángulos que respectivamente dos de los ejes cristalográficos forman.
- ? Las longitudes de los ejes cristalográficos.<sup>12</sup>

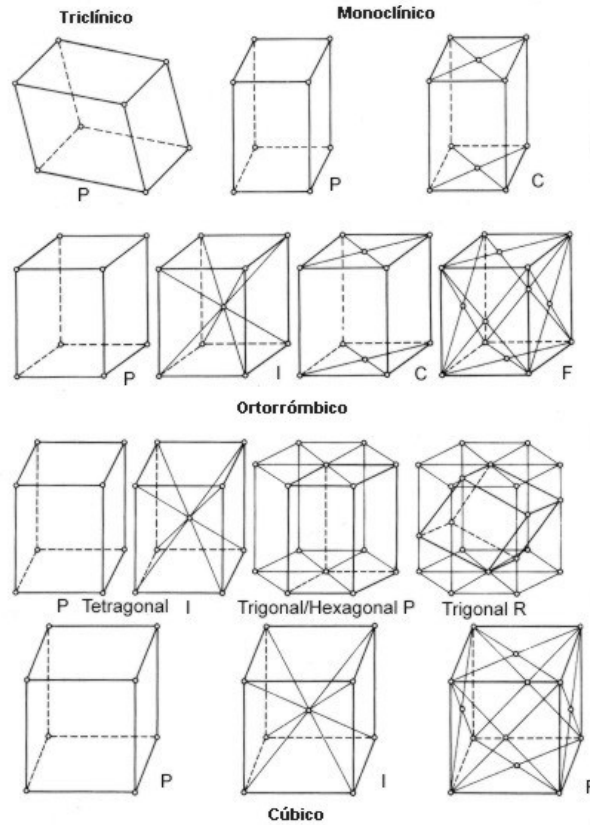
En 1848 el científico francés A. Bravais demostró que solo son posibles 14 redes de traslación tridimensionales y homogéneas, compatibles con las características de simetría de cada sistema cristalino; o sea, solo hay 14 posibilidades diferentes de asociar átomos, iones o moléculas para formar un cristal. Estas redes son las que se conocen como redes de Bravais (Figura 5).

Tabla 1. Sistemas cristalinos y redes de Bravais.

<b>Sistema</b>	<b>Longitudes axiales y ángulos</b>	<b>Redes de Bravais</b>	<b>Símbolo de la red</b>
<i>Cúbico</i>	$a = b = c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	<i>Simple</i> <i>Centrado en cuerpo</i> <i>Centrado en caras</i>	<i>P</i> <i>I</i> <i>F</i>
<i>Tetragonal</i>	$a = b \neq c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	<i>Simple</i> <i>Centrado en cuerpo</i>	<i>P</i> <i>I</i>
<i>Ortorrómbico</i>	$a \neq b \neq c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	<i>Simple</i> <i>Centrado en cuerpo</i> <i>Centrado en las bases</i> <i>Centrado en caras</i>	<i>P</i> <i>I</i> <i>C</i> <i>F</i>
<i>Romboédrico*</i>	$a = b = c, \alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	<i>Simple</i>	<i>R</i>
<i>Hexagonal</i>	$a = b \neq c, \alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma = 120^\circ$	<i>Simple</i>	<i>P</i>
<i>Monoclínico</i>	$a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta \neq 90^\circ$	<i>Simple</i> <i>Centrado en las bases</i>	<i>P</i> <i>C</i>
<i>Triclínico</i>	$a \neq b \neq c, \alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	<i>Simple</i>	<i>P</i>

\* También llamado trigonal.

Figura 5. Redes de Bravais.



Fuente: Bermudez-Polonio<sup>13</sup>

Existen 32 formas en las cuales pueden arreglarse los elementos de simetría que se pueden detectar por examen visual o morfológico, (los 32 grupos puntuales) pero si se incluyen todas las simetrías posibles, existen entonces 230 arreglos posibles, lo que se conoce como los 230 grupos espaciales.<sup>13</sup>

## 2.2.5 Difracción de Rayos-X

### 2.2.5.1 Naturaleza de los rayos-X

Los rayos-X fueron descubiertos por Wilhelm Röntgen en 1895. En 1912 todavía no se conocía si los rayos-X se componían de partículas o si eran ondas electromagnéticas. En este mismo año, tampoco había evidencia directa de la estructura de los cristales,

aunque había razones para creer que los cristales tenían disposiciones periódicas de los átomos con distancias interatómicas del orden de 1Å.

Max von Laue, en la Universidad de Munich (Alemania), sugirió que la estructura periódica de un cristal podría usarse para difractar los rayos-X, análogamente a como las redes se usaban para producir patrones de difracción de luz visible. Esta proposición se basaba en tres hipótesis:

1. Los cristales son periódicos.
2. Los rayos-X son ondas.
3. La longitud de onda de los rayos-X es del mismo orden de magnitud que la distancia que se repite en los cristales.

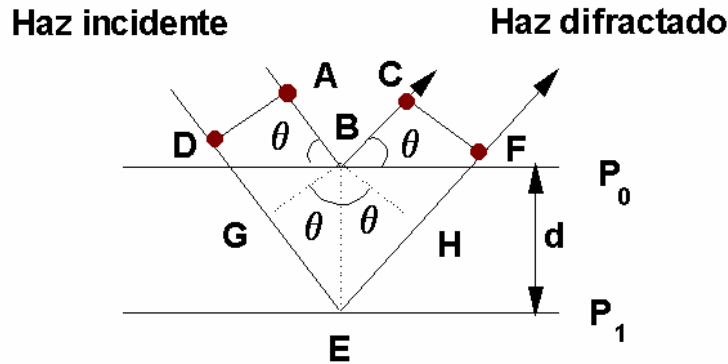
Friedrich y Knipping llevaron a cabo una prueba experimental de la sugerencia de van Laue, irradiando un cristal de  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  con los rayos-X. La detección de la difracción confirmó las ideas de von Laue y dio la pauta para el comienzo de la ciencia de la cristalografía de rayos-X.<sup>11</sup>

#### **2.2.5.2 Ley de Bragg**

Después del descubrimiento de la difracción de rayos-X, W. H. Bragg y su hijo W. L. Bragg descubrieron que la geometría del proceso es análoga a la reflexión de luz por un espejo plano.

Una explicación simplificada fue considerar que el proceso de difracción de los rayos-X por un cristal, podía entenderse como una reflexión parcial de la radiación por los planos atómicos de un cristal al considerar un haz de rayos-X que incide con un ángulo  $\theta$  sobre un conjunto de planos cristalinos paralelos separados con una distancia  $d$ . Esto se muestra en la Figura 6.

Figura 6. Ley de Bragg.



Los electrones situados en los puntos **B** y **E** son forzados a vibrar por acción del campo oscilante del haz incidente e irradian en todas las direcciones. Cuando el haz secundario emerge con ángulo  $\theta$ , como si fuera reflejado por los planos, se obtiene un máximo de intensidad, si las ondas representadas por esos rayos están en fase.

Al trazar las perpendiculares **BG** y **BH**, puede verse que **GE** = **GH**. Los haces **C** y **F** estarán en fase si la diferencia de camino **GE** + **HE** = **2GE** es un número entero de longitudes de onda;

**2GE** =  $n\lambda$ , dado que  $\text{sen } \theta = \text{GE}/d$ ,

entonces se tiene que:

$$n\lambda = 2d \text{ sen } \theta$$

Donde **n** es un número entero denominado *orden de reflexión*.<sup>14</sup>

### 2.2.5.3 Índices de Miller

En una red cristalina pueden trazarse, en varias direcciones, una serie de infinitos planos paralelos y equidistantes entre sí. Las distancias **d** entre los planos consecutivos de una misma familia, se denomina distancia interplanar o espaciado. El plano cuyas intersecciones sean en los puntos  $a/h, b/k, c/l$ , donde **h**, **k**, **l**, son números necesariamente enteros sin ningún divisor. Dado el carácter periódico repetitivo de la red, cualquier plano racional que intercepte a los ejes, lo hará en una fracción entera de

sus magnitudes. Los números  $h$ ,  $k$ ,  $l$ , identifican la posición y la orientación del plano respecto a los ejes cristalográficos y son llamados **índices de Miller**, y se denotan en la forma  $(hkl)$ .

Los índices de Miller se hallan directamente reduciendo a los menores números enteros los valores inversos de las intersecciones fraccionarias del plano con los ejes cristalográficos.

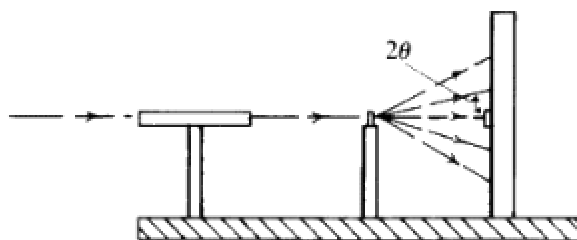
#### 2.2.5.4 Técnicas de difracción de Rayos-X

Entre las técnicas más utilizadas en la difracción de rayos-X se encuentran, el de muestras policristalinas o técnica de polvo y la técnica de monocristal. La técnica de polvo es útil para estudiar aquellas especies o compuestos que no se presentan o no es posible obtener en forma de monocristales. Mediante ambas técnicas se pueden establecer los parámetros estructurales.

##### 2.2.5.4.1 El método de Laue

Laue en sus primeros experimentos utilizó radiación blanca de todas las longitudes de onda posibles y permitió que esta radiación cayera sobre un cristal estacionario. El cristal difractó el haz de rayos X y produjo un patrón de puntos que cumplía exactamente con la simetría interna del cristal. El cristal tenía una posición fija respecto al haz de rayos X, entonces no sólo el valor de  $d$  estaba fijo, sino que el valor de  $\theta$  también estaba fijo (ver Figura 7).

Figura 7 Cámara de transmisión de Laue



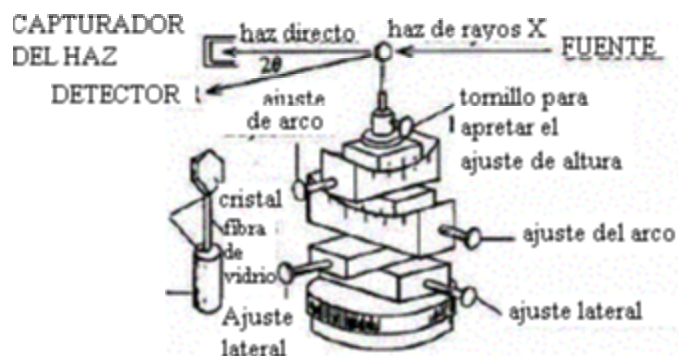
Fuente: LAING (1997)<sup>15</sup>

#### 2.2.5.4.2 El método de rotación

El método de Laue utiliza radiación blanca, un monocristal estacionario y una placa de película fija. El método de rotación utiliza radiación monocromática, un monocristal en movimiento y una placa de película fija.

Un monocristal (longitud de bordes entre 0.1 y 2 mm) se fija a una fibra de vidrio que a su vez se monta sobre un eje. La orientación del cristal se ajusta hasta que el cristal puede ser rotado alrededor de un eje cristalográfico real (ver Figura 8).

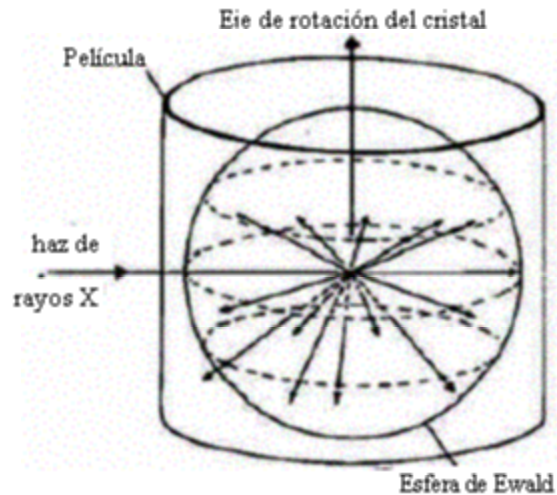
Figura 8 Método de rotación



Fuente: LAING (1997)<sup>15</sup>

Un haz colimado monocromático de rayos X incide sobre el cristal perpendicular al eje de rotación, y se rota el cristal. Los diversos planos en el cristal reflejarán el haz conforme la rotación trae a cada uno a la posición de difracción sucesivamente, esto es, se satisface la ecuación de Bragg. Se hace que el eje de rotación corresponda con el eje  $c$  real. Todos los planos  $(hkl)$  con un índice  $l$  común producirán reflexiones a lo largo de la superficie de un cono común cuyo ángulo de ápice está definido por la condición de Laue  $n = d \cos \Phi$ . La película se encuentra normalmente rodeando al cristal en la forma de un cilindro, coaxial con el eje de rotación de la cámara (ver Figura 9).

Figura 9 Eje de rotación de la cámara



Fuente: LAING (1997)<sup>15</sup>

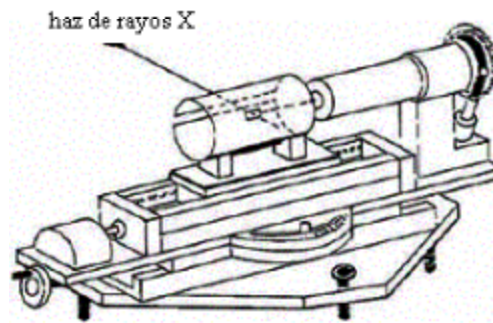
La fotografía obtenida consiste de reflexiones individuales desde el cristal formando líneas rectas a través de la película. A partir del espaciamiento entre las líneas, la longitud del eje de "rotación" del cristal puede calcularse. La simetría del patrón de puntos sobre la película da información acerca de la simetría de la celda unitaria.

#### 2.2.5.4.3 El método de Weissenberg

La técnica de Weissenberg es un avance en la técnica de rotación. Una cámara típica se muestra en forma de diagrama en la Figura 10. Una pantalla cilíndrica con ranura se coloca entre el cristal y la película de tal forma que sólo un cono de reflexión puede incidir sobre la película (ver Figura 11) y entonces conforme el cristal es rotado, el soporte de la película es trasladado paralelo al eje de rotación. Esto produce que las reflexiones (que formaron una línea recta sobre la fotografía de rotación) se encuentren desplegadas sobre la película en un patrón bidimensional específico. La pantalla es móvil, de tal forma que cada cono o "capa" de la reflexiones ( $n = 0, 1, 2$ , etc.) puede ser

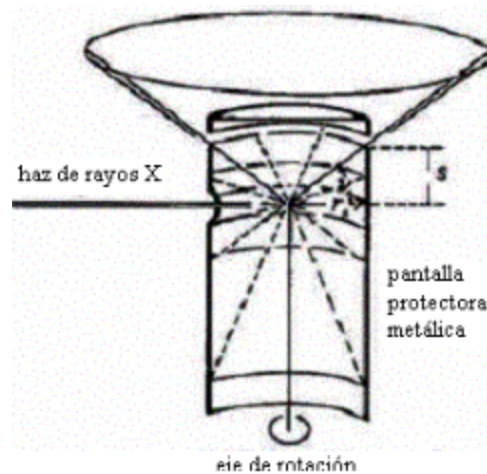
fotografiado separadamente. De estas fotografías se puede calcular las longitudes de los otros ejes cristalográficos y los ángulos interaxiales.

Figura 10 Diagrama de la cámara de Weissenberg



Fuente: LAING (1997)<sup>15</sup>

Figura 11 Cono de reflexión formado en la pantalla cilíndrica



Fuente: LAING (1997)<sup>15</sup>

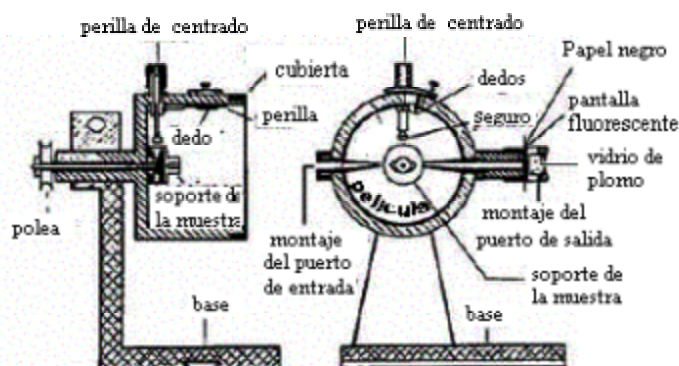
Esta es la cámara de monocristal de rayos X más común, y ha sido utilizada durante los últimos 40 años para la recolección de datos de intensidades para la elucidación de la estructura cristalina.

#### 2.2.5.4.4 Método de polvo

Imaginando la situación cuando no se tiene un cristal sino que se tiene por ejemplo un ciento de cristales cada uno de ellos colocado de tal forma que un plano está exactamente en el ángulo de reflexión correcto, con respecto al haz incidente. Ahora se tiene un ciento de haces incidentes y cada uno da un punto observable.

Imaginando ahora que este grupo de cristales es rotado alrededor del eje incidente de rayos X. Se tiene ahora un ciento de conos trazados por estos haces reflejados. Ahora, consideremos qué ocurriría si se tuviese un polvo del material que consistiera de un ciento de millón de cristales. Si la muestra pulverulenta se coloca dentro del haz de rayos X, habrá muchos cristales en ese polvo que estarán en posición de reflejar el haz incidente y habrá un número suficiente de ellos para conseguir el efecto no de reflexión puntual, sino de una serie continua de reflexiones puntuales las cuales caerán a lo largo del arco del cono que previamente se imagino que existía. Esta es la base del así llamado método de polvos o de Debye-Scherrer (Figura 12).<sup>15</sup>.

Figura 12 Cámara de polvo de Debye-Scherrer.



Fuente: LAING (1997)<sup>15</sup>

**2.2.5.4.5 El difractómetro de polvo.** El difractómetro de polvo es un instrumento que registra la información en un detector electrónico de radiaciones y es operado con la ayuda de una computadora; este detector está dotado de un sistema de movimiento

continuo y uniforme, que le permite deslizarse a lo largo del intervalo angular donde se producen las reflexiones de Bragg. En la Figura 13 se muestra un difractor de polvo. El perfil de difracción sencillamente, aparece formado por una serie de máximos de intensidad distribuidos en función de los valores angulares,  $2\theta$ , de las reflexiones que representan. Las alturas de estos máximos, o más, exactamente, sus áreas, constituyen magnitudes representativas de las intensidades de las reflexiones.

Figura 13. Difractor de Polvo, Marca Rigaku modelo D-Max-III/B.



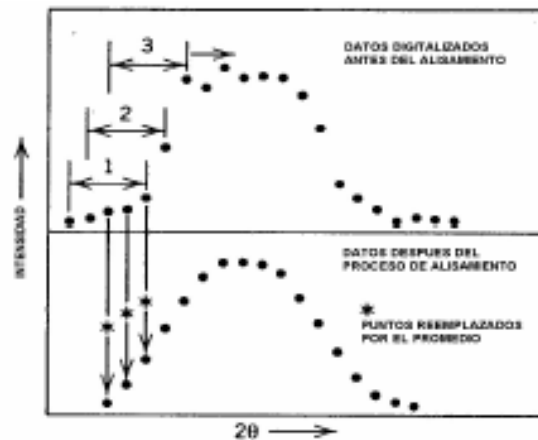
Las ventajas del difractor y sus características se resumen así:

- Alta intensidad difractada
- Medidas de intensidad con buena precisión
- Alta resolución en  $2\theta$
- Automatización electrónica

**2.2.5.4.5.1 Tratamiento de datos.** El propósito del tratamiento de datos es extraer los datos útiles a partir del patrón experimental. Los pasos a seguir son: Alisamiento de perfil, sustracción del ruido de fondo o eliminación del background, eliminación de  $K\alpha_2$  y asignación de picos.

✓ **Alisamiento.** El proceso estadístico constante de la colección de datos introduce dispersiones aleatorias durante la formación de cada uno de los picos, debido a que este proceso se realiza en cuentas de señales difractadas y colectadas por un detector en el tiempo. Estas dispersiones se pueden remover parcialmente mediante alisamiento de los datos como se muestra en la Figura 14. Este proceso se desarrolla tomando una cierta cantidad de datos (puntos colectados que forman un pico en el perfil de difracción), donde el punto intermedio de datos es reemplazado por el promedio y luego el número de datos a seguir trabajando es incrementado en un dato repitiendo el proceso hasta que todo el perfil sea “suavizado”

Figura 14. Proceso estadístico del alisamiento de los datos



Fuente: JENKINS (1996)<sup>16</sup>

✓ **Sustracción del ruido de fondo.** La radiación que incide sobre la muestra o al soporte de la muestra puede ser difractada, produciendo una radiación secundaria adicional a la radiación proveniente de la fuente de radiación. Por tanto la radiación X que alcanza al detector esta adicionalmente modificada. Entonces la facilidad de interpretación del difractograma resultante va a depender de la resolución del patrón y la relación señal/ruido dentro de ese patrón.

En general entre los factores más comunes que pueden producir un significativo ruido de fondo tenemos:

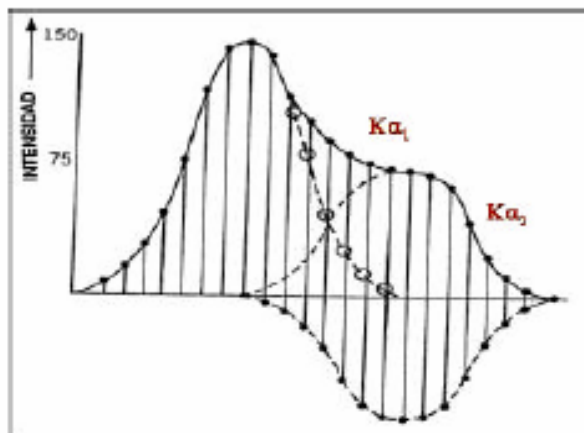
- Dispersión generada por el porta muestra (generalmente es visto a valores bajos de  $2\theta$ , donde se produce una banda demasiado ancha).

- La fluorescencia del espécimen (controlable con el uso de un monocromador).
- La presencia de cantidades significativas de material amorfo en la muestra.
- Dispersión por el substrato utilizado para el montaje de la muestra (controlable con el uso de porta muestra. Zero background holders (ZBH)).
- La dispersión de aire (que tiene un efecto grande a valores bajos de  $2\theta$ ).

✓ **Eliminación de  $K\alpha_2$ .** Los rayos-X incidentes constan de dos componentes  $K\alpha_1$  ( $K\alpha_1$  y  $K\alpha_2$ ) y la relación de sus intensidades son de 2:1 respectivamente. Estas dos componentes se manifiestan en el perfil de difracción como dobletes y por tal razón se hace necesario inicialmente realizar una correlación de la desviación del ángulo de difracción debido a  $\alpha_1$  y  $\alpha_2$  posteriormente separar los perfiles  $\alpha_1$  y  $\alpha_2$  y eliminar por último el perfil  $\alpha_2$  y así ubicar el pico de mayor intensidad  $\alpha_1$ .

Se utiliza el método de Ranchinger, (ver Figura 15), en el cual se calcula el promedio de intensidades para las radiaciones  $K\alpha_1$  y  $K\alpha_2$  por mínimos cuadrados sobre todo el perfil de difracción usando una deconvolución de las dos radiaciones con transformada de Fourier.

Figura 15. Eliminación de  $K\alpha_2$ .



Fuente: JENKINS (1996).<sup>16</sup>

✓ **Asignación de los picos.** Este proceso se basa en un valor de intensidad umbral que se le asigna al programa, el cual es obtenido analizando primero la intensidad del fondo o ruido del difractograma original. Los perfiles con intensidad mayor o igual que el valor umbral dado son identificados posteriormente halla para cada uno de los picos el ancho máximo de la altura media (FWHM) y por ultimo traza por el punto medio una perpendicular que une el tope del pico con la abscisa (2 $\theta$ ); y en esta forma es como se encuentra la posición del pico y su intensidad.<sup>16</sup>

**2.2.5.4.5.2 Asignación de índices a los perfiles de difracción (Indexación).** La indexación de un patrón de difracción es un requerimiento esencial para dar comienzo a la determinación estructural. El objetivo de la indexación es restituir la tridimensionalidad de los puntos de la red recíproca a partir de datos de difracción unidimensional, asignando los valores ***h k l*** a las familias de planos que corresponden a cada línea de difracción. Esta reconstrucción no es solamente un problema cristalográfico y algebraico, sino que también depende de la precisión de los datos. Hay varios procedimientos para indexar, pero en todos mientras más decrece la simetría del cristal se presenta mayor dificultad, debido al número de variables a determinar. En la actualidad se han desarrollado una serie de programas especializados que nos permiten indexar perfiles de difracción desconocidos. Entre los más utilizados está el método de dicotomía de volúmenes, ***Dicvol04***.<sup>17</sup>

✓ **Dicvol04.** Es un programa de indexación (asignación de índices de Miller (***h k l***) a los máximos de difracción) de perfiles de rayos-X en muestra policristalina basado en el método de prueba y error. En él se incluye la búsqueda en los 7 sistemas cristalinos: cúbico, tetragonal, hexagonal, trigonal, rómbico, monoclinico y triclinico. Está basado en un algoritmo de sucesivas búsquedas dicotómicas, que realiza una exploración en el espacio de los posibles parámetros de celda, fraccionándolo en diferentes intervalos de volúmenes de celda. El objetivo de este programa es indexar un difractograma y, con base a ello, dar una posible celda unidad. Obtenemos el posible sistema cristalino al

que pertenece el material en estudio y sus parámetros de celda, pero no el grupo espacial.

Para identificar la mejor solución hay que considerar el valor de las Figuras de Mérito  $M(N)$  y  $F(N)$  de cada celda elemental opcionada.

Si se obtienen distintas posibles soluciones, hay que considerar en primer lugar aquellas que pertenezcan al sistema cristalino con mayor simetría. Los sistemas cristalinos ordenados de mayor a menor simetría son: cúbico, tetragonal, hexagonal (trigonal), rómbico, monoclinico y triclinico.

La **figura de mérito de Wolf  $M(N)$**  es un parámetro o número introducido en 1969 para medir el promedio de la diferencia entre las posiciones (espacios reticulares) de los  $N$  máximos que introducimos como datos y las posiciones de los máximos teóricos que se calculan a partir de los parámetros de la celda solución. Por lo tanto, a la hora de examinar las soluciones tenemos que considerar la figura de mérito  $M(n)$ , siendo  $n$  el número de máximos utilizados: cuanto mayor sea  $M(N)$  mejor indexado estará el diagrama de difracción de rayos X. La figura de mérito de Wolf, está dado por la Ecuación (2).

$$M_{(20)} = \frac{d_{20}^{*2}}{2 * |\Delta d^2| * N_{pos}} \quad (2)$$

Donde  $d_{20}^{*2}$  representa la distancia recíproca de  $d_{20}$ , es decir  $1/d_{20}$ . El valor recíproco es utilizado ya que permite reemplazar el conjunto de planos del espacio real del cristal por un equivalente y mucho más simple conjunto de puntos en el espacio recíproco del mismo. La expresión  $d_{20}^{*2}$  es el valor de  $d^{*2}$  para la 20ª línea;  $|\Delta d^2|$  es el promedio de discrepancia entre el  $d^{*2}$  del patrón observado y el calculado para los primeros 20 valores; y  $N_{pos}$  es el número posible de líneas difractadas.<sup>18</sup>

En principio, no se debe aceptar como válida una celda elemental si deja algún máximo sin indexar, a no ser que se pueda dar una explicación: tal vez corresponda a una impureza, sea demasiado ancha, o corresponda a más de un máximo y están solapados.

La **figura de mérito de Smith-Snyder  $F_N$**  se introduce en 1979 como otro parámetro para estimar cuantitativamente la calidad de los resultados del proceso de indexado y parámetros de la celda unidad obtenidos por computador. Esta figura de mérito las adoptaron la Sociedad Americana de Cristalografía, la Unión Internacional de Cristalografía y el Centro Internacional para la Difracción de Datos (ICDD), para evaluar la calidad de las mediadas, además, es válida la observación que a mayor valor de  $F_N$ , se obtienen mejores parámetros de celda unidad con una mayor precisión y confiabilidad. Esto se puede complementar con la observación de las diferencias de los valores observados y calculados, que se consideran otra excelente guía y en general valores de figura de mérito de menos de 20 se consideran de mala calidad. La figura de mérito de Smith-Snyder esta dado por la Ecuación (3):

$$F_N = \frac{N}{|\Delta 2\theta| N_{pos}} \quad (3)$$

Donde  $N$  es el número de líneas observadas,  $|\Delta 2\theta|$  es el promedio absoluto de la diferencia angular entre los datos calculados y los observados,  $N_{pos}$  es el número de líneas posibles.<sup>18</sup>

**2.2.5.4.5.3 Determinación del número de moléculas por celda unidad  $Z$ .** La Ecuación (4) es la expresión general para determinar el número de átomos o moléculas referidas a la celda unidad.

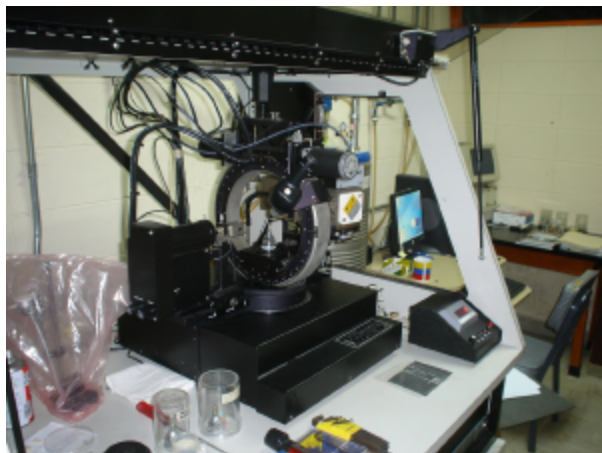
$$Z = \frac{\rho(g/cm^3) * V(A^3) * N_A}{M(g/mol)} \quad (4)$$

Donde:  $M$  es la masa molecular del compuesto,  $\rho$  es la densidad,  $V$  el volumen de la celda el cual se calcula a partir de los parámetros de la celda hallados por difracción y  $N_A$  es el número de Avogadro. El valor calculado de  $Z$  debe ser un número entero, pero, debido a los errores experimentales implícitos a las determinaciones de la densidad y del volumen o a la existencia de defectos en el cristal, siempre se obtiene un número ligeramente desviado del valor entero.

**2.2.5.4.5.4 Refinamiento de las constantes de la celda unidad.** El valor de las constantes de la celda unidad obtenidas mediante el proceso de indexado no son refinadas; es necesario hacer el cálculo de los mejores valores de las constantes. El refinamiento consiste en calcular un patrón de difracción con base en las constantes de la celda unidad halladas en el indexado, utilizando el grupo espacial, la densidad y el número de moléculas por celda unidad ( $Z$ ). Este perfil de difracción calculado es comparado con el perfil experimental y mediante variación de los valores de las constantes de la celda unidad ( $a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$ ) se ajusta el perfil calculado al experimental mediante el método de mínimos cuadrados. La diferencia entre los valores calculados y experimentales ( $\Delta I = I_{\text{cal}} - I_{\text{exp}}$ ) es utilizada como criterio de ajuste.<sup>16</sup>

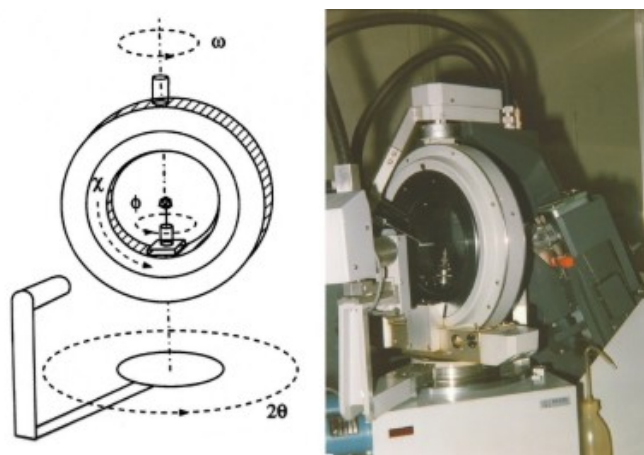
**2.2.5.4.6 Difractometría de cuatro círculos** La introducción de los computadores digitales a finales de la década de 1970, permitió el diseño de los llamados *difractómetros automáticos de cuatro círculos* (Figura 16). Estos equipos, disponen de un sistema goniométrico, con una mecánica muy precisa que mediante tres giros, permite colocar el cristal en cualquier orientación del espacio provocando así que se cumplan los requerimientos de la construcción de Ewald para que se produzca la difracción. En estas condiciones, un cuarto eje de giro, que sostiene el detector electrónico se coloca en condiciones de recoger el haz difractado. Todos estos movimientos se pueden programar para que se realicen de un modo automático, con una mínima intervención del operador.

Figura 16. Difractómetro de cuatro círculos



Entre este tipo de goniómetros se pueden distinguir dos geometrías goniométricas que se han usado con excelente éxito durante muchos años. En el goniómetro de *geometría Euleriana* (Figura 17) el cristal se orienta mediante los tres ángulos de Euler,  $\omega$  que representa el giro sobre el eje de la cabeza goniométrica,  $\chi$  que le permite el balanceo sobre el círculo cerrado, y  $\phi$  que permite el giro total del goniómetro. El cuarto círculo lo representa el giro del detector,  $2\theta$ .

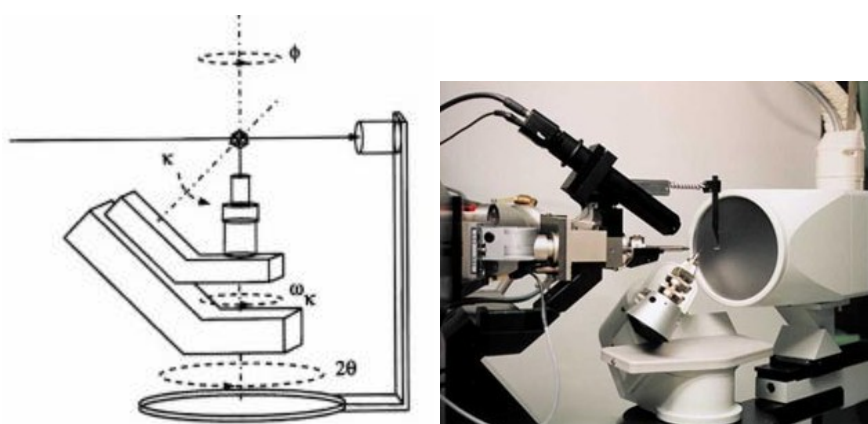
Figura 17. Goniómetro de geometría euleriana.



Fuente: [http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte\\_06.html](http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_06.html)<sup>19</sup>

La geometría alternativa a la Euleriana es la denominada *geometría Kappa* (Figura 18) que no dispone de un círculo cerrado equivalente al  $\omega$ . En su lugar, su función la cumplen los llamados ejes  $k$  y  $w_k$ , de tal modo que con una combinación de ambos se pueden obtener  $\omega$  eulerianos en el intervalo de  $-90$  a  $+90^\circ$ . La ventaja principal de esta geometría es la amplia accesibilidad al cristal. Los ángulos  $\theta$  y  $2\theta$  son idénticos al los de la geometría euleriana:

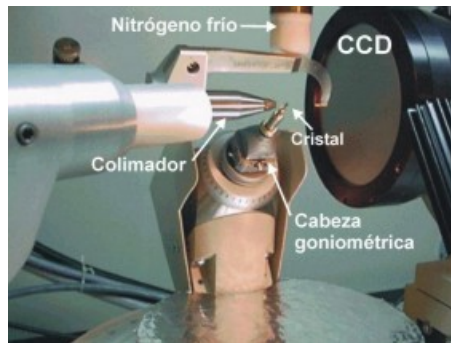
Figura 18. Goniómetro de geometría Kappa.



Fuente: [http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte\\_06.html](http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_06.html)<sup>19</sup>

**2.2.5.4.6.1 Montaje del monocristal.** Para la difracción de un monocristal es conveniente que el cristal este montado de modo que éste pueda ser desplazado para una correcta alineación y centrado en la cámara, como se muestra en la Figura 19. El dispositivo de costumbre usado para éste propósito es una cabeza goniométrica de precisión, la cual tiene dos arcos, que permite que el cristal rote ligeramente  $\pm 20^\circ$  en cada uno de los dos planos perpendiculares, y los dos arcos de traslación, la cual permite que éste sea desplazado hasta que esté sobre el eje central de la cabeza.<sup>14</sup>

Figura 19. Montaje de un goniómetro



Fuente: [http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte\\_06.html](http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_06.html)<sup>19</sup>

### 2.2.6 Espectrometría Infrarroja

La región infrarroja abarca las regiones del espectro comprendidas entre los números de onda de 12800 a  $10\text{ cm}^{-1}$  aproximadamente, lo que corresponde a las longitudes de onda de 0.78 a 1000  $\mu\text{m}$ .

La espectrometría infrarroja tiene amplias aplicaciones en análisis cualitativo y cuantitativo. Su principal utilización ha sido la identificación de compuestos orgánicos, ya que los espectros correspondientes suelen ser complejos y contienen numerosos máximos y mínimos que pueden servir para realizar comparaciones. En efecto, el espectro de infrarrojo de un compuesto orgánico representa una de sus propiedades físicas características.<sup>20</sup> En la Figura 20 se puede encontrar el espectrómetro infrarrojo de transformada de Fourier.

Figura 20. Espectrómetro Infrarrojo



### **2.2.7 Espectrometría de masas**

La espectrometría de masas es una poderosa técnica utilizada para el análisis cuantitativo de una gran cantidad de compuestos. En la Figura 21 se puede observar el espectrómetro.

Se obtiene un espectro de masas convirtiendo los compuestos que integran una muestra de iones que se mueven rápidamente (por lo general de carga positiva) y resolviéndolos en base a su relación masa carga. La utilidad de la espectrometría de masas proviene del hecho de que el proceso de ionización produce por lo general una familia de partículas positivas cuya distribución según la masa es característica de la especie que le dio origen. En consecuencia, un espectro de masas proporciona información útil para elucidar estructuras químicas.<sup>20</sup>

Figura 21. Espectrómetro de masas



### **2.2.8 Análisis Termogravimétrico (TGA)**

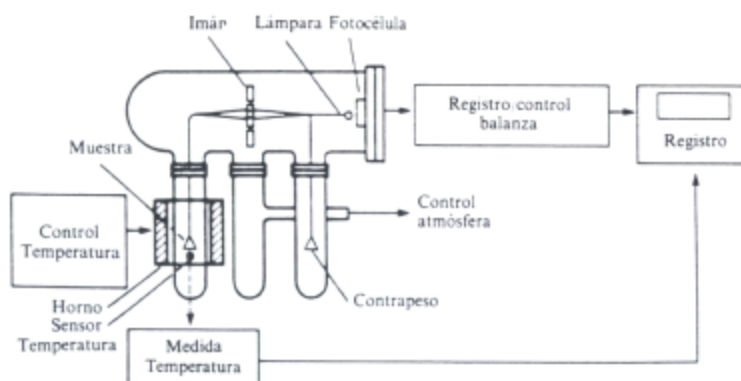
En el análisis termogravimétrico se detectan cambios en la masa o en el peso de la muestra. Los experimentos pueden hacerse variando la temperatura, a una cierta velocidad de calentamiento o con un programa preestablecido, o bien, midiendo la variación de peso en función del tiempo, a una cierta temperatura fija (isoterma).

