Командный файл для программы DICVOL06

```
! DATA FILE: MgAl2O4s.dat
! INSTRM:  1
  DICVOL input parameters:
  20   2   1   0   0   0   0   0                    ! N, ITYPE, JC, JT ,JH, JO, JM, JTR
  25.0  25.0  25.0      0.0   2500.0  90.0 125.0      !
AMAX,BMAX,CMAX,VOLMIN,VOLMAX,BEMIN,BEMAX
  1.22700    0.000    0.000    0.000                ! WAVE,POIMOL,DENS,DELDEN
   0.030   10.000   0   0   1   0   2              ! EPS,FOM, N_IMP, ZERO_search,
ZERO_refinement, DV06_option, ISUP
     15.11003      57.15203      20.78463
     24.78773     109.18742      18.30779
.................................................................
    120.64124      99.48991      28.42803
```

Пояснения кодовых слов командного файла *.dic

1 строка **название** формат (16A4)

2 строка **N, ITYPE, JC, JT, JH, JO, JM, JTR** задается в свободном формате

N Число линий используемых для решения (не больше 20).

ITYPE определяет единицы в которых задана дифрактограмма
=1 тета (град)
=2 два-тета.
=3 d-межплоскостные расстояния (Å).

Следующие 6 значений определяют какую сингонию тестировать (1), а какую нет(0)

JC кубическая.
JT тетрагональная
JH гексагональная.
JO орторомбическая.
JM моноклинная.
JTR триклинная.

3-я строка
AMAX, BMAX, CMAX, VOLMIN, VOLMAX, BEMIN, BEMAX (свободный формат)

AMAX, BMAX, CMAX – максимальные значения параметров a,b,c (соответственно) элементарной ячейки
VOLMIN, VOLMAX - минимальный и максимальные обьемы ячейки в пределах которых будут определяться параметры.
BEMIN, BEMAX – соответственно мин. и макс. значения углов (град.)эл. ячейки.

4-я строка

WAVE, POIMOL, DENS, DELDEN FREE FORMAT

WAVE значение длины волны. (если 0, то CuKα)

POIMOL молекулярный вес в a.m.u. (0 – если не известен)

DENS измеренная плотность в г/см^3

DELDEN абсолютная ошибка в измерении плотности.

5-я строка

EPS, FOM, N_IMP, ZERO_S, ZERO_REF, OPTION

FREE FORMAT

EPS =0.0 абсолютная ошибка каждой линии берется равной 0.03 (2Θ)
=1.0 абсолютная ошибка каждой линии вводится
= от 0 до 1, то постоянное значение для всех линий.

FOM наименьшее значение figure of merit (варианты со значением большим будут выдаваться на печать (по умолчанию=0.0 если M(N)=10.0).

IMP макс. количество линий от примеси среди первых N линий.
Если 'IMP' <0 то поиск начинается с нулевого значения примесных линий.
Если решения нет то вводится одна линия итд до количества примесных линий = **IMP**

ZERO_S априори определения сдвига нуля отсчете дифрактограммы.
=0 не определять сдвиг
=1 определять
Если >0 но <1, ZERO_S является значением поправки.

ZERO_REF =0 не проводится мнк нулевой точки.
=1 проводится мнк.

OPTION =0 Работает алгоритм программы DICVOL04
=1 для более сложных случаев. Требует больше времени.

.

6- N строки D(I),EPSIL(I)

D(I) значение положения линии в соответствии с **'ITYPE'.**
EPSIL абсолютная ошибка в 'D(I)', в соответствии с **'ITYPE'**,

отметим:
если ITYPE=1,2 то значения приводятся в порядке увеличения.

Некоторые из рекомендаций авторов программы при определении параметров эл.ячейки с помощью программы DICVOL06.