Figura 22. Equipo de análisis termogravimétrico



En un aparato de análisis termogravimétrico (Figura 22), el componente fundamental es el sistema de medida de peso de la muestra, la termobalanza. Actualmente se emplean, principalmente, dos sistemas diferentes: la balanza horizontal y vertical. En la Figura 23 se muestra el esquema de la balanza horizontal. La muestra se coloca en uno de los dos platos de la balanza, dentro de un horno y el detector de temperatura se coloca lo más cerca posible de la muestra pero sin estar en contacto con ella. El cambio de peso de la muestra se registra automáticamente en el aparato.

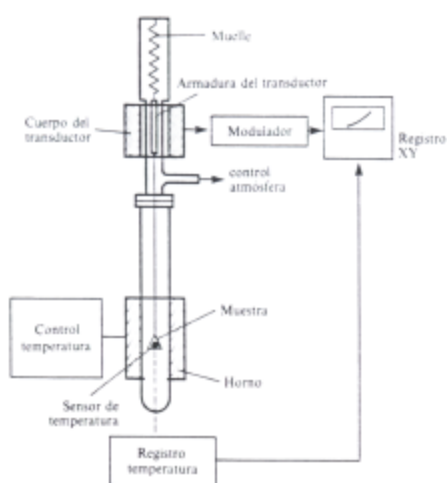
Figura 23. Esquema de la balanza horizontal



Fuente: LLORENTE (1991)<sup>21</sup>

En la Figura 24, se observa esquemáticamente una termobalanza de tipo vertical. Aquí, el sensor de temperatura está en contacto con la muestra, mientras que el peso se mide por el desplazamiento del sistema que lo contiene y que es registrado por un transductor de desplazamiento lineal, previamente calibrado. Así la temperatura de la propia muestra se mide con más precisión pero, sin embargo, el sensor de temperatura puede perturbar el sistema móvil.<sup>21</sup>

Figura 24. Termobalanza vertical



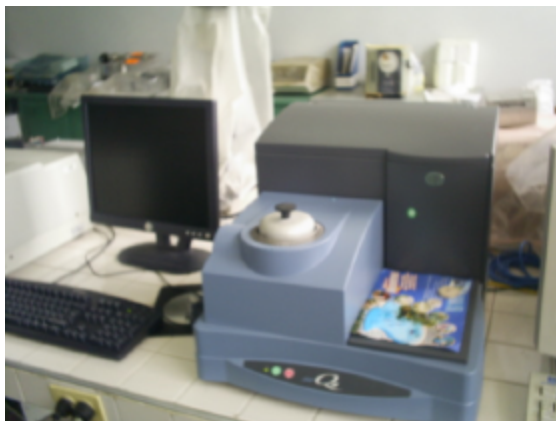
Fuente: LLORENTE (1991)<sup>21</sup>

### 2.2.9 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Esta técnica se utiliza con el propósito de conocer el punto de fusión, determinar si ocurren reacciones en estado sólido y transiciones de fase en los compuestos sintetizados.

En el análisis térmico diferencial, se observa el calor absorbido y emitido por un sistema químico midiendo la diferencia entre este sistema y un compuesto inerte de referencia (a menudo alúmina, carburo de silicio, o bolitas de vidrio) a medida que las temperaturas de ambos aumentan a una velocidad constante.<sup>20</sup> El equipo utilizado en los análisis térmicos diferenciales se encuentra en la Figura 25.

Figura 25. Equipo empleado para el análisis térmico diferencial



El método térmico diferencial proporciona una alternativa simple y precisa para establecer el punto de fusión, ebullición y descomposición de los compuestos orgánicos. Por lo general, los datos resultan ser más consistentes y reproducibles que los obtenidos con un bloque caliente, un baño de aceite o un tubo capilar.<sup>20</sup>

### 3. PARTE EXPERIMENTAL

#### 3.1 Preparación de la 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona.

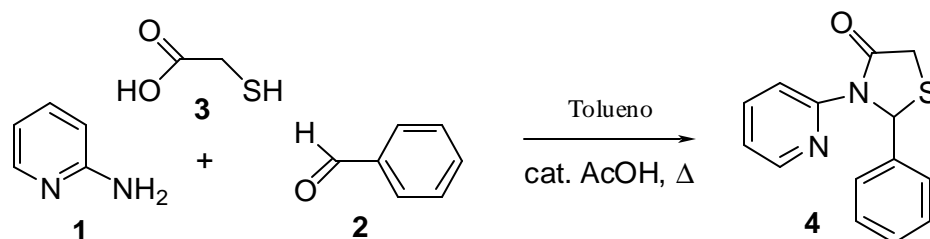
El compuesto 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona [4] se sintetizó por medio de una reacción multicomponente con una trampa Dean-Stark promovida por ácido acético glacial (AcOH), (ver Figura 26) en la cual se utilizaron cantidades estequiométricas de los reactivos comerciales: la 2-aminopiridina [1], el benzaldehído [2], y el ácido  $\alpha$ -mercaptoacético (o tioglicólico) [3], en tolueno anhidro a reflujo (Esquema 1).

Figura 26. Montaje realizado en la preparación de la tiazolidinona



El seguimiento de la reacción se llevó a cabo por cromatografía de capa fina (CCF) sobre cromatoplasmas de silufol UV<sub>254</sub> de 0.25mm de grosor. Las placas cromatográficas de capa fina se revelaron en una cámara UV-VIS marca CAMAG 366nm Y 254nm.

Esquema 1. Síntesis de la 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona



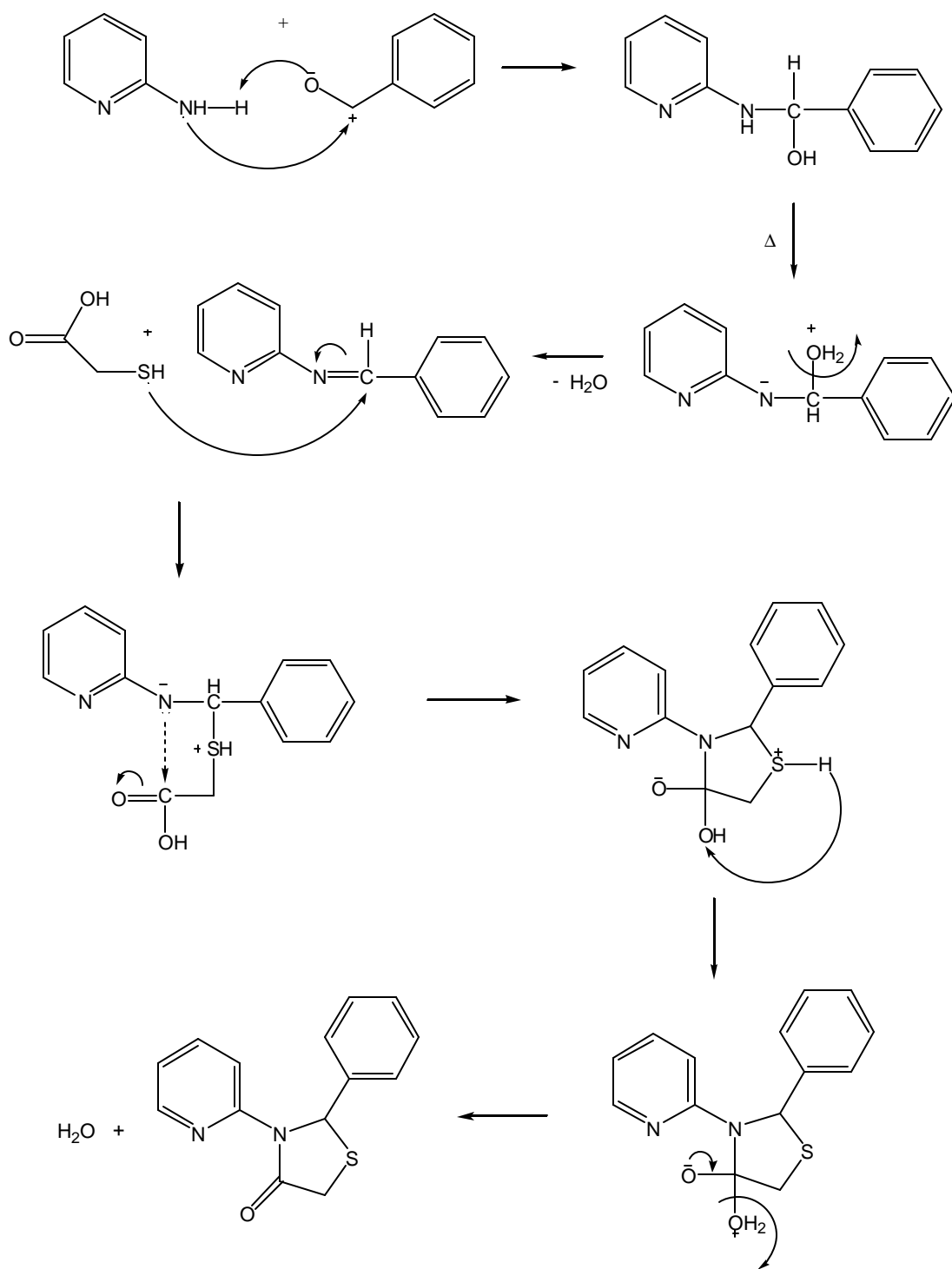
El mecanismo de reacción propuesto, se puede observar en el Esquema 2.<sup>20</sup>

### 3.2 Purificación del compuesto (condiciones cinéticas)

Para realizar la purificación del compuesto, se utilizó una mezcla de etanol-hexano.

Al compuesto se le adicionó hexano y se calentó hasta una temperatura cercana al punto de ebullición (68°C), seguidamente se le adicionó etanol a la mezcla hasta que se disolvió completamente la tiazolidinona, esto se realizó con agitación rápida y constante. Una vez disuelto el compuesto se filtró y se dejó enfriar hasta alcanzar la temperatura ambiente para obtener un buen tamaño en los cristales.<sup>21</sup>

Esquema 2. Posible mecanismo de reacción



### **3.3 Espectrometría Infrarrojo (IR)**

El estudio mediante esta técnica se llevó a cabo en un espectrómetro infrarrojo de transformada de Fourier marca Bruker modelo Tensor 27 sobre pastillas de KBr, el cual se encuentra en la Escuela de Química de La Universidad Industrial de Santander.

### **3.4 Espectrometría de Masas**

Los espectros de masas se tomaron en un cromatógrafo de gases HP 5890 A serie II acoplado a un detector selectivo de masas HP 5972, impacto de electrones (70eV). Se empleó una columna HP-5MS de 30m x 25mm x 25 $\mu$ m, nitrógeno a 85 Kpa como gas de arrastre, con válvula split, el cual está ubicado en el Laboratorio de Cromatografía de la Universidad Industrial de Santander.

### **3.5 Cristalización (condiciones termodinámicas)**

La cristalización se llevó a cabo por el método de evaporación del solvente. Los disolventes que se utilizaron para este proceso fueron metanol, etanol y acetonitrilo. Las condiciones termodinámicas de eliminación del solvente se fijaron a la temperatura del laboratorio de Difracción de Rayos-X (20°C). Este proceso de cristalización duró entre 4 y 6 semanas.

### **3.6 Determinación de los Puntos de fusión experimentalmente.**

Los puntos de fusión (no corregidos) se determinaron en un fusiómetro FISHER-JHONS.

### **3.7 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)**

La toma de datos de calorimetría diferencia de barrido se realizó en un equipo DSC TA Instrument Q10 el cual se encuentra ubicado en la escuela de Ingeniería Química de la UIS. Las condiciones de calentamiento fueron de 5°C/min dentro del rango de temperatura entre 30 y 150°C.

### 3.8 Análisis termogravimétrico (TGA)

El análisis termogravimétrico se realizó en un equipo Micromeritics el cual posee un analizador termogravimétrico Hi-Re TGA 2950. El equipo se operó mediante una rampa de calentamiento de 20.00°C/min en un rango entre 20.0 y 500°C y con una sensibilidad de alta resolución de 8.0°C.

### 3.9 Estudio por difracción de rayos-X de muestras policristalinas

#### 3.9.1 Preparación de las muestras

Las muestras cristalizadas, se pulverizaron en un mortero de ágata hasta obtener un tamaño de partícula de 38  $\mu\text{m}$  (500 mesh), y se montó en un portamuestra zero background.<sup>23</sup>

#### 3.9.2 Toma de datos

La toma de datos de difracción se realizó en un difractómetro marca RIGAKU modelo D/MAX IIIB ubicado en el Laboratorio de Difracción de Rayos X de la Universidad Industrial de Santander. Las condiciones de trabajo para cada muestra se describen en la Tabla 2.

Tabla 2. Parámetros de medida de DRX en polvo

PARÁMETRO	DATOS
Radiación	CuK $\alpha$ ( $\lambda = 1.5406\text{\AA}$ )
Voltaje	40 KV
Amperaje	30 mA
Rango de Medición	2-70° (2 $\theta$ )
Tipo de medición	A pasos
Tiempo de muestreo/paso	10 s
Intervalo de muestreo	0.02° (2 $\theta$ )
Monocromador	Grafito
Rendijas DS	1.0°
Rendijas RS	0.3 mm
Rendijas SS	1.0°

### **3.9.3 Corrección de datos**

Una vez se tomaron los datos de difracción de polvo, éstos se sometieron a correcciones que implicaron: alisamiento del perfil, eliminación del ruido de fondo, eliminación de las líneas de difracción producidas por  $K\alpha_2$  y finalmente la determinación de las posiciones de los máximos de difracción, por medio del programa POWDERX.<sup>24</sup>

### **3.9.4 Indexado de las reflexiones**

Para el indexado de las reflexiones de cada uno de los compuestos, se usó el programa DICVOL04<sup>17</sup> utilizando las veinte (20) reflexiones más intensas en unidades de  $2\theta$ .

### **3.9.5 Búsqueda del grupo espacial**

Esta búsqueda se realizó con ayuda del programa especializado CHEKCELL<sup>25</sup>, donde se utilizó el total de las reflexiones indexadas por el Dicvol04.

### **3.9.6 Refinamiento de las constantes de la celda unidad**

Con el total de las reflexiones observadas corregidas, el refinamiento de las constantes de la celda unidad obtenidas mediante el indexado se realizó con la ayuda del programa NBS\*AIDS83.<sup>26</sup> Los parámetros más importantes que se introducen en el programa son:  $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ , *sistema cristalino*, *grupo espacial*, *número de iones por celda unidad (z)*, y *la longitud de onda de la radiación utilizada, que es una constante. (CuKa ( $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ ))*.

### **3.10 Estudio por Difracción de rayos X de monocristales**

Los análisis mediante la técnica de monocristal se llevaron a cabo en un difractómetro de cuatro círculos AFC7S el cual se encuentra en el Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC) de la ciudad de Caracas, Venezuela.

La selección del cristal se realizó con la ayuda de un estereoscopio. El criterio para la escogencia del cristal fue el de tener un tamaño entre 0.3 y 0.5mm y un aspecto regular; es decir que no se observe maclaje ni imperfecciones. La toma de datos se

realizó a una temperatura de 293K, con una radiación de *MoKa* ( $\lambda = 0.71073\text{\AA}$ ), con un rango de medición entre 1 y 25° en ángulo theta. La solución y el refinado de las estructuras se llevó a cabo con ayuda del programa Shelxs-97 para la solución y Shelxl-97 para el refinamiento de la estructura.

## 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

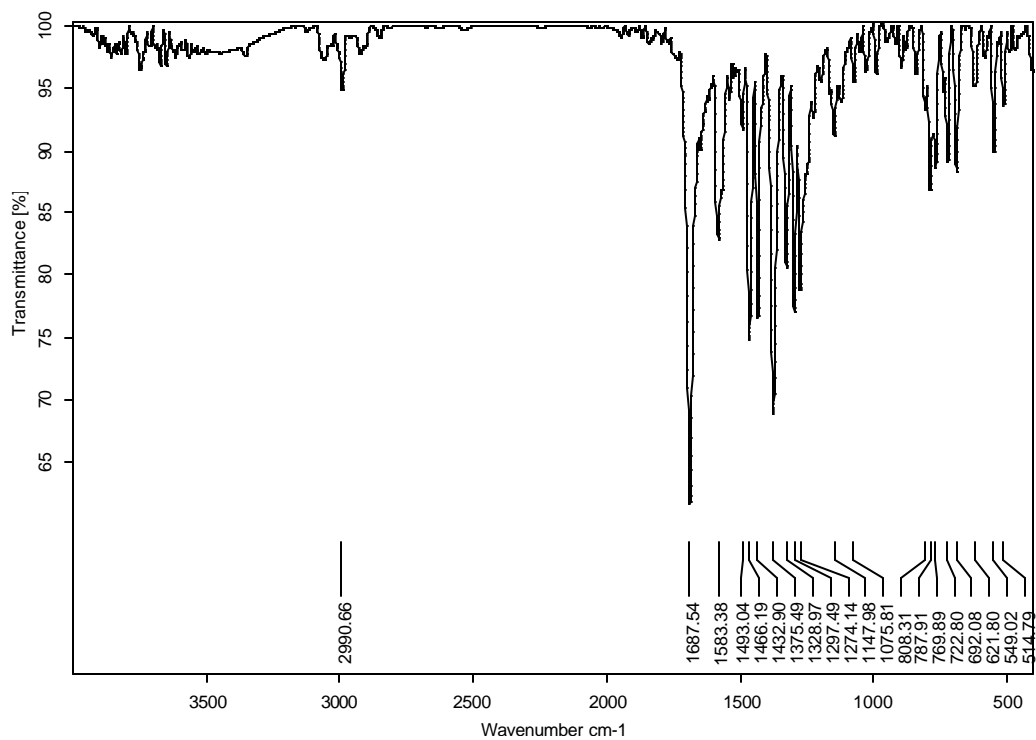
### 4.1 Síntesis y caracterización de la 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona

La síntesis del compuesto de estudio, se llevó a cabo satisfactoriamente, con un rendimiento del 80%.

El compuesto sintetizado se caracterizó mediante las técnicas instrumentales espectrometría infrarroja y espectrometría de masas.

Los espectros IR y Masas se presentan en las Figuras 27 y 28 respectivamente.

Figura 27. Espectro infrarrojo del compuesto 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona



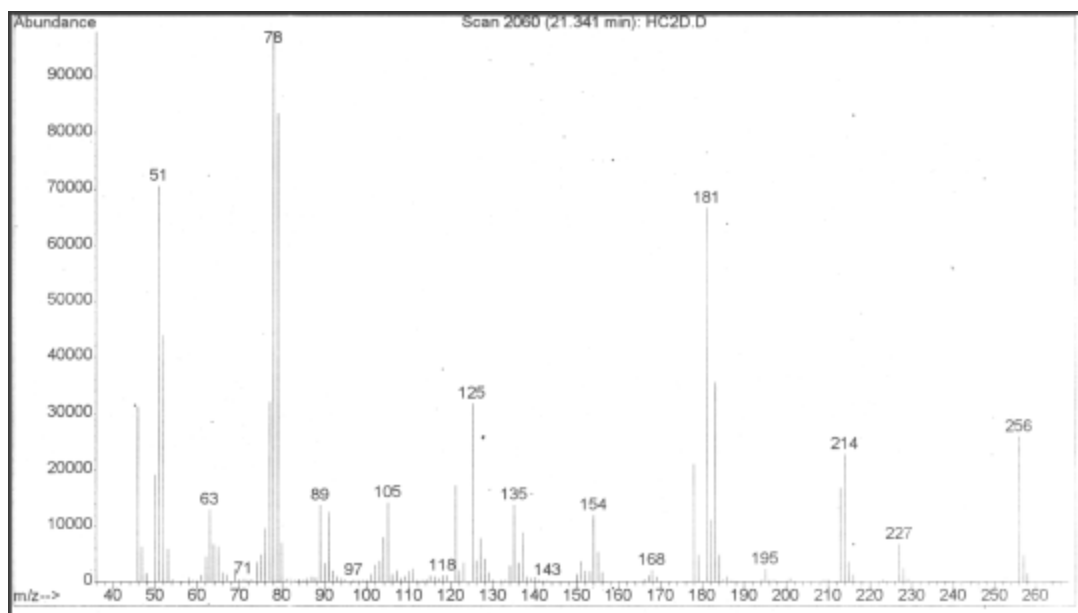
En el espectro infrarrojo se pueden observar los picos característicos correspondientes a las tiazolidinonas, entre ellos, en la Tabla 3 se encuentran descritos los más importantes.

Tabla 3. Bandas principales presentes en el espectro IR

FRECUENCIA (cm <sup>-1</sup> )	ASIGNACIÓN
1687.54	Tensión O=C
1432.96	Tensión C-N
1328.97	Tensión C-N (aromático)
1583.38	Tensión C=C (aromático)

La señal del grupo carboxilo (1687.54 cm.<sup>-1</sup>) presenta un corrimiento hacia frecuencias mas bajas, esto es debido al enlace del carbono carbonilo con el nitrógeno, que por efecto del par de electrones libres del nitrógeno ocasiona el desplazamiento de la señal.

Figura 28. Espectro de masas del compuesto 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona



Del espectro de masas, se pueden observar, como señales principales, la presencia del ión molecular ( $m/z=256$ ), la fragmentación correspondiente al ion iminio ( $m/z=125$ ), que es característico en las tiazolidinonas y el ion pico de base ( $m/z=78$ ) que corresponde a la presencia del ion piridinio. En la Tabla 4 se pueden encontrar las fragmentaciones observadas en el espectro de masas.

Tabla 4. Fragmentaciones observadas en el espectro de masas

<b>Fragmento perdido</b>	<b>m/e</b>
ión molecular (M)	256
CHO (M-29)	227
O=C=CH <sub>2</sub> (M-42)	214
HO-C=CH <sub>2</sub> (M-43)	213
CH <sub>2</sub> S (M-75)	181
C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> (M-72)	178
C <sub>9</sub> H <sub>8</sub> NOS (M-178)	78
C <sub>8</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub> OS (M-179)	77

Las posibles rutas de fragmentación se describen en el Esquema 3.

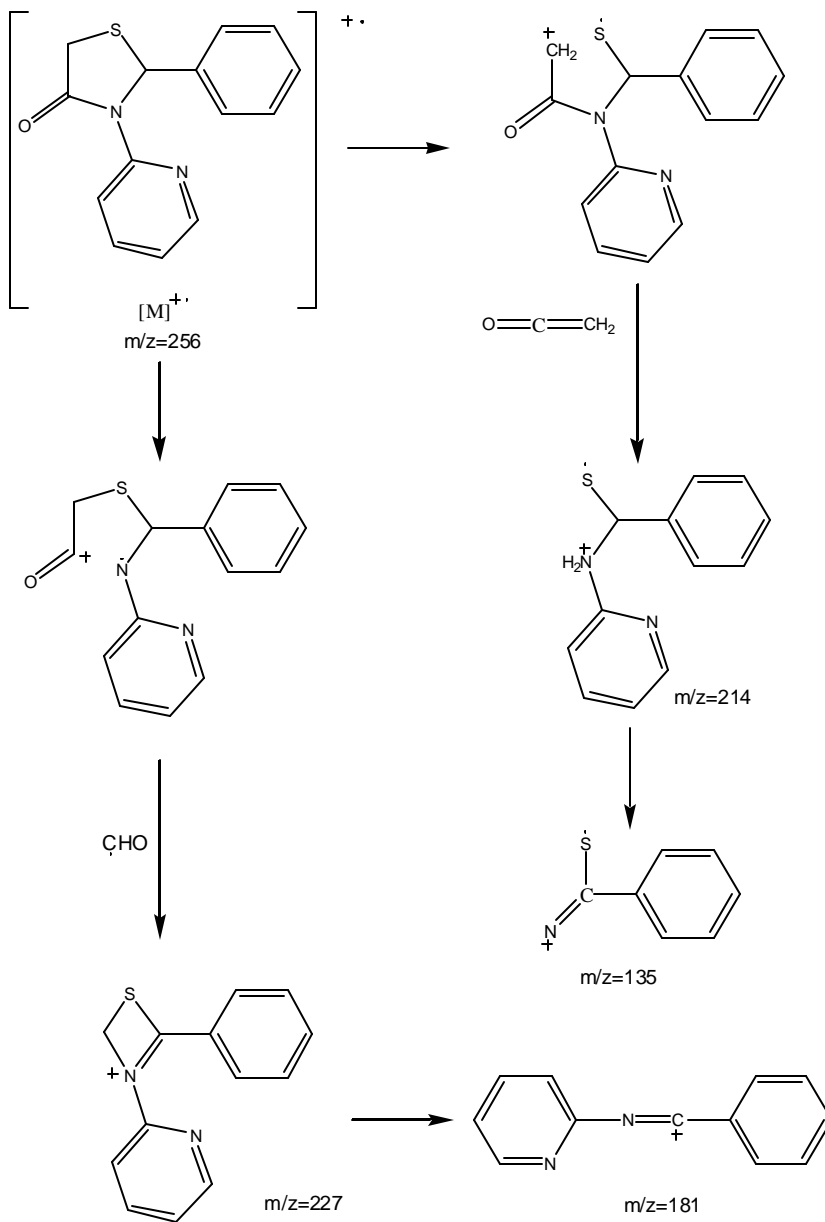
## 4.2 Cristalización

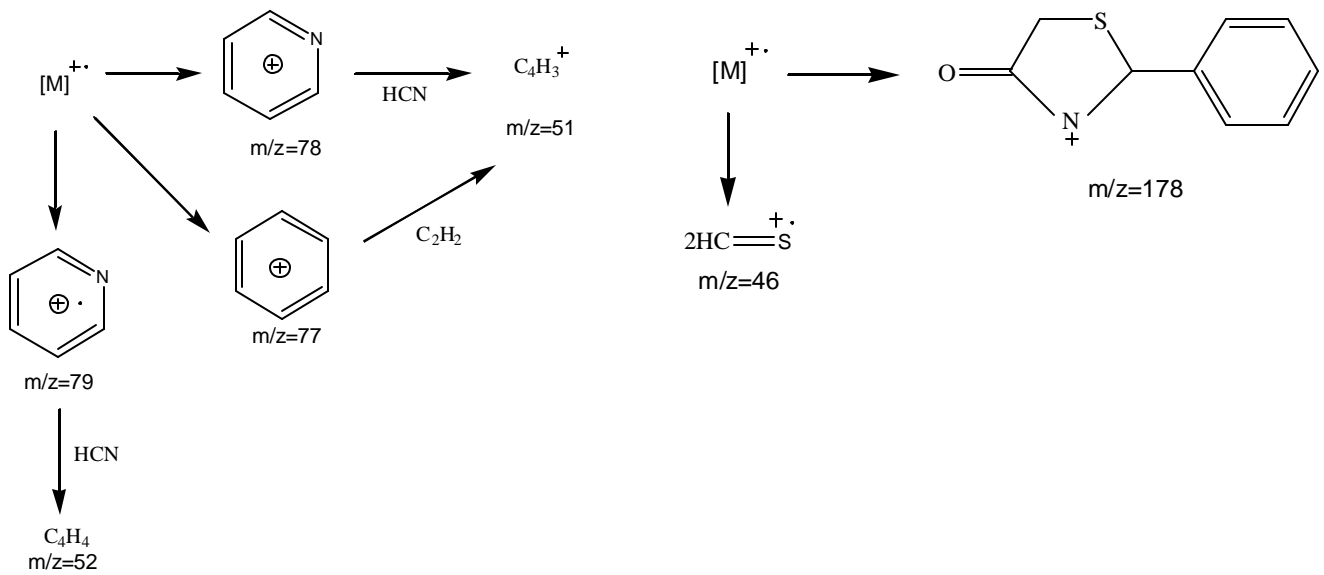
Los cristales obtenidos a partir de los diferentes solventes poseen hábitos cristalinos bien definidos. Los hábitos cristalinos obtenidos con cada solvente se relacionan en la Tabla 5.

Tabla 5. Hábitos cristalinos obtenidos en las cristalizaciones con diferentes solventes.

<b>DISOLVENTE</b>	<b>HÁBITO CRISTALINO</b>
n-Hexano	Laminar
Etanol	Laminar y acicular
Metanol	<i>Platy</i> "lámina gruesa"
Acetonitrilo	Laminar

### Esquema 3. Posibles rutas de fragmentación





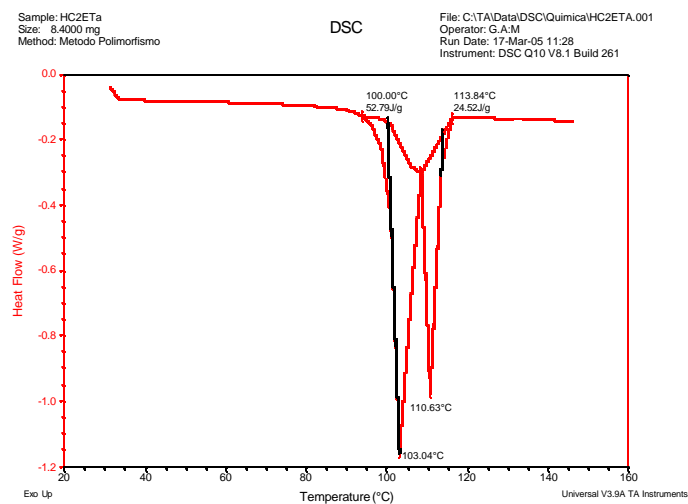
### 4.3 Análisis Térmicos

#### 4.3.1 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

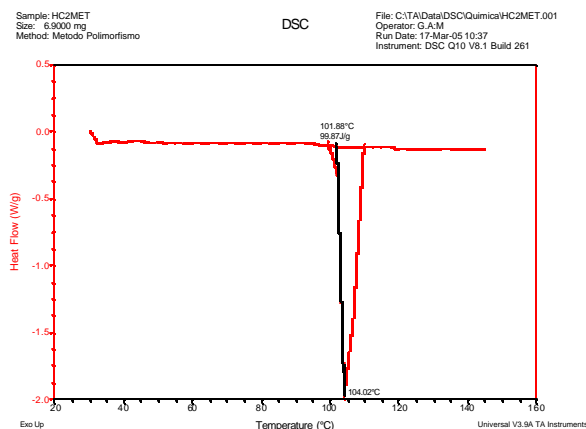
Los gráficos del estudio de calorimetría diferencial de los cristales obtenidos con cada solvente utilizado se relacionan en la Figura 29.

Figura 29. Resultados del estudio por Calorimetría de barrido diferencial (DSC).

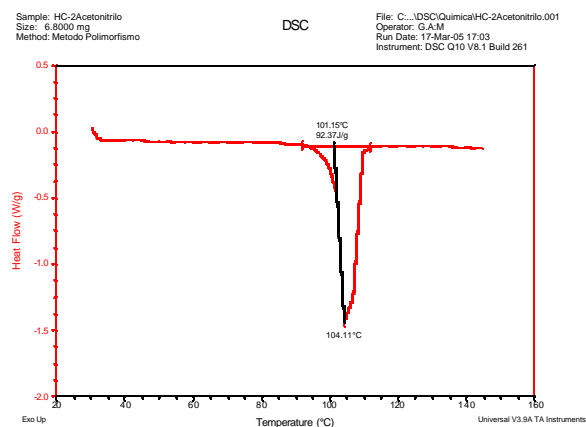
(a) HC-2 cristalizado en etanol



(b) HC-2 cristalizado en metanol



(c) HC-2 cristalizado en acetonitrilo



Las representaciones gráficas del análisis por DSC registran principalmente endotermas de fusión caracterizándose cada una de ellas por presentar fusión homogénea. Los valores de los puntos de fusión obtenidos por DSC son correlacionados con los obtenidos experimentalmente en la Tabla 6.

Tabla 6. Puntos de fusión encontrados media la técnica de DSC y experimentalmente

Punto de fusión (°C)	Etanol		Metanol	Acetonitrilo	n-Hexano
	1	2			
DSC	103.04	110.63	104.02	104.11	*N D
Experimentales	102-105		98-101	100-102	103-105

\*N D: No determinado

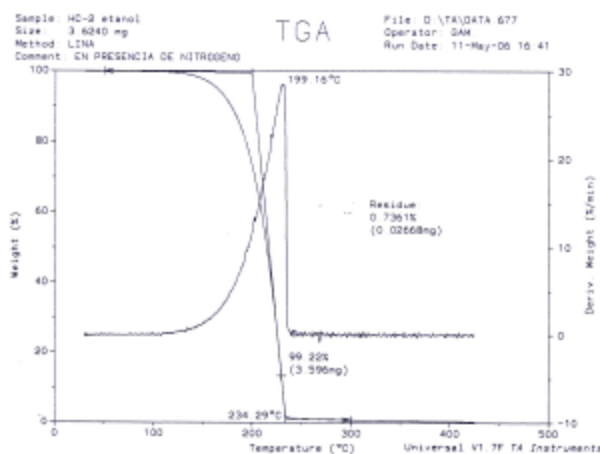
De la Tabla anterior se puede observar que hay buena correlación entre los puntos de fusión obtenidos por DSC con los experimentales. Para los cristales obtenidos por etanol se encontraron dos endotermas de fusión homogéneas lo cual nos indica que bajo las condiciones termodinámicas establecidas cocrystalizan dos estructuras polimórficas.

#### 4.3.2 Análisis Termogravimétrico (TGA)

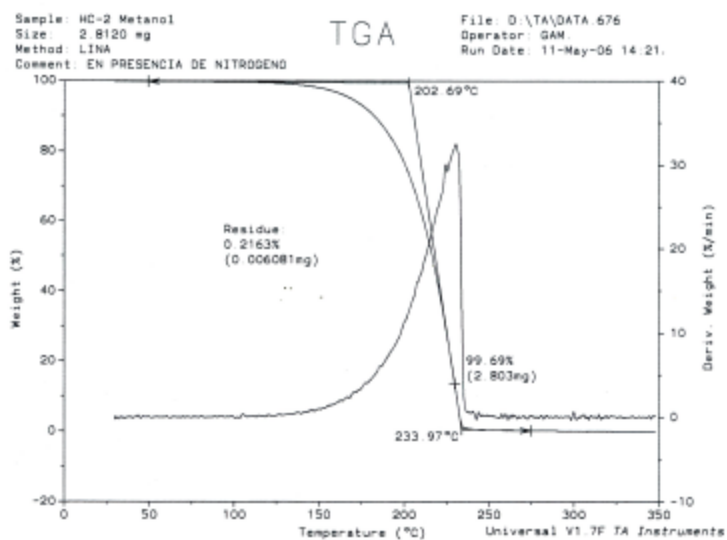
El resultado del análisis termogravimétrico para los cristales obtenidos con los solventes metanol, etanol y acetonitrilo se presentan en la Figura 30.

Figura 30. Resultados del estudio por Termogravimetría (TGA).

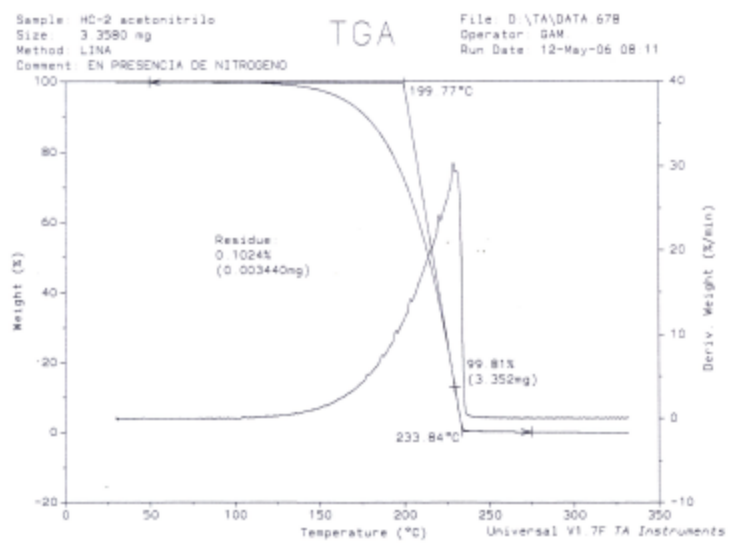
(a) HC-2 cristalizado en etanol



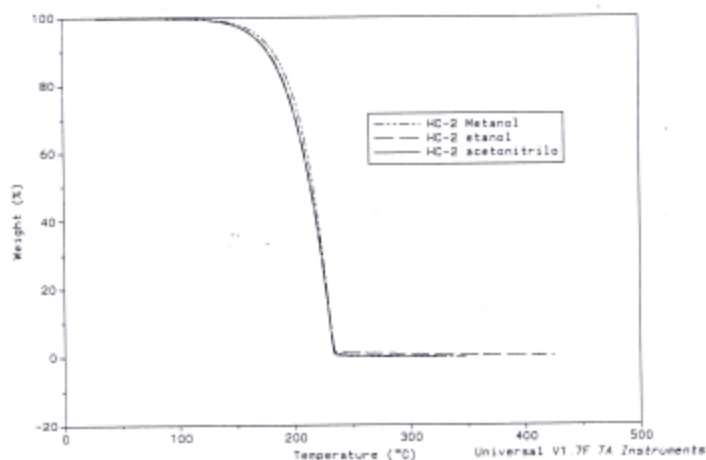
(b) HC-2 cristalizado en metanol



(c) HC-2 cristalizado en acetonitrilo



(d) Superposición de los 3 análisis termogravimétricos



Mediante la observación de los termogramas representados en la gráfica anterior se concluye que los cristales obtenidos a partir de los solventes seleccionados y bajo las diferentes condiciones de cristalización establecidas no se forman solvatos; la pérdida de peso que se registra para cada análisis se debe principalmente a la degradación de la muestra.

#### 4.4 Estudio por difracción de rayos-X

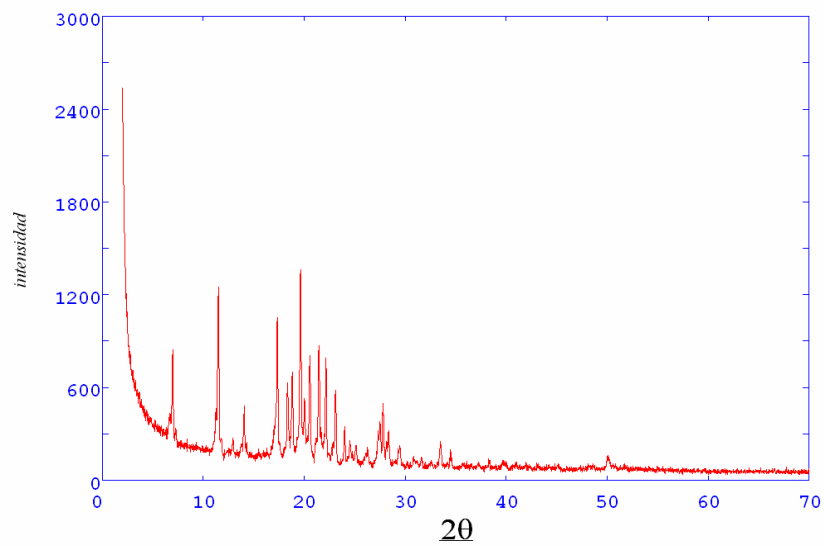
##### 4.4.1 Técnica de polvo (muestras policristalinas)

Los gráficos de los perfiles de DRX de muestras policristalinas para cada uno de los diferentes solventes empleados se presentan en la Figura 31.

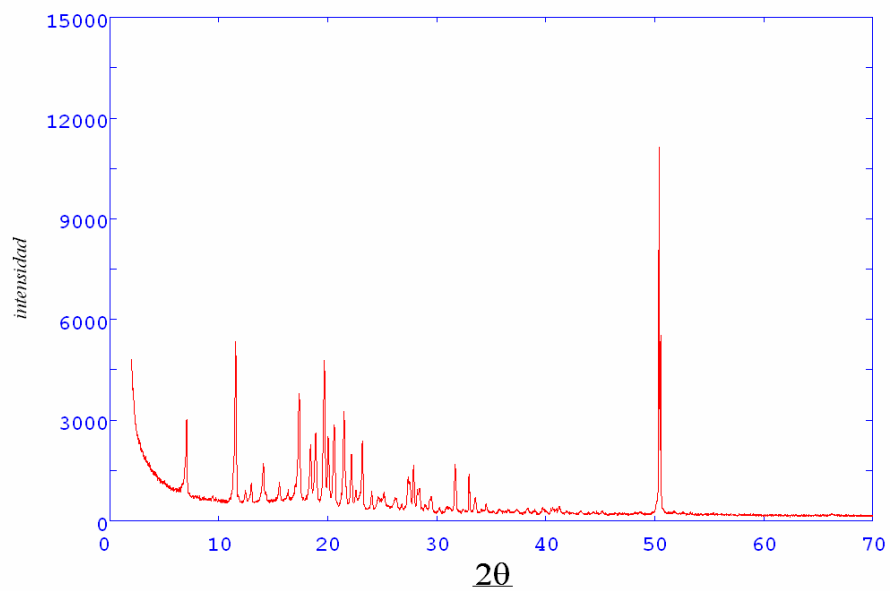
Los máximos de difracción de los diferentes perfiles obtenidos mediante la aplicación del programa Powder-X se relacionan en el Anexo A.

Figura 31. Perfiles de DRX de muestras policristalinas.

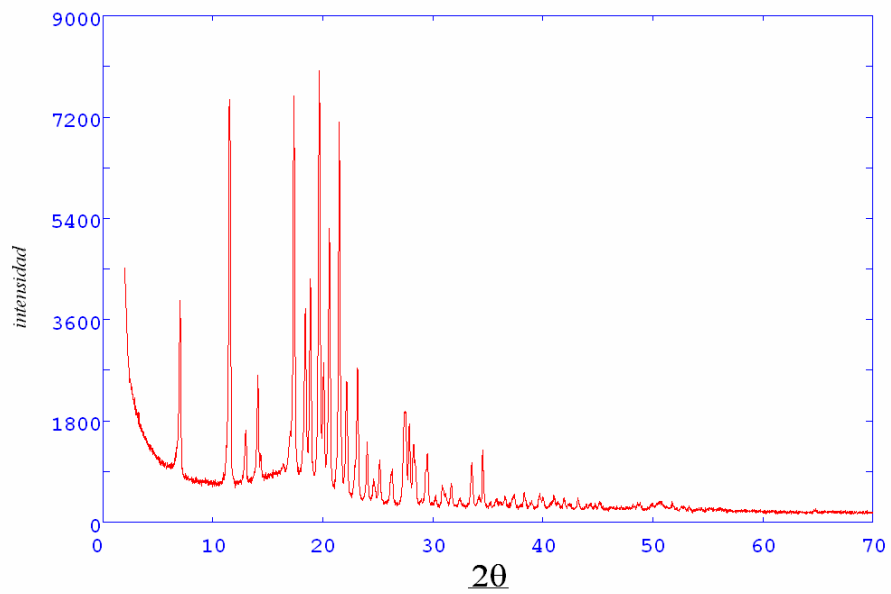
(a) HC-2 cristalizado en n-hexano



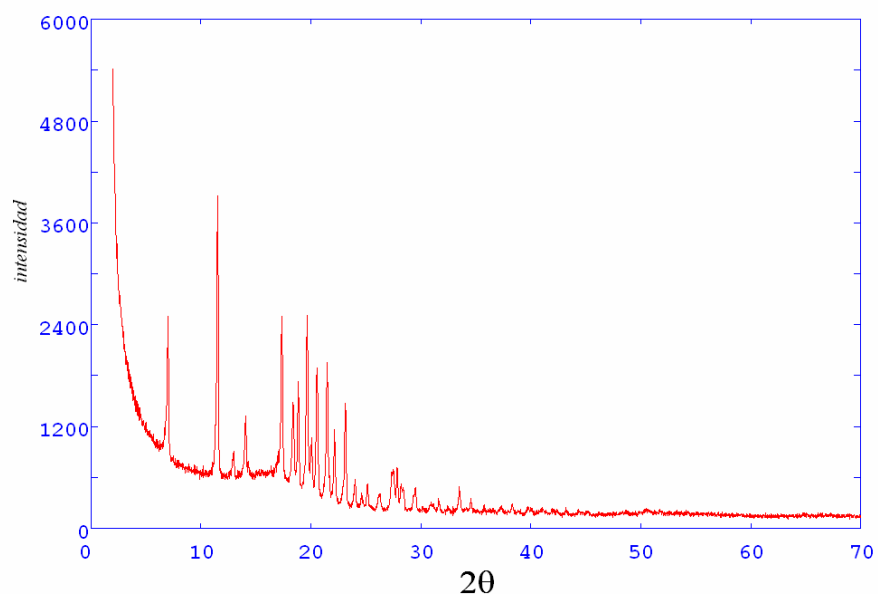
(b) HC-2 cristalizado en etanol



(c) HC-2 cristalizado en metanol



(d) HC-2 cristalizado en acetonitrilo



**4.4.1.1 Indexado de las reflexiones.** Los resultados obtenidos mediante el indexado de las reflexiones utilizando el programa Dicvol04 (sistema cristalino y constantes de celda unidad), se encuentran descritos en la Tabla 7 y en el Anexo B se relacionan los datos de entrada (.in) y salida (.out) para cada perfil.

Tabla 7. Resultados obtenidos del indexado

Parámetros	n-Hexano	Etanol		Metanol	Acetonitrilo
		1	2		
<b>Sistema</b>	Ortorrómbico	Ortorrómbico		Ortorrómbico	Ortorrómbico
<b>a</b>	9.635 ± 4	9.641 ± 6	NI	9.642 ± 2	9.641 ± 4
<b>b</b>	10.340 ± 5	10.411 ± 6	NI	10.414 ± 2	10.401 ± 3
<b>c</b>	25.088 ± 9	25.117 ± 8	NI	25.106 ± 3	25.097 ± 8
<b>Volumen</b>	2513.95	2521	NI	2520.75	2518.18
<b>M<sub>(20)</sub></b>	15.3	10.3	—	17.2	15.5
<b>F<sub>(20)</sub></b>	34.6 (0.0098,56)	22.3 (0.0128, 70)	—	34.7 (0.0081,71)	31.3 (0.0087,70)

NI: No Indexado

Con base en los resultados obtenidos del indexado de los difractogramas se observa que en n-hexano en condiciones cinéticas y en los solventes metanol, etanol y acetonitrilo bajo condiciones termodinámicas se obtiene la misma forma cristalina polimórfica del compuesto 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona.

Adicionalmente, bajo las mismas condiciones termodinámicas establecidas para la cristalización con etanol se obtiene una segunda forma polimórfica cristalina del compuesto 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona la cual podría corresponder a un isómero conformacional del compuesto estudiado y confirma lo concluido mediante la técnica de DSC. Esto es, bajo las condiciones termodinámicas establecidas para la cristalización con etanol cocristalizan dos formas cristalinas que podrían corresponder a dos isómeros conformacionales.

Esta segunda fase polimórfica no pudo ser indexada debido a que los datos remanentes fueron muy pocos. Las reflexiones que caracterizan la segunda fase polimórfica están ubicadas en 12.434, 15.544, 22.602 y 50.395° de 2-theta; siendo esta última la reflexión más intensa en el difractograma observado.

**4.4.1.2 Búsqueda del grupo espacial.** Los resultados de la búsqueda del grupo espacial (utilizando el programa Chekcell) para cada estructura encontrada mediante DICVOL04, se encuentran en la Tabla 8. La salida de los resultados de éste programa se observan en el Anexo C.

Tabla 8. Grupo espacial obtenido mediante el programa Chekcell

	n-Hexano	Etanol		Metanol	Acetonitrilo
		1	2		
<b>Grupo espacial</b>	<b>Pbca</b>	<b>Pbca</b>	<b>ND</b>	<b>Pbca</b>	<b>Pbca</b>

ND: No Determinado

**4.4.1.3 Refinamiento de las constantes de celda unidad.** Los mejores valores de las constantes de celda se presentan en la Tabla 9. Para este procedimiento se utilizo el total de las reflexiones observadas (Anexo A). Los resultados del refinamiento de las constantes de la celda de cada uno de las cristalizaciones se presentan en el Anexo D.

Tabla 9. Refinamiento de las constantes de celda

Parámetros	n-Hexano	Etanol		Metanol	Acetonitrilo
		1	2		
<b>Sistema</b>	Ortorrómbico	Ortorrómbico		Ortorrómbico	Ortorrómbico
<b>a</b>	9.641 ± 4	±	ND	9.642 ± 4	9.6355 ± 4
<b>b</b>	10.404 ± 4	±	ND	10.409 ± 3	10.3938 ± 2
<b>c</b>	25.117 ± 7	±	ND	25.103 ± 5	25.108 ± 3
<b>Volumen</b>	2519.24	±	ND	2519.6 ± 9	2514.5 ± 3
<b>M<sub>(20)</sub></b>	13.8		—	24.0	19.2
<b>F<sub>(N)</sub></b>	25.3 (0.0189,63)		—	30.0 (0.0118, 85)	28.3 (0.0128, 83)

ND: No Determinado

**4.4.2 Difracción de Rayos-X de Monocristales.** Mediante la técnica de monocristal se determinó, el sistema de cristalización, las constantes de celda y la estructura cristalina de la **2-Fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona** cristalizada en n-hexano. Con esta información se logró obtener el gráfico en tres dimensiones de la celda unidad de la molécula en estudio. En la Figura 32 se muestra una representación de la celda unidad realizada con el programa especializado Mercury.

El sistema de cristalización y las constantes de celda encontrados mediante el programa de refinamiento estructural Shelxs-97, se describen en la Tabla 10.

Figura 32. Representación de la celda unidad

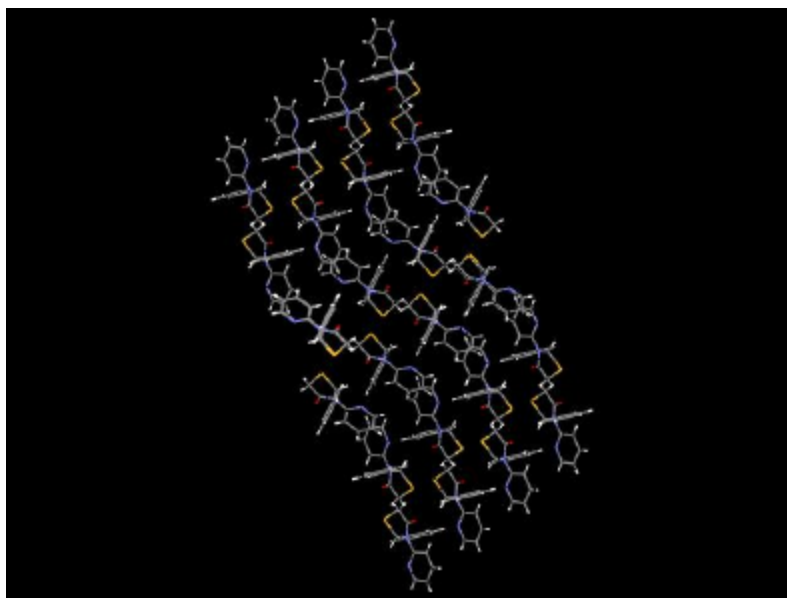


Tabla 10. Constantes de celda obtenidas por monocristal

<b>Parámetros</b>	<b>n-Hexano</b>
<b><i>a</i></b>	9.6429 ± 2
<b><i>b</i></b>	10.413 ± 2
<b><i>c</i></b>	25.136 ± 5
<b>Volumen</b>	2523.85
<b>Z</b>	4
<b>Grupo Espacial</b>	Pbca (No. 61)

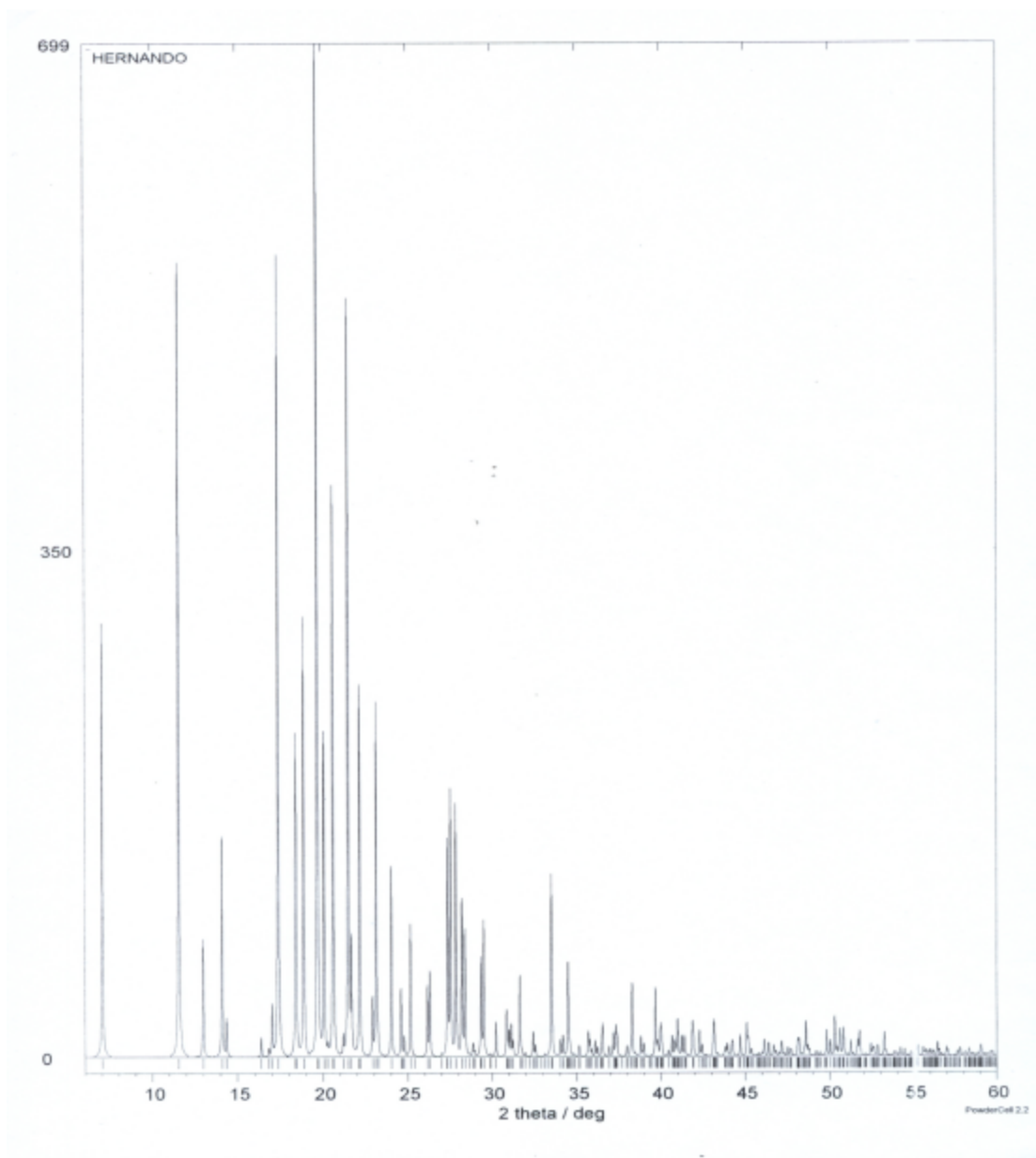
El perfil de difracción de polvo simulado a partir de los datos de monocristal y realizado con ayuda del programa Powdercell se presenta en la Figura 33. Haciendo una comparación directa entre el perfil de difracción simulado y los experimentales se encuentra muy buena concordancia entre las posiciones (ángulos de 2-Theta) y las intensidades de los perfiles. En la Tabla 11 se muestra la comparación entre los valores de 2-theta y las intensidades del perfil simulado con los perfiles de difracción de las diferentes cristalizaciones.

Tabla 11. Comparación de las señales obtenidas por monocristal y polvo

SIMULADO		n-HEXANO		ETANOL		METANOL		ACETONITRILLO	
2 q	ALTURA	2 q	ALTURA	2 q	ALTURA	2 q	ALTURA	2 q	ALTURA
7.028	45.38	7.029	9.42	7.031	43.70	7.037	34.95	6.999	40.16
11.557	82.84	11.546	81.53	11.538	100	11.519	85.17	11.520	100
12.989	12.31	12.982	6.87	12.978	11.03	12.997	10.27	12.949	7.61
14.082	22.93	14.078	17.20	14.070	11.43	14.103	20.38	14.038	18.29
17.381	83.31	17.381	68.01	17.363	72.71	17.393	89.52	17.347	52.24
18.387	22.13	18.385	31.05	18.397	37.31	18.415	36.13	18.373	26.90
18.873	45.50	18.850	36.21	18.870	46.46	18.890	42.22	18.851	31.64
19.681	100	19.682	100	19.671	92.84	19.701	100	19.651	55.15
20.585	50.60	20.590	44.00	20.569	53.46	20.608	57.25	20.540	40.65
21.488	78.58	21.497	54.84	21.470	61.55	21.509	92.41	21.461	42.91
23.130	36.65	23.128	30.86	23.144	43.43	23.129	27.24	23.111	32.21
24.020	19.90	24.033	15.50	24.014	11.33	24.031	12.02	23.999	8.29
25.154	13.79	25.148	7.88	25.128	8.55	25.165	8.52	25.124	7.03
27.840	26.06	27.840	27.85	27.859	30.40	27.875	10.07	27.830	12.97

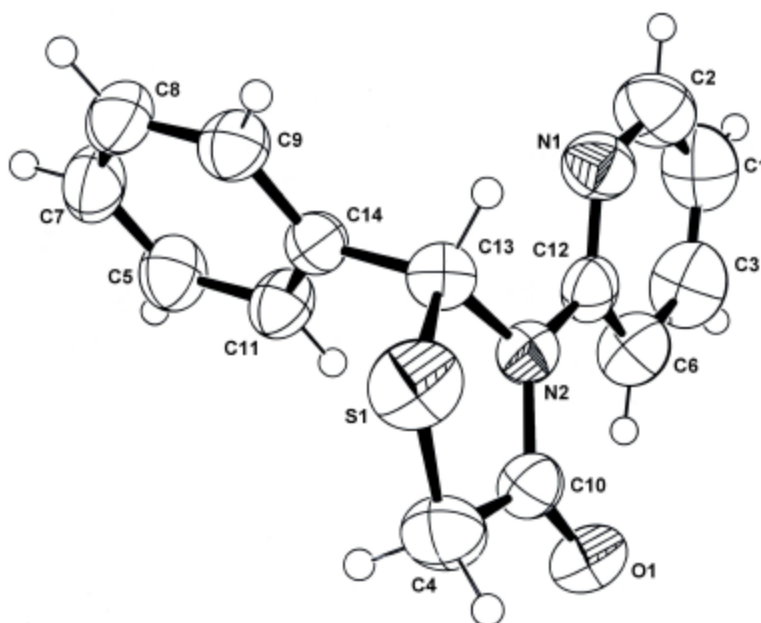
De acuerdo con la información reportada en la tabla anterior, se puede notar que el efecto de la orientación preferencial no es eliminado totalmente a pesar de utilizar el portamuestra de “Zero Background”. Allí se puede apreciar cómo las reflexiones de mayor intensidad relativa ubicadas en posiciones de 2-theta (11.538 y 11.520 para etanol y acetonitrilo respectivamente) difieren del valor de intensidad obtenida para el simulado en la posición 11.557° de 2-theta la cual es de 82.84%. Puede notarse allí mismo que las cristalizaciones obtenidas con n-hexano y con metanol tienen una buena correspondencia con las intensidades relativas obtenidas por el patrón simulado.

Figura 33. Perfil simulado de Difracción de polvo a partir de datos de monocristal



En la figura 34 se representa la estructura molecular de la tiazolidinona estudiada la cual fue realizada mediante el uso del programa especializado ORTEP3. En esta figura se identifican los diferentes átomos que la componen.

Figura 34. Gráfica de la estructura de la 2-Fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona.



Para la determinación de los ángulos de torsión, longitudes y ángulos de enlace, se utilizó el Software CrystalMaker. Los resultados se encuentran descritos en las Tablas 12, 13 y 14 respectivamente.

Tabla 12. Ángulos de torsión en la molécula 2-Fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona

TORSIONES	GRADOS (°)
S1-C4-C10-O1	161.304
S1-C4-C10-N2	20.119
S1-C13-N2-C10	22.513
S1-C13-C14-C9	103.096
S1-C13-C14-C11	75.184
S1-C13-N2-C12	161.160
O1-C10-N2-C13	176.495
O1-C10-N2-C12	0.451
N2-C13-S1-C4	28.422
N2-C12-N1-C2	178.297

TORSIONES	GRADOS (°)
N2-C12-C6-C3	177.744
N2-C13-C14-C9	15.292
N2-C13-C14-C11	166.428
N1-C12-N2-C10	165.492
N1-C12-N2-C13	18.578
N1-C12-C6-C3	2.699
N1-C2-C1-C3	1.132
C5-C7-C8-C9	0.257
C14-C9-C8-C7	0.220

Tabla 13. Distancias interatómicas presentes en la molécula 2-Fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona.

DISTANCIAS	(Å)
S1-C13	1.830
S1-C4	1.790
C10-O1	1.217
C10-N2	1.379
C13-N2	1.468
C12-N2	1.418
C12-N1	1.326
C2-N1	1.340
C2-C1	1.361
C1-C3	1.360

DISTANCIAS	(Å)
C3-C6	1.374
C6-C12	1.387
C13-C14	1.502
C14-C9	1.384
C7-C8	1.367
C5-C7	1.370
C11-C5	1.375
C11-C14	1.388
C9-C8	1.390

Tabla 14. Principales ángulos presentes en la molécula 2-Fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona

ÁNGULOS	GRADOS
C4-S1-C13	90.446
S1-C4-C10	107.065
C4-C10-N2	111.752
C10-N2-C13	115.589
N2-C13-S1	104.875
C4-C10-O1	126.430
N2-C10-O1	124.801
C13-N2-C12	118.779
C12-N1-C2	116.852
N1-C2-C1	124.281
S1-C13-C14	112.174
C11-C14-C9	120.367
C14-C9-C8	119.884
C5-C7-C8	120.000
N2-C12-N1	114.460

En los resultados obtenidos se observa que la mayor torsión que presenta la molécula se encuentra en los enlaces que involucran los átomos de azufre y de nitrógeno del heterociclo. En los dos sustituyentes, Fenil y 2-piridil C14-C9-C8-C7 (ángulo de torsión 0.220°) y N1-C2-C1-C3 (ángulo de torsión 1.132°) respectivamente, prácticamente no se encuentra torsión alguna, lo que indica que son sustituyentes planos. El grupo tiazolidin conformado por los átomos S1-C13-N2-C10-C4 no se encuentra completamente plano; presenta torsiones entre 20 y 30° caracterizadas de la siguiente manera: S1-C13-N2-C10 (ángulo de torsión 20.119°), N2-C13-S1-C4 (ángulo de torsión 28.422°) y S1-C13-N2-C10 (ángulo de torsión 22.51°)

Los ángulos de enlace que están dentro de la estructura del heterociclo tiazolidin, se encuentran alejados de su valor teórico. Los átomos que lo conforman poseen hibridación  $sp^3$  y por tal razón deberían tener un ángulo de enlace cercano a 109.5°. Para el ángulo conformado por los átomos C4-S1-C13 se observa un valor de 90.446°, pero el ángulo conformado por los átomos C4-C10-N2 se ha aumentado hasta un valor de 111.752.

Los anillos sustituyentes, por ser aromáticos poseen átomos con hibridación  $sp^2$  y por consiguiente sus ángulos de enlace deberían estar cercanos a 120°. Con base en la información dada en la Tabla 12 (a continuación se presentan algunos ángulos; C11-C14-C9 = 120.367; C14-C9-C8 = 119.884; y C5-C7-C8 = 120.000) se puede concluir que los anillos aromáticos no presentan torsión.

## 5. CONCLUSIONES

- La reacción multicomponente es un método eficaz para la síntesis de tiazolidinonas. El compuesto sintetizado se obtuvo con un rendimiento del 80%.
- Mediante la técnica de DSC se pudo determinar la formación de dos estructuras polimórficas o de isómeros conformacionales en la cristalización del compuesto 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona en etanol. Además, sirvió para corroborar los puntos de fusión de los demás cristales hallados experimentalmente.
- El análisis termogravimétrico muestra claramente que ninguno de los solventes se encuentra formando parte de la estructura cristalina, por lo tanto, las formas cristalinas polimórficas no se encuentran solvatadas.
- En la obtención de cristales, se puede observar que aquellos obtenidos en n-hexano, metanol y acetonitrilo presentan un solo hábito cristalino (laminar), mientras que los cristales formados en etanol presentan dos hábitos cristalinos (laminar y acicular), lo que nos permite concluir que con el solvente etanol y bajo condiciones termodinámicas cocrystalizan isómeros conformacionales o estructuras polimórficas.
- En el proceso de caracterización realizado para el compuesto 2-fenil-3-(2-piridil)-1,3-tiazolidin-4-ona, se obtuvo una estructura polimórfica que cristaliza en el sistema de ortorrómbico y grupo espacial Pbc<sub>a</sub> (N°61), con constantes de celda  $a = 9.64 \text{ \AA}$ ,  $b = 10.40 \text{ \AA}$  y  $c = 25.10 \text{ \AA}$  y volumen de celda de  $2519 \text{ \AA}^3$ .

- En la cristalización realizada en etanol se detectó la presencia de un segundo isómero conformacional, el cual no se pudo caracterizar cristalográficamente debido a que los datos a pesar de poseer intensidades relativamente altas eran insuficientes para dicha labor.
- La variación de las intensidades relativas de las diferentes cristalizaciones con igual sistema de cristalización, es debida a la orientación preferencial la cual se presenta en razón a su hábito cristalino. Mediante el uso del portamuestra “Zero Background” se logra disminuir considerablemente este fenómeno, más no eliminarlo completamente.
- Se comprueba que la difracción de rayos-X es una técnica efectiva para la determinación y caracterización estructural de formas polimórficas cristalinas.

## 6. RECOMENDACIONES

- Continuar la investigación realizando nuevas variaciones en las condiciones cinéticas y termodinámicas, tales como otras velocidades de evaporación del solvente, velocidades de agitación y temperaturas.
- Realizar cristalizaciones con mezclas de solvente-agua para observar como influye dicha mezcla en el hábito cristalino y determinar o no la formación de solvatos e hidratos.
- Buscar una técnica de separación de isómeros estructurales, como HPLC y hacer estudios biológicos de cada uno de ellos para realizar investigaciones de polimorfismo con la forma que presente cierta actividad biológica.

## REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. BARRECA Maria Leticia, *et al.* Discovery of 2,3-diaryl-1,3-thiazolidin-4-ones as Potent Anti-HIV -1 Agents. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*. 2001. 11, p 1793-1796.
2. DAYAM Raveendra, *et al.*  $\beta$ -Dibeto Acid Pharmacophore Hypothesis. 1. Discovery of a Novel Class of HIV -1 Integrasa Inhibitors. *J. Med. Chem.* 2005. 48, p 111-120.
3. SIDDIQUI, I., SINGH, P. and SINGH, J. Synthesis and Fungicidal Activity of Novel 4,4'-Bis(2''-aryl-5''-methyl/unsubstituted-4''-oxo-thiazolidin-3''-yl)Bibenzyl. *J. Agric. Food Chem*, 2003, 51, p 7062-7065.
4. GUDUDURU Veeresa, NGUYEN Viet, DALTON James and MILLER Duane. Efficient Microwave Enhanced Synthesis of 4-Thiazolidinones. *Synlett*. 2004. 13, p 2357-2358.
5. ANSHU Dandia, *et al.* Efficient microwave enhanced regioselective synthesis of a series of benzimidazolyl/triazolyl spiro [indole-thiazolidinones] as potent antifungal agents and crystal structure of spiro [3*H*-indole-3,2'-thiazolidine]-3' (1,2,4-triazol-3-yl)-2,4'(1*H*)-dione. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*. 2005.
6. STOICA, C., VERWER, P., MEEKES, H., van HOOFF, P.J.C.M., KASPERSEN, F.M., and VLIEG, E. Understanding the effect of a solvent on the crystal habit. *Crystal Growth and design*. 2004. Vol 4, No.4. p765-768.
7. PINTO C., José Luis. Estudio del efecto del solvente sobre la cristalización del 3-(4-fluorofenil)-2-( $\alpha$ -naftil)-1,3-tiazolidin-4-ona mediante difracción de Rayos-X, tesis de grado. Universidad Industrial de Santander. 2005.
8. KOUZNETSOV Vladimir, PALMA R. Alirio. Química básica de los heterociclos y su importancia práctica. 1<sup>ra</sup> edición. Ediciones UIS. Bucaramanga. 1997. p 1-2.
9. CAREY Francis. Química Orgánica. 3<sup>ra</sup> edición. M<sup>c</sup> Graw Hill. España. 1999. p 400-402.
10. LLORENTE, Miguel Ángel y HARTA Arturo. Técnicas de caracterización de polímeros. Ciencias químicas Universidad Nacional de educación a distancia. Madrid. 1ed. 1991.

11. SANDS Donald E. Introducción a la cristalografía. Editorial Reverté, S.A. España. 1971. p1-11.
12. GRIEM Wolfgang & GRIEM-KLEE Susanne. Geología General. La estructura Cristalina-Mineralogía. Chile. 1999.  
Ver <http://plata.uda.cl/minas/apuntes/Geologia/geologiageneral/ggcap02b.htm>
13. BERMUDEZ-POLONIO Joaquín. Métodos de Difracción de Rayos-X. Principios y aplicaciones. Ediciones Pirámide, S.A. Madrid. 1981. p 31-33, 60-61.
14. STOUT, G.H. and JENSEN, L.H. X-Ray structure Determination. 2ed. Jhon Wiley & Sons (intersciencie), New York. 1989.
15. LAING Michael. Una Introducción a la Cobertura, Potencial y Aplicaciones del Análisis Por Rayos-X. Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, México 1997.
16. JENKINS, R and SNYDER, R. L. X-ray powder diffractometry, John Wiley & Sons, Inc. New York, Vol. 138. 1996. p246-254.
17. LOÜER, Daniel and BOULTIF, A. Indexing of powder diffraction patterns for low symmetry lattices by successive dichotomy method. "J. Appl crystallogr. Vol. 24 1991. p987-993.
18. PINILLA, J. A. Caracterización por difracción de rayos-X de las especies tiofenicas presentes en aceite liviano de ciclo (ALC) del crudo Orito (Colombia), Tesis de grado, Facultad de Ciencias, Escuela de Química, UIS, Bucaramanga-Colombia, 2000.
19. CSIC DEPARTAMENTO DE CRISTALOGRAFÍA. Metodología experimental en difracción de rayos X (monocristal).  
Ver [http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte\\_06.html](http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_06.html)
20. SKOOG, D., WEST, D. Análisis instrumental. 6 edición, Mc Graw Hill. México. 1996, p 221-267, 497-520, 683-695.
21. LLORENTE, M., HARTA A. Técnicas de caracterización de Polímeros. Universidad Nacional de Educación a distancia. 1 edición. 1991. p 297-299.
22. MEANWELL, N., BENDER, J. and WANG, T. The mono-functionalization of symmetrical polyamines. *Tetrahedron*. 2002, p3111-3128.

23. McMURDIE, H.F., MORRIS, M.C., EVANS, E.H., PARETZKIN, B., y WONG-NG, W. Methods of producing standard X-ray diffraction patterns. *Powder Diffr.*1, 1982, p40-43.
24. DONG, C. "PowderX windows-95- based program for X-ray diffraction data processing". *J. Appl. Cryst.* 32, 1998, p838.
25. LAUGIER, *Jean and BOCHU, Bernard.* CHEKCELL: *LMGP-Suite Suite of Programs for the interpretation of X-ray. Experiments, ENSP/Laboratoire des Matériaux et du Génie Physique, BP 46. 38042 Saint Martin d'Hères, France.* <http://www.inpg.fr/LMGP> and <http://www.ccp14.ac.uk/tutorial/lmgp/>
26. MIGUELL, A. D., HUBBARD, C. R. and STALICK, J. K. "NBS\*AIDS83: A Fortran program for crystallographic data evaluation," National Bureau of standards (USA), Tech note 1141, (NBS\*AIDS83 is a development of NBS\*AIDS80). 1991.
27. CRYSTALMAKER® Software Limited. 2006  
Ver: <http://www.crystallmaker.com/crystallmaker/index.html>

## LISTADO DE ANEXOS

### Anexo A. Resultado del tratamiento de datos realizado con el programa POWDERX

- **HC-2 (n-HEXANO)**

2Theta	d (Å)	Height	Area	FWHM
6,660	13,26175	82,4	705,5	0,1800
6,979	12,65588	350,2	2100,3	0,1200
11,496	7,69131	703,1	4907,7	0,1400
11,750	7,52549	59,8	362,0	0,1400
12,932	6,84043	57,6	515,1	0,1800
13,782	6,42031	41,8	318,1	0,1600
14,028	6,30824	148,6	1174,3	0,1600
14,268	6,20258	38,4	303,6	0,1400
14,641	6,04532	-301,3	558,6	0,1200
17,331	5,11258	595,0	3464,2	0,1200
18,335	4,83480	274,9	2433,1	0,1800
18,800	4,71637	319,5	3195,4	0,2000
19,632	4,51838	872,6	5060,6	0,1200
20,018	4,43194	215,9	1672,6	0,1600
20,540	4,32048	386,7	3093,8	0,1600
21,202	4,18713	86,0	655,9	0,1600
21,447	4,13985	480,5	3337,5	0,1400
21,650	4,10148	121,1	600,4	0,1000
22,143	4,01122	387,0	2703,9	0,1400
23,078	3,85087	272,1	2176,1	0,1600
23,983	3,70755	137,7	1100,7	0,1600
24,512	3,62871	88,4	876,7	0,2000
24,770	3,59152	40,4	240,6	0,1200
25,098	3,54526	69,4	693,5	0,2000
26,069	3,41534	40,9	194,4	0,1000
26,254	3,39179	67,0	534,4	0,1600
27,317	3,26207	133,1	917,8	0,1400
27,480	3,24314	169,3	1185,1	0,1400
27,790	3,20769	238,1	1888,1	0,1600
28,152	3,16719	97,6	645,3	0,1400
28,319	3,14890	133,4	933,4	0,1400
29,305	3,04515	64,9	440,5	0,1400
29,446	3,03090	74,2	513,6	0,1400
30,819	2,89896	35,5	276,9	0,1600
31,133	2,87041	24,8	148,4	0,1200
31,598	2,82923	36,9	295,1	0,1600
32,376	2,76297	13,6	80,0	0,1200
32,564	2,74749	23,3	163,1	0,1400
33,165	2,69907	19,2	129,0	0,1400
33,464	2,67565	104,9	1032,0	0,2000
33,792	2,65038	12,3	73,1	0,1200
34,139	2,62425	17,2	226,9	0,3000
34,467	2,60000	63,8	843,1	0,2200
35,679	2,51443	17,3	117,6	0,1400
35,831	2,50408	12,7	71,2	0,1200
36,070	2,48808	14,0	82,3	0,1200
36,247	2,47629	10,7	51,4	0,1000
36,463	2,46214	14,7	154,2	0,2200
37,203	2,41485	20,0	140,1	0,1400
37,355	2,40540	10,8	75,8	0,1500
38,276	2,34960	38,2	305,1	0,1600
39,635	2,27211	32,5	227,1	0,1400

39,825	2,26171	26,7	133,1	0,1000
39,942	2,25532	23,0	129,9	0,1200
40,707	2,21472	15,3	91,6	0,1200
40,961	2,20154	25,4	228,5	0,1800
41,262	2,18620	13,4	89,0	0,1400
41,934	2,15268	23,2	185,2	0,1600
42,284	2,13568	13,8	82,5	0,1200
43,067	2,09863	22,3	199,5	0,1800
44,208	2,04708	18,4	146,0	0,1600
44,615	2,02936	9,9	57,5	0,1200
44,793	2,02170	11,9	70,9	0,1200
45,076	2,00967	20,9	187,7	0,1800
48,112	1,88970	16,2	138,7	0,1800
48,585	1,87240	19,0	132,9	0,1400
50,016	1,82213	65,1	585,6	0,1800
50,554	1,80400	23,7	189,3	0,1600
50,810	1,79549	18,5	146,4	0,1600
51,317	1,77894	14,3	128,3	0,1800
51,717	1,76612	16,7	150,0	0,1600
54,142	1,69262	11,1	89,0	0,1600
57,572	1,59966	10,0	69,4	0,1400
58,964	1,56517	6,9	47,7	0,1400
59,545	1,55129	10,2	71,4	0,1400
61,372	1,50940	6,6	46,2	0,1500
62,847	1,47748	9,1	72,4	0,1600
64,745	1,43869	9,7	77,1	0,1600
67,731	1,38234	10,4	71,3	0,1400

- **HC-2 (ETANOL)**

2Theta	d (Å)	Height	Area	FWHM
7,031	12,56167	1164,7	9243,3	0,1600
11,538	7,66342	2665,0	21310,0	0,1600
12,434	7,11326	182,6	1802,9	0,2000
12,978	6,81625	294,1	2351,7	0,1600
14,070	6,28941	648,1	5795,1	0,1800
15,544	5,69609	304,6	2738,3	0,1800
16,329	5,42405	143,8	1141,2	0,1600
17,363	5,10323	1937,9	19055,6	0,2000
18,397	4,81864	994,4	8944,9	0,1800
18,875	4,69786	1238,3	12359,3	0,2000
19,671	4,50934	2474,3	22134,4	0,1800
20,026	4,43033	1143,6	10263,3	0,1800
20,569	4,31450	1424,7	15585,9	0,2200
21,470	4,13545	1640,2	14651,6	0,1800
22,151	4,00986	911,4	8141,5	0,1800
22,564	3,93738	306,6	2450,4	0,1600
23,144	3,84005	1157,5	9248,9	0,1600
24,014	3,70275	302,1	2712,3	0,1800
24,614	3,61392	228,0	1811,7	0,1600
25,128	3,54107	301,9	2398,0	0,1600
26,204	3,39804	206,7	3234,3	0,3400
27,360	3,25712	621,4	4876,8	0,1600
27,859	3,19986	810,3	6482,3	0,1600
28,373	3,14310	407,4	2713,5	0,1400
28,895	3,08746	123,0	845,3	0,1400
29,476	3,02796	270,1	2104,1	0,1600
31,672	2,82280	896,5	7125,2	0,1600
32,942	2,71683	672,2	4702,9	0,1400
33,508	2,67223	280,2	2773,6	0,2000
34,510	2,59690	173,7	1548,9	0,1800
39,692	2,26899	125,7	995,1	0,1600
40,647	2,21782	123,9	862,6	0,1400
41,209	2,18886	160,2	1112,2	0,1400
50,395	1,80932	9518,2	46894,3	0,1000
50,601	1,80242	541,3	3783,6	0,1400