1) Используйте все линии спектра, несмотря на то что только первые 20 используются для поиска решения.
2) Осторожно используйте параметер количество примесных линий. Завышенное их значение способстует неудаче в поиске правильного решения.
3) Для хорошо закристаллизованных образцов используйте параметер **OPTION**=0.
4) Если вы уверены в качестве своих данных старайтесь не использовать процедуру поиска в ваших данных ошибку в определении нуля **ZERO_S=0**.
5) Авторы предлагают всегда начинать поиск с высокосимметричных сингоний, затем моноклинная и отдельно триклинная, если решение не находится.

6) Следует внимательно прочесть статьи 1,5,6,9
7) Положение пиков должно быть выделено с помощью соответствующих пик фиттинг программ. Причем предпочтение должно отдаваться интерактивным программам. В автоматическом режиме велика вероятность пропуска отражений слабых, плечевых итд.
8) Желательно использовать монохроматическое излучение. Для качественно проведенных экспериментов (синхротронное излучение) параметер EPS следует уменьшать до 0.02 и даже до 0.01.
9) Если задана опция **'ZERO-SHIFT'** уточнять, то должно быть не меньше 7-8 линий, иначе нестабильность процедуры мнк.
10) Если предполагается один из параметров больше гораздо других, то количество отражений (N) должно быть больше 20. Минимальный определяемый параметер = 2.5Å.
11) Не следует забывать, если **OPTION=0,** то программа выдает только решения с минимальным обьемом. Если оно вас не устраивает задайте минимальный обьем чуть больше найденного и повторите процедуру.
12) Активно используйте ограничения на параметры, объем, параметер EPS (абсолютная ошибка положения пика) для поиска правильного решения.
13) Внимательно изучите инднксы отражений в плане их соответствия существующим пространственным группам.

Рекомендуемая авторами программы литература.

1.- BOULTIF, A. AND LOUER, D., POWDER PATTERN INDEXING WITH THE SUCCESSIVE DICHOTOMY METHOD.
J. APPL. CRYST. 37, 724-731 (2004).
2.- LOUER, D. AND LOUER, M., METHODE D'ESSAIS ET ERREURS POUR L'INDEXATION AUTOMATIQUE DES DIAGRAMMES DE POUDRE,
J. APPL. CRYST. 5, 271-275 (1972).
3.- LOUER, D. AND VARGAS, R., INDEXATION AUTOMATIQUE DES DIAGRAMMES DE POUDRE PAR DICHOTOMIES SUCCESSIVES,
J. APPL. CRYST. 15, 542-545, (1982).
4.- BOULTIF, A. AND LOUER, D., INDEXING OF POWDER DIFFRACTION PATTERNS FOR LOW SYMMETRY LATTICES BY THE SUCCESSIVE DICHOTOMY METHOD, J. APPL. CRYST. 24, 987-993 (1991).
5.- LOUER, D., AUTOMATIC INDEXING: PROCEDURES AND APPLICATIONS, IN 'ACCURACY IN POWDER DIFFRACTION II', NIST, SPEC. PUBL. No. 846, GAITHERSBURG, MD, USA, pp. 92-104, 1992.
6.- LOUER, D. AND BOULTIF, A., INDEXING WITH THE SUCCESSIVE DICHOTOMY METHOD, DICVOL04, Z. KRISTALLOGR. 23, 225-230 (2006).
7.- DE WOLFF, P.M., A SIMPLIFIED CRITERION FOR THE RELIABILITY OF A POWDER PATTERN INDEXING, J. APPL. CRYST. 5, 108-113 (1968).
8.- SMITH, G. S. AND SNYDER, R. L., F(N): A CRITERION FOR RATING POWDER DIFFRACTION PATTERNS AND EVALUATING THE RELIABILITY OF POWDER-PATTERN INDEXING, J. APPL. CRYST. 12, 60-65 (1979).
9.- LOUER, D. AND BOULTIF, A., POWDER PATTERN INDEXING AND THE DICHOTOMY ALGORITHM, EPDIC-10 CONFERENCE (1-4 SEPT. 2006, GENEVA), TO BE PUBLISHED IN Z. KRISTALLOGR.