• **HC-2 (METANOL)**

2Theta	d (Å)	Height	Area	FWHM
7,013	12,59373	1798,7	16131,6	0,1800
11,493	7,69322	4389,8	43417,7	0,2000
12,977	6,81651	533,9	5335,9	0,2000
14,074	6,28778	1058,2	9486,6	0,1800
14,334	6,17423	275,1	2111,7	0,1600
16,391	5,40353	159,3	1590,8	0,2000
16,981	5,21730	531,8	3574,7	0,1400
17,367	5,10201	4625,8	32146,7	0,1400
18,389	4,82076	1873,3	14879,3	0,1600
18,870	4,69909	2185,5	17354,5	0,1600
19,675	4,50847	5159,0	35980,3	0,1400
20,049	4,42520	1300,8	11628,1	0,1800
20,582	4,31177	2953,3	23612,6	0,1600
21,483	4,13301	4761,9	28509,2	0,1200
21,676	4,09657	564,0	1859,6	0,0800
22,140	4,01181	1250,4	12503,8	0,2000
22,874	3,88466	356,0	1631,7	0,1000
23,129	3,84245	1415,0	12619,9	0,1800
24,005	3,70417	636,1	5714,7	0,1800
24,602	3,61565	227,8	2231,8	0,2000
25,139	3,53958	445,6	4456,2	0,2000
26,273	3,38938	359,0	5264,1	0,3200
26,260	3,39097	362,4	5531,8	0,3200
27,436	3,24823	1086,8	15354,6	0,3200
27,439	3,24794	1087,9	16426,0	0,3200
27,849	3,20099	876,6	7822,1	0,1800
28,219	3,15992	686,0	6069,8	0,1800
24,408	3,64387	1757,5	2820,8	0,1400
29,337	3,04189	417,6	2313,4	0,1200
29,485	3,02696	564,6	4459,7	0,1600
30,238	2,95337	85,9	817,7	0,2000
30,851	2,89599	222,5	1768,5	0,1600
31,140	2,86981	126,4	870,9	0,1400
31,655	2,82427	244,6	2686,7	0,2200
32,421	2,75927	90,9	1090,3	0,2400
33,500	2,67285	513,4	5133,8	0,2000
34,164	2,62235	118,1	1631,1	0,2800
34,502	2,59746	596,3	4768,0	0,1600
35,747	2,50980	86,9	1122,5	0,2600
36,085	2,48709	60,7	363,3	0,1200
36,521	2,45834	129,3	1292,9	0,2000
37,316	2,40777	125,3	1922,7	0,3400
38,299	2,34821	165,3	1487,6	0,1800
38,975	2,30906	70,9	495,0	0,1400
39,660	2,27074	154,6	1648,2	0,2400
39,998	2,25234	132,7	1194,2	0,1800
40,974	2,20088	150,8	1203,1	0,1600
41,401	2,17917	64,1	441,4	0,1400
41,886	2,15505	125,5	1126,7	0,1800
42,282	2,13578	55,7	321,8	0,1200
43,172	2,09377	134,2	1067,4	0,1600
44,235	2,04591	70,5	794,0	0,2400
44,728	2,02449	59,1	584,1	0,2000
45,151	2,00653	87,1	1127,8	0,2600
48,176	1,88733	54,5	380,9	0,1400
48,597	1,87198	75,8	530,3	0,1400
48,831	1,86356	77,4	536,6	0,1400
51,766	1,76458	86,2	679,8	0,1600

• **HC-2 (ACETONITRILO)**

2Theta	d (Å)	Height	Area	FWHM
6,682	13,21671	165,3	7301,8	0,1600
6,999	12,61946	912,8	7301,8	0,1600
11,520	7,67533	2277,2	18215,2	0,1300
12,949	6,83117	173,0	1893,5	0,2200
14,038	6,30357	415,7	3740,9	0,1800
16,358	5,41459	95,7	574,3	0,1200
16,997	5,21240	209,0	1245,9	0,1200
17,347	5,10808	1187,3	10563,5	0,1800
18,373	4,82506	611,4	5483,3	0,1800
18,851	4,70373	719,1	6412,9	0,1800
19,651	4,51393	1253,4	11205,2	0,1800
20,035	4,42828	365,6	2920,2	0,1600
20,540	4,32055	923,9	9238,7	0,2000
21,461	4,13719	975,2	7801,4	0,1600
22,137	4,01236	448,0	4029,6	0,1800
23,111	3,84539	732,0	5807,4	0,1600
23,999	3,70506	188,5	1828,6	0,2000
24,597	3,61641	81,5	814,5	0,2000
25,124	3,54164	159,7	1594,8	0,2000
26,163	3,40333	102,0	1018,8	0,2350
26,266	3,39025	109,9	1097,1	0,2700
27,464	3,24495	298,0	2976,2	0,1875
27,830	3,20318	294,7	2942,7	0,1637
28,182	3,16396	195,1	1332,1	0,1400
28,355	3,14504	164,7	1124,9	0,1500
29,474	3,02813	156,0	1196,0	0,1600
30,888	2,89261	49,1	376,3	0,1500
31,109	2,87262	53,5	371,5	0,1400
31,622	2,82716	83,7	669,4	0,1600
32,396	2,76134	26,9	198,4	0,1600
33,485	2,67399	170,3	1359,6	0,1600
34,127	2,62513	28,3	253,1	0,1800
34,513	2,59667	96,2	862,3	0,1800
35,721	2,51157	44,3	354,6	0,1600
36,560	2,45581	28,5	170,8	0,1200
37,067	2,42338	29,7	169,8	0,1200
37,252	2,41180	44,6	488,7	0,2200
38,284	2,34913	73,0	717,9	0,2000
38,832	2,31719	24,9	246,9	0,2000
39,698	2,26864	49,9	493,3	0,1700
40,014	2,25146	37,1	296,9	0,1400
40,965	2,20133	38,6	269,5	0,1400
41,108	2,19400	31,8	180,8	0,1200
41,870	2,15585	40,1	277,1	0,1400
42,053	2,14687	24,5	146,1	0,1200
42,367	2,13170	30,6	363,7	0,2400
43,172	2,09377	40,0	317,5	0,1600
44,340	2,04132	34,0	296,8	0,1800
45,185	2,00507	24,2	142,7	0,1200
48,644	1,87026	24,4	170,3	0,1400
50,309	1,81220	30,9	214,8	0,1400
50,492	1,80605	32,1	159,2	0,1000
51,712	1,76628	33,4	263,8	0,1600
64,780	1,43799	26,4	334,2	0,2600

## Anexo B. Entrada y salida de datos del proceso de indexado mediante el programa DICVOL04.

- **Entrada de datos Dicvol04 para HC-2 (n-HEXANO)**

```
*** hc2 n-hexano***
20 2 1 1 1 1 0 0
0. 0. 0. 0. 3000. 0. 0.
0. 0. 0. 0.
0. 0. -1 1 1
6.979
11.496
12.932
14.028
17.331
18.335
18.800
19.632
20.018
20.540
21.202
21.447
21.650
22.143
23.078
23.983
24.512
24.770
25.098
26.254
27.317
27.480
27.790
28.152
28.319
29.446
30.819
31.133
31.598
32.564
33.464
34.498
34.472
35.679
36.459
38.276
39.635
39.825
40.961
41.934
43.067
44.208
45.076
48.133
48.585
50.016
50.554
50.810
51.679
```

• Salida de datos Dicvol04 para HC-2 (n-HEXANO)

```

-----
| *** hc2 n-hexano*** |
-----
                                INPUT DATA
                                *****

EXPERIMENTAL                    EXPERIMENTAL
 2-THETA                        ERROR

    6.979                        0.030
    11.496                       0.030
    12.932                       0.030
    14.028                       0.030
    17.331                       0.030
    18.335                       0.030
    18.800                       0.030
    19.632                       0.030
    20.018                       0.030
    20.540                       0.030
    21.202                       0.030
    21.447                       0.030
    21.650                       0.030
    22.143                       0.030
    23.078                       0.030
    23.983                       0.030
    24.512                       0.030
    24.770                       0.030
    25.098                       0.030
    26.254                       0.030
                                *****

-----
| PARAMETER LIMITS | | VOLUME LIMITS |
| A MAXIMUM = 25.00 A | | VOLUME MINIMUM = 0.00 A**3 |
| B MAXIMUM = 25.00 A | | VOLUME MAXIMUM = 3000.00 A**3 |
| C MAXIMUM = 25.00 A | |
-----

                                WAVELENGTH = 1.540598 A
LOWER FIGURE OF MERIT REQUIRED FOR PRINTED SOLUTION(S) : M( 20) = 10.0
MAXIMUM NUMBER OF ACCEPTED UNINDEXED LINES AMONG THE FIRST 20 INPUT LINES: (-) 1
*****
**                               **
** ATTENTION : VOS DONNEES SONT-ELLES IRREPROCHABLES ? **
** WARNING   : ARE YOUR DATA IRREPROACHABLE ?           **
**                               **
*****

=====
>>>> SEARCH OF SOLUTIONS WITH A ZERO ERROR ON INPUT DATA = 0.050 Deg. 2Theta
>>>>
                                Search No. 1 (1/1)
=====

SEARCH OF ORTHORHOMBIC SOLUTION(S)
*****

                                O R T H O R H O M B I C   S Y S T E M
DIRECT PARAMETERS :   A= 25.08815  B= 10.39993  C= 9.63512  VOLUME= 2513.95
STANDARD DEVIATIONS :   0.00900    0.00497    0.00392
REFINED ZERO-POINT SHIFT : 0.0209 deg. 2-theta

H   K   L   DOBS   DCAL   DOBS-DCAL  2TH.OBS  2TH.CAL  DIF.2TH.
2   0   0  12.56556 12.58142  -0.01586   7.029   7.020   0.009

```

2	0	1	7.65791	7.65500	0.00291	11.546	11.551	-0.004
1	1	1	6.81389	6.81408	-0.00020	12.982	12.982	0.000
4	0	0	6.28579	6.28131	0.00448	14.078	14.088	-0.010
1	2	0	5.09800	5.09783	0.00018	17.381	17.382	-0.001
0	0	2	4.82181	4.82300	-0.00119	18.385	18.381	0.005
4	1	1	4.70390	4.69643	0.00747	18.850	18.880	-0.030
1	2	1	4.50689	4.50654	0.00035	19.682	19.684	-0.002
2	0	2		4.50203	0.00486		19.704	-0.021
3	2	0	4.42107	4.42045	0.00062	20.068	20.071	-0.003
1	1	2	4.31015	4.31078	-0.00064	20.590	20.587	0.003
2	2	1		4.30327	0.00688		20.623	-0.033
3	0	2	4.17736	4.17850	-0.00114	21.252	21.246	0.006
6	0	0		4.18544	-0.00808		21.211	0.041
2	1	2	4.13030	4.13185	-0.00155	21.497	21.489	0.008
5	1	1	4.09212	4.09537	-0.00325	21.700	21.683	0.017
4	2	0	4.00232	4.00683	-0.00452	22.193	22.168	0.025
6	0	1	3.84259	3.83916	0.00343	23.128	23.149	-0.021
4	2	1	3.69990	3.69991	-0.00001	24.033	24.033	0.000
(	5	2	0)	3.62140	*****		24.562	0.053
4	1	2	3.58434	3.58924	-0.00490	24.820	24.786	0.034
7	0	0		3.58700	-0.00266		24.801	0.019
0	2	2	3.53832	3.53689	0.00144	25.148	25.159	-0.010
5	2	1	3.38539	3.38376	0.00163	26.304	26.317	-0.013

\* NUMBER OF LINES

.- LINES INPUT = 20  
 .- LINES INDEXED = 19  
 .- LINES CALCULATED = 56

\* MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES

<Q> = 0.5096E-04  
 <DELTA(2-THETA)> = 0.9810E-02  
 MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) = 0.4500E-01

\* FIGURES OF MERIT

1.- M( 19) = 15.3  
 2.- F( 19) = 34.6(0.0098, 56)

THE SOLUTION IS NOW USED TO TRY TO INDEX ALL INPUT 49 LINES :

=====

DIRECT PARAMETERS : A= 25.10110 B= 10.40124 C= 9.63244 VOLUME= 2514.86  
 STANDARD DEVIATIONS : 0.00532 0.00296 0.00198  
 REFINED ZERO-POINT SHIFT : 0.0194 deg. 2-theta

H	K	L	DOBS	DCAL	DOBS-DCAL	2TH.OBS	2TH.CAL	DIF.2TH.
2	0	0	12.56556	12.58514	-0.01958	7.029	7.018	0.011
2	0	1	7.65791	7.65409	0.00382	11.546	11.552	-0.006
1	1	1	6.81389	6.81295	0.00094	12.982	12.984	-0.002
4	0	0	6.28579	6.28386	0.00192	14.078	14.082	-0.004
1	2	0	5.09800	5.09810	-0.00010	17.381	17.381	0.000
0	0	2	4.82181	4.82125	0.00056	18.385	18.387	-0.002
4	1	1	4.70390	4.69721	0.00668	18.850	18.877	-0.027
1	2	1	4.50689	4.50641	0.00048	19.682	19.684	-0.002
2	0	2		4.50088	0.00601		19.709	-0.027
3	2	0	4.42107	4.42115	-0.00008	20.068	20.068	0.000
1	1	2	4.31015	4.30966	0.00049	20.590	20.593	-0.002
2	2	1		4.30334	0.00681		20.623	-0.033
3	0	2	4.17736	4.17786	-0.00050	21.252	21.250	0.003
2	1	2	4.13030	4.13102	-0.00072	21.497	21.493	0.004
5	1	1	4.09212	4.09636	-0.00424	21.700	21.677	0.023
4	2	0	4.00232	4.00770	-0.00538	22.193	22.163	0.030
6	0	1	3.84259	3.84040	0.00219	23.128	23.141	-0.013
4	2	1	3.69990	3.70042	-0.00052	24.033	24.030	0.003
(	5	2	0)	3.62140	*****		24.562	0.046
4	1	2	3.58434	3.58912	-0.00478	24.820	24.787	0.034
7	0	0		3.58863	-0.00429		24.790	0.030
0	2	2	3.53832	3.53635	0.00198	25.148	25.162	-0.014
5	2	1	3.38539	3.38442	0.00096	26.304	26.312	-0.008
3	2	2	3.25626	3.25752	-0.00127	27.367	27.356	0.011

1	3	1	3.23735	3.23722	0.00012	27.530	27.531	-0.001
3	3	0	3.20200	3.20517	-0.00317	27.840	27.812	0.028
7	1	1		3.19998	0.00202		27.858	-0.018
2	3	1	3.16172	3.15941	0.00231	28.202	28.223	-0.021
6	0	2		3.16049	0.00123		28.213	-0.011
8	0	0	3.14348	3.13973	0.00375	28.369	28.404	-0.035
6	1	2	3.02589	3.02405	0.00184	29.496	29.515	-0.018
4	3	1	2.89436	2.89623	-0.00187	30.869	30.849	0.020
5	2	2		2.89137	0.00299		30.902	-0.033
8	1	1	2.86593	2.86946	-0.00353	31.183	31.144	0.039
7	2	1	2.82487	2.82423	0.00064	31.648	31.655	-0.007
(	2	3	2)	2.74337	*****	32.614		-0.047
2	2	3	2.67173	2.67105	0.00069	33.514	33.523	-0.009
3	3	2		2.66854	0.00319		33.555	-0.041
6	3	0		2.67099	0.00074		33.524	-0.010
9	1	1	2.59410	2.59572	-0.00162	34.548	34.526	0.022
3	2	3	2.59599	2.59853	-0.00254	34.522	34.487	0.035
9	1	1		2.59572	0.00028		34.526	-0.004
0	4	1	2.51101	2.51176	-0.00075	35.729	35.718	0.011
10	0	0		2.51143	-0.00041		35.723	0.006
9	2	0	2.45914	2.45913	0.00000	36.509	36.509	0.000
0	1	4	2.34663	2.34719	-0.00057	38.326	38.317	0.010
1	3	3		2.34661	0.00001		38.326	0.000
8	2	2		2.34736	-0.00074		38.314	0.012
3	3	3	2.26934	2.26868	0.00067	39.685	39.697	-0.012
3	1	4	2.25897	2.25999	-0.00102	39.875	39.856	0.019
4	1	4	2.19898	2.19850	0.00048	41.011	41.021	-0.009
4	4	2	2.15024	2.15062	-0.00038	41.984	41.976	0.008
8	3	2	2.09632	2.09573	0.00060	43.117	43.130	-0.013
11	2	1	2.04489	2.04296	0.00193	44.258	44.302	-0.044
12	0	1		2.04497	-0.00007		44.256	0.002
2	5	1	2.00755	2.00801	-0.00046	45.126	45.115	0.011
6	4	2		2.00829	-0.00074		45.109	0.017
12	1	1		2.00656	0.00099		45.150	-0.023
2	5	2	1.88708	1.88871	-0.00163	48.183	48.139	0.044
4	3	4		1.88707	0.00001		48.183	0.000
12	1	2		1.88750	-0.00042		48.172	0.011
11	3	1	1.87059	1.87056	0.00004	48.635	48.636	-0.001
6	4	3	1.82043	1.82025	0.00018	50.066	50.071	-0.005
1	2	5	1.80233	1.80251	-0.00018	50.604	50.599	0.005
8	2	4	1.79386	1.79382	0.00004	50.860	50.861	-0.001
13	0	2		1.79283	0.00103		50.891	-0.031
14	0	0		1.79357	0.00028		50.869	-0.009
3	2	5	1.76575	1.76645	-0.00070	51.729	51.707	0.022
13	1	2		1.76678	-0.00104		51.697	0.033

\* NUMBER OF LINES

.- LINES INPUT = 49  
.- LINES INDEXED = 47  
.- LINES CALCULATED = 322

\* AVERAGE 2-Theta DIFFERENCE FOR INDEXED LINES = 0.0009

\* MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES

<Q> =0.7664E-04

<DELTA(2-THETA)> =0.1056E-01

MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) =0.4500E-01

\* FIGURES OF MERIT

1.- M( 20) = 14.3  
2.- F( 20) = 32.4(0.0098, 63)  
3.- F( 47) = 13.8(0.0106, 322)

- **Entrada de datos Dicvol04 para HC-2 (ETANOL-1)**

```

***HC-2 ETANOL ***
20 2 1 1 1 1 0 0
30. 30. 30. 0. 3000. 0. 0.
0. 0. 0. 0.
0. 0. -1 1 1
7.031
11.538
12.978
14.070
17.363
18.397
18.875
19.671
20.026
20.569
21.470
22.151
23.144
24.014
24.614
25.128
26.204
27.360
27.859
28.373
29.476
33.508
34.510

```

- **Salida de datos Dicvol04 para HC-2 (ETANOL-1)**

```

-----
| ***HERNANDO *** |
-----

```

EXPERIMENTAL 2-THETA	INPUT DATA *****	EXPERIMENTAL ERROR
7.031		0.030
11.538		0.030
12.978		0.030
14.070		0.030
17.363		0.030
18.397		0.030
18.875		0.030
19.671		0.030
20.026		0.030
20.569		0.030
21.470		0.030
22.151		0.030
23.144		0.030
24.014		0.030
24.614		0.030
25.128		0.030
26.204		0.030
27.360		0.030
27.859		0.030
28.373		0.030

```

----- PARAMETER LIMITS -----
|                                     |
| A MAXIMUM = 30.00 A               |
|                                     |
| B MAXIMUM = 30.00 A               |
|                                     |
| C MAXIMUM = 30.00 A               |
|                                     |
----- VOLUME LIMITS -----
|                                     |
| VOLUME MINIMUM = 0.00 A**3       |
|                                     |
| VOLUME MAXIMUM = 3000.00 A**3    |
|                                     |
-----

```

WAVELENGTH = 1.540598 A  
 LOWER FIGURE OF MERIT REQUIRED FOR PRINTED SOLUTION(S) : M( 20) = 10.0  
 MAXIMUM NUMBER OF ACCEPTED UNINDEXED LINES AMONG THE FIRST 20 INPUT LINES: (-) 1

```

*****
**                                     **
** ATTENTION : VOS DONNEES SONT-ELLES IRREPROCHABLES ? **
** WARNING   : ARE YOUR DATA IRREPROACHABLE ?         **
**                                     **
*****

```

>>>> SEARCH OF SOLUTIONS WITH A ZERO ERROR ON INPUT DATA = -.025 Deg. 2Theta

>>>> Search No. 1 (1/2)

SEARCH OF ORTHORHOMBIC SOLUTION(S)  
 \*\*\*\*\*

ORTHORHOMBIC SYSTEM  
 DIRECT PARAMETERS : A= 25.11742 B= 10.41154 C= 9.64061 VOLUME= 2521.13  
 STANDARD DEVIATIONS : 0.00814 0.00565 0.00563  
 REFINED ZERO-POINT SHIFT : 0.0417 deg. 2-theta

H	K	L	DOBS	DCAL	DOBS-DCAL	2TH.OBS	2TH.CAL	DIF.2TH.
2	0	0	12.60725	12.63354	-0.02629	7.006	6.991	0.015
2	0	1	7.67996	7.67484	0.00513	11.513	11.521	-0.008
1	1	1	6.82922	6.83077	-0.00155	12.953	12.950	0.003
4	0	0	6.30060	6.29790	0.00270	14.045	14.051	-0.006
1	2	0	5.11063	5.10961	0.00102	17.338	17.341	-0.003
0	0	2	4.82526	4.83117	-0.00591	18.372	18.349	0.023
2	2	0		4.81980	0.00545		18.393	-0.021
4	1	1	4.70396	4.70634	-0.00238	18.850	18.840	0.010
1	2	1	4.51513	4.51577	-0.00064	19.646	19.643	0.003
2	0	2		4.50966	0.00547		19.670	-0.024
3	2	0	4.43578	4.43000	0.00578	20.001	20.027	-0.026
1	1	2	4.31975	4.31804	0.00171	20.544	20.552	-0.008
2	2	1		4.31194	0.00781		20.581	-0.038
2	1	2	4.14025	4.13878	0.00146	21.445	21.453	-0.008
4	2	0	4.01433	4.01512	-0.00078	22.126	22.122	0.004
6	0	1	3.84411	3.84669	-0.00258	23.119	23.103	0.016
4	2	1	3.70663	3.70698	-0.00035	23.989	23.987	0.002
5	2	0	3.61752	3.62091	-0.00339	24.589	24.566	0.023
0	2	2	3.54460	3.54268	0.00192	25.103	25.117	-0.014
7	1	0	3.40130	3.39769	0.00361	26.179	26.207	-0.028
3	2	2	3.26003	3.26299	-0.00296	27.335	27.310	0.025
7	1	1	3.20271	3.20475	-0.00205	27.834	27.816	0.018
8	0	0	3.14579	3.14420	0.00159	28.348	28.363	-0.015

```

* NUMBER OF LINES
.- LINES INPUT      = 20
.- LINES INDEXED   = 20
.- LINES CALCULATED = 70

```

```

* MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES
<Q> = 0.7041E-04
<DELTA(2-THETA)> = 0.1282E-01
MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) = 0.4500E-01

```

\* FIGURES OF MERIT

1.- M( 20) = 10.3  
 2.- F( 20) = 22.3(0.0128, 70)

THE SOLUTION IS NOW USED TO TRY TO INDEX ALL INPUT 23 LINES :

=====

DIRECT PARAMETERS : A= 25.11949 B= 10.41196 C= 9.64208 VOLUME= 2521.82  
 STANDARD DEVIATIONS : 0.00701 0.00559 0.00616  
 REFINED ZERO-POINT SHIFT : 0.0401 deg. 2-theta

H	K	L	DOBS	DCAL	DOBS-DCAL	2TH.OBS	2TH.CAL	DIF.2TH.
2	0	0	12.60725	12.63161	-0.02436	7.006	6.992	0.014
2	0	1	7.67996	7.67471	0.00525	11.513	11.521	-0.008
1	1	1	6.82922	6.83057	-0.00135	12.953	12.950	0.003
4	0	0	6.30060	6.29769	0.00292	14.045	14.051	-0.007
1	2	0	5.11063	5.10934	0.00129	17.338	17.342	-0.004
0	0	2	4.82526	4.83147	-0.00621	18.372	18.348	0.024
2	2	0		4.81960	0.00566		18.394	-0.022
4	1	1	4.70396	4.70636	-0.00240	18.850	18.840	0.010
1	2	1	4.51513	4.51569	-0.00056	19.646	19.643	0.002
2	0	2		4.50993	0.00520		19.669	-0.023
3	2	0	4.43578	4.42987	0.00592	20.001	20.028	-0.027
1	1	2	4.31975	4.31826	0.00149	20.544	20.551	-0.007
2	2	1		4.31189	0.00786		20.582	-0.038
2	1	2	4.14025	4.13900	0.00125	21.445	21.451	-0.007
4	2	0	4.01433	4.01505	-0.00072	22.126	22.122	0.004
6	0	1	3.84411	3.84678	-0.00267	23.119	23.103	0.016
4	2	1	3.70663	3.70699	-0.00036	23.989	23.987	0.002
5	2	0	3.61752	3.62089	-0.00337	24.589	24.566	0.023
0	2	2	3.54460	3.54281	0.00180	25.103	25.116	-0.013
7	1	0	3.40130	3.39775	0.00355	26.179	26.207	-0.028
3	2	2	3.26003	3.26312	-0.00309	27.335	27.309	0.026
7	1	1	3.20271	3.20484	-0.00214	27.834	27.815	0.019
8	0	0	3.14579	3.14428	0.00151	28.348	28.362	-0.014
6	1	2	3.03044	3.02874	0.00170	29.451	29.468	-0.017
2	2	3	2.67416	2.67531	-0.00116	33.483	33.468	0.015
3	3	2		2.67279	0.00137		33.501	-0.018
6	3	0		2.67503	-0.00087		33.472	0.011
9	1	1	2.59871	2.59923	-0.00051	34.485	34.478	0.007

\* NUMBER OF LINES

.- LINES INPUT = 23  
 .- LINES INDEXED = 23  
 .- LINES CALCULATED = 114

\* AVERAGE 2-Theta DIFFERENCE FOR INDEXED LINES = -0.0007

\* MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES

<Q> = 0.7292E-04  
 <DELTA(2-THETA)> = 0.1264E-01  
 MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) = 0.4500E-01

\* FIGURES OF MERIT

1.- M( 20) = 10.3  
 2.- F( 20) = 22.4(0.0128, 70)  
 3.- F( 23) = 16.0(0.0126, 114)

- **Entrada de datos Dicvol04 para HC-2 (METANOL)**

```

*** HC Metanol ***
20 2 1 1 1 1 0 0
0. 0. 0. 0. 3000. 0. 0.
0. 0. 0. 0.
0.03 0. -1 1 1
7.013
11.493
12.977
14.074
14.334
16.981
17.367
18.389
18.870
19.675
20.049
20.582
21.483
21.676
22.140
23.129
24.005
25.139
26.260
27.439
27.849
28.408
29.337
29.485
30.851
31.140
31.655
33.500
34.164
34.502
35.747
36.085
36.521
37.316
38.299
39.660
39.998
40.974
41.886
42.282
43.172
44.235
48.176
48.597
51.766

```

- **Salida de datos Dicvol04 para HC-2 (METANOL)**

```

PARAMETERS as INPUT:
  IJOB = 0          INCODN = 0          IBK = 0
  IWHO = 0          IOUT = 2           IINPUT = 0
  IFRMT = 0        ITHMX = 0          ICOL = 0
  IXCD = 0          IXPD = 0          IPHKL = 0
  IDOLSQ = 1

```

.....

\*\*\* ORTHORHOMBIC\*\*\* \*\*\* :6/ 5/30 0:20:49

0.....1.....2.....3.....4.....5.....6.....7.  
 9.64 10.41 25.10  
 399E C-  
 Pbca 61A 4 2518.85  
 Pcab 61B 4 2518.85  
 O  
 hc metanol  
 T-2 1.00 .00 .00 / .00 1.00 .00 / .00 .00 1.00  
 1.00: .00 1.00 .00 / .00 .00 1.00 / 1.00 .00 .00  
 INV .00 .00 1.00 / 1.00 .00 .00 / .00 1.00 .00  
 9.640 10.410 25.100 90.00 90.00 90.00 2518.85  
 9.640 10.410 25.100 90.00 90.00 90.00 2518.85 32  
 10.410 25.100 9.640 90.00 90.00 90.00 .4147 .3841  
 92.930 108.368 630.010 .000 .000 .000  
 1.5406 2  
 0.03  
 :6/ 5/30 0 0 pc 90/02/28  
 A B C Alpha Beta Gamma VOLUME  
 RECIPROCAL CELL  
 .10373E+00 .96061E-01 .39841E-01 89.99999 89.99999 89.99999 .397007E-03  
 DIRECT CELL  
 9.640000 10.410000 25.100000 90.00000 90.00000 90.00000 .251885E+04  
 1-THETA ANGLES THTMX = 20.0 NCYC = 2 TOLMN = .0250 TOLMX = .1000  
 THEMX = 26.4 DMIN = 1.732651 LAMBDA =1.5406000  
 6 CONDITIONS for NON-EXTINCTION requested  
 OKL K = 2n  
 HOL L = 2n  
 HK0 H = 2n  
 H00 H = 2n  
 OK0 K = 2n  
 00L L = 2n

Cycle 1 hc metanol  
 2-Theta TOLERANCE = .20000  

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.55000	12.54623	1.540600	7.03788	7.04000	-.00212	1.00
2	1	0	2	7.64497	7.67524	1.540600	11.56577	11.52000	.04576	1.00
3	1	1	1	6.80793	6.80249	1.540600	12.99356	13.00400	-.01044	1.00
4	0	0	4	6.27500	6.27566	1.540600	14.10248	14.10100	.00148	1.00
5	1	1	2	6.16184	6.16262	1.540600	14.36281	14.36100	.00181	1.00
6	0	2	1	5.09657	5.09427	1.540600	17.38609	17.39400	-.00791	1.00
7	1	1	4	4.69400	4.69234	1.540600	18.89025	18.89700	-.00675	1.00
8	0	2	3	4.41956	4.41936	1.540600	20.07508	20.07600	-.00092	1.00
9	1	2	4	3.69943	3.70008	1.540600	24.03626	24.03200	.00426	1.00
10	2	2	0	3.53654	3.53586	1.540600	25.16109	25.16600	-.00491	1.00
11	1	1	7	3.19822	3.19797	1.540600	27.87378	27.87600	-.00222	1.00
12	0	0	8	3.13750	3.13636	1.540600	28.42442	28.43500	-.01058	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .04576 for OBS 2  
 STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01533 with DEGREES of FREEDOM 9

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
.10362E+00	.96118E-01	.39846E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.396866E-03
R C CORRECTIONS						
-.11157E-03	.56892E-04	.50687E-05	.0000	.0000	.0000	*****
DIRECT CELL						
9.650380	10.403840	25.096810	90.0000	90.0000	90.0000	2519.744000
D C CORRECTIONS						
.010380	-.006162	-.003195	.0000	.0000	.0000	.898682

Cycle 2 hc metanol  
 2-Theta TOLERANCE = .05000  

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.54840	12.54623	1.540600	7.03878	7.04000	-.00122	1.00
2	1	0	2	7.64978	7.67524	1.540600	11.55847	11.52000	.03846	1.00
3	1	1	1	6.80980	6.80249	1.540600	12.98999	13.00400	-.01401	1.00

4	0	0	4	6.27420	6.27566	1.540600	14.10429	14.10100	.00329	1.00
5	1	1	2	6.16308	6.16262	1.540600	14.35991	14.36100	-.00109	1.00
6	0	2	0	5.20192	5.20901	1.540600	17.03135	17.00800	.02335	1.00
7	0	2	1	5.09365	5.09427	1.540600	17.39613	17.39400	.00213	1.00
8	1	1	4	4.69430	4.69234	1.540600	18.88905	18.89700	-.00795	1.00
9	0	2	3	4.41752	4.41936	1.540600	20.08446	20.07600	.00846	1.00
10	2	1	2	4.13307	4.12787	1.540600	21.48260	21.51000	-.02740	1.00
11	1	1	5	4.09381	4.09159	1.540600	21.69110	21.70300	-.01190	1.00
12	0	2	4	4.00456	4.00698	1.540600	22.18061	22.16700	.01361	1.00
13	1	0	6	3.83781	3.83803	1.540600	23.15735	23.15600	.00135	1.00
14	1	2	4	3.69875	3.70008	1.540600	24.04078	24.03200	.00878	1.00
15	2	2	0	3.53762	3.53586	1.540600	25.15328	25.16600	-.01272	1.00
16	1	2	5	3.38285	3.38756	1.540600	26.32430	26.28700	.03729	1.00
17	1	1	7	3.19809	3.19797	1.540600	27.87488	27.87600	-.00112	1.00
18	0	0	8	3.13710	3.13636	1.540600	28.42811	28.43500	-.00689	1.00
19	1	3	3	3.04043	3.03921	1.540600	29.35191	29.36400	-.01209	1.00
20	2	1	6	3.02412	3.02430	1.540600	29.51388	29.51200	.00188	1.00
21	1	1	8	2.86784	2.86738	1.540600	31.16190	31.16700	-.00510	1.00
22	1	2	7	2.82291	2.82193	1.540600	31.67076	31.68200	-.01124	1.00
23	3	1	5	2.62098	2.62038	1.540600	34.18288	34.19100	-.00813	1.00
24	1	1	9	2.59431	2.59550	1.540600	34.54529	34.52900	.01629	1.00
25	0	4	3	2.48368	2.48527	1.540600	36.13582	36.11200	.02382	1.00
26	3	3	3	2.26993	2.26924	1.540600	39.67448	39.68700	-.01252	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .03846 for OBS 2  
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01515 with DEGREES of FREEDOM 23

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10370E+00	.96074E-01	.39840E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.396940E-03
R C CORRECTIONS						
.81862E-04	-.44074E-04	-.57304E-05	.0000	.0000	.0000	.743021E-07
DIRECT CELL						
9.642762	10.408610	25.100410	90.0000	90.0000	90.0000	2519.272000
D C CORRECTIONS						
-.007618	.004773	.003609	.0000	.0000	.0000	-.471436

Cycle 3 hc metanol  
2-Theta TOLERANCE = .05000

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.55021	12.54623	1.540600	7.03776	7.04000	-.00224	1.00
2	1	0	2	7.64639	7.67524	1.540600	11.56360	11.52000	.04360	1.00
3	1	1	1	6.80853	6.80249	1.540600	12.99243	13.00400	-.01157	1.00
4	0	0	4	6.27510	6.27566	1.540600	14.10225	14.10100	.00125	1.00
5	1	1	2	6.16230	6.16262	1.540600	14.36174	14.36100	.00074	1.00
6	0	2	0	5.20431	5.20901	1.540600	17.02348	17.00800	.01548	1.00
7	0	2	1	5.09592	5.09427	1.540600	17.38832	17.39400	-.00568	1.00
8	1	1	4	4.69424	4.69234	1.540600	18.88930	18.89700	-.00770	1.00
9	0	2	3	4.41915	4.41936	1.540600	20.07694	20.07600	.00094	1.00
10	2	1	2	4.13104	4.12787	1.540600	21.49328	21.51000	-.01672	1.00
11	1	1	5	4.09391	4.09159	1.540600	21.69056	21.70300	-.01244	1.00
12	0	2	4	4.00588	4.00698	1.540600	22.17319	22.16700	.00619	1.00
13	1	0	6	3.83780	3.83803	1.540600	23.15744	23.15600	.00144	1.00
14	1	2	4	3.69936	3.70008	1.540600	24.03674	24.03200	.00474	1.00
15	2	2	0	3.53687	3.53586	1.540600	25.15872	25.16600	-.00728	1.00
16	1	2	5	3.38340	3.38756	1.540600	26.31995	26.28700	.03295	1.00
17	1	1	7	3.19832	3.19797	1.540600	27.87287	27.87600	-.00313	1.00
18	0	0	8	3.13755	3.13636	1.540600	28.42394	28.43500	-.01106	1.00
19	1	3	3	3.04132	3.03921	1.540600	29.34312	29.36400	-.02088	1.00
20	2	1	6	3.02352	3.02430	1.540600	29.51981	29.51200	.00781	1.00
21	1	1	8	2.86808	2.86738	1.540600	31.15917	31.16700	-.00783	1.00
22	1	2	7	2.82335	2.82193	1.540600	31.66567	31.68200	-.01632	1.00
23	3	1	5	2.61979	2.62038	1.540600	34.19895	34.19100	.00795	1.00
24	1	1	9	2.59456	2.59550	1.540600	34.54187	34.52900	.01287	1.00
25	0	4	3	2.48476	2.48527	1.540600	36.11972	36.11200	.00772	1.00
26	3	3	3	2.26951	2.26924	1.540600	39.68219	39.68700	-.00481	1.00
27	3	3	5	2.13421	2.13448	1.540600	42.31452	42.30900	.00552	1.00
28	1	3	11	1.87028	1.87100	1.540600	48.64383	48.62400	.01983	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .04360 for OBS 2

STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01498 with DEGREES of FREEDOM 25

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10371E+00	.96069E-01	.39836E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.396889E-03
R C CORRECTIONS						
.30901E-05	-.53447E-05	-.41365E-05	.0000	.0000	.0000	*****
DIRECT CELL						
9.642474	10.409190	25.103020	90.0000	90.0000	90.0000	2519.599000
D C CORRECTIONS						
-.000288	.000578	.002605	.0000	.0000	.0000	.326416

Cycle 4 hc metanol  
2-Theta TOLERANCE = .05000

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.55151	12.54623	1.540600	7.03703	7.04000	-.00297	1.00
2	1	0	2	7.64654	7.67524	1.540600	11.56337	11.52000	.04337	1.00
3	1	1	1	6.80864	6.80249	1.540600	12.99221	13.00400	-.01179	1.00
4	0	0	4	6.27575	6.27566	1.540600	14.10078	14.10100	-.00022	1.00
5	1	1	2	6.16250	6.16262	1.540600	14.36128	14.36100	.00028	1.00
6	0	2	0	5.20459	5.20901	1.540600	17.02253	17.00800	.01453	1.00
7	0	2	1	5.09622	5.09427	1.540600	17.38731	17.39400	-.00669	1.00
8	1	1	4	4.69453	4.69234	1.540600	18.88811	18.89700	-.00889	1.00
9	0	2	3	4.41946	4.41936	1.540600	20.07554	20.07600	-.00046	1.00
10	2	1	2	4.13103	4.12787	1.540600	21.49333	21.51000	-.01667	1.00
11	1	1	5	4.09420	4.09159	1.540600	21.68898	21.70300	-.01402	1.00
12	0	2	4	4.00618	4.00698	1.540600	22.17150	22.16700	.00450	1.00
13	1	0	6	3.83811	3.83803	1.540600	23.15550	23.15600	-.00050	1.00
14	1	2	4	3.69958	3.70008	1.540600	24.03528	24.03200	.00328	1.00
15	2	2	0	3.53690	3.53586	1.540600	25.15848	25.16600	-.00752	1.00
16	1	2	5	3.38362	3.38756	1.540600	26.31816	26.28700	.03115	1.00
17	1	1	7	3.19859	3.19797	1.540600	27.87046	27.87600	-.00554	1.00
18	0	0	8	3.13788	3.13636	1.540600	28.42093	28.43500	-.01407	1.00
19	1	3	3	3.04149	3.03921	1.540600	29.34152	29.36400	-.02248	1.00
20	2	1	6	3.02366	3.02430	1.540600	29.51838	29.51200	.00638	1.00
21	1	1	8	2.86834	2.86738	1.540600	31.15635	31.16700	-.01065	1.00
22	1	2	7	2.82357	2.82193	1.540600	31.66314	31.68200	-.01886	1.00
23	3	1	5	2.61982	2.62038	1.540600	34.19853	34.19100	.00753	1.00
24	1	1	9	2.59480	2.59550	1.540600	34.53863	34.52900	.00963	1.00
25	0	4	3	2.48490	2.48527	1.540600	36.11748	36.11200	.00548	1.00
26	3	3	3	2.26955	2.26924	1.540600	39.68150	39.68700	-.00550	1.00
27	3	3	5	2.13427	2.13448	1.540600	42.31333	42.30900	.00433	1.00
28	1	3	11	1.87044	1.87100	1.540600	48.63944	48.62400	.01544	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .04337 for OBS 2  
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01498 with DEGREES of FREEDOM 25

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10371E+00	.96069E-01	.39836E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.396889E-03
R C STNDRD ERRS						
.37951E-04	.25877E-04	.82693E-05	.0000	.0000	.0000	
R C CORRECTIONS						
.11027E-08	-.28318E-08	-.18826E-08	.0000	.0000	.0000	*****
DIRECT CELL						
9.642475	10.409190	25.103020	90.0000	90.0000	90.0000	2519.599000
D C STNDRD ERRS						
.003529	.002804	.005211	.0000	.0000	.0000	.857749
D C CORRECTIONS						
.000001	.000001	.000004	.0000	.0000	.0000	.000244

DIRECT CELL VARIANCE-COVARIANCE MATRIX						ROW
.124506E-04	-.347307E-05	-.422628E-05	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	1
-.347307E-05	.786140E-05	-.385930E-05	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	2
-.422628E-05	-.385930E-05	.271548E-04	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	3
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	4
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	5
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	6

DIRECT CELL		CORRELATION		MATRIX							ROW
1.000000	-.351049	-.229847	.000000	.000000	.000000	.000000					1
-.351049	1.000000	-.264140	.000000	.000000	.000000	.000000					2
-.229847	-.264140	1.000000	.000000	.000000	.000000	.000000					3
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000					4
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000					5
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000					6

N	D calc	D obs	INT	<AUTHOR >			<PROGRAM>			OBS	CALC	DIFF	FINL
				H	K	L	H	K	L	2Theta	2Theta	2Theta	WT
1	12.5515	12.5462	0	0	0	2C	0	0	2	7.040	7.037	-.003	1.0
2	7.6465	7.6752	0	1	0	2C	1	0	2	11.520	11.563	.043	1.0
3	6.8086	6.8025	0	1	1	1C	1	1	1	13.004	12.992	-.012	1.0
4	6.2758	6.2757	0	0	0	4C	0	0	4	14.101	14.101	.000	1.0
5	6.1625	6.1626	0	1	1	2C	1	1	2	14.361	14.361	.000	1.0
6	5.4021						1	1	3		16.396		
7	5.2598						1	0	4		16.842		
8	5.2046	5.2090	0	0	2	0C	0	2	0	17.008	17.023	.015	1.0
9	5.0962	5.0943	0	0	2	1C	0	2	1	17.394	17.387	-.007	1.0
10	4.8212						2	0	0		18.387		
11	4.8077	4.8138	0	0	2	2C	0	2	2 M	18.416	18.440	.024	1.0
12	4.6945	4.6923	0	1	1	4C	1	1	4	18.897	18.888	-.009	1.0
13	4.5056						1	2	1		19.688		
14	4.5006	4.5024	0	2	0	2C	2	0	2 M	19.702	19.710	.008	1.0
15	4.4195	4.4194	0	0	2	3C	0	2	3	20.076	20.076	.000	1.0
16	4.3748						2	1	0		20.283		
17	4.3098	4.3063	0	2	1	1C	2	1	1 M	20.609	20.592	-.017	1.0
18	4.3025						1	2	2		20.627		
19	4.1838						0	0	6		21.219		
20	4.1310	4.1279	0	2	1	2C	2	1	2	21.510	21.493	-.017	1.0
21	4.0942	4.0916	0	1	1	5C	1	1	5	21.703	21.689	-.014	1.0
22	4.0176						1	2	3		22.108		
23	4.0062	4.0070	0	0	2	4C	0	2	4	22.167	22.171	.004	1.0
24	3.8769						2	1	3		22.921		
25	3.8381	3.8380	0	1	0	6C	1	0	6	23.156	23.156	.000	1.0
26	3.8233						2	0	4		23.247		
27	3.6996	3.7001	0	1	2	4C	1	2	4	24.032	24.035	.003	1.0
28	3.6134						0	2	5		24.617		
29	3.6011						1	1	6		24.703		
30	3.5888						2	1	4		24.788		
31	3.5369	3.5359	0	2	2	0C	2	2	0	25.166	25.158	-.008	1.0
32	3.5023						2	2	1		25.411		
33	3.4043						2	2	2		26.155		
34	3.3836	3.3876	0	1	2	5C	1	2	5	26.287	26.318	.031	1.0
35	3.2983						2	1	5		27.012		
36	3.2609						0	2	6		27.328		
37	3.2578						2	2	3		27.354		
38	3.2375						1	3	1		27.529		
39	3.1986	3.1980	0	1	1	7C	1	1	7	27.876	27.870	-.006	1.0
40	3.1599						2	0	6		28.219		
41	3.1597						1	3	2		28.221		
42	3.1379	3.1364	0	0	0	8C	0	0	8	28.435	28.421	-.014	1.0
43	3.1137						3	0	2		28.646		
44	3.0890						1	2	6		28.880		
45	3.0813						2	2	4		28.955		
46	3.0484						3	1	1		29.274		
47	3.0415	3.0392	0	1	3	3C	1	3	3	29.364	29.342	-.022	1.0
48	3.0237	3.0243	0	2	1	6C	2	1	6	29.512	29.518	.006	1.0
49	2.9839						1	0	8		29.921		
50	2.9831						3	1	2		29.929		
51	2.9530						0	2	7		30.241		
52	2.8963						1	3	4		30.848		
53	2.8914	2.8936	0	2	2	5C	2	2	5 M	30.878	30.901	.023	1.0
54	2.8830						3	1	3		30.993		
55	2.8683	2.8674	0	1	1	8C	1	1	8	31.167	31.156	-.011	1.0
56	2.8608						3	0	4		31.241		
57	2.8236	2.8219	0	1	2	7C	1	2	7	31.682	31.663	-.019	1.0
58	2.8162						2	3	0		31.748		

59	2.7987						2	3	1			31.952		
60	2.7734						2	1	7			32.251		
61	2.7585						3	1	4			32.430		
62	2.7479						2	3	2			32.559		
63	2.7370						1	3	5			32.692		
64	2.7186						3	2	1			32.920		
65	2.7011						2	2	6			33.140		
66	2.6873						0	2	8			33.315		
67	2.6720						3	2	2			33.511		
68	2.6691						2	3	3			33.548		
69	2.6299						2	0	8			34.063		
70	2.6198	2.6204	0	3	1	5C	3	1	5		34.191	34.199	.008	1.0
71	2.6023						0	4	0			34.436		
72	2.5994						3	2	3			34.475		
73	2.5948	2.5955	0	1	1	9C	1	1	9		34.529	34.539	.010	1.0
74	2.5886						1	2	8			34.624		
75	2.5884						0	4	1			34.626		
76	2.5739						1	3	6			34.828		
77	2.5694						2	3	4			34.891		
78	2.5498						2	1	8			35.168		
79	2.5488						3	0	6			35.181		
80	2.5481						0	4	2			35.192		
81	2.5182						2	2	7			35.624		
82	2.5103						0	0	10			35.740		
83	2.5070	2.5080	0	3	2	4C	3	2	4	M	35.774	35.788	.014	1.0
84	2.4999						1	4	1			35.893		
85	2.4849	2.4853	0	0	4	3C	0	4	3		36.112	36.117	.005	1.0
86	2.4757						3	1	6			36.256		
87	2.4635						1	4	2			36.442		
88	2.4584						0	2	9			36.520		
89	2.4562	2.4566	0	2	3	5C	2	3	5	M	36.548	36.554	.006	1.0
90	2.4293						1	0	10			36.973		
91	2.4142						1	3	7			37.214		
92	2.4106						4	0	0			37.271		
93	2.4063	2.4061	0	1	4	3C	1	4	3	M	37.343	37.340	-.003	1.0
94	2.4038						0	4	4			37.380		
95	2.4015						3	2	5			37.417		
96	2.3822						1	2	9			37.732		
97	2.3674						4	0	2			37.978		
98	2.3658						1	1	10			38.004		
99	2.3519						2	1	9			38.237		
100	2.3485						4	1	0			38.295		
101	2.3476						3	3	1			38.310		
102	2.3473	2.3466	0	2	2	8C	2	2	8	M	38.326	38.315	-.011	1.0
103	2.3383						4	1	1			38.469		
104	2.3363						2	3	6			38.503		
105	2.3326						3	1	7			38.565		
106	2.3324						1	4	4			38.568		
107	2.3174						3	3	2			38.829		
108	2.3104						0	4	5			38.951		
109	2.3084						4	1	2			38.986		
110	2.2900						2	4	0			39.312		
111	2.2891						3	2	6			39.329		
112	2.2805						2	4	1			39.482		
113	2.2695	2.2692	0	3	3	3C	3	3	3		39.687	39.682	-.005	1.0
114	2.2624						1	3	8			39.813		
115	2.2611						4	1	3			39.836		
116	2.2610						0	2	10			39.837		
117	2.2528						2	4	2			39.989		
118	2.2503	2.2509	0	4	0	4C	4	0	4	M	40.025	40.035	.010	1.0
119	2.2468						1	4	5			40.101		
120	2.2453						3	0	8			40.128		
121	2.2266						2	0	10			40.481		
122	2.2149						2	3	7			40.703		
123	2.2097						0	4	6			40.803		
124	2.2088						2	4	3			40.821		
125	2.2073						3	3	4			40.850		
126	2.2013						1	2	10			40.965		

127	2.1995	2.1995	0	4	1	4C	4	1	4	M	41.001	41.001	.000	1.0
128	2.1948						3	1	8			41.092		
129	2.1901						2	2	9			41.184		
130	2.1874						4	2	0			41.238		
131	2.1791						4	2	1			41.402		
132	2.1773						2	1	10			41.438		
133	2.1746						3	2	7			41.493		
134	2.1719						1	1	11			41.547		
135	2.1549						4	2	2			41.889		
136	2.1539	2.1537	0	1	4	6C	1	4	6	M	41.913	41.910	-.003	1.0
137	2.1513						2	4	4			41.963		
138	2.1343	2.1345	0	3	3	5C	3	3	5		42.309	42.313	.004	1.0
139	2.1272						4	1	5			42.460		
140	2.1207						1	3	9			42.598		
141	2.1163						4	2	3			42.691		
142	2.1062						0	4	7			42.905		
143	2.0959						2	3	8			43.126		
144	2.0919	2.0925	0	0	0	12C	0	0	12	M	43.199	43.213	.014	1.0
145	2.0900						0	2	11			43.254		
146	2.0887						4	0	6			43.282		
147	2.0835						2	4	5			43.396		
148	2.0655						4	2	4			43.793		
149	2.0648						3	1	9			43.810		
150	2.0616						3	2	8			43.880		
151	2.0577						1	4	7			43.969		
152	2.0542						3	3	6			44.048		
153	2.0479						4	1	6			44.190		
154	2.0471						2	2	10			44.208		
155	2.0444	2.0447	0	1	0	12C	1	0	12	M	44.262	44.270	.008	1.0
156	2.0426						1	2	11			44.311		
157	2.0283						1	5	1			44.640		
158	2.0233						2	1	11			44.755		
159	2.0160						3	4	1			44.927		
160	2.0088						2	4	6			45.097		
161	2.0087						1	5	2			45.099		
162	2.0060						1	1	12			45.162		
163	2.0053						4	2	5			45.179		
164	2.0031						0	4	8			45.232		
165	1.9968						3	4	2			45.384		
166	1.9900						1	3	10			45.545		
167	1.9818						2	3	9			45.747		
168	1.9797						4	3	0			45.796		
169	1.9784						3	0	10			45.829		
170	1.9773						1	5	3			45.855		
171	1.9736						4	3	1			45.947		
172	1.9702						3	3	7			46.030		
173	1.9659						3	4	3			46.137		
174	1.9647						4	1	7			46.167		
175	1.9612						1	4	8			46.253		
176	1.9555						4	3	2			46.395		
177	1.9527						3	2	9			46.467		
178	1.9436						3	1	10			46.697		
179	1.9410						0	2	12			46.764		
180	1.9384						4	2	6			46.829		
181	1.9357						1	5	4			46.899		
182	1.9301						2	4	7			47.045		
183	1.9265						4	3	3			47.136		
184	1.9250						3	4	4			47.175		
185	1.9191						2	0	12			47.331		
186	1.9176						2	2	11			47.370		
187	1.9116						4	0	8			47.526		
188	1.9113						2	5	0			47.536		
189	1.9061						5	0	2			47.672		
190	1.9057						2	5	1			47.682		
191	1.9028						1	2	12			47.759		
192	1.9028						0	4	9			47.761		
193	1.8908						5	1	1			48.081		
194	1.8895						2	5	2			48.118		

195	1.8880						4	3	4			48.158		
196	1.8873						2	1	12			48.179		
197	1.8859	1.8864	0	1	5	5C	1	5	5	M	48.203	48.215	.012	1.0
198	1.8850						3	3	8			48.239		
199	1.8802						4	1	8			48.371		
200	1.8760						3	4	5			48.486		
201	1.8749						5	1	2			48.515		
202	1.8739						2	3	10			48.543		
203	1.8704	1.8710	0	1	3	11C	1	3	11		48.624	48.639	.015	1.0
204	1.8674						4	2	7			48.723		
205	1.8668						1	4	9			48.742		
206	1.8633						2	5	3			48.839		
207	1.8628						1	1	13			48.851		
208	1.8498						2	4	8			49.218		
209	1.8493						5	1	3			49.231		
210	1.8493						3	2	10			49.232		
211	1.8434						5	0	4			49.400		
212	1.8417						4	3	5			49.449		
213	1.8317						3	1	11			49.736		
214	1.8300						1	5	6			49.787		
215	1.8284						2	5	4			49.834		
216	1.8209						3	4	6			50.052		
217	1.8152						5	1	4			50.221		
218	1.8104						0	2	13			50.363		
219	1.8067						0	4	10			50.473		
220	1.8037						5	2	1			50.564		
221	1.8007						3	3	9			50.653		
222	1.8006						2	2	12			50.658		
223	1.7965						4	1	9			50.781		
224	1.7944						4	2	8			50.843		
225	1.7931						0	0	14			50.884		
226	1.7899						5	2	2			50.982		
227	1.7895						4	3	6			50.993		
228	1.7862						2	5	5			51.094		
229	1.7793						1	2	13			51.306		
230	1.7758						1	4	10			51.415		
231	1.7739						5	1	5			51.473		
232	1.7730						2	3	11			51.501		
233	1.7699						2	4	9			51.599		
234	1.7699						1	5	7			51.600		
235	1.7684						4	4	0			51.644		
236	1.7675						5	2	3			51.673		
237	1.7666	1.7658	0	2	1	13C	2	1	13	M	51.727	51.703	-.024	1.0
238	1.7641	1.7637	0	4	4	1C	4	4	1	M	51.793	51.782	-.011	1.0
239	1.7629						1	0	14			51.820		
240	1.7617						3	4	7			51.858		
241	1.7614						1	3	12			51.868		
242	1.7533						3	0	12			52.125		
243	1.7522						3	2	11			52.161		
244	1.7514						5	0	6			52.185		
245	1.7512						4	4	2			52.193		
246	1.7431						3	5	1			52.452		
247	1.7387						4	0	10			52.594		
248	1.7385						2	5	6			52.603		
249	1.7381						1	1	14			52.614		
250	1.7376						5	2	4			52.629		
251	1.7349						0	6	0			52.720		
252	1.7332						4	3	7			52.776		

REFLECTION SUMMARY for ENTIRE PATTERN:  
ESTIMATED RESOLUTION = .030 deg 2-Theta

THEORETICAL # of LINES = 252  
THEORETICAL RESOLVABLE = 206  
UNIQUE OBSERVED LINES = 44

TOTAL LINES INPUT= 44  
NUMBER INDEXED= 44

```

NUMBER UNINDEXED=      0
NUMBER FLAGGED   =      0

***** FOR INDEXED LINES *****

AVERAGE 2-Theta DIFFERENCE = .001
# with DIFF > +0.05(2-Theta) =  0
# with DIFF < -0.05(2-Theta) =  0

C/SIGMA (NON-RANDOM ERROR TEST) =  -.78

M(20) =  24.0   (DLIMIT = 3.1868,   # POSSIBLE =  39)
X(20) =   0

F(30) =  30.0   (DELTA 2-Theta = .0118,   # POSSIBLE =  85)

```

- **Entrada de datos Dicvol04 para HC-2 (ACETONITRILO)**

```

***HC-2 ACETONITRILO ***
20 2 1 1 1 1 0 0
30. 30. 30. 0. 3000. 0. 0.
0. 0. 0. 0.
0. 0. -1 1 1
6.999
11.250
12.949
14.038
17.347
18.373
18.851
19.651
20.035
20.540
21.461
22.137
23.111
23.999
24.597
25.124
26.266
27.464
27.830
28.182
28.355
29.474
30.888
31.109
33.485
34.513
38.284
39.698
40.965
42.053
50.492

```

- **Salida de datos Dicvol04 para HC-2 (ACETONITRILO)**

```

-----
| ***hc-2 Acetonitrilo *** |
-----
                                INPUT DATA
                                *****
EXPERIMENTAL                    EXPERIMENTAL
  2-THETA                        ERROR

```

```

6.999 0.030
11.250 0.030
12.949 0.030
14.038 0.030
17.347 0.030
18.373 0.030
18.851 0.030
19.651 0.030
20.035 0.030
20.540 0.030
21.461 0.030
22.137 0.030
23.111 0.030
23.999 0.030
24.597 0.030
25.124 0.030
26.266 0.030
27.464 0.030
27.830 0.030
28.182 0.030

```

\*\*\*\*\*

PARAMETER LIMITS	VOLUME LIMITS
A MAXIMUM = 30.00 A	VOLUME MINIMUM = 0.00 A**3
B MAXIMUM = 30.00 A	VOLUME MAXIMUM = 3000.00 A**3
C MAXIMUM = 30.00 A	

WAVELENGTH = 1.540598 A

LOWER FIGURE OF MERIT REQUIRED FOR PRINTED SOLUTION(S) : M( 20) = 10.0  
 MAXIMUM NUMBER OF ACCEPTED UNINDEXED LINES AMONG THE FIRST 20 INPUT LINES: (-) 1

```

*****
**
** ATTENTION : VOS DONNEES SONT-ELLES IRREPROCHABLES ? **
** WARNING : ARE YOUR DATA IRREPROACHABLE ? **
**
*****

```

>>>> SEARCH OF SOLUTIONS WITH A ZERO ERROR ON INPUT DATA = 0.045 Deg. 2Theta

>>>> Search No. 1 (1/1)

SEARCH OF ORTHORHOMBIC SOLUTION(S)  
 \*\*\*\*\*

ORTHORHOMBIC SYSTEM

DIRECT PARAMETERS : A= 25.09701 B= 10.40778 C= 9.64067 VOLUME= 2518.18  
 STANDARD DEVIATIONS : 0.00781 0.00310 0.00427  
 REFINED ZERO-POINT SHIFT : 0.0000 deg. 2-theta

H	K	L	DOBS	DCAL	DOBS-DCAL	2TH.OBS	2TH.CAL	DIF.2TH.
2	0	0	12.53918	12.54842	-0.00924	7.044	7.039	0.005
( 2	1	0)	7.82764	*****		11.295		-0.259
1	1	1	6.80772	6.80746	0.00026	12.994	12.994	0.000
4	0	0	6.28365	6.27423	0.00942	14.083	14.104	-0.021
1	2	0	5.09486	5.09549	-0.00063	17.392	17.390	0.002
0	0	2	4.81329	4.82032	-0.00703	18.418	18.391	0.027
2	2	0	4.80692	4.80692	0.00637	18.443	18.443	-0.025
4	1	1	4.69260	4.69355	-0.00096	18.896	18.892	0.004
1	2	1	4.50376	4.50495	-0.00119	19.696	19.691	0.005
2	0	2		4.49975	0.00401		19.714	-0.018

3	2	0	4.41849	4.41872	-0.00023	20.080	20.079	0.001
1	1	2	4.31122	4.30902	0.00220	20.585	20.596	-0.011
2	1	2	4.12863	4.13026	-0.00163	21.506	21.497	0.009
4	2	0	4.00431	4.00546	-0.00115	22.182	22.176	0.006
6	0	1	3.83804	3.83722	0.00082	23.156	23.161	-0.005
4	2	1	3.69826	3.69891	-0.00065	24.044	24.040	0.004
5	2	0	3.60985	3.61271	-0.00286	24.642	24.622	0.020
0	2	2	3.53545	3.53632	-0.00087	25.169	25.163	0.006
5	2	1	3.38453	3.38298	0.00155	26.311	26.323	-0.012
7	1	0		3.38979	-0.00526		26.269	0.042
1	3	1	3.23979	3.23706	0.00273	27.509	27.533	-0.024
7	1	1	3.19808	3.19787	0.00021	27.875	27.877	-0.002
2	3	1	3.15899	3.15918	-0.00019	28.227	28.225	0.002
6	0	2		3.15923	-0.00023		28.225	0.002

\* NUMBER OF LINES

.- LINES INPUT = 20  
 .- LINES INDEXED = 19  
 .- LINES CALCULATED = 70

\* MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES

<Q> = 0.4628E-04  
 <DELTA(2-THETA)> = 0.8659E-02  
 MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) = 0.4500E-01

\* FIGURES OF MERIT

1.- M( 19) = 15.5  
 2.- F( 19) = 31.3(0.0087, 70)

THE SOLUTION IS NOW USED TO TRY TO INDEX ALL INPUT 31 LINES :

=====

DIRECT PARAMETERS : A= 25.10413 B= 10.40795 C= 9.64665 VOLUME= 2520.50  
 STANDARD DEVIATIONS : 0.00585 0.00388 0.00266  
 REFINED ZERO-POINT SHIFT : -0.0053 deg. 2-theta

H	K	L	DOBS	DCAL	DOBS-DCAL	2TH.OBS	2TH.CAL	DIF.2TH.
2	0	0	12.53918	12.54265	-0.00347	7.044	7.042	0.002
(	2	1	0) 7.82764	*****		11.295		-0.255
1	1	1	6.80772	6.80702	0.00070	12.994	12.995	-0.001
4	0	0	6.28365	6.27369	0.00996	14.083	14.105	-0.022
1	2	0	5.09486	5.09410	0.00076	17.392	17.395	-0.003
0	0	2	4.81329	4.82195	-0.00866	18.418	18.385	0.033
2	2	0		4.80584	0.00745		18.447	-0.029
4	1	1	4.69260	4.69371	-0.00112	18.896	18.891	0.005
1	2	1	4.50376	4.50447	-0.00071	19.696	19.693	0.003
2	0	2		4.50116	0.00260		19.707	-0.012
3	2	0	4.41849	4.41798	0.00051	20.080	20.082	-0.002
1	1	2	4.31122	4.31012	0.00110	20.585	20.590	-0.005
2	1	2	4.12863	4.13128	-0.00265	21.506	21.492	0.014
4	2	0	4.00431	4.00503	-0.00071	22.182	22.178	0.004
6	0	1	3.83804	3.83765	0.00038	23.156	23.158	-0.002
4	2	1	3.69826	3.69885	-0.00059	24.044	24.040	0.004
5	2	0	3.60985	3.61251	-0.00266	24.642	24.624	0.018
0	2	2	3.53545	3.53680	-0.00135	25.169	25.159	0.010
5	2	1	3.38453	3.38303	0.00150	26.311	26.323	-0.012
7	1	0		3.38999	-0.00546		26.268	0.043
1	3	1	3.23979	3.23674	0.00305	27.509	27.535	-0.026
7	1	1	3.19808	3.19822	-0.00014	27.875	27.874	0.001
2	3	1	3.15899	3.15892	0.00008	28.227	28.228	-0.001
6	0	2		3.16000	-0.00101		28.218	0.009
8	0	0	3.14014	3.13744	0.00270	28.400	28.425	-0.025
6	1	2	3.02360	3.02369	-0.00008	29.519	29.518	0.001
5	2	2	2.88854	2.89135	-0.00281	30.933	30.902	0.031
8	1	1	2.86855	2.86805	0.00050	31.154	31.159	-0.006
2	2	3	2.67051	2.67233	-0.00182	33.530	33.506	0.023
3	3	2		2.66889	0.00162		33.551	-0.021
6	3	0		2.67024	0.00027		33.533	-0.004
9	1	1	2.59338	2.59457	-0.00119	34.558	34.542	0.016
0	1	4	2.34646	2.34910	-0.00264	38.329	38.284	0.045

1	3	3		2.34770	-0.00124		38.308	0.021
8	2	2		2.34720	-0.00073		38.316	0.012
(	3	3	3)	2.26618	*****	39.743		-0.063
4	1	4		2.19904	2.20003	-0.00099	41.010	40.991
10	2	1			2.20114	-0.00210		40.969
(	4	4	2)	2.14469	*****	42.098		-0.130
1	2	5		1.80457	1.80415	0.00042	50.537	50.549

\* NUMBER OF LINES

.- LINES INPUT = 31  
.- LINES INDEXED = 28  
.- LINES CALCULATED = 300

\* AVERAGE 2-Theta DIFFERENCE FOR INDEXED LINES = -0.0004

\* MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES

<Q> = 0.6965E-04

<DELTA(2-THETA)> = 0.1040E-01

MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) = 0.4500E-01

\* FIGURES OF MERIT

1.- M( 20) = 13.4  
2.- F( 20) = 29.6(0.0095, 71)  
3.- F( 28) = 9.0(0.0104, 300)

-----

ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :

588    189    8    4    1    2    1

END OF SEARCH FOR ORTHORHOMBIC SOLUTION(S)

--- T O T A L    CALCULATION TIME :    0.140 SEC

DICVOL04 : USEFUL REFERENCES

- 
- \* BOULTIF, A. & LOUER, D. (2004). J. APPL. CRYST. 37, 724-731.
  - \* LOUER, D. & LOUER, M. (1972). J. APPL. CRYST. 5, 271-275.
  - \* BOULTIF, A. & LOUER, D. (1991). J. APPL. CRYST. 24, 987-993.

## Anexo C. Salida de datos para el cálculo del grupo espacial mediante el programa Chekcell.

- **Salida de datos Chekcell para HC-2 (n-HEXANO)**

```
Best estimated group(s):
PBCA      0.25005      49      263      abc
PBCA      0.25005      49      263      cab
PBCA      0.25005      49      263      bca
PBCA      0.25005      49      263      a-cb
PBCA      0.25005      49      263      ba-c
PBCA      0.25005      49      263      -cba
```

- **Salida de datos Chekcell para HC-2 (ETANOL-1)**

```
Best estimated group(s):
PBCA      0.01136      22      88      abc
PBCA      0.01136      22      88      cab
PBCA      0.01136      22      88      bca
PBCA      0.01136      22      88      a-cb
PBCA      0.01136      22      88      ba-c
PBCA      0.01136      22      88      -cba
```

- **Salida de datos Chekcell para HC-2 (METANOL)**

```
Best estimated group(s):
PBCA      0.01136      22      88      abc
PBCA      0.01136      22      88      cab
PBCA      0.01136      22      88      bca
PBCA      0.01136      22      88      a-cb
PBCA      0.01136      22      88      ba-c
PBCA      0.01136      22      88      -cba
```

- **Salida de datos Chekcell para HC-2 (ACETONITRILO)**

```
Best estimated group(s):
PBCA      0.07309      31      246      abc
PBCA      0.07309      31      246      cab
PBCA      0.07309      31      246      bca
PBCA      0.07309      31      246      a-cb
PBCA      0.07309      31      246      ba-c
PBCA      0.07309      31      246      -cba
```

## Anexo D. Salida de Datos del Refinamiento.

### • Refinamiento para HC-2 en n-hexano

```

JCPCDS - ICDD  ** Edit Aids PC-90 **      Revision pc      90/02/28

Numerical Analysis Run

PARAMETERS as INPUT:
  IJOB  =    0          INCODN =    0          IBK    =    0
  IWHO  =    0          IOUT   =    2          IINPUT =    0
  IFRMT =    0          ITHMX  =    0          ICOL   =    0
  IXCD  =    0          IXPD   =    0          IPHKL  =    0
  IDOLSQ =    1

.....

*** ORTHORHOMBIC***          ***          :6/ 5/27      23:50:13

0.....1.....2.....3.....4.....5.....6.....7.
9.63360 10.40209 25.09354

Pbca      61A      4          OE A          2514.61      CELL 1
Pcab      61B      4          2514.61      ESDS 2
O
hexa27.dat
T-2      1.00      .00      .00 / .00      1.00      .00 / .00      .00      1.00      MATX
1.00:    .00      1.00      .00 / .00      .00      1.00 / 1.00      .00      .00      MATX C
INV      .00      .00      1.00 / 1.00      .00      .00 / .00      1.00      .00      MATX
          9.634    10.402    25.094    90.00    90.00    90.00    2514.61      C-IN
          9.634    10.402    25.094    90.00    90.00    90.00    2514.61      32      C-RD D
          10.402    25.094    9.634    90.00    90.00    90.00    .4145    .3839      C-CD E
          92.806    108.203    629.686    .000    .000    .000
          1.5406          2          PDF1 F
          0.05          PDF2 G
          :6/ 5/27      0      0      pc      90/02/28      HIST K
          A          B          C          Alpha      Beta          Gamma      VOLUME
RECIPROCAL CELL
.10380E+00 .96135E-01 .39851E-01  89.99999  89.99999  89.99999 .397676E-03
DIRECT CELL
9.633600 10.402090 25.093540  90.00000  90.00000  90.00000 .251461E+04
1-THETA ANGLES      THTMX = 20.0  NCYC = 2  TOLMN = .0250  TOLMX = .1000
THEMX = 29.3  DMIN = 1.573492  LAMBDA =1.5406000
6 CONDITIONS for NON-EXTINCTION requested
OKL      K = 2n
HOL      L = 2n
HK0      H = 2n
H00      H = 2n
OK0      K = 2n
OOL      L = 2n

Cycle 1  hexa27.dat
2-Theta TOLERANCE = .20000
N  H  K  L  D calc  D obs  Lambda  2-é calc  2-é obs  2-é DIFF  WT
1  0  0  2  12.54677  12.56583  1.540600  7.03969  7.02900  .01069  1.00
2  1  0  2  7.64105  7.65801  1.540600  11.57172  11.54600  .02572  1.00
3  1  1  1  6.80334  6.81397  1.540600  13.00238  12.98200  .02038  1.00
4  0  0  4  6.27339  6.28586  1.540600  14.10613  14.07800  .02813  1.00
5  0  2  1  5.09280  5.09805  1.540600  17.39905  17.38100  .01805  1.00
6  1  1  4  4.69186  4.70394  1.540600  18.89895  18.85000  .04895  1.00
7  0  2  3  4.41682  4.42110  1.540600  20.08766  20.06800  .01966  1.00
8  0  0  6  4.18226  4.17739  1.540600  21.22699  21.25200  -.02501  1.00
9  1  2  4  3.69732  3.69993  1.540600  24.05020  24.03300  .01720  1.00
10 2  2  0  3.53403  3.53835  1.540600  25.17921  25.14800  .03121  1.00

```

11 1 1 7 3.19710 3.20202 1.540600 27.88372 27.84000 .04372 1.00  
 LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .04895 for OBS 6  
 STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .02026 with DEGREES of FREEDOM 8

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10355E+00	.96055E-01	.39820E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.396068E-03
R C CORRECTIONS						
-.25321E-03	-.79564E-04	-.31030E-04	.0000	.0000	.0000	*****
DIRECT CELL						
9.657158	10.410710	25.113100	90.0000	90.0000	90.0000	2524.816000
D C CORRECTIONS						
.023558	.008616	.019556	.0000	.0000	.0000	10.203130

Cycle 2 hexa27.dat

2-Theta TOLERANCE = .05000

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.55655	12.56583	1.540600	7.03421	7.02900	.00521	1.00
2	1	0	2	7.65500	7.65801	1.540600	11.55055	11.54600	.00455	1.00
3	1	1	1	6.81443	6.81397	1.540600	12.98112	12.98200	-.00088	1.00
4	0	0	4	6.27827	6.28586	1.540600	14.09509	14.07800	.01709	1.00
5	0	2	1	5.09701	5.09805	1.540600	17.38457	17.38100	.00357	1.00
6	2	0	0	4.82858	4.82185	1.540600	18.35916	18.38500	-.02584	1.00
7	1	1	4	4.69742	4.70394	1.540600	18.87640	18.85000	.02640	1.00
8	0	2	3	4.42042	4.42110	1.540600	20.07114	20.06800	.00314	1.00
9	0	0	6	4.18552	4.17739	1.540600	21.21027	21.25200	-.04173	1.00
10	2	1	2	4.13592	4.13033	1.540600	21.46761	21.49700	-.02939	1.00
11	1	1	5	4.09651	4.09215	1.540600	21.67661	21.70000	-.02339	1.00
12	0	2	4	4.00718	4.00235	1.540600	22.16589	22.19300	-.02711	1.00
13	1	0	6	3.84034	3.84262	1.540600	23.14193	23.12800	.01393	1.00
14	1	2	4	3.70120	3.69993	1.540600	24.02463	24.03300	-.00838	1.00
15	0	2	5	3.61440	3.62142	1.540600	24.61046	24.56200	.04846	1.00
16	2	2	0	3.54003	3.53835	1.540600	25.13584	25.14800	-.01216	1.00
17	1	2	5	3.38508	3.38541	1.540600	26.30661	26.30400	.00261	1.00
18	1	3	1	3.23851	3.23737	1.540600	27.52006	27.53000	-.00994	1.00
19	1	1	7	3.20019	3.20202	1.540600	27.85624	27.84000	.01624	1.00
20	0	0	8	3.13914	3.14350	1.540600	28.40928	28.36900	.04029	1.00
21	1	3	3	3.04245	3.04012	1.540600	29.33203	29.35500	-.02297	1.00
22	2	1	6	3.02614	3.02591	1.540600	29.49364	29.49600	-.00236	1.00
23	1	2	7	2.82476	2.82489	1.540600	31.64943	31.64800	.00142	1.00
24	3	1	5	2.62278	2.62053	1.540600	34.15875	34.18900	-.03025	1.00
25	1	1	9	2.59601	2.59637	1.540600	34.52201	34.51700	.00502	1.00
26	1	4	1	2.50052	2.50074	1.540600	35.88419	35.88100	.00319	1.00
27	0	4	3	2.48532	2.48474	1.540600	36.11120	36.12000	-.00880	1.00
28	3	3	3	2.27148	2.26935	1.540600	39.64637	39.68500	-.03863	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .04846 for OBS 15  
 STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01895 with DEGREES of FREEDOM 25

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10369E+00	.96071E-01	.39798E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.396474E-03
R C CORRECTIONS						
.14473E-03	.15744E-04	-.21400E-04	.0000	.0000	.0000	.405387E-06
DIRECT CELL						
9.643679	10.409000	25.126600	90.0000	90.0000	90.0000	2522.235000
D C CORRECTIONS						
-.013479	-.001706	.013504	.0000	.0000	.0000	-2.581543

Cycle 3 hexa27.dat

2-Theta TOLERANCE = .05000

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.56330	12.56583	1.540600	7.03042	7.02900	.00142	1.00
2	1	0	2	7.64981	7.65801	1.540600	11.55842	11.54600	.01242	1.00
3	1	1	1	6.80948	6.81397	1.540600	12.99060	12.98200	.00860	1.00
4	0	0	4	6.28165	6.28586	1.540600	14.08748	14.07800	.00948	1.00
5	0	2	1	5.09632	5.09805	1.540600	17.38694	17.38100	.00594	1.00
6	2	0	0	4.82184	4.82185	1.540600	18.38504	18.38500	.00004	1.00
7	1	1	4	4.69712	4.70394	1.540600	18.87761	18.85000	.02761	1.00

8	0	2	3	4.42056	4.42110	1.540600	20.07050	20.06800	.00250	1.00
9	2	1	2	4.13182	4.13033	1.540600	21.48919	21.49700	-.00781	1.00
10	1	1	5	4.09684	4.09215	1.540600	21.67485	21.70000	-.02515	1.00
11	0	2	4	4.00767	4.00235	1.540600	22.16316	22.19300	-.02984	1.00
12	1	0	6	3.84122	3.84262	1.540600	23.13650	23.12800	.00850	1.00
13	1	2	4	3.70082	3.69993	1.540600	24.02710	24.03300	-.00590	1.00
14	0	2	5	3.61512	3.62142	1.540600	24.60548	24.56200	.04348	1.00
15	2	1	4	3.59019	3.58436	1.540600	24.77907	24.82000	-.04093	1.00
16	2	2	0	3.53711	3.53835	1.540600	25.15697	25.14800	.00897	1.00
17	1	2	5	3.38509	3.38541	1.540600	26.30653	26.30400	.00253	1.00
18	1	3	1	3.23757	3.23737	1.540600	27.52823	27.53000	-.00177	1.00
19	1	1	7	3.20102	3.20202	1.540600	27.84890	27.84000	.00890	1.00
20	0	0	8	3.14083	3.14350	1.540600	28.39369	28.36900	.02469	1.00
21	1	3	3	3.04186	3.04012	1.540600	29.33784	29.35500	-.01715	1.00
22	2	1	6	3.02529	3.02591	1.540600	29.50215	29.49600	.00615	1.00
23	3	0	4	2.86163	2.86595	1.540600	31.23125	31.18300	.04825	1.00
24	1	2	7	2.82523	2.82489	1.540600	31.64406	31.64800	-.00394	1.00
25	3	1	5	2.62070	2.62053	1.540600	34.18665	34.18900	-.00235	1.00
26	0	0	10	2.51266	2.51103	1.540600	35.70499	35.72900	-.02401	1.00
27	1	4	1	2.49992	2.50074	1.540600	35.89308	35.88100	.01208	1.00
28	0	4	3	2.48507	2.48474	1.540600	36.11501	36.12000	-.00499	1.00
29	4	0	0	2.41092	2.41179	1.540600	37.26594	37.25200	.01394	1.00
30	3	3	3	2.26983	2.26935	1.540600	39.67640	39.68500	-.00861	1.00
31	4	1	4	2.19999	2.19899	1.540600	40.99159	41.01100	-.01941	1.00
32	2	4	4	2.15153	2.15025	1.540600	41.95791	41.98400	-.02609	1.00
33	3	3	5	2.13474	2.13328	1.540600	42.30368	42.33400	-.03032	1.00
34	2	3	8	2.09681	2.09633	1.540600	43.10668	43.11700	-.01032	1.00
35	1	5	1	2.02828	2.02721	1.540600	44.64000	44.66500	-.02501	1.00
36	1	3	11	1.87162	1.87060	1.540600	48.60683	48.63500	-.02817	1.00
37	3	4	6	1.82129	1.82044	1.540600	50.04090	50.06600	-.02510	1.00
38	1	4	10	1.77662	1.77734	1.540600	51.38935	51.36700	.02235	1.00
39	5	3	5	1.59825	1.59839	1.540600	57.62750	57.62200	.00550	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .04825 for OBS 23  
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .02010 with DEGREES of FREEDOM 36

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10369E+00	.96102E-01	.39797E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.396575E-03
R C CORRECTIONS						
-.34956E-05	.31286E-04	-.14456E-05	.0000	.0000	.0000	.101369E-06
DIRECT CELL						
9.644003	10.405610	25.127510	90.0000	90.0000	90.0000	2521.590000
D C CORRECTIONS						
.000324	-.003389	.000912	.0000	.0000	.0000	-.644775

Cycle 4 hexa27.dat

2-Theta TOLERANCE = .05000

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.56376	12.56583	1.540600	7.03016	7.02900	.00116	1.00
2	1	0	2	7.65007	7.65801	1.540600	11.55802	11.54600	.01202	1.00
3	1	1	1	6.80866	6.81397	1.540600	12.99216	12.98200	.01016	1.00
4	0	0	4	6.28188	6.28586	1.540600	14.08696	14.07800	.00896	1.00
5	0	2	1	5.09474	5.09805	1.540600	17.39239	17.38100	.01138	1.00
6	2	0	0	4.82200	4.82185	1.540600	18.38441	18.38500	-.00059	1.00
7	1	1	4	4.69694	4.70394	1.540600	18.87833	18.85000	.02833	1.00
8	0	2	3	4.41956	4.42110	1.540600	20.07506	20.06800	.00706	1.00
9	2	1	2	4.13172	4.13033	1.540600	21.48968	21.49700	-.00732	1.00
10	1	1	5	4.09676	4.09215	1.540600	21.67529	21.70000	-.02471	1.00
11	0	2	4	4.00696	4.00235	1.540600	22.16716	22.19300	-.02584	1.00
12	1	0	6	3.84136	3.84262	1.540600	23.13566	23.12800	.00766	1.00
13	1	2	4	3.70028	3.69993	1.540600	24.03069	24.03300	-.00231	1.00
14	0	2	5	3.61462	3.62142	1.540600	24.60893	24.56200	.04693	1.00
15	2	1	4	3.59016	3.58436	1.540600	24.77928	24.82000	-.04072	1.00
16	2	2	0	3.53664	3.53835	1.540600	25.16036	25.14800	.01236	1.00
17	1	2	5	3.38469	3.38541	1.540600	26.30967	26.30400	.00567	1.00
18	1	3	1	3.23667	3.23737	1.540600	27.53606	27.53000	.00606	1.00
19	1	1	7	3.20102	3.20202	1.540600	27.84884	27.84000	.00884	1.00
20	0	0	8	3.14094	3.14350	1.540600	28.39264	28.36900	.02364	1.00

21	1	3	3	3.04112	3.04012	1.540600	29.34511	29.35500	-.00989	1.00
22	2	1	6	3.02531	3.02591	1.540600	29.50201	29.49600	.00601	1.00
23	3	0	4	2.86173	2.86595	1.540600	31.23015	31.18300	.04715	1.00
24	1	2	7	2.82503	2.82489	1.540600	31.64635	31.64800	-.00165	1.00
25	3	1	5	2.62073	2.62053	1.540600	34.18623	34.18900	-.00277	1.00
26	0	0	10	2.51275	2.51103	1.540600	35.70365	35.72900	-.02535	1.00
27	1	4	1	2.49918	2.50074	1.540600	35.90414	35.88100	.02314	1.00
28	0	4	3	2.48434	2.48474	1.540600	36.12599	36.12000	.00599	1.00
29	3	3	3	2.26955	2.26935	1.540600	39.68135	39.68500	-.00365	1.00
30	4	1	4	2.20003	2.19899	1.540600	40.99082	41.01100	-.02018	1.00
31	2	4	4	2.15107	2.15025	1.540600	41.96721	41.98400	-.01679	1.00
32	3	3	5	2.13452	2.13328	1.540600	42.30820	42.33400	-.02580	1.00
33	2	3	8	2.09661	2.09633	1.540600	43.11104	43.11700	-.00596	1.00
34	1	5	1	2.02766	2.02721	1.540600	44.65445	44.66500	-.01055	1.00
35	1	3	11	1.87149	1.87060	1.540600	48.61040	48.63500	-.02459	1.00
36	3	4	6	1.82103	1.82044	1.540600	50.04848	50.06600	-.01752	1.00
37	1	4	10	1.77639	1.77734	1.540600	51.39666	51.36700	.02966	1.00
38	5	3	5	1.59818	1.59839	1.540600	57.63017	57.62200	.00817	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .04715 for OBS 23  
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .02024 with DEGREES of FREEDOM 35

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10370E+00	.96100E-01	.39796E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.396594E-03
R C CORRECTIONS						
.88047E-05-	.18908E-05-	.66462E-06	.0000	.0000	.0000	.192376E-07
DIRECT CELL						
9.643185	10.405820	25.127930	90.0000	90.0000	90.0000	2521.468000
D C CORRECTIONS						
-.000818	.000206	.000420	.0000	.0000	.0000	-.122314

Cycle 5 hexa27.dat  
2-Theta TOLERANCE = .05000

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.56397	12.56583	1.540600	7.03005	7.02900	.00105	1.00
2	1	0	2	7.64971	7.65801	1.540600	11.55857	11.54600	.01257	1.00
3	1	1	1	6.80844	6.81397	1.540600	12.99259	12.98200	.01059	1.00
4	0	0	4	6.28198	6.28586	1.540600	14.08673	14.07800	.00873	1.00
5	0	2	1	5.09484	5.09805	1.540600	17.39204	17.38100	.01104	1.00
6	2	0	0	4.82159	4.82185	1.540600	18.38599	18.38500	.00099	1.00
7	1	1	4	4.69691	4.70394	1.540600	18.87847	18.85000	.02847	1.00
8	0	2	3	4.41965	4.42110	1.540600	20.07467	20.06800	.00667	1.00
9	2	1	2	4.13149	4.13033	1.540600	21.49093	21.49700	-.00607	1.00
10	1	1	5	4.09675	4.09215	1.540600	21.67532	21.70000	-.02468	1.00
11	0	2	4	4.00703	4.00235	1.540600	22.16674	22.19300	-.02626	1.00
12	1	0	6	3.84136	3.84262	1.540600	23.13565	23.12800	.00765	1.00
13	1	2	4	3.70029	3.69993	1.540600	24.03061	24.03300	-.00239	1.00
14	0	2	5	3.61469	3.62142	1.540600	24.60848	24.56200	.04648	1.00
15	2	1	4	3.59002	3.58436	1.540600	24.78027	24.82000	-.03973	1.00
16	2	2	0	3.53651	3.53835	1.540600	25.16129	25.14800	.01329	1.00
17	1	2	5	3.38471	3.38541	1.540600	26.30952	26.30400	.00552	1.00
18	1	3	1	3.23669	3.23737	1.540600	27.53584	27.53000	.00584	1.00
19	1	1	7	3.20104	3.20202	1.540600	27.84868	27.84000	.00868	1.00
20	0	0	8	3.14099	3.14350	1.540600	28.39216	28.36900	.02316	1.00
21	1	3	3	3.04115	3.04012	1.540600	29.34484	29.35500	-.01016	1.00
22	2	1	6	3.02524	3.02591	1.540600	29.50271	29.49600	.00671	1.00
23	3	0	4	2.86154	2.86595	1.540600	31.23220	31.18300	.04920	1.00
24	1	2	7	2.82506	2.82489	1.540600	31.64606	31.64800	-.00194	1.00
25	3	1	5	2.62060	2.62053	1.540600	34.18802	34.18900	-.00098	1.00
26	0	0	10	2.51279	2.51103	1.540600	35.70304	35.72900	-.02596	1.00
27	1	4	1	2.49921	2.50074	1.540600	35.90367	35.88100	.02267	1.00
28	0	4	3	2.48439	2.48474	1.540600	36.12526	36.12000	.00526	1.00
29	3	3	3	2.26948	2.26935	1.540600	39.68270	39.68500	-.00230	1.00
30	4	1	4	2.19988	2.19899	1.540600	40.99373	41.01100	-.01727	1.00
31	2	4	4	2.15107	2.15025	1.540600	41.96728	41.98400	-.01672	1.00
32	3	3	5	2.13446	2.13328	1.540600	42.30939	42.33400	-.02460	1.00
33	2	3	8	2.09661	2.09633	1.540600	43.11111	43.11700	-.00589	1.00
34	1	5	1	2.02769	2.02721	1.540600	44.65374	44.66500	-.01126	1.00

35 1 3 11 1.87152 1.87060 1.540600 48.60970 48.63500 -.02530 1.00  
 36 3 4 6 1.82101 1.82044 1.540600 50.04926 50.06600 -.01674 1.00  
 37 1 4 10 1.77641 1.77734 1.540600 51.39585 51.36700 .02885 1.00  
 38 5 3 5 1.59810 1.59839 1.540600 57.63348 57.62200 .01148 1.00  
 LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .04920 for OBS 23  
 STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .02024 with DEGREES of FREEDOM 35

	A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL	.10370E+00	.96100E-01	.39796E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.396594E-03
R C STNDRD ERRS	.27686E-04	.21606E-04	.10202E-04	.0000	.0000	.0000	
R C CORRECTIONS	-.78740E-08	.19395E-09	-.33565E-08	.0000	.0000	.0000	*****
DIRECT CELL	9.643186	10.405820	25.127930	90.0000	90.0000	90.0000	2521.468000
D C STNDRD ERRS	.002575	.002339	.006442	.0000	.0000	.0000	.755335
D C CORRECTIONS	.000001	.000000	.000002	.0000	.0000	.0000	.000488

DIRECT CELL VARIANCE-COVARIANCE MATRIX							ROW
.662823E-05	-.166034E-05	-.340916E-05	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	1
-.166034E-05	.547316E-05	-.478226E-05	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	2
-.340916E-05	-.478226E-05	.414983E-04	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	3
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	4
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	5
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	6

DIRECT CELL	CORRELATION			MATRIX			ROW
1.000000	-.275664	-.205558	.000000	.000000	.000000	.000000	1
-.275664	1.000000	-.317321	.000000	.000000	.000000	.000000	2
-.205558	-.317321	1.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	3
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	4
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	5
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	6

N	D	calc	D obs	INT	<AUTHOR >			<PROGRAM>			OBS	CALC	DIFF	FINL	WT
					H	K	L	H	K	L					
1	12.5640	12.5658	0	0	0	2C	0	0	2	7.029	7.030	.001	1.0		
2	7.6497	7.6580	0	1	0	2C	1	0	2	11.546	11.559	.013	1.0		
3	6.8084	6.8140	0	1	1	1C	1	1	1	12.982	12.993	.011	1.0		
4	6.2820	6.2859	0	0	0	4C	0	0	4	14.078	14.087	.009	1.0		
5	6.1635						1	1	2		14.359				
6	5.4040						1	1	3		16.390				
7	5.2636						1	0	4		16.830				
8	5.2029						0	2	0		17.028				
9	5.0948	5.0981	0	0	2	1C	0	2	1	17.381	17.392	.011	1.0		
10	4.8216	4.8218	0	2	0	0C	2	0	0	18.385	18.386	.001	1.0		
11	4.8070						0	2	2		18.442				
12	4.6969	4.7039	0	1	1	4C	1	1	4	18.850	18.878	.028	1.0		
13	4.5048	4.5069	0	1	2	1C	1	2	1 M	19.682	19.692	.010	1.0		
14	4.5015						2	0	2		19.706				
15	4.4196	4.4211	0	0	2	3C	0	2	3	20.068	20.075	.007	1.0		
16	4.3748						2	1	0		20.283				
17	4.3099	4.3102	0	2	1	1C	2	1	1 M	20.590	20.591	.001	1.0		
18	4.3021						1	2	2		20.629				
19	4.1880	4.1774	0	0	0	6C	0	0	6 R	21.252	21.198	-.054	1.0		
20	4.1315	4.1303	0	2	1	2C	2	1	2	21.497	21.491	-.006	1.0		
21	4.0968	4.0921	0	1	1	5C	1	1	5	21.700	21.675	-.025	1.0		
22	4.0178						1	2	3		22.107				
23	4.0070	4.0023	0	0	2	4C	0	2	4	22.193	22.167	-.026	1.0		
24	3.8777						2	1	3		22.916				
25	3.8414	3.8426	0	1	0	6C	1	0	6	23.128	23.136	.008	1.0		
26	3.8249						2	0	4		23.237				
27	3.7003	3.6999	0	1	2	4C	1	2	4	24.033	24.031	-.002	1.0		
28	3.6147	3.6214	0	0	2	5C	0	2	5	24.562	24.608	.046	1.0		
29	3.6037						1	1	6		24.685				

30	3.5900	3.5844	0	2	1	4C	2	1	4	24.820	24.780	-.040	1.0
31	3.5365	3.5383	0	2	2	0C	2	2	0	25.148	25.161	.013	1.0
32	3.5020						2	2	1		25.413		
33	3.4042						2	2	2		26.156		
34	3.3847	3.3854	0	1	2	5C	1	2	5	26.304	26.310	.006	1.0
35	3.2997						2	1	5		27.000		
36	3.2624						0	2	6		27.315		
37	3.2580	3.2563	0	2	2	3C	2	2	3 M	27.367	27.352	-.015	1.0
38	3.2367	3.2374	0	1	3	1C	1	3	1	27.530	27.536	.006	1.0
39	3.2010	3.2020	0	1	1	7C	1	1	7	27.840	27.849	.009	1.0
40	3.1618	3.1617	0	2	0	6C	2	0	6 M	28.202	28.201	-.001	1.0
41	3.1590						1	3	2		28.227		
42	3.1410	3.1435	0	0	0	8C	0	0	8	28.369	28.392	.023	1.0
43	3.1141						3	0	2		28.643		
44	3.0903						1	2	6		28.867		
45	3.0817						2	2	4		28.950		
46	3.0485						3	1	1		29.272		
47	3.0412	3.0401	0	1	3	3C	1	3	3	29.355	29.345	-.010	1.0
48	3.0252	3.0259	0	2	1	6C	2	1	6	29.496	29.503	.007	1.0
49	2.9866						1	0	8		29.894		
50	2.9834						3	1	2		29.926		
51	2.9547						0	2	7		30.224		
52	2.8963	2.8944	0	1	3	4C	1	3	4 M	30.869	30.848	-.021	1.0
53	2.8922						2	2	5		30.893		
54	2.8835						3	1	3		30.989		
55	2.8707						1	1	8		31.130		
56	2.8615	2.8659	0	3	0	4C	3	0	4	31.183	31.232	.049	1.0
57	2.8251	2.8249	0	1	2	7C	1	2	7	31.648	31.646	-.002	1.0
58	2.8157						2	3	0		31.754		
59	2.7982						2	3	1		31.958		
60	2.7751						2	1	7		32.232		
61	2.7591						3	1	4		32.423		
62	2.7476	2.7434	0	2	3	2C	2	3	2 R	32.614	32.563	-.051	1.0
63	2.7373						1	3	5		32.689		
64	2.7186						3	2	1		32.920		
65	2.7020						2	2	6		33.128		
66	2.6890	2.6951	0	0	2	8C	0	2	8 R	33.215	33.293	.078	1.0
67	2.6720	2.6717	0	3	2	2C	3	2	2 M	33.514	33.510	-.004	1.0
68	2.6689						2	3	3		33.550		
69	2.6318						2	0	8		34.038		
70	2.6206	2.6205	0	3	1	5C	3	1	5	34.189	34.188	-.001	1.0
71	2.6015						0	4	0		34.447		
72	2.5996						3	2	3		34.473		
73	2.5970	2.5964	0	1	1	9C	1	1	9 M	34.517	34.509	-.008	1.0
74	2.5902						1	2	8		34.602		
75	2.5876						0	4	1		34.637		
76	2.5744						1	3	6		34.821		
77	2.5694						2	3	4		34.891		
78	2.5515						2	1	8		35.144		
79	2.5499						3	0	6		35.166		
80	2.5474						0	4	2		35.202		
81	2.5193						2	2	7		35.608		
82	2.5128	2.5110	0	0	0	10C	0	0	10	35.729	35.703	-.026	1.0
83	2.5073						3	2	4		35.783		
84	2.4992	2.5007	0	1	4	1C	1	4	1	35.881	35.904	.023	1.0
85	2.4844	2.4847	0	0	4	3C	0	4	3	36.120	36.125	.005	1.0
86	2.4766	2.4730	0	3	1	6C	3	1	6 R	36.297	36.242	-.055	1.0
87	2.4629						1	4	2		36.451		
88	2.4602	2.4589	0	0	2	9C	0	2	9 M	36.513	36.494	-.019	1.0
89	2.4564						2	3	5		36.551		
90	2.4316						1	0	10		36.938		
91	2.4149						1	3	7		37.202		
92	2.4108	2.4118	0	4	0	0C	4	0	0 M	37.252	37.268	.016	1.0
93	2.4058						1	4	3		37.348		
94	2.4035						0	4	4		37.385		
95	2.4020	2.4023	0	3	2	5C	3	2	5 M	37.405	37.409	.004	1.0
96	2.3838						1	2	9		37.706		
97	2.3678						1	1	10		37.970		

98	2.3676						4	0	2				37.974		
99	2.3535						2	1	9				38.209		
100	2.3486						4	1	0				38.293		
101	2.3485						2	2	8				38.295		
102	2.3474	2.3466	0	3	3	1C	3	3	1	M	38.326	38.314	-0.012	1.0	
103	2.3384						4	1	1				38.466		
104	2.3367						2	3	6				38.496		
105	2.3337						3	1	7				38.548		
106	2.3322						1	4	4				38.573		
107	2.3172						3	3	2				38.832		
108	2.3103						0	4	5				38.953		
109	2.3086						4	1	2				38.983		
110	2.2897						3	2	6				39.318		
111	2.2895						2	4	0				39.322		
112	2.2800						2	4	1				39.491		
113	2.2695	2.2694	0	3	3	3C	3	3	3		39.685	39.683	-0.002	1.0	
114	2.2632						1	3	8				39.797		
115	2.2627						0	2	10				39.806		
116	2.2614	2.2590	0	4	1	3C	4	1	3	M	39.875	39.831	-0.044	1.0	
117	2.2524						2	4	2				39.997		
118	2.2507						4	0	4				40.027		
119	2.2467						1	4	5				40.102		
120	2.2465						3	0	8				40.106		
121	2.2283						2	0	10				40.447		
122	2.2155						2	3	7				40.692		
123	2.2098	2.2121	0	0	4	6C	0	4	6	M	40.757	40.801	.044	1.0	
124	2.2085						2	4	3				40.827		
125	2.2073						3	3	4				40.849		
126	2.2029						1	2	10				40.935		
127	2.1999	2.1990	0	4	1	4C	4	1	4		41.011	40.994	-0.017	1.0	
128	2.1959						3	1	8				41.071		
129	2.1914						2	2	9				41.160		
130	2.1874						4	2	0				41.238		
131	2.1791						4	2	1				41.401		
132	2.1789						2	1	10				41.406		
133	2.1753						3	2	7				41.478		
134	2.1738						1	1	11				41.508		
135	2.1550						4	2	2				41.888		
136	2.1540						1	4	6				41.908		
137	2.1511	2.1502	0	2	4	4C	2	4	4		41.984	41.967	-0.017	1.0	
138	2.1345	2.1333	0	3	3	5C	3	3	5		42.334	42.309	-0.025	1.0	
139	2.1277						4	1	5				42.450		
140	2.1216						1	3	9				42.577		
141	2.1164						4	2	3				42.688		
142	2.1065						0	4	7				42.899		
143	2.0966	2.0963	0	2	3	8C	2	3	8		43.117	43.111	-0.006	1.0	
144	2.0940						0	0	12				43.168		
145	2.0916						0	2	11				43.219		
146	2.0894						4	0	6				43.268		
147	2.0835						2	4	5				43.397		
148	2.0659						3	1	9				43.784		
149	2.0657						4	2	4				43.788		
150	2.0625						3	2	8				43.861		
151	2.0579						1	4	7				43.963		
152	2.0545						3	3	6				44.041		
153	2.0485						4	1	6				44.177		
154	2.0484						2	2	10				44.179		
155	2.0463						1	0	12				44.226		
156	2.0441	2.0449	0	1	2	11C	1	2	11	M	44.258	44.276	.018	1.0	
157	2.0277	2.0272	0	1	5	1C	1	5	1		44.665	44.654	-0.011	1.0	
158	2.0249						2	1	11				44.718		
159	2.0157						3	4	1				44.935		
160	2.0089						2	4	6				45.095		
161	2.0082						1	5	2				45.112		
162	2.0079	2.0076	0	1	1	12C	1	1	12	M	45.126	45.119	-0.007	1.0	
163	2.0056						4	2	5				45.171		
164	2.0035						0	4	8				45.222		
165	1.9965						3	4	2				45.390		

166	1.9911								1	3	10					45.521		
167	1.9826								2	3	9					45.727		
168	1.9797								3	0	10					45.797		
169	1.9796								4	3	0					45.799		
170	1.9769								1	5	3					45.867		
171	1.9735								4	3	1					45.949		
172	1.9706								3	3	7					46.020		
173	1.9657								3	4	3					46.142		
174	1.9653								4	1	7					46.151		
175	1.9616								1	4	8					46.243		
176	1.9555								4	3	2					46.397		
177	1.9536								3	2	9					46.444		
178	1.9448								3	1	10					46.667		
179	1.9426								0	2	12					46.724		
180	1.9389								4	2	6					46.818		
181	1.9354								1	5	4					46.908		
182	1.9303								2	4	7					47.039		
183	1.9265								4	3	3					47.136		
184	1.9249								3	4	4					47.178		
185	1.9207								2	0	12					47.288		
186	1.9189								2	2	11					47.336		
187	1.9124								4	0	8					47.505		
188	1.9108								2	5	0					47.549		
189	1.9063								5	0	2					47.667		
190	1.9053								2	5	1					47.695		
191	1.9043								1	2	12					47.720		
192	1.9033								0	4	9					47.747		
193	1.8910								5	1	1					48.078		
194	1.8890								2	5	2					48.130		
195	1.8888								2	1	12					48.137		
196	1.8881	1.8879	0	4	3	4C			4	3	4	M	48.162		48.156	-.006	1.0	
197	1.8857								1	5	5					48.221		
198	1.8856								3	3	8					48.224		
199	1.8809								4	1	8					48.351		
200	1.8760								3	4	5					48.486		
201	1.8751								5	1	2					48.511		
202	1.8748								2	3	10					48.519		
203	1.8715	1.8706	0	1	3	11C			1	3	11		48.635		48.610	-.025	1.0	
204	1.8679								4	2	7					48.709		
205	1.8673								1	4	9					48.727		
206	1.8645								1	1	13					48.803		
207	1.8629								2	5	3					48.849		
208	1.8503								3	2	10					49.205		
209	1.8501								2	4	8					49.208		
210	1.8495								5	1	3					49.226		
211	1.8437								5	0	4					49.392		
212	1.8419								4	3	5					49.444		
213	1.8329								3	1	11					49.702		
214	1.8299								1	5	6					49.790		
215	1.8281								2	5	4					49.843		
216	1.8210	1.8204	0	3	4	6C			3	4	6		50.066		50.049	-.017	1.0	
217	1.8154								5	1	4					50.214		
218	1.8119								0	2	13					50.318		
219	1.8073								0	4	10					50.454		
220	1.8037								5	2	1					50.562		
221	1.8018								2	2	12					50.619		
222	1.8013								3	3	9					50.634		
223	1.7973								4	1	9					50.757		
224	1.7950								4	2	8					50.825		
225	1.7949	1.7939	0	0	0	14C			0	0	14	M	50.860		50.830	-.030	1.0	
226	1.7899								5	2	2					50.979		
227	1.7897								4	3	6					50.986		
228	1.7860								2	5	5					51.099		
229	1.7808								1	2	13					51.261		
230	1.7764	1.7773	0	1	4	10C			1	4	10		51.367		51.396	.029	1.0	
231	1.7742								5	1	5					51.464		
232	1.7740								2	3	11					51.472		
233	1.7704								2	4	9					51.584		

234	1.7699						1	5	7		51.600		
235	1.7683						4	4	0		51.650		
236	1.7680						2	1	13		51.657		
237	1.7677						5	2	3		51.669		
238	1.7645	1.7645	0	1	0	14C	1	0	14	M	51.767	51.767	.000 1.0
239	1.7639						4	4	1		51.788		
240	1.7625						1	3	12		51.833		
241	1.7619						3	4	7		51.852		
242	1.7545						3	0	12		52.084		
243	1.7532						3	2	11		52.129		
244	1.7518						5	0	6		52.172		
245	1.7510						4	4	2		52.198		
246	1.7428						3	5	1		52.463		
247	1.7397						1	1	14		52.562		
248	1.7396						4	0	10		52.565		
249	1.7384						2	5	6		52.605		
250	1.7378						5	2	4		52.624		
251	1.7343						0	6	0		52.739		
252	1.7335						4	3	7		52.765		
253	1.7303						3	5	2		52.869		
254	1.7302						0	6	1		52.874		
255	1.7301						4	4	3		52.876		
256	1.7301						3	1	12		52.876		
257	1.7275						5	1	6		52.963		
258	1.7219						4	2	9		53.149		
259	1.7194						3	3	10		53.233		
260	1.7180						0	6	2		53.278		
261	1.7165						0	4	11		53.328		
262	1.7158						4	1	10		53.351		
263	1.7102						3	5	3		53.542		
264	1.7075						1	5	8		53.633		
265	1.7030						1	6	1		53.785		
266	1.7021						4	4	4		53.816		
267	1.7016						5	2	5		53.834		
268	1.7003						3	4	8		53.878		
269	1.6983						0	6	3		53.947		
270	1.6967						0	2	14		54.000		
271	1.6961						2	2	13		54.021		
272	1.6924						2	4	10		54.151		
273	1.6914	1.6912	0	1	6	2C	1	6	2	M	54.192	54.185	-.007 1.0
274	1.6899						1	4	11		54.235		
275	1.6867						2	5	7		54.348		
276	1.6831						3	5	4		54.473		
277	1.6821						2	0	14		54.509		
278	1.6818						5	3	1		54.518		
279	1.6803						2	3	12		54.573		
280	1.6768						5	1	7		54.697		
281	1.6747						4	3	8		54.768		
282	1.6725						1	6	3		54.846		
283	1.6718						0	6	4		54.874		
284	1.6711						1	2	14		54.899		
285	1.6706						5	3	2		54.914		
286	1.6680						4	4	5		55.007		
287	1.6631						1	3	13		55.182		
288	1.6626						3	2	12		55.204		
289	1.6605						2	1	14		55.277		
290	1.6602						5	2	6		55.288		
291	1.6525						5	3	3		55.570		
292	1.6501						3	5	5		55.656		
293	1.6499						4	2	10		55.665		
294	1.6472						1	6	4		55.763		
295	1.6442						1	5	9		55.874		
296	1.6435						5	0	8		55.898		
297	1.6406						3	3	11		56.007		
298	1.6394						0	6	5		56.050		
299	1.6377						3	4	9		56.113		
300	1.6375						4	1	11		56.121		
301	1.6359						3	1	13		56.182		

302	1.6324					2	5	8		56.312			
303	1.6319					2	6	0		56.330			
304	1.6312					0	4	12		56.358			
305	1.6301					1	1	15		56.400			
306	1.6290					4	4	6		56.441			
307	1.6285					2	6	1		56.460			
308	1.6280					5	3	4		56.479			
309	1.6234					5	1	8		56.653			
310	1.6183					2	6	2		56.846			
311	1.6171					2	4	11		56.895			
312	1.6162					1	6	5		56.927			
313	1.6150					5	2	7		56.974			
314	1.6149					4	3	9		56.980			
315	1.6123					3	5	6		57.078			
316	1.6084					1	4	12		57.232			
317	1.6072					6	0	0		57.277			
318	1.6023					0	6	6		57.467			
319	1.6018					2	6	3		57.487			
320	1.6005					2	2	14		57.538			
321	1.5981	1.5984	0	5	3	5C	5	3	5	57.622	57.633	.011	1.0
322	1.5946					0	2	15		57.773			
323	1.5942					6	0	2		57.788			
324	1.5936					2	3	13		57.813			
325	1.5884					6	1	0		58.020			
326	1.5862					4	4	7		58.105			
327	1.5852					6	1	1		58.147			
328	1.5811					1	5	10		58.312			
329	1.5809					4	0	12		58.320			
330	1.5807					1	6	6		58.330			
331	1.5799					4	2	11		58.362			
332	1.5795					2	6	4		58.377			
333	1.5784					3	2	13		58.421			
334	1.5768					2	5	9		58.485			
335	1.5758					6	1	2		58.527			
336	1.5754					3	4	10		58.544			
337	1.5754					4	5	0		58.546			

Summary of INDEXED REFLECTIONS EXCEEDING TOLERANCE = .05 and UNINDEXED LINES

d CALC	d OBS	INT	H	K	L	2- $\theta$ OBS	2- $\theta$ CLC	DIFF	WT
4.1880	4.1774	0	0	0	6C	21.252	21.198	-.054	1.00
2.7476	2.7434	0	2	3	2C	32.614	32.563	-.051	1.00
2.6890	2.6951	0	0	2	8C	33.215	33.293	.078	1.00
2.4766	2.4730	0	3	1	6C	36.297	36.242	-.055	1.00

REFLECTION SUMMARY for ENTIRE PATTERN:  
ESTIMATED RESOLUTION = .050 deg 2-Theta

THEORETICAL # of LINES = 337  
THEORETICAL RESOLVABLE = 220  
UNIQUE OBSERVED LINES = 61

TOTAL LINES INPUT= 61  
NUMBER INDEXED= 61  
NUMBER UNINDEXED= 0  
NUMBER FLAGGED = 0

\*\*\*\*\* FOR INDEXED LINES \*\*\*\*\*

AVERAGE 2-Theta DIFFERENCE = -.002  
# with DIFF > +0.05(2-Theta) = 1  
# with DIFF < -0.05(2-Theta) = 3

C/SIGMA (NON-RANDOM ERROR TEST) = -2.04

M(20) = 15.3 (DLIMIT = 3.3728, # POSSIBLE = 34)  
X(20) = 0

F(30) = 34.4 (DELTA 2-Theta = .0153, # POSSIBLE = 57)

• Refinamiento para HC-2 en etanol

JCPDS - ICDD \*\* Edit Aids PC-90 \*\* Revision pc 90/02/28

Numerical Analysis Run

PARAMETERS as INPUT:

IJOB = 0 INCODN = 0 IBK = 0  
 IWHO = 0 IOUT = 2 IINPUT = 0  
 IFRMT = 0 ITHMX = 0 ICOL = 0  
 IXCD = 0 XPD = 0 IPHKL = 0  
 IDOLSQ = 1

\*\*\* ORTHORHOMBIC\*\*\* \*\*\* :6/ 5/30 9:19:57

0.....1.....2.....3.....4.....5.....6.....7.  
 9.64208 10.41196 25.11949  
 PbcA 61A 4 2521.82  
 Pcab 61B 4 2521.82  
 O  
 etanol1.dat  
 T-2 1.00 .00 .00 / .00 1.00 .00 / .00 .00 1.00  
 1.00: .00 1.00 .00 / .00 .00 1.00 / 1.00 .00 .00  
 INV .00 .00 1.00 / 1.00 .00 .00 / .00 1.00 .00  
 9.642 10.412 25.119 90.00 90.00 90.00 2521.82  
 9.642 10.412 25.119 90.00 90.00 90.00 2521.82 32  
 10.412 25.119 9.642 90.00 90.00 90.00 .4145 .3838  
 92.970 108.409 630.989 .000 .000 .000  
 1.5406 2  
 0.05  
 :6/ 5/30 0 0 pc 90/02/28

A B C Alpha Beta Gamma VOLUME  
 RECIPROCAL CELL  
 .10371E+00 .96043E-01 .39810E-01 89.99999 89.99999 89.99999 .396539E-03  
 DIRECT CELL  
 9.642080 10.411960 25.119490 90.00000 90.00000 90.00000 .252182E+04  
 1-THETA ANGLES THMX = 20.0 NCYC = 2 TOLMN = .0250 TOLMX = .1000  
 THEMX = 17.7 DMIN = 2.527741 LAMBDA =1.5406000  
 6 CONDITIONS for NON-EXTINCTION requested  
 OKL K = 2n  
 HOL L = 2n  
 HK0 H = 2n  
 H00 H = 2n  
 OK0 K = 2n  
 OOL L = 2n

Cycle 1 etanol1.dat  
 2-Theta TOLERANCE = .20000  

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.55974	12.60704	1.540600	7.03241	7.00600	.02641	1.00
2	1	0	2	7.64821	7.67989	1.540600	11.56085	11.51300	.04785	1.00
3	1	1	1	6.80960	6.82916	1.540600	12.99036	12.95300	.03736	1.00
4	0	0	4	6.27987	6.30055	1.540600	14.09149	14.04500	.04649	1.00
5	0	2	1	5.09765	5.11060	1.540600	17.38237	17.33800	.04437	1.00
6	1	1	4	4.69646	4.70394	1.540600	18.88027	18.85000	.03027	1.00
7	0	2	3	4.42112	4.43576	1.540600	20.06794	20.00100	.06694	1.00
8	2	1	2	4.13137	4.14023	1.540600	21.49152	21.44500	.04652	1.00
9	1	2	4	3.70090	3.70661	1.540600	24.02659	23.98900	.03759	1.00
10	2	2	0	3.53726	3.54459	1.540600	25.15590	25.10300	.05290	1.00
11	1	1	7	3.20032	3.20270	1.540600	27.85505	27.83400	.02105	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .06694 for OBS 7  
 STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01945 with DEGREES of FREEDOM 8

A B C Alpha Beta Gamma VOLUME

RECIPROCAL CELL  
 .10349E+00 .95793E-01 .39753E-01 90.0000 90.0000 90.0000.394105E-03  
 R C CORRECTIONS  
 -.22040E-03-.25003E-03-.56575E-04 .0000 .0000 .0000\*\*\*\*\*  
 DIRECT CELL  
 9.662615 10.439130 25.155240 90.0000 90.0000 90.000002537.392000  
 D C CORRECTIONS  
 .020535 .027175 .035749 .0000 .0000 .0000 15.572750

Cycle 2 etanol1.dat  
 2-Theta TOLERANCE = .05000

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.57762	12.60704	1.540600	7.02241	7.00600	.01641	1.00
2	1	0	2	7.66249	7.67989	1.540600	11.53923	11.51300	.02623	1.00
3	1	1	1	6.82515	6.82916	1.540600	12.96064	12.95300	.00764	1.00
4	0	0	4	6.28881	6.30055	1.540600	14.07136	14.04500	.02636	1.00
5	0	2	1	5.11071	5.11060	1.540600	17.33762	17.33800	-.00038	1.00
6	1	1	4	4.70507	4.70394	1.540600	18.84544	18.85000	-.00456	1.00
7	0	2	3	4.43119	4.43576	1.540600	20.02184	20.00100	.02084	1.00
8	2	1	2	4.14017	4.14023	1.540600	21.44533	21.44500	.00033	1.00
9	0	2	4	4.01640	4.01432	1.540600	22.11435	22.12600	-.01165	1.00
10	1	0	6	3.84610	3.84409	1.540600	23.10674	23.11900	-.01226	1.00
11	1	2	4	3.70877	3.70661	1.540600	23.97484	23.98900	-.01416	1.00
12	0	2	5	3.62230	3.61751	1.540600	24.55596	24.58900	-.03304	1.00
13	2	2	0	3.54557	3.54459	1.540600	25.09592	25.10300	-.00708	1.00
14	1	1	7	3.20549	3.20270	1.540600	27.80929	27.83400	-.02471	1.00
15	0	0	8	3.14440	3.14578	1.540600	28.36069	28.34800	.01269	1.00
16	2	1	6	3.03017	3.03043	1.540600	29.45360	29.45100	.00260	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT -.03304 for OBS 12  
 STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01814 with DEGREES of FREEDOM 13

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10346E+00	.95842E-01	.39756E-01	90.0000	90.0000	90.0000.394226E-03	
R C CORRECTIONS						
-.27578E-04	.48799E-04	.25488E-05	.0000	.0000	.0000.120956E-06	
DIRECT CELL						
9.665191	10.433820	25.153630	90.0000	90.0000	90.000002536.614000	
D C CORRECTIONS						
.002576	-.005314	-.001612	.0000	.0000	.0000 -.778564	

Cycle 3 etanol1.dat  
 2-Theta TOLERANCE = .05000

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.57681	12.60704	1.540600	7.02286	7.00600	.01686	1.00
2	1	0	2	7.66359	7.67989	1.540600	11.53756	11.51300	.02456	1.00
3	1	1	1	6.82454	6.82916	1.540600	12.96181	12.95300	.00881	1.00
4	0	0	4	6.28841	6.30055	1.540600	14.07227	14.04500	.02727	1.00
5	0	2	1	5.10820	5.11060	1.540600	17.34620	17.33800	.00820	1.00
6	1	1	4	4.70471	4.70394	1.540600	18.84688	18.85000	-.00312	1.00
7	0	2	3	4.42948	4.43576	1.540600	20.02963	20.00100	.02863	1.00
8	2	1	2	4.14062	4.14023	1.540600	21.44297	21.44500	-.00203	1.00
9	0	2	4	4.01509	4.01432	1.540600	22.12169	22.12600	-.00431	1.00
10	1	0	6	3.84606	3.84409	1.540600	23.10702	23.11900	-.01198	1.00
11	1	2	4	3.70788	3.70661	1.540600	23.98069	23.98900	-.00831	1.00
12	0	2	5	3.62129	3.61751	1.540600	24.56291	24.58900	-.02609	1.00
13	2	2	0	3.54525	3.54459	1.540600	25.09826	25.10300	-.00474	1.00
14	1	1	7	3.20526	3.20270	1.540600	27.81127	27.83400	-.02273	1.00
15	0	0	8	3.14420	3.14578	1.540600	28.36255	28.34800	.01455	1.00
16	2	1	6	3.03025	3.03043	1.540600	29.45275	29.45100	.00175	1.00
17	1	1	9	2.60015	2.59871	1.540600	34.46532	34.48500	-.01968	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .02863 for OBS 7  
 STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01804 with DEGREES of FREEDOM 14

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10346E+00	.95837E-01	.39763E-01	90.0000	90.0000	90.0000.394259E-03	
R C CORRECTIONS						

```

-.43566E-05-.55819E-05 .72481E-05      .0000      .0000      .0000.323344E-07
DIRECT CELL
  9.665597 10.434430 25.149040  90.0000  90.0000  90.00002536.406000
D C CORRECTIONS
  .000406  .000607  -.004587  .0000  .0000  .0000  -.208008

```

```

Cycle 4 etanoll.dat
2-Theta TOLERANCE = .05000

```

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.57452	12.60704	1.540600	7.02414	7.00600	.01814	1.00
2	1	0	2	7.66328	7.67989	1.540600	11.53804	11.51300	.02504	1.00
3	1	1	1	6.82476	6.82916	1.540600	12.96139	12.95300	.00839	1.00
4	0	0	4	6.28726	6.30055	1.540600	14.07485	14.04500	.02985	1.00
5	0	2	1	5.10845	5.11060	1.540600	17.34536	17.33800	.00736	1.00
6	1	1	4	4.70433	4.70394	1.540600	18.84841	18.85000	-.00159	1.00
7	0	2	3	4.42945	4.43576	1.540600	20.02981	20.00100	.02881	1.00
8	2	1	2	4.14070	4.14023	1.540600	21.44253	21.44500	-.00247	1.00
9	0	2	4	4.01493	4.01432	1.540600	22.12258	22.12600	-.00342	1.00
10	1	0	6	3.84549	3.84409	1.540600	23.11045	23.11900	-.00854	1.00
11	1	2	4	3.70777	3.70661	1.540600	23.98137	23.98900	-.00763	1.00
12	0	2	5	3.62105	3.61751	1.540600	24.56456	24.58900	-.02444	1.00
13	2	2	0	3.54542	3.54459	1.540600	25.09700	25.10300	-.00600	1.00
14	1	1	7	3.20483	3.20270	1.540600	27.81510	27.83400	-.01890	1.00
15	0	0	8	3.14363	3.14578	1.540600	28.36783	28.34800	.01983	1.00
16	2	1	6	3.03003	3.03043	1.540600	29.45497	29.45100	.00397	1.00
17	1	1	9	2.59975	2.59871	1.540600	34.47069	34.48500	-.01431	1.00

```

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .02985 for OBS 4
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01804 with DEGREES of FREEDOM 14

```

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10346E+00	.95837E-01	.39763E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.394259E-03
R C STNDRD ERRS						
.76563E-04	.56065E-04	.12954E-04	.0000	.0000	.0000	
R C CORRECTIONS						
-.15428E-08	-.70708E-08	-.85848E-09	.0000	.0000	.0000	*****
DIRECT CELL						
9.665597	10.434430	25.149040	90.0000	90.0000	90.0000	2536.406000
D C STNDRD ERRS						
.007153	.006104	.008193	.0000	.0000	.0000	1.839450
D C CORRECTIONS						
.000000	.000001	.000000	.0000	.0000	.0000	.000244

DIRECT CELL VARIANCE-COVARIANCE MATRIX						ROW
.511623E-04	-.132344E-04	-.143131E-04	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	1
-.132344E-04	.372615E-04	-.117886E-04	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	2
-.143131E-04	-.117886E-04	.671234E-04	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	3
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	4
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	5
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	6

DIRECT CELL CORRELATION MATRIX						ROW
1.000000	-.303110	-.244243	.000000	.000000	.000000	1
-.303110	1.000000	-.235720	.000000	.000000	.000000	2
-.244243	-.235720	1.000000	.000000	.000000	.000000	3
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	4
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	5
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	6

<AUTHOR >												<PROGRAM>			OBS	CALC	DIFF	FINL
N	D calc	D obs	INT	H	K	L	H	K	L	2Theta	2Theta	2Theta	WT					
1	12.5745	12.6070	0	0	0	2C	0	0	2	7.006	7.024	.018	1.0					
2	7.6633	7.6799	0	1	0	2C	1	0	2	11.513	11.538	.025	1.0					
3	6.8248	6.8292	0	1	1	1C	1	1	1	12.953	12.961	.008	1.0					
4	6.2873	6.3006	0	0	0	4C	0	0	4	14.045	14.075	.030	1.0					
5	6.1765						1	1	2		14.329							
6	5.4138						1	1	3		16.360							
7	5.2704						1	0	4		16.809							

8	5.2172							0	2	0			16.981		
9	5.1084	5.1106	0	0	2	1C		0	2	1		17.338	17.345	.007	1.0
10	4.8328							2	0	0			18.343		
11	4.8189	4.8252	0	0	2	2C		0	2	2	M	18.372	18.396	.024	1.0
12	4.7043	4.7039	0	1	1	4C		1	1	4		18.850	18.848	-.002	1.0
13	4.5165	4.5151	0	1	2	1C		1	2	1	M	19.646	19.640	-.006	1.0
14	4.5111							2	0	2			19.664		
15	4.4294	4.4358	0	0	2	3C		0	2	3		20.001	20.030	.029	1.0
16	4.3853							2	1	0			20.234		
17	4.3201	4.3197	0	2	1	1C		2	1	1	M	20.544	20.542	-.002	1.0
18	4.3126							1	2	2			20.578		
19	4.1915							0	0	6			21.180		
20	4.1407	4.1402	0	2	1	2C		2	1	2		21.445	21.443	-.002	1.0
21	4.1025							1	1	5			21.645		
22	4.0268							1	2	3			22.057		
23	4.0149	4.0143	0	0	2	4C		0	2	4		22.126	22.123	-.003	1.0
24	3.8857							2	1	3			22.868		
25	3.8455	3.8441	0	1	0	6C		1	0	6		23.119	23.110	-.009	1.0
26	3.8316							2	0	4			23.195		
27	3.7078	3.7066	0	1	2	4C		1	2	4		23.989	23.981	-.008	1.0
28	3.6211	3.6175	0	0	2	5C		0	2	5		24.589	24.565	-.024	1.0
29	3.6083							1	1	6			24.653		
30	3.5968							2	1	4			24.733		
31	3.5454	3.5446	0	2	2	0C		2	2	0		25.103	25.097	-.006	1.0
32	3.5107							2	2	1			25.349		
33	3.4124							2	2	2			26.092		
34	3.3909	3.4013	0	1	2	5C		1	2	5	R	26.179	26.261	.082	1.0
35	3.3054							2	1	5			26.953		
36	3.2676							0	2	6			27.270		
37	3.2654	3.2600	0	2	2	3C		2	2	3	M	27.335	27.289	-.046	1.0
38	3.2453							1	3	1			27.461		
39	3.2048	3.2027	0	1	1	7C		1	1	7		27.834	27.815	-.019	1.0
40	3.1672							1	3	2			28.152		
41	3.1665							2	0	6			28.159		
42	3.1436	3.1458	0	0	0	8C		0	0	8		28.348	28.368	.020	1.0
43	3.1210							3	0	2			28.577		
44	3.0955							1	2	6			28.818		
45	3.0882							2	2	4			28.888		
46	3.0556							3	1	1			29.203		
47	3.0486							1	3	3			29.271		
48	3.0300	3.0304	0	2	1	6C		2	1	6		29.451	29.455	.004	1.0
49	2.9902							3	1	2			29.857		
50	2.9895							1	0	8			29.864		
51	2.9590							0	2	7			30.179		
52	2.9030							1	3	4			30.775		
53	2.8979							2	2	5			30.831		
54	2.8898							3	1	3			30.919		
55	2.8739							1	1	8			31.095		
56	2.8673							3	0	4			31.168		
57	2.8294							1	2	7			31.596		
58	2.8230							2	3	0			31.669		
59	2.8054							2	3	1			31.873		
60	2.7791							2	1	7			32.183		
61	2.7648							3	1	4			32.354		
62	2.7545							2	3	2			32.479		
63	2.7431							1	3	5			32.617		
64	2.7251							3	2	1			32.839		
65	2.7069							2	2	6			33.066		
66	2.6926							0	2	8			33.247		
67	2.6784							3	2	2			33.429		
68	2.6754	2.6741	0	2	3	3C		2	3	3	M	33.483	33.467	-.016	1.0
69	2.6352							2	0	8			33.993		
70	2.6257							3	1	5			34.120		
71	2.6086							0	4	0			34.350		
72	2.6055							3	2	3			34.392		
73	2.5998	2.5987	0	1	1	9C		1	1	9		34.485	34.471	-.014	1.0
74	2.5947							0	4	1			34.540		
75	2.5938							1	2	8			34.552		

76	2.5795			1	3	6		34.749
77	2.5753			2	3	4		34.808
78	2.5550			2	1	8		35.094
79	2.5544			3	0	6		35.102
80	2.5542			0	4	2		35.105

Summary of INDEXED REFLECTIONS EXCEEDING TOLERANCE = .05 and UNINDEXED LINES

d CALC	d OBS INT	H	K	L	2-Theta	2-Theta	DIFF	WT
3.3909	3.4013	0	1	2	5C	26.179	26.261	.082 1.00

REFLECTION SUMMARY for ENTIRE PATTERN:  
ESTIMATED RESOLUTION = .050 deg 2-Theta

THEORETICAL # of LINES = 80  
THEORETICAL RESOLVABLE = 70  
UNIQUE OBSERVED LINES = 23

TOTAL LINES INPUT= 23  
NUMBER INDEXED= 23  
NUMBER UNINDEXED= 0  
NUMBER FLAGGED = 0

\*\*\*\*\* FOR INDEXED LINES \*\*\*\*\*

AVERAGE 2-Theta DIFFERENCE = .004  
# with DIFF > +0.05(2-Theta) = 1  
# with DIFF < -0.05(2-Theta) = 0

C/SIGMA (NON-RANDOM ERROR TEST) = -.76

M(20) = 12.1 (DLIMIT = 3.1350, # POSSIBLE = 42)  
X(20) = 0

F(23) = 17.4 (DELTA 2-Theta = .0176, # POSSIBLE = 75)

## • Refinamiento para HC-2 en metanol

JCPDS - ICDD \*\* Edit Aids PC-90 \*\* Revision pc 90/02/28

Numerical Analysis Run

PARAMETERS as INPUT:

IJOB = 0	INCODN = 0	IBK = 0
IWHO = 0	IOUT = 2	IINPUT = 0
IFRMT = 0	ITHMX = 0	ICOL = 0
IXCD = 0	IXPD = 0	IPHKL = 0
IDOLSQ = 1		

\*\*\* ORTHORHOMBIC\*\*\* \*\*\* :6/ 5/30 8:51:51

0.....1.....2.....3.....4.....5.....6.....7.  
9.64 10.41 25.10

Pbca	61A	4				399E C-			CELL 1
Pcab	61B	4					2518.85		ESDS 2
O							2518.85		SG-I 3
hc metanol									FLGS 5
T-2	1.00	.00	.00 / .00	1.00	.00 / .00	.00	1.00		NAME 6
1.00:	.00	1.00	.00 / .00	.00	1.00 / 1.00	.00	.00		MATX
INV	.00	.00	1.00 / 1.00	.00	.00 / .00	1.00	.00		MATX C
	9.640	10.410	25.100	90.00	90.00	90.00	2518.85		MATX
	9.640	10.410	25.100	90.00	90.00	90.00	2518.85	32	C-IN
	10.410	25.100	9.640	90.00	90.00	90.00	.4147	.3841	C-RD D
	92.930	108.368	630.010	.000	.000	.000			C-CD E
	1.5406			2					DOTM
									PDF1 F

0.03 PDF2 G  
 :6/ 5/30 0 0 pc 90/02/28 HIST K  
 A B C Alpha Beta Gamma VOLUME  
 RECIPROCAL CELL  
 .10373E+00 .96061E-01 .39841E-01 89.99999 89.99999 89.99999 .397007E-03  
 DIRECT CELL  
 9.640000 10.410000 25.100000 90.00000 90.00000 90.00000 .251885E+04  
 1-THETA ANGLES THTMX = 20.0 NCYC = 2 TOLMN = .0250 TOLMX = .1000  
 THEMX = 26.4 DMIN = 1.732651 LAMBDA =1.5406000  
 6 CONDITIONS for NON-EXTINCTION requested  
 OKL K = 2n  
 HOL L = 2n  
 HK0 H = 2n  
 H00 H = 2n  
 OK0 K = 2n  
 OOL L = 2n

Cycle 1 hc metanol  
 2-Theta TOLERANCE = .20000  

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.55000	12.54623	1.540600	7.03788	7.04000	-.00212	1.00
2	1	0	2	7.64497	7.67524	1.540600	11.56577	11.52000	.04576	1.00
3	1	1	1	6.80793	6.80249	1.540600	12.99356	13.00400	-.01044	1.00
4	0	0	4	6.27500	6.27566	1.540600	14.10248	14.10100	.00148	1.00
5	1	1	2	6.16184	6.16262	1.540600	14.36281	14.36100	.00181	1.00
6	0	2	1	5.09657	5.09427	1.540600	17.38609	17.39400	-.00791	1.00
7	1	1	4	4.69400	4.69234	1.540600	18.89025	18.89700	-.00675	1.00
8	0	2	3	4.41956	4.41936	1.540600	20.07508	20.07600	-.00092	1.00
9	1	2	4	3.69943	3.70008	1.540600	24.03626	24.03200	.00426	1.00
10	2	2	0	3.53654	3.53586	1.540600	25.16109	25.16600	-.00491	1.00
11	1	1	7	3.19822	3.19797	1.540600	27.87378	27.87600	-.00222	1.00
12	0	0	8	3.13750	3.13636	1.540600	28.42442	28.43500	-.01058	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .04576 for OBS 2  
 STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01533 with DEGREES of FREEDOM 9

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
.10362E+00	.96118E-01	.39846E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.396866E-03
R C CORRECTIONS						
-.11157E-03	.56892E-04	.50687E-05	.0000	.0000	.0000	*****
DIRECT CELL						
9.650380	10.403840	25.096810	90.0000	90.0000	90.0000	2519.744000
D C CORRECTIONS						
.010380	-.006162	-.003195	.0000	.0000	.0000	.898682

Cycle 2 hc metanol  
 2-Theta TOLERANCE = .05000  

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.54840	12.54623	1.540600	7.03878	7.04000	-.00122	1.00
2	1	0	2	7.64978	7.67524	1.540600	11.55847	11.52000	.03846	1.00
3	1	1	1	6.80980	6.80249	1.540600	12.98999	13.00400	-.01401	1.00
4	0	0	4	6.27420	6.27566	1.540600	14.10429	14.10100	.00329	1.00
5	1	1	2	6.16308	6.16262	1.540600	14.35991	14.36100	-.00109	1.00
6	0	2	0	5.20192	5.20901	1.540600	17.03135	17.00800	.02335	1.00
7	0	2	1	5.09365	5.09427	1.540600	17.39613	17.39400	.00213	1.00
8	1	1	4	4.69430	4.69234	1.540600	18.88905	18.89700	-.00795	1.00
9	0	2	3	4.41752	4.41936	1.540600	20.08446	20.07600	.00846	1.00
10	2	1	2	4.13307	4.12787	1.540600	21.48260	21.51000	-.02740	1.00
11	1	1	5	4.09381	4.09159	1.540600	21.69110	21.70300	-.01190	1.00
12	0	2	4	4.00456	4.00698	1.540600	22.18061	22.16700	.01361	1.00
13	1	0	6	3.83781	3.83803	1.540600	23.15735	23.15600	.00135	1.00
14	1	2	4	3.69875	3.70008	1.540600	24.04078	24.03200	.00878	1.00
15	2	2	0	3.53762	3.53586	1.540600	25.15328	25.16600	-.01272	1.00
16	1	2	5	3.38285	3.38756	1.540600	26.32430	26.28700	.03729	1.00
17	1	1	7	3.19809	3.19797	1.540600	27.87488	27.87600	-.00112	1.00
18	0	0	8	3.13710	3.13636	1.540600	28.42811	28.43500	-.00689	1.00
19	1	3	3	3.04043	3.03921	1.540600	29.35191	29.36400	-.01209	1.00
20	2	1	6	3.02412	3.02430	1.540600	29.51388	29.51200	.00188	1.00

21	1	1	8	2.86784	2.86738	1.540600	31.16190	31.16700	-.00510	1.00
22	1	2	7	2.82291	2.82193	1.540600	31.67076	31.68200	-.01124	1.00
23	3	1	5	2.62098	2.62038	1.540600	34.18288	34.19100	-.00813	1.00
24	1	1	9	2.59431	2.59550	1.540600	34.54529	34.52900	.01629	1.00
25	0	4	3	2.48368	2.48527	1.540600	36.13582	36.11200	.02382	1.00
26	3	3	3	2.26993	2.26924	1.540600	39.67448	39.68700	-.01252	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .03846 for OBS 2  
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01515 with DEGREES of FREEDOM 23

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10370E+00	.96074E-01	.39840E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.396940E-03
R C CORRECTIONS						
.81862E-04-	.44074E-04-	.57304E-05	.0000	.0000	.0000	.743021E-07
DIRECT CELL						
9.642762	10.408610	25.100410	90.0000	90.0000	90.0000	02519.272000
D C CORRECTIONS						
-.007618	.004773	.003609	.0000	.0000	.0000	-.471436

Cycle 3 hc metanol

2-Theta TOLERANCE = .05000

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.55021	12.54623	1.540600	7.03776	7.04000	-.00224	1.00
2	1	0	2	7.64639	7.67524	1.540600	11.56360	11.52000	.04360	1.00
3	1	1	1	6.80853	6.80249	1.540600	12.99243	13.00400	-.01157	1.00
4	0	0	4	6.27510	6.27566	1.540600	14.10225	14.10100	.00125	1.00
5	1	1	2	6.16230	6.16262	1.540600	14.36174	14.36100	.00074	1.00
6	0	2	0	5.20431	5.20901	1.540600	17.02348	17.00800	.01548	1.00
7	0	2	1	5.09592	5.09427	1.540600	17.38832	17.39400	-.00568	1.00
8	1	1	4	4.69424	4.69234	1.540600	18.88930	18.89700	-.00770	1.00
9	0	2	3	4.41915	4.41936	1.540600	20.07694	20.07600	.00094	1.00
10	2	1	2	4.13104	4.12787	1.540600	21.49328	21.51000	-.01672	1.00
11	1	1	5	4.09391	4.09159	1.540600	21.69056	21.70300	-.01244	1.00
12	0	2	4	4.00588	4.00698	1.540600	22.17319	22.16700	.00619	1.00
13	1	0	6	3.83780	3.83803	1.540600	23.15744	23.15600	.00144	1.00
14	1	2	4	3.69936	3.70008	1.540600	24.03674	24.03200	.00474	1.00
15	2	2	0	3.53687	3.53586	1.540600	25.15872	25.16600	-.00728	1.00
16	1	2	5	3.38340	3.38756	1.540600	26.31995	26.28700	.03295	1.00
17	1	1	7	3.19832	3.19797	1.540600	27.87287	27.87600	-.00313	1.00
18	0	0	8	3.13755	3.13636	1.540600	28.42394	28.43500	-.01106	1.00
19	1	3	3	3.04132	3.03921	1.540600	29.34312	29.36400	-.02088	1.00
20	2	1	6	3.02352	3.02430	1.540600	29.51981	29.51200	.00781	1.00
21	1	1	8	2.86808	2.86738	1.540600	31.15917	31.16700	-.00783	1.00
22	1	2	7	2.82335	2.82193	1.540600	31.66567	31.68200	-.01632	1.00
23	3	1	5	2.61979	2.62038	1.540600	34.19895	34.19100	.00795	1.00
24	1	1	9	2.59456	2.59550	1.540600	34.54187	34.52900	.01287	1.00
25	0	4	3	2.48476	2.48527	1.540600	36.11972	36.11200	.00772	1.00
26	3	3	3	2.26951	2.26924	1.540600	39.68219	39.68700	-.00481	1.00
27	3	3	5	2.13421	2.13448	1.540600	42.31452	42.30900	.00552	1.00
28	1	3	11	1.87028	1.87100	1.540600	48.64383	48.62400	.01983	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .04360 for OBS 2  
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01498 with DEGREES of FREEDOM 25

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10371E+00	.96069E-01	.39836E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.396889E-03
R C CORRECTIONS						
.30901E-05-	.53447E-05-	.41365E-05	.0000	.0000	.0000	*****
DIRECT CELL						
9.642474	10.409190	25.103020	90.0000	90.0000	90.0000	02519.599000
D C CORRECTIONS						
-.000288	.000578	.002605	.0000	.0000	.0000	.326416

Cycle 4 hc metanol

2-Theta TOLERANCE = .05000

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.55151	12.54623	1.540600	7.03703	7.04000	-.00297	1.00
2	1	0	2	7.64654	7.67524	1.540600	11.56337	11.52000	.04337	1.00

3	1	1	1	6.80864	6.80249	1.540600	12.99221	13.00400	-.01179	1.00
4	0	0	4	6.27575	6.27566	1.540600	14.10078	14.10100	-.00022	1.00
5	1	1	2	6.16250	6.16262	1.540600	14.36128	14.36100	.00028	1.00
6	0	2	0	5.20459	5.20901	1.540600	17.02253	17.00800	.01453	1.00
7	0	2	1	5.09622	5.09427	1.540600	17.38731	17.39400	-.00669	1.00
8	1	1	4	4.69453	4.69234	1.540600	18.88811	18.89700	-.00889	1.00
9	0	2	3	4.41946	4.41936	1.540600	20.07554	20.07600	-.00046	1.00
10	2	1	2	4.13103	4.12787	1.540600	21.49333	21.51000	-.01667	1.00
11	1	1	5	4.09420	4.09159	1.540600	21.68898	21.70300	-.01402	1.00
12	0	2	4	4.00618	4.00698	1.540600	22.17150	22.16700	.00450	1.00
13	1	0	6	3.83811	3.83803	1.540600	23.15550	23.15600	-.00050	1.00
14	1	2	4	3.69958	3.70008	1.540600	24.03528	24.03200	.00328	1.00
15	2	2	0	3.53690	3.53586	1.540600	25.15848	25.16600	-.00752	1.00
16	1	2	5	3.38362	3.38756	1.540600	26.31816	26.28700	.03115	1.00
17	1	1	7	3.19859	3.19797	1.540600	27.87046	27.87600	-.00554	1.00
18	0	0	8	3.13788	3.13636	1.540600	28.42093	28.43500	-.01407	1.00
19	1	3	3	3.04149	3.03921	1.540600	29.34152	29.36400	-.02248	1.00
20	2	1	6	3.02366	3.02430	1.540600	29.51838	29.51200	.00638	1.00
21	1	1	8	2.86834	2.86738	1.540600	31.15635	31.16700	-.01065	1.00
22	1	2	7	2.82357	2.82193	1.540600	31.66314	31.68200	-.01886	1.00
23	3	1	5	2.61982	2.62038	1.540600	34.19853	34.19100	.00753	1.00
24	1	1	9	2.59480	2.59550	1.540600	34.53863	34.52900	.00963	1.00
25	0	4	3	2.48490	2.48527	1.540600	36.11748	36.11200	.00548	1.00
26	3	3	3	2.26955	2.26924	1.540600	39.68150	39.68700	-.00550	1.00
27	3	3	5	2.13427	2.13448	1.540600	42.31333	42.30900	.00433	1.00
28	1	3	11	1.87044	1.87100	1.540600	48.63944	48.62400	.01544	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .04337 for OBS 2  
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01498 with DEGREES of FREEDOM 25

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10371E+00	.96069E-01	.39836E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.396889E-03
R C STNDRD ERRS						
.37951E-04	.25877E-04	.82693E-05	.0000	.0000	.0000	
R C CORRECTIONS						
.11027E-08	-.28318E-08	-.18826E-08	.0000	.0000	.0000	*****
DIRECT CELL						
9.642475	10.409190	25.103020	90.0000	90.0000	90.0000	2519.599000
D C STNDRD ERRS						
.003529	.002804	.005211	.0000	.0000	.0000	.857749
D C CORRECTIONS						
.000001	.000001	.000004	.0000	.0000	.0000	.000244

DIRECT CELL VARIANCE-COVARIANCE MATRIX						ROW
.124506E-04	-.347307E-05	-.422628E-05	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	1
-.347307E-05	.786140E-05	-.385930E-05	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	2
-.422628E-05	-.385930E-05	.271548E-04	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	3
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	4
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	5
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	6

DIRECT CELL CORRELATION MATRIX						ROW
1.000000	-.351049	-.229847	.000000	.000000	.000000	1
-.351049	1.000000	-.264140	.000000	.000000	.000000	2
-.229847	-.264140	1.000000	.000000	.000000	.000000	3
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	4
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	5
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	6

<AUTHOR >											<PROGRAM>			OBS	CALC	DIFF	FINL
N	D	calc	D	obs	INT	H	K	L	H	K	L	2Theta	2Theta	2Theta	WT		
1	12.5515	12.5462	0	0	0	2C	0	0	2			7.040	7.037	-.003	1.0		
2	7.6465	7.6752	0	1	0	2C	1	0	2			11.520	11.563	.043	1.0		
3	6.8086	6.8025	0	1	1	1C	1	1	1			13.004	12.992	-.012	1.0		
4	6.2758	6.2757	0	0	0	4C	0	0	4			14.101	14.101	.000	1.0		
5	6.1625	6.1626	0	1	1	2C	1	1	2			14.361	14.361	.000	1.0		
6	5.4021						1	1	3				16.396				
7	5.2598						1	0	4				16.842				

8	5.2046	5.2090	0	0	2	0C	0	2	0	17.008	17.023	.015	1.0
9	5.0962	5.0943	0	0	2	1C	0	2	1	17.394	17.387	-.007	1.0
10	4.8212						2	0	0		18.387		
11	4.8077	4.8138	0	0	2	2C	0	2	2 M	18.416	18.440	.024	1.0
12	4.6945	4.6923	0	1	1	4C	1	1	4	18.897	18.888	-.009	1.0
13	4.5056						1	2	1		19.688		
14	4.5006	4.5024	0	2	0	2C	2	0	2 M	19.702	19.710	.008	1.0
15	4.4195	4.4194	0	0	2	3C	0	2	3	20.076	20.076	.000	1.0
16	4.3748						2	1	0		20.283		
17	4.3098	4.3063	0	2	1	1C	2	1	1 M	20.609	20.592	-.017	1.0
18	4.3025						1	2	2		20.627		
19	4.1838						0	0	6		21.219		
20	4.1310	4.1279	0	2	1	2C	2	1	2	21.510	21.493	-.017	1.0
21	4.0942	4.0916	0	1	1	5C	1	1	5	21.703	21.689	-.014	1.0
22	4.0176						1	2	3		22.108		
23	4.0062	4.0070	0	0	2	4C	0	2	4	22.167	22.171	.004	1.0
24	3.8769						2	1	3		22.921		
25	3.8381	3.8380	0	1	0	6C	1	0	6	23.156	23.156	.000	1.0
26	3.8233						2	0	4		23.247		
27	3.6996	3.7001	0	1	2	4C	1	2	4	24.032	24.035	.003	1.0
28	3.6134						0	2	5		24.617		
29	3.6011						1	1	6		24.703		
30	3.5888						2	1	4		24.788		
31	3.5369	3.5359	0	2	2	0C	2	2	0	25.166	25.158	-.008	1.0
32	3.5023						2	2	1		25.411		
33	3.4043						2	2	2		26.155		
34	3.3836	3.3876	0	1	2	5C	1	2	5	26.287	26.318	.031	1.0
35	3.2983						2	1	5		27.012		
36	3.2609						0	2	6		27.328		
37	3.2578						2	2	3		27.354		
38	3.2375						1	3	1		27.529		
39	3.1986	3.1980	0	1	1	7C	1	1	7	27.876	27.870	-.006	1.0
40	3.1599						2	0	6		28.219		
41	3.1597						1	3	2		28.221		
42	3.1379	3.1364	0	0	0	8C	0	0	8	28.435	28.421	-.014	1.0
43	3.1137						3	0	2		28.646		
44	3.0890						1	2	6		28.880		
45	3.0813						2	2	4		28.955		
46	3.0484						3	1	1		29.274		
47	3.0415	3.0392	0	1	3	3C	1	3	3	29.364	29.342	-.022	1.0
48	3.0237	3.0243	0	2	1	6C	2	1	6	29.512	29.518	.006	1.0
49	2.9839						1	0	8		29.921		
50	2.9831						3	1	2		29.929		
51	2.9530						0	2	7		30.241		
52	2.8963						1	3	4		30.848		
53	2.8914	2.8936	0	2	2	5C	2	2	5 M	30.878	30.901	.023	1.0
54	2.8830						3	1	3		30.993		
55	2.8683	2.8674	0	1	1	8C	1	1	8	31.167	31.156	-.011	1.0
56	2.8608						3	0	4		31.241		
57	2.8236	2.8219	0	1	2	7C	1	2	7	31.682	31.663	-.019	1.0
58	2.8162						2	3	0		31.748		
59	2.7987						2	3	1		31.952		
60	2.7734						2	1	7		32.251		
61	2.7585						3	1	4		32.430		
62	2.7479						2	3	2		32.559		
63	2.7370						1	3	5		32.692		
64	2.7186						3	2	1		32.920		
65	2.7011						2	2	6		33.140		
66	2.6873						0	2	8		33.315		
67	2.6720						3	2	2		33.511		
68	2.6691						2	3	3		33.548		
69	2.6299						2	0	8		34.063		
70	2.6198	2.6204	0	3	1	5C	3	1	5	34.191	34.199	.008	1.0
71	2.6023						0	4	0		34.436		
72	2.5994						3	2	3		34.475		
73	2.5948	2.5955	0	1	1	9C	1	1	9	34.529	34.539	.010	1.0
74	2.5886						1	2	8		34.624		
75	2.5884						0	4	1		34.626		

76	2.5739						1	3	6				34.828		
77	2.5694						2	3	4				34.891		
78	2.5498						2	1	8				35.168		
79	2.5488						3	0	6				35.181		
80	2.5481						0	4	2				35.192		
81	2.5182						2	2	7				35.624		
82	2.5103						0	0	10				35.740		
83	2.5070	2.5080	0	3	2	4C	3	2	4	M	35.774		35.788	.014	1.0
84	2.4999						1	4	1				35.893		
85	2.4849	2.4853	0	0	4	3C	0	4	3		36.112		36.117	.005	1.0
86	2.4757						3	1	6				36.256		
87	2.4635						1	4	2				36.442		
88	2.4584						0	2	9				36.520		
89	2.4562	2.4566	0	2	3	5C	2	3	5	M	36.548		36.554	.006	1.0
90	2.4293						1	0	10				36.973		
91	2.4142						1	3	7				37.214		
92	2.4106						4	0	0				37.271		
93	2.4063	2.4061	0	1	4	3C	1	4	3	M	37.343		37.340	-.003	1.0
94	2.4038						0	4	4				37.380		
95	2.4015						3	2	5				37.417		
96	2.3822						1	2	9				37.732		
97	2.3674						4	0	2				37.978		
98	2.3658						1	1	10				38.004		
99	2.3519						2	1	9				38.237		
100	2.3485						4	1	0				38.295		
101	2.3476						3	3	1				38.310		
102	2.3473	2.3466	0	2	2	8C	2	2	8	M	38.326		38.315	-.011	1.0
103	2.3383						4	1	1				38.469		
104	2.3363						2	3	6				38.503		
105	2.3326						3	1	7				38.565		
106	2.3324						1	4	4				38.568		
107	2.3174						3	3	2				38.829		
108	2.3104						0	4	5				38.951		
109	2.3084						4	1	2				38.986		
110	2.2900						2	4	0				39.312		
111	2.2891						3	2	6				39.329		
112	2.2805						2	4	1				39.482		
113	2.2695	2.2692	0	3	3	3C	3	3	3		39.687		39.682	-.005	1.0
114	2.2624						1	3	8				39.813		
115	2.2611						4	1	3				39.836		
116	2.2610						0	2	10				39.837		
117	2.2528						2	4	2				39.989		
118	2.2503	2.2509	0	4	0	4C	4	0	4	M	40.025		40.035	.010	1.0
119	2.2468						1	4	5				40.101		
120	2.2453						3	0	8				40.128		
121	2.2266						2	0	10				40.481		
122	2.2149						2	3	7				40.703		
123	2.2097						0	4	6				40.803		
124	2.2088						2	4	3				40.821		
125	2.2073						3	3	4				40.850		
126	2.2013						1	2	10				40.965		
127	2.1995	2.1995	0	4	1	4C	4	1	4	M	41.001		41.001	.000	1.0
128	2.1948						3	1	8				41.092		
129	2.1901						2	2	9				41.184		
130	2.1874						4	2	0				41.238		
131	2.1791						4	2	1				41.402		
132	2.1773						2	1	10				41.438		
133	2.1746						3	2	7				41.493		
134	2.1719						1	1	11				41.547		
135	2.1549						4	2	2				41.889		
136	2.1539	2.1537	0	1	4	6C	1	4	6	M	41.913		41.910	-.003	1.0
137	2.1513						2	4	4				41.963		
138	2.1343	2.1345	0	3	3	5C	3	3	5		42.309		42.313	.004	1.0
139	2.1272						4	1	5				42.460		
140	2.1207						1	3	9				42.598		
141	2.1163						4	2	3				42.691		
142	2.1062						0	4	7				42.905		
143	2.0959						2	3	8				43.126		

144	2.0919	2.0925	0	0	0	12C	0	0	12	M	43.199	43.213	.014	1.0
145	2.0900						0	2	11			43.254		
146	2.0887						4	0	6			43.282		
147	2.0835						2	4	5			43.396		
148	2.0655						4	2	4			43.793		
149	2.0648						3	1	9			43.810		
150	2.0616						3	2	8			43.880		
151	2.0577						1	4	7			43.969		
152	2.0542						3	3	6			44.048		
153	2.0479						4	1	6			44.190		
154	2.0471						2	2	10			44.208		
155	2.0444	2.0447	0	1	0	12C	1	0	12	M	44.262	44.270	.008	1.0
156	2.0426						1	2	11			44.311		
157	2.0283						1	5	1			44.640		
158	2.0233						2	1	11			44.755		
159	2.0160						3	4	1			44.927		
160	2.0088						2	4	6			45.097		
161	2.0087						1	5	2			45.099		
162	2.0060						1	1	12			45.162		
163	2.0053						4	2	5			45.179		
164	2.0031						0	4	8			45.232		
165	1.9968						3	4	2			45.384		
166	1.9900						1	3	10			45.545		
167	1.9818						2	3	9			45.747		
168	1.9797						4	3	0			45.796		
169	1.9784						3	0	10			45.829		
170	1.9773						1	5	3			45.855		
171	1.9736						4	3	1			45.947		
172	1.9702						3	3	7			46.030		
173	1.9659						3	4	3			46.137		
174	1.9647						4	1	7			46.167		
175	1.9612						1	4	8			46.253		
176	1.9555						4	3	2			46.395		
177	1.9527						3	2	9			46.467		
178	1.9436						3	1	10			46.697		
179	1.9410						0	2	12			46.764		
180	1.9384						4	2	6			46.829		
181	1.9357						1	5	4			46.899		
182	1.9301						2	4	7			47.045		
183	1.9265						4	3	3			47.136		
184	1.9250						3	4	4			47.175		
185	1.9191						2	0	12			47.331		
186	1.9176						2	2	11			47.370		
187	1.9116						4	0	8			47.526		
188	1.9113						2	5	0			47.536		
189	1.9061						5	0	2			47.672		
190	1.9057						2	5	1			47.682		
191	1.9028						1	2	12			47.759		
192	1.9028						0	4	9			47.761		
193	1.8908						5	1	1			48.081		
194	1.8895						2	5	2			48.118		
195	1.8880						4	3	4			48.158		
196	1.8873						2	1	12			48.179		
197	1.8859	1.8864	0	1	5	5C	1	5	5	M	48.203	48.215	.012	1.0
198	1.8850						3	3	8			48.239		
199	1.8802						4	1	8			48.371		
200	1.8760						3	4	5			48.486		
201	1.8749						5	1	2			48.515		
202	1.8739						2	3	10			48.543		
203	1.8704	1.8710	0	1	3	11C	1	3	11		48.624	48.639	.015	1.0
204	1.8674						4	2	7			48.723		
205	1.8668						1	4	9			48.742		
206	1.8633						2	5	3			48.839		
207	1.8628						1	1	13			48.851		
208	1.8498						2	4	8			49.218		
209	1.8493						5	1	3			49.231		
210	1.8493						3	2	10			49.232		
211	1.8434						5	0	4			49.400		

212	1.8417					4	3	5								49.449
213	1.8317					3	1	11								49.736
214	1.8300					1	5	6								49.787
215	1.8284					2	5	4								49.834
216	1.8209					3	4	6								50.052
217	1.8152					5	1	4								50.221
218	1.8104					0	2	13								50.363
219	1.8067					0	4	10								50.473
220	1.8037					5	2	1								50.564
221	1.8007					3	3	9								50.653
222	1.8006					2	2	12								50.658
223	1.7965					4	1	9								50.781
224	1.7944					4	2	8								50.843
225	1.7931					0	0	14								50.884
226	1.7899					5	2	2								50.982
227	1.7895					4	3	6								50.993
228	1.7862					2	5	5								51.094
229	1.7793					1	2	13								51.306
230	1.7758					1	4	10								51.415
231	1.7739					5	1	5								51.473
232	1.7730					2	3	11								51.501
233	1.7699					2	4	9								51.599
234	1.7699					1	5	7								51.600
235	1.7684					4	4	0								51.644
236	1.7675					5	2	3								51.673
237	1.7666	1.7658	0	2	1	13C	2	1	13	M	51.727	51.703	-.024	1.0		
238	1.7641	1.7637	0	4	4	1C	4	4	1	M	51.793	51.782	-.011	1.0		
239	1.7629						1	0	14							51.820
240	1.7617						3	4	7							51.858
241	1.7614						1	3	12							51.868
242	1.7533						3	0	12							52.125
243	1.7522						3	2	11							52.161
244	1.7514						5	0	6							52.185
245	1.7512						4	4	2							52.193
246	1.7431						3	5	1							52.452
247	1.7387						4	0	10							52.594
248	1.7385						2	5	6							52.603
249	1.7381						1	1	14							52.614
250	1.7376						5	2	4							52.629
251	1.7349						0	6	0							52.720
252	1.7332						4	3	7							52.776

REFLECTION SUMMARY for ENTIRE PATTERN:  
ESTIMATED RESOLUTION = .030 deg 2-Theta

THEORETICAL # of LINES = 252  
THEORETICAL RESOLVABLE = 206  
UNIQUE OBSERVED LINES = 44

TOTAL LINES INPUT= 44  
NUMBER INDEXED= 44  
NUMBER UNINDEXED= 0  
NUMBER FLAGGED = 0

\*\*\*\*\* FOR INDEXED LINES \*\*\*\*\*

AVERAGE 2-Theta DIFFERENCE = .001  
# with DIFF > +0.05(2-Theta) = 0  
# with DIFF < -0.05(2-Theta) = 0

C/SIGMA (NON-RANDOM ERROR TEST) = -.78

M(20) = 24.0 (DLIMIT = 3.1868, # POSSIBLE = 39)  
X(20) = 0

F(30) = 30.0 (DELTA 2-Theta = .0118, # POSSIBLE = 85)

• Refinamiento para HC-2 en acetonitrilo

JCPDS - ICDD \*\* Edit Aids PC-90 \*\* Revision pc 90/02/28

Numerical Analysis Run

PARAMETERS as INPUT:

IJOB = 0 INCODN = 0 IBK = 0  
 IWHO = 0 IOUT = 2 IINPUT = 0  
 IFRMT = 0 ITHMX = 0 ICOL = 0  
 IXCD = 0 IXPD = 0 IPHKL = 0  
 IDOLSQ = 1

\*\*\* ORTHORHOMBIC\*\*\* \*\*\* :6/ 5/28 3:20:17

0.....1.....2.....3.....4.....5.....6.....7.  
 9.62966 10.38579 25.09134 CELL 1  
 OE A ESDS 2  
 Pbca 61A 4 2509.43 SG-I 3  
 Pcab 61B 4 2509.43 SG-F 4  
 O FLGS 5  
 ace.dat NAME 6  
 T-2 1.00 .00 .00 / .00 1.00 .00 / .00 .00 1.00 MATX  
 1.00: .00 1.00 .00 / .00 .00 1.00 / 1.00 .00 .00 MATX C  
 INV .00 .00 1.00 / 1.00 .00 .00 / .00 1.00 .00 MATX  
 9.630 10.386 25.091 90.00 90.00 90.00 2509.43 C-IN  
 9.630 10.386 25.091 90.00 90.00 90.00 2509.43 32 C-RD D  
 10.386 25.091 9.630 90.00 90.00 90.00 .4139 .3838 C-CD E  
 92.730 107.865 629.575 .000 .000 .000 DOTM  
 1.5406 2 PDF1 F  
 0.05 PDF2 G  
 :6/ 5/28 0 0 pc 90/02/28 HIST K  
 A B C Alpha Beta Gamma VOLume  
 RECIPROCAL CELL  
 .10385E+00 .96285E-01 .39854E-01 89.99999 89.99999 89.99999 .398498E-03  
 DIRECT CELL  
 9.629660 10.385790 25.091340 90.00000 90.00000 90.00000 .250943E+04  
 1-THETA ANGLES THMX = 20.0 NCYC = 2 TOLMN = .0250 TOLMX = .1000  
 THEMX = 32.9 DMIN = 1.417710 LAMBDA =1.540600  
 6 CONDITIONS for NON-EXTINCTION requested  
 OKL K = 2n  
 HOL L = 2n  
 HK0 H = 2n  
 H00 H = 2n  
 OK0 K = 2n  
 OOL L = 2n

Cycle 1 ace.dat  
 2-Theta TOLERANCE = .20000  

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.54567	12.54267	1.540600	7.04031	7.04200	-.00169	1.00
2	1	1	1	6.79734	6.80875	1.540600	13.01390	12.99200	.02190	1.00
3	0	0	4	6.27283	6.28453	1.540600	14.10738	14.08100	.02638	1.00
4	1	1	3	5.39555	5.40040	1.540600	16.41586	16.40100	.01486	1.00
5	0	2	1	5.08513	5.09543	1.540600	17.42550	17.39000	.03550	1.00
6	1	1	4	4.68968	4.69308	1.540600	18.90783	18.89400	.01383	1.00
7	0	2	3	4.41172	4.41892	1.540600	20.11113	20.07800	.03313	1.00
8	2	1	2	4.12533	4.12900	1.540600	21.52339	21.50400	.01939	1.00
9	1	2	4	3.69405	3.69856	1.540600	24.07178	24.04200	.02979	1.00
10	2	2	0	3.53070	3.53572	1.540600	25.20340	25.16700	.03640	1.00
11	1	1	7	3.19626	3.19830	1.540600	27.89121	27.87300	.01821	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT .03640 for OBS 10  
 STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .00725 with DEGREES of FREEDOM 8

A B C Alpha Beta Gamma VOLUME  
 RECIPROCAL CELL

```

.10377E+00 .96093E-01 .39828E-01 90.0000 90.0000 90.0000.397143E-03
R C CORRECTIONS
-.75836E-04-.19255E-03-.26799E-04 .0000 .0000 .0000*****
DIRECT CELL
9.636698 10.406600 25.108220 90.0000 90.0000 90.00002517.985000
D C CORRECTIONS
.007038 .020811 .016884 .0000 .0000 .0000 8.559326

```

Cycle 2 ace.dat

```

2-Theta TOLERANCE = .05000
N H K L D calc D obs Lambda 2-é calc 2-é obs 2-é DIFF WT
1 0 0 2 12.55411 12.54267 1.540600 7.03557 7.04200 -.00643 1.00
2 1 1 1 6.80598 6.80875 1.540600 12.99730 12.99200 .00530 1.00
3 0 0 4 6.27706 6.28453 1.540600 14.09784 14.08100 .01684 1.00
4 1 1 3 5.40121 5.40040 1.540600 16.39852 16.40100 -.00248 1.00
5 0 2 0 5.20330 5.19930 1.540600 17.02679 17.04000 -.01321 1.00
6 0 2 1 5.09504 5.09543 1.540600 17.39134 17.39000 .00134 1.00
7 1 1 4 4.69417 4.69308 1.540600 18.88958 18.89400 -.00442 1.00
8 0 2 3 4.41892 4.41892 1.540600 20.07801 20.07800 .00001 1.00
9 2 1 2 4.12914 4.12900 1.540600 21.50326 21.50400 -.00074 1.00
10 0 2 4 4.00593 4.00466 1.540600 22.17291 22.18000 -.00709 1.00
11 1 0 6 3.83842 3.83836 1.540600 23.15364 23.15400 -.00036 1.00
12 1 2 4 3.69905 3.69856 1.540600 24.03874 24.04200 -.00326 1.00
13 0 2 5 3.61335 3.61014 1.540600 24.61773 24.64000 -.02227 1.00
14 2 2 0 3.53535 3.53572 1.540600 25.16966 25.16700 .00266 1.00
15 2 2 2 3.40299 3.39785 1.540600 26.16568 26.20600 -.04032 1.00
16 1 2 5 3.38333 3.38478 1.540600 26.32043 26.30900 .01143 1.00
17 1 1 7 3.19883 3.19830 1.540600 27.86832 27.87300 -.00468 1.00
18 0 0 8 3.13853 3.14058 1.540600 28.41491 28.39600 .01891 1.00
19 2 1 6 3.02322 3.02380 1.540600 29.52287 29.51700 .00587 1.00
20 2 2 5 2.89080 2.88872 1.540600 30.90817 30.93100 -.02283 1.00
21 1 1 8 2.86863 2.86873 1.540600 31.15312 31.15200 .00112 1.00
22 1 2 7 2.82358 2.82341 1.540600 31.66301 31.66500 -.00199 1.00
23 3 1 4 2.75735 2.75779 1.540600 32.44433 32.43900 .00533 1.00
24 4 0 0 2.40917 2.40911 1.540600 37.29393 37.29500 -.00107 1.00
25 3 3 2 2.31643 2.31475 1.540600 38.84569 38.87500 -.02931 1.00
26 3 3 3 2.26866 2.26629 1.540600 39.69763 39.74100 -.04337 1.00
LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT -.04337 for OBS 26
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01275 with DEGREES of FREEDOM 23

```

```

A B C Alpha Beta Gamma VOLUME
RECIPROCAL CELL
.10380E+00 .96185E-01 .39814E-01 90.0000 90.0000 90.0000.397488E-03
R C CORRECTIONS
.26656E-04 .91934E-04-.13731E-04 .0000 .0000 .0000.344968E-06
DIRECT CELL
9.634223 10.396650 25.116880 90.0000 90.0000 90.00002515.800000
D C CORRECTIONS
-.002475 -.009947 .008661 .0000 .0000 .0000 -2.185303

```

Cycle 3 ace.dat

```

2-Theta TOLERANCE = .05000
N H K L D calc D obs Lambda 2-é calc 2-é obs 2-é DIFF WT
1 0 0 2 12.55844 12.54267 1.540600 7.03314 7.04200 -.00886 1.00
2 1 1 1 6.80250 6.80875 1.540600 13.00399 12.99200 .01199 1.00
3 0 0 4 6.27922 6.28453 1.540600 14.09296 14.08100 .01196 1.00
4 1 1 3 5.40016 5.40040 1.540600 16.40174 16.40100 .00074 1.00
5 0 2 0 5.19833 5.19930 1.540600 17.04320 17.04000 .00320 1.00
6 0 2 1 5.09045 5.09543 1.540600 17.40717 17.39000 .01717 1.00
7 1 1 4 4.69388 4.69308 1.540600 18.89078 18.89400 -.00322 1.00
8 0 2 3 4.41630 4.41892 1.540600 20.09006 20.07800 .01206 1.00
9 2 1 2 4.12790 4.12900 1.540600 21.50983 21.50400 .00583 1.00
10 0 2 4 4.00422 4.00466 1.540600 22.18250 22.18000 .00249 1.00
11 1 0 6 3.83938 3.83836 1.540600 23.14779 23.15400 -.00621 1.00
12 1 2 4 3.69757 3.69856 1.540600 24.04855 24.04200 .00655 1.00
13 0 2 5 3.61233 3.61014 1.540600 24.62480 24.64000 -.01520 1.00
14 2 2 0 3.53330 3.53572 1.540600 25.18450 25.16700 .01750 1.00
15 2 2 2 3.40125 3.39785 1.540600 26.17932 26.20600 -.02668 1.00

```

16	1	2	5	3.38239	3.38478	1.540600	26.32793	26.30900	.01893	1.00
17	1	1	7	3.19933	3.19830	1.540600	27.86390	27.87300	-.00910	1.00
18	0	0	8	3.13961	3.14058	1.540600	28.40491	28.39600	.00891	1.00
19	2	1	6	3.02321	3.02380	1.540600	29.52293	29.51700	.00593	1.00
20	1	1	8	2.86918	2.86873	1.540600	31.14697	31.15200	-.00503	1.00
21	1	2	7	2.82333	2.82341	1.540600	31.66595	31.66500	.00095	1.00
22	3	1	4	2.75682	2.75779	1.540600	32.45066	32.43900	.01167	1.00
23	0	0	10	2.51169	2.50865	1.540600	35.71927	35.76400	-.04473	1.00
24	2	3	5	2.45450	2.45305	1.540600	36.58063	36.60300	-.02237	1.00
25	4	0	0	2.40856	2.40911	1.540600	37.30386	37.29500	.00887	1.00
26	3	3	2	2.31516	2.31475	1.540600	38.86785	38.87500	-.00715	1.00
27	3	3	3	2.26750	2.26629	1.540600	39.71881	39.74100	-.02219	1.00
28	2	2	9	2.19003	2.19183	1.540600	41.18644	41.15100	.03543	1.00
29	0	2	13	1.81103	1.81077	1.540600	50.34425	50.35200	-.00775	1.00
30	0	4	10	1.80617	1.80464	1.540600	50.48923	50.53500	-.04577	1.00
31	4	3	12	1.43754	1.43714	1.540600	64.80254	64.82300	-.02046	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT -.04577 for OBS 30  
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01762 with DEGREES of FREEDOM 28

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10378E+00	.96213E-01	.39824E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.397633E-03
R C CORRECTIONS						
-.18604E-04	.28218E-04	.99783E-05	.0000	.0000	.0000	.144995E-06
DIRECT CELL						
9.635950	10.393610	25.110590	90.0000	90.0000	90.0000	2514.882000
D C CORRECTIONS						
.001727	-.003049	-.006296	.0000	.0000	.0000	-.917480

Cycle 4 ace.dat

2-Theta TOLERANCE = .05000

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.55529	12.54267	1.540600	7.03491	7.04200	-.00709	1.00
2	1	1	1	6.80213	6.80875	1.540600	13.00470	12.99200	.01270	1.00
3	0	0	4	6.27765	6.28453	1.540600	14.09651	14.08100	.01551	1.00
4	1	1	3	5.39947	5.40040	1.540600	16.40384	16.40100	.00284	1.00
5	0	2	0	5.19680	5.19930	1.540600	17.04824	17.04000	.00824	1.00
6	0	2	1	5.08896	5.09543	1.540600	17.41228	17.39000	.02229	1.00
7	1	1	4	4.69314	4.69308	1.540600	18.89378	18.89400	-.00022	1.00
8	0	2	3	4.41506	4.41892	1.540600	20.09577	20.07800	.01777	1.00
9	2	1	2	4.12814	4.12900	1.540600	21.50857	21.50400	.00457	1.00
10	0	2	4	4.00311	4.00466	1.540600	22.18870	22.18000	.00870	1.00
11	1	0	6	3.83868	3.83836	1.540600	23.15207	23.15400	-.00193	1.00
12	1	2	4	3.69680	3.69856	1.540600	24.05365	24.04200	.01165	1.00
13	0	2	5	3.61135	3.61014	1.540600	24.63159	24.64000	-.00841	1.00
14	2	2	0	3.53317	3.53572	1.540600	25.18551	25.16700	.01851	1.00
15	2	2	2	3.40106	3.39785	1.540600	26.18078	26.20600	-.02522	1.00
16	1	2	5	3.38166	3.38478	1.540600	26.33371	26.30900	.02471	1.00
17	1	1	7	3.19866	3.19830	1.540600	27.86979	27.87300	-.00320	1.00
18	0	0	8	3.13882	3.14058	1.540600	28.41218	28.39600	.01618	1.00
19	2	1	6	3.02295	3.02380	1.540600	29.52550	29.51700	.00850	1.00
20	1	1	8	2.86856	2.86873	1.540600	31.15386	31.15200	.00186	1.00
21	1	2	7	2.82269	2.82341	1.540600	31.67330	31.66500	.00830	1.00
22	3	1	4	2.75700	2.75779	1.540600	32.44855	32.43900	.00956	1.00
23	0	0	10	2.51106	2.50865	1.540600	35.72853	35.76400	-.03547	1.00
24	2	3	5	2.45410	2.45305	1.540600	36.58671	36.60300	-.01629	1.00
25	4	0	0	2.40899	2.40911	1.540600	37.29693	37.29500	.00193	1.00
26	3	3	2	2.31506	2.31475	1.540600	38.86972	38.87500	-.00528	1.00
27	3	3	3	2.26738	2.26629	1.540600	39.72108	39.74100	-.01992	1.00
28	0	2	13	1.81056	1.81077	1.540600	50.35802	50.35200	.00602	1.00
29	0	4	10	1.80568	1.80464	1.540600	50.50388	50.53500	-.03112	1.00
30	4	3	12	1.43739	1.43714	1.540600	64.81017	64.82300	-.01283	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT -.03547 for OBS 23  
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01578 with DEGREES of FREEDOM 27

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
RECIPROCAL CELL						
.10378E+00	.96211E-01	.39828E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.397687E-03

R C CORRECTIONS  
.44922E-05-.19767E-05 .45350E-05 .0000 .0000 .0000.543369E-07  
DIRECT CELL  
9.635532 10.393820 25.107730 90.0000 90.0000 90.00002514.539000  
D C CORRECTIONS  
-.000418 .000213 -.002859 .0000 .0000 .0000 -.343506

Cycle 5 ace.dat

2-Theta TOLERANCE = .05000

N	H	K	L	D calc	D obs	Lambda	2-é calc	2-é obs	2-é DIFF	WT
1	0	0	2	12.55387	12.54267	1.540600	7.03571	7.04200	-.00629	1.00
2	1	1	1	6.80198	6.80875	1.540600	13.00498	12.99200	.01298	1.00
3	0	0	4	6.27693	6.28453	1.540600	14.09812	14.08100	.01712	1.00
4	1	1	3	5.39917	5.40040	1.540600	16.40476	16.40100	.00376	1.00
5	0	2	0	5.19691	5.19930	1.540600	17.04789	17.04000	.00789	1.00
6	0	2	1	5.08904	5.09543	1.540600	17.41202	17.39000	.02202	1.00
7	1	1	4	4.69281	4.69308	1.540600	18.89510	18.89400	.00110	1.00
8	0	2	3	4.41498	4.41892	1.540600	20.09611	20.07800	.01811	1.00
9	2	1	2	4.12797	4.12900	1.540600	21.50946	21.50400	.00546	1.00
10	0	2	4	4.00298	4.00466	1.540600	22.18946	22.18000	.00946	1.00
11	1	0	6	3.83828	3.83836	1.540600	23.15448	23.15400	.00048	1.00
12	1	2	4	3.69667	3.69856	1.540600	24.05451	24.04200	.01251	1.00
13	0	2	5	3.61117	3.61014	1.540600	24.63281	24.64000	-.00719	1.00
14	2	2	0	3.53312	3.53572	1.540600	25.18586	25.16700	.01886	1.00
15	2	2	2	3.40099	3.39785	1.540600	26.18134	26.20600	-.02466	1.00
16	1	2	5	3.38150	3.38478	1.540600	26.33500	26.30900	.02600	1.00
17	1	1	7	3.19837	3.19830	1.540600	27.87245	27.87300	-.00055	1.00
18	0	0	8	3.13847	3.14058	1.540600	28.41548	28.39600	.01948	1.00
19	2	1	6	3.02273	3.02380	1.540600	29.52775	29.51700	.01075	1.00
20	1	1	8	2.86828	2.86873	1.540600	31.15697	31.15200	.00497	1.00
21	1	2	7	2.82250	2.82341	1.540600	31.67551	31.66500	.01051	1.00
22	3	1	4	2.75685	2.75779	1.540600	32.45031	32.43900	.01131	1.00
23	0	0	10	2.51077	2.50865	1.540600	35.73273	35.76400	-.03127	1.00
24	2	3	5	2.45404	2.45305	1.540600	36.58778	36.60300	-.01522	1.00
25	4	0	0	2.40888	2.40911	1.540600	37.29861	37.29500	.00361	1.00
26	3	3	2	2.31502	2.31475	1.540600	38.87042	38.87500	-.00458	1.00
27	3	3	3	2.26733	2.26629	1.540600	39.72195	39.74100	-.01905	1.00
28	0	2	13	1.81039	1.81077	1.540600	50.36328	50.35200	.01128	1.00
29	0	4	10	1.80559	1.80464	1.540600	50.50653	50.53500	-.02847	1.00
30	4	3	12	1.43730	1.43714	1.540600	64.81494	64.82300	-.00806	1.00

LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT -.03127 for OBS 23  
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS .01578 with DEGREES of FREEDOM 27

A	B	C	Alpha	Beta	Gamma	VOLUME
.10378E+00	.96211E-01	.39828E-01	90.0000	90.0000	90.0000	.397687E-03
R C STNDRD ERRS						
.27150E-04	.30391E-04	.72344E-05	.0000	.0000	.0000	
R C CORRECTIONS						
-.10362E-07	-.11095E-09	.18130E-08	.0000	.0000	.0000	*****
DIRECT CELL						
9.635533	10.393820	25.107730	90.0000	90.0000	90.0000	2514.539000
D C STNDRD ERRS						
.002521	.003283	.004561	.0000	.0000	.0000	.728233
D C CORRECTIONS						
.000001	.000000	.000000	.0000	.0000	.0000	.000244

DIRECT CELL VARIANCE-COVARIANCE MATRIX						ROW
.635380E-05	-.318108E-05	-.103364E-05	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	1
-.318108E-05	.107794E-04	-.590607E-05	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	2
-.103364E-05	-.590607E-05	.207984E-04	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	3
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	4
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	5
.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	.000000E+00	6

DIRECT CELL	CORRELATION		MATRIX			ROW
1.000000	-.384380	-.089916	.000000	.000000	.000000	1
-.384380	1.000000	-.394445	.000000	.000000	.000000	2

-.089916	-.394445	1.000000	.000000	.000000	.000000	3
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	4
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	5
.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	.000000	6

N	D calc	D obs	INT	<AUTHOR >			<PROGRAM>			OBS	CALC	DIFF	FINL
				H	K	L	H	K	L				
1	12.5539	12.5427	0	0	0	2C	0	0	2	7.042	7.036	-.006	1.0
2	7.6436						1	0	2		11.568		
3	6.8020	6.8087	0	1	1	1C	1	1	1	12.992	13.005	.013	1.0
4	6.2769	6.2845	0	0	0	4C	0	0	4	14.081	14.098	.017	1.0
5	6.1578						1	1	2		14.372		
6	5.3992	5.4004	0	1	1	3C	1	1	3	16.401	16.405	.004	1.0
7	5.2594						1	0	4		16.844		
8	5.1969	5.1993	0	0	2	0C	0	2	0	17.040	17.048	.008	1.0
9	5.0890	5.0954	0	0	2	1C	0	2	1	17.390	17.412	.022	1.0
10	4.8178	4.8138	0	2	0	0C	2	0	0 M	18.416	18.401	-.015	1.0
11	4.8017						0	2	2		18.463		
12	4.6928	4.6931	0	1	1	4C	1	1	4	18.894	18.895	.001	1.0
13	4.5000	4.5042	0	1	2	1C	1	2	1 M	19.694	19.713	.019	1.0
14	4.4979						2	0	2		19.722		
15	4.4150	4.4189	0	0	2	3C	0	2	3	20.078	20.096	.018	1.0
16	4.3710						2	1	0		20.300		
17	4.3063	4.3116	0	2	1	1C	2	1	1 M	20.583	20.609	.026	1.0
18	4.2977						1	2	2		20.651		
19	4.1846						0	0	6		21.215		
20	4.1280	4.1290	0	2	1	2C	2	1	2	21.504	21.509	.005	1.0
21	4.0932						1	1	5		21.694		
22	4.0137						1	2	3		22.129		
23	4.0030	4.0047	0	0	2	4C	0	2	4	22.180	22.189	.009	1.0
24	3.8744						2	1	3		22.935		
25	3.8383	3.8384	0	1	0	6C	1	0	6	23.154	23.154	.000	1.0
26	3.8218						2	0	4		23.256		
27	3.6967	3.6986	0	1	2	4C	1	2	4	24.042	24.055	.013	1.0
28	3.6112	3.6101	0	0	2	5C	0	2	5	24.640	24.633	-.007	1.0
29	3.6006						1	1	6		24.706		
30	3.5870						2	1	4		24.801		
31	3.5331	3.5357	0	2	2	0C	2	2	0	25.167	25.186	.019	1.0
32	3.4986						2	2	1		25.438		
33	3.4010	3.3978	0	2	2	2C	2	2	2	26.206	26.181	-.025	1.0
34	3.3815	3.3848	0	1	2	5C	1	2	5	26.309	26.335	.026	1.0
35	3.2970						2	1	5		27.023		
36	3.2593						0	2	6		27.341		
37	3.2550						2	2	3		27.378		
38	3.2331						1	3	1		27.567		
39	3.1984	3.1983	0	1	1	7C	1	1	7	27.873	27.872	-.001	1.0
40	3.1593	3.1592	0	2	0	6C	2	0	6 M	28.225	28.224	-.001	1.0
41	3.1556						1	3	2		28.258		
42	3.1385	3.1406	0	0	0	8C	0	0	8	28.396	28.415	.019	1.0
43	3.1116						3	0	2		28.666		
44	3.0875						1	2	6		28.895		
45	3.0789						2	2	4		28.977		
46	3.0460						3	1	1		29.297		
47	3.0379						1	3	3		29.377		
48	3.0227	3.0238	0	2	1	6C	2	1	6	29.517	29.528	.011	1.0
49	2.9842						1	0	8		29.918		
50	2.9809						3	1	2		29.952		
51	2.9520						0	2	7		30.252		
52	2.8933						1	3	4		30.881		
53	2.8896	2.8887	0	2	2	5C	2	2	5 M	30.931	30.922	-.009	1.0
54	2.8811						3	1	3		31.015		
55	2.8683	2.8687	0	1	1	8C	1	1	8	31.152	31.157	.005	1.0
56	2.8593						3	0	4		31.258		
57	2.8225	2.8234	0	1	2	7C	1	2	7	31.665	31.676	.011	1.0
58	2.8128						2	3	0		31.788		
59	2.7953						2	3	1		31.992		
60	2.7728						2	1	7		32.259		
61	2.7569	2.7578	0	3	1	4C	3	1	4	32.439	32.450	.011	1.0

62	2.7448						2	3	2					32.597		
63	2.7345						1	3	5					32.723		
64	2.7161						3	2	1					32.951		
65	2.6996						2	2	6					33.158		
66	2.6866						0	2	8					33.324		
67	2.6697	2.6707	0	3	2	2C	3	2	2	M	33.528			33.541	.013	1.0
68	2.6662						2	3	3					33.585		
69	2.6297						2	0	8					34.066		
70	2.6185						3	1	5					34.217		
71	2.5985						0	4	0					34.488		
72	2.5973						3	2	3					34.505		
73	2.5948	2.5935	0	1	1	9C	1	1	9	M	34.556			34.538	-.018	1.0
74	2.5879						1	2	8					34.634		
75	2.5846						0	4	1					34.678		
76	2.5718						1	3	6					34.857		
77	2.5669						2	3	4					34.926		
78	2.5494						2	1	8					35.174		
79	2.5479						3	0	6					35.195		
80	2.5445						0	4	2					35.243		
81	2.5171						2	2	7					35.640		
82	2.5108	2.5086	0	0	0	10C	0	0	10		35.764			35.733	-.031	1.0
83	2.5051						3	2	4					35.816		
84	2.4964						1	4	1					35.945		
85	2.4816						0	4	3					36.167		
86	2.4746						3	1	6					36.273		
87	2.4602						1	4	2					36.493		
88	2.4580						0	2	9					36.527		
89	2.4540	2.4530	0	2	3	5C	2	3	5		36.603			36.588	-.015	1.0
90	2.4296						1	0	10					36.968		
91	2.4126						1	3	7					37.240		
92	2.4089	2.4091	0	4	0	0C	4	0	0		37.295			37.299	.004	1.0
93	2.4032						1	4	3					37.390		
94	2.4009						0	4	4					37.428		
95	2.3999						3	2	5					37.443		
96	2.3817						1	2	9					37.740		
97	2.3659						1	1	10					38.003		
98	2.3657						4	0	2					38.005		
99	2.3516						2	1	9					38.242		
100	2.3467	2.3466	0	4	1	0C	4	1	0	M	38.327			38.325	-.002	1.0
101	2.3464						2	2	8					38.330		
102	2.3451						3	3	1					38.352		
103	2.3365						4	1	1					38.499		
104	2.3344						2	3	6					38.534		
105	2.3318						3	1	7					38.580		
106	2.3296						1	4	4					38.617		
107	2.3150	2.3148	0	3	3	2C	3	3	2		38.875			38.870	-.005	1.0
108	2.3078						0	4	5					38.997		
109	2.3067						4	1	2					39.016		
110	2.2877						3	2	6					39.353		
111	2.2870						2	4	0					39.366		
112	2.2776						2	4	1					39.536		
113	2.2673	2.2663	0	3	3	3C	3	3	3		39.741			39.722	-.019	1.0
114	2.2611						1	3	8					39.837		
115	2.2608						0	2	10					39.842		
116	2.2595						4	1	3					39.865		
117	2.2500						2	4	2					40.041		
118	2.2490	2.2491	0	4	0	4C	4	0	4	M	40.057			40.060	.003	1.0
119	2.2447						3	0	8					40.139		
120	2.2443						1	4	5					40.147		
121	2.2266						2	0	10					40.481		
122	2.2134						2	3	7					40.732		
123	2.2075						0	4	6					40.846		
124	2.2061						2	4	3					40.872		
125	2.2053						3	3	4					40.889		
126	2.2010						1	2	10					40.972		
127	2.1981	2.1991	0	4	1	4C	4	1	4	M	41.008			41.028	.020	1.0
128	2.1941	2.1918	0	3	1	8C	3	1	8	M	41.151			41.106	-.045	1.0
129	2.1895						2	2	9					41.197		

130	2.1855						4	2	0				41.275		
131	2.1773						4	2	1				41.439		
132	2.1772						2	1	10				41.441		
133	2.1734						3	2	7				41.515		
134	2.1720						1	1	11				41.544		
135	2.1531	2.1537	0	4	2	2C	4	2	2	M	41.913		41.925	.012	1.0
136	2.1517						1	4	6				41.953		
137	2.1488						2	4	4				42.013		
138	2.1325						3	3	5				42.351		
139	2.1260						4	1	5				42.486		
140	2.1197						1	3	9				42.619		
141	2.1146						4	2	3				42.726		
142	2.1043						0	4	7				42.946		
143	2.0947						2	3	8				43.153		
144	2.0923	2.0918	0	0	0	12C	0	0	12	M	43.215		43.204	-.011	1.0
145	2.0898						0	2	11				43.258		
146	2.0877						4	0	6				43.305		
147	2.0813						2	4	5				43.444		
148	2.0642						3	1	9				43.822		
149	2.0640						4	2	4				43.827		
150	2.0607						3	2	8				43.901		
151	2.0558						1	4	7				44.010		
152	2.0526						3	3	6				44.083		
153	2.0468						4	1	6				44.215		
154	2.0466						2	2	10				44.219		
155	2.0447						1	0	12				44.263		
156	2.0424						1	2	11				44.316		
157	2.0254						1	5	1				44.707		
158	2.0233						2	1	11				44.757		
159	2.0136						3	4	1				44.983		
160	2.0069						2	4	6				45.143		
161	2.0062						1	1	12				45.158		
162	2.0059						1	5	2				45.165		
163	2.0039						4	2	5				45.212		
164	2.0015						0	4	8				45.271		
165	1.9945						3	4	2				45.439		
166	1.9892						1	3	10				45.565		
167	1.9808						2	3	9				45.771		
168	1.9781						3	0	10				45.836		
169	1.9778						4	3	0				45.843		
170	1.9746						1	5	3				45.921		
171	1.9717						4	3	1				45.993		
172	1.9688						3	3	7				46.064		
173	1.9637						4	1	7				46.191		
174	1.9637						3	4	3				46.191		
175	1.9597						1	4	8				46.292		
176	1.9537						4	3	2				46.442		
177	1.9520						3	2	9				46.485		
178	1.9432						3	1	10				46.707		
179	1.9409						0	2	12				46.766		
180	1.9372						4	2	6				46.860		
181	1.9332						1	5	4				46.963		
182	1.9284						2	4	7				47.088		
183	1.9248						4	3	3				47.181		
184	1.9230						3	4	4				47.228		
185	1.9191						2	0	12				47.329		
186	1.9172						2	2	11				47.379		
187	1.9109						4	0	8				47.545		
188	1.9087						2	5	0				47.604		
189	1.9048						5	0	2				47.707		
190	1.9032						2	5	1				47.750		
191	1.9027						1	2	12				47.763		
192	1.9014						0	4	9				47.797		
193	1.8894						5	1	1				48.119		
194	1.8872						2	1	12				48.179		
195	1.8870						2	5	2				48.186		
196	1.8864						4	3	4				48.202		
197	1.8839						3	3	8				48.270		

198	1.8836						1	5	5						48.277		
199	1.8794						4	1	8						48.393		
200	1.8742						3	4	5						48.537		
201	1.8736						5	1	2						48.552		
202	1.8731						2	3	10						48.566		
203	1.8698						1	3	11						48.657		
204	1.8663						4	2	7						48.753		
205	1.8654						1	4	9						48.778		
206	1.8630						1	1	13						48.846		
207	1.8609						2	5	3						48.905		
208	1.8487						3	2	10						49.249		
209	1.8483						2	4	8						49.260		
210	1.8480						5	1	3						49.268		
211	1.8422						5	0	4						49.433		
212	1.8402						4	3	5						49.491		
213	1.8314						3	1	11						49.745		
214	1.8279						1	5	6						49.848		
215	1.8261						2	5	4						49.900		
216	1.8192						3	4	6						50.101		
217	1.8140						5	1	4						50.257		
218	1.8104	1.8108	0	0	2	13C	0	2	13	50.352	50.363	.011	1.0				
219	1.8056	1.8046	0	0	4	10C	0	4	10	50.535	50.507	-.028	1.0				
220	1.8022						5	2	1						50.608		
221	1.8003						2	2	12						50.665		
222	1.7997						3	3	9						50.683		
223	1.7958						4	1	9						50.801		
224	1.7935						4	2	8						50.871		
225	1.7934						0	0	14						50.874		
226	1.7884						5	2	2						51.025		
227	1.7881						4	3	6						51.034		
228	1.7841						2	5	5						51.157		
229	1.7793						1	2	13						51.308		
230	1.7747						1	4	10						51.449		
231	1.7728						5	1	5						51.508		
232	1.7724						2	3	11						51.521		
233	1.7687						2	4	9						51.638		
234	1.7680						1	5	7						51.658		
235	1.7666						2	1	13						51.703		
236	1.7666						4	4	0						51.704		
237	1.7662	1.7649	0	5	2	3C	5	2	3	51.755	51.715	-.040	1.0				
238	1.7631						1	0	14						51.812		
239	1.7622						4	4	1						51.841		
240	1.7609						1	3	12						51.883		
241	1.7602						3	4	7						51.906		
242	1.7531						3	0	12						52.129		
243	1.7517						3	2	11						52.176		
244	1.7504						5	0	6						52.216		
245	1.7493						4	4	2						52.251		
246	1.7409						3	5	1						52.522		
247	1.7383						1	1	14						52.608		
248	1.7382						4	0	10						52.610		
249	1.7366						2	5	6						52.665		
250	1.7364						5	2	4						52.671		
251	1.7323						0	6	0						52.804		
252	1.7320						4	3	7						52.816		
253	1.7287						3	1	12						52.922		
254	1.7285						3	5	2						52.929		
255	1.7285						4	4	3						52.930		
256	1.7282						0	6	1						52.939		
257	1.7261						5	1	6						53.009		
258	1.7204						4	2	9						53.197		
259	1.7178						3	3	10						53.284		
260	1.7160						0	6	2						53.344		
261	1.7149						0	4	11						53.383		
262	1.7144						4	1	10						53.398		
263	1.7084						3	5	3						53.602		
264	1.7057						1	5	8						53.693		
265	1.7011						1	6	1						53.852		

266	1.7005	4	4	4	53.871
267	1.7002	5	2	5	53.882
268	1.6987	3	4	8	53.934
269	1.6963	0	6	3	54.013
270	1.6953	0	2	14	54.049
271	1.6947	2	2	13	54.070
272	1.6907	2	4	10	54.207
273	1.6895	1	6	2	54.251
274	1.6883	1	4	11	54.291
275	1.6850	2	5	7	54.408
276	1.6814	3	5	4	54.534
277	1.6807	2	0	14	54.556
278	1.6803	5	3	1	54.570
279	1.6788	2	3	12	54.625
280	1.6754	5	1	7	54.745
281	1.6733	4	3	8	54.820
282	1.6707	1	6	3	54.913
283	1.6699	0	6	4	54.941
284	1.6697	1	2	14	54.949
285	1.6692	5	3	2	54.966
286	1.6664	4	4	5	55.064
287	1.6617	1	3	13	55.235
288	1.6612	3	2	12	55.254
289	1.6592	2	1	14	55.325
290	1.6588	5	2	6	55.338
291	1.6510	5	3	3	55.622
292	1.6485	4	2	10	55.716
293	1.6484	3	5	5	55.717
294	1.6454	1	6	4	55.831
295	1.6425	1	5	9	55.937
296	1.6422	5	0	8	55.946
297	1.6391	3	3	11	56.061
298	1.6376	0	6	5	56.118
299	1.6362	4	1	11	56.171
300	1.6362	3	4	9	56.171
301	1.6346	3	1	13	56.232
302	1.6308	2	5	8	56.374
303	1.6301	2	6	0	56.399
304	1.6297	0	4	12	56.416
305	1.6288	1	1	15	56.450
306	1.6275	4	4	6	56.499
307	1.6267	2	6	1	56.528
308	1.6266	5	3	4	56.532
309	1.6221	5	1	8	56.703
310	1.6166	2	6	2	56.915
311	1.6156	2	4	11	56.953
312	1.6144	1	6	5	56.996
313	1.6137	5	2	7	57.025
314	1.6135	4	3	9	57.034
315	1.6107	3	5	6	57.141
316	1.6068	1	4	12	57.291
317	1.6059	6	0	0	57.327
318	1.6006	0	6	6	57.536
319	1.6001	2	6	3	57.556
320	1.5992	2	2	14	57.591
321	1.5967	5	3	5	57.688
322	1.5932	0	2	15	57.826
323	1.5929	6	0	2	57.838
324	1.5922	2	3	13	57.868
325	1.5871	6	1	0	58.071
326	1.5848	4	4	7	58.164
327	1.5839	6	1	1	58.198
328	1.5796	4	0	12	58.372
329	1.5795	1	5	10	58.376
330	1.5789	1	6	6	58.400
331	1.5786	4	2	11	58.415
332	1.5778	2	6	4	58.447
333	1.5771	3	2	13	58.474

334	1.5753	2	5	9	58.549
335	1.5746	6	1	2	58.578
336	1.5739	3	4	10	58.604
337	1.5738	4	5	0	58.610
338	1.5719	1	2	15	58.687
339	1.5714	1	3	14	58.709
340	1.5707	4	5	1	58.736
341	1.5693	3	5	7	58.795
342	1.5692	0	0	16	58.796
343	1.5674	5	1	9	58.870
344	1.5659	5	2	8	58.934
345	1.5658	3	0	14	58.936
346	1.5643	3	3	12	59.001
347	1.5632	2	1	15	59.048
348	1.5623	5	3	6	59.082
349	1.5617	4	1	12	59.108
350	1.5616	4	5	2	59.114
351	1.5599	0	6	7	59.183
352	1.5593	6	1	3	59.208
353	1.5558	6	0	4	59.354
354	1.5537	4	3	10	59.444
355	1.5505	2	6	5	59.579
356	1.5501	0	4	13	59.596
357	1.5488	1	0	16	59.649
358	1.5484	3	1	14	59.668
359	1.5467	4	5	3	59.740
360	1.5449	5	4	1	59.814
361	1.5437	2	4	12	59.865
362	1.5399	1	6	7	60.032
363	1.5394	4	4	8	60.050
364	1.5387	6	1	4	60.083
365	1.5362	5	4	2	60.188
366	1.5343	6	2	0	60.270
367	1.5319	1	1	16	60.376
368	1.5315	6	2	1	60.394
369	1.5304	1	4	13	60.441
370	1.5287	5	0	10	60.515
371	1.5265	4	5	4	60.611
372	1.5252	3	5	8	60.669
373	1.5244	5	3	7	60.703
374	1.5230	6	2	2	60.766
375	1.5221	5	4	3	60.807
376	1.5219	3	6	1	60.816
377	1.5195	2	5	10	60.922
378	1.5189	2	6	6	60.945
379	1.5177	1	5	11	61.000
380	1.5166	0	6	8	61.049
381	1.5166	5	2	9	61.051
382	1.5136	3	6	2	61.186
383	1.5133	6	1	5	61.197
384	1.5127	3	4	11	61.222
385	1.5127	2	2	15	61.225
386	1.5125	5	1	10	61.235
387	1.5122	2	3	14	61.247
388	1.5114	4	2	12	61.284
389	1.5092	6	2	3	61.382
390	1.5029	5	4	4	61.669
391	1.5022	0	2	16	61.697
392	1.5018	4	5	5	61.719
393	1.5000	3	6	3	61.799
394	1.4993	6	0	6	61.831
395	1.4993	3	2	14	61.832
396	1.4982	1	6	8	61.883
397	1.4947	4	3	11	62.041
398	1.4935	3	3	13	62.098
399	1.4925	4	4	9	62.144
400	1.4921	2	0	16	62.163
401	1.4913	4	1	13	62.202

402	1.4905					6	2	4		62.239			
403	1.4891					1	3	15		62.303			
404	1.4843					1	2	16		62.525			
405	1.4841					2	6	7		62.537			
406	1.4840					5	3	8		62.542			
407	1.4839					6	1	6		62.542			
408	1.4816					3	6	4		62.653			
409	1.4795					3	5	9		62.751			
410	1.4792					5	4	5		62.766			
411	1.4769					2	1	16		62.873			
412	1.4760					0	4	14		62.918			
413	1.4756					2	4	13		62.937			
414	1.4731					4	5	6		63.058			
415	1.4717					0	6	9		63.124			
416	1.4695					3	1	15		63.230			
417	1.4674					6	2	5		63.330			
418	1.4666					5	2	10		63.368			
419	1.4650					1	7	1		63.444			
420	1.4642					2	5	11		63.483			
421	1.4590					1	4	14		63.737			
422	1.4589					3	6	5		63.740			
423	1.4579					5	1	11		63.789			
424	1.4577					1	5	12		63.800			
425	1.4576					1	7	2		63.805			
426	1.4570					6	3	0		63.833			
427	1.4548					1	6	9		63.942			
428	1.4546					6	3	1		63.953			
429	1.4533					3	4	12		64.016			
430	1.4517					5	4	6		64.092			
431	1.4514					6	1	7		64.112			
432	1.4473					6	3	2		64.313			
433	1.4472					4	2	13		64.316			
434	1.4466					2	6	8		64.346			
435	1.4457					1	1	17		64.393			
436	1.4455					1	7	3		64.405			
437	1.4448					4	4	10		64.439			
438	1.4418					5	3	9		64.589			
439	1.4412					4	5	7		64.620			
440	1.4406					6	2	6		64.651			
441	1.4385					4	0	14		64.753			
442	1.4384					2	3	15		64.758			
443	1.4373	1.4371	0	4	3	12C	4	3	12	64.823	64.815	-.008	1.0
444	1.4354					6	3	3		64.910			
445	1.4341					2	2	16		64.975			
446	1.4330					3	5	10		65.034			
447	1.4326					3	6	6		65.056			
448	1.4296					6	0	8		65.205			
449	1.4290					1	7	4		65.239			
450	1.4273					3	2	15		65.326			
451	1.4269					3	3	14		65.347			
452	1.4259					0	6	10		65.399			
453	1.4249					4	1	14		65.447			
454	1.4212					5	4	7		65.641			
455	1.4207					0	2	17		65.668			
456	1.4193					6	3	4		65.741			
457	1.4190					2	7	0		65.757			

REFLECTION SUMMARY for ENTIRE PATTERN:  
ESTIMATED RESOLUTION = .050 deg 2-Theta

THEORETICAL # of LINES = 457  
THEORETICAL RESOLVABLE = 276  
UNIQUE OBSERVED LINES = 44

TOTAL LINES INPUT= 44  
NUMBER INDEXED= 44  
NUMBER UNINDEXED= 0  
NUMBER FLAGGED = 0

\*\*\*\*\* FOR INDEXED LINES \*\*\*\*\*

AVERAGE 2-Theta DIFFERENCE = .001  
# with DIFF > +0.05(2-Theta) = 0  
# with DIFF < -0.05(2-Theta) = 0

C/SIGMA (NON-RANDOM ERROR TEST) = -.06

M(20) = 19.2 (DLIMIT = 3.1871, # POSSIBLE = 39)  
X(20) = 0

F(30) = 28.3 (DELTA 2-Theta = .0128, # POSSIBLE = 83)