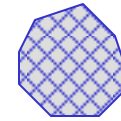


Analiza danych proszkowej dyfrakcji X (XRPD) krótka instrukcja

- X-ray powder diffraction (XRPD): krótkie podsumowanie
- Analiza jakościowa: przygotowanie dyfraktogramu i poszukiwanie możliwych faz strukturalnych
- Analiza dokładna: dopasowanie struktury metoda Rietveld'a

XRPD

Rozmiar ziaren



kształt pików

Intensywności pików

Rozłożenie atomów w komórce

Pozycje pików

Background

10

20

30

40

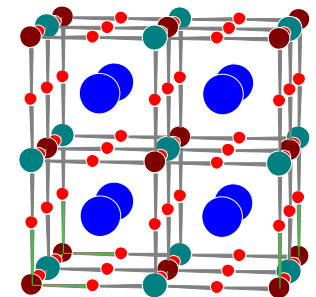
2θ

Symetria komórki i jej rozmiar

c

b

a



Początkowa uwaga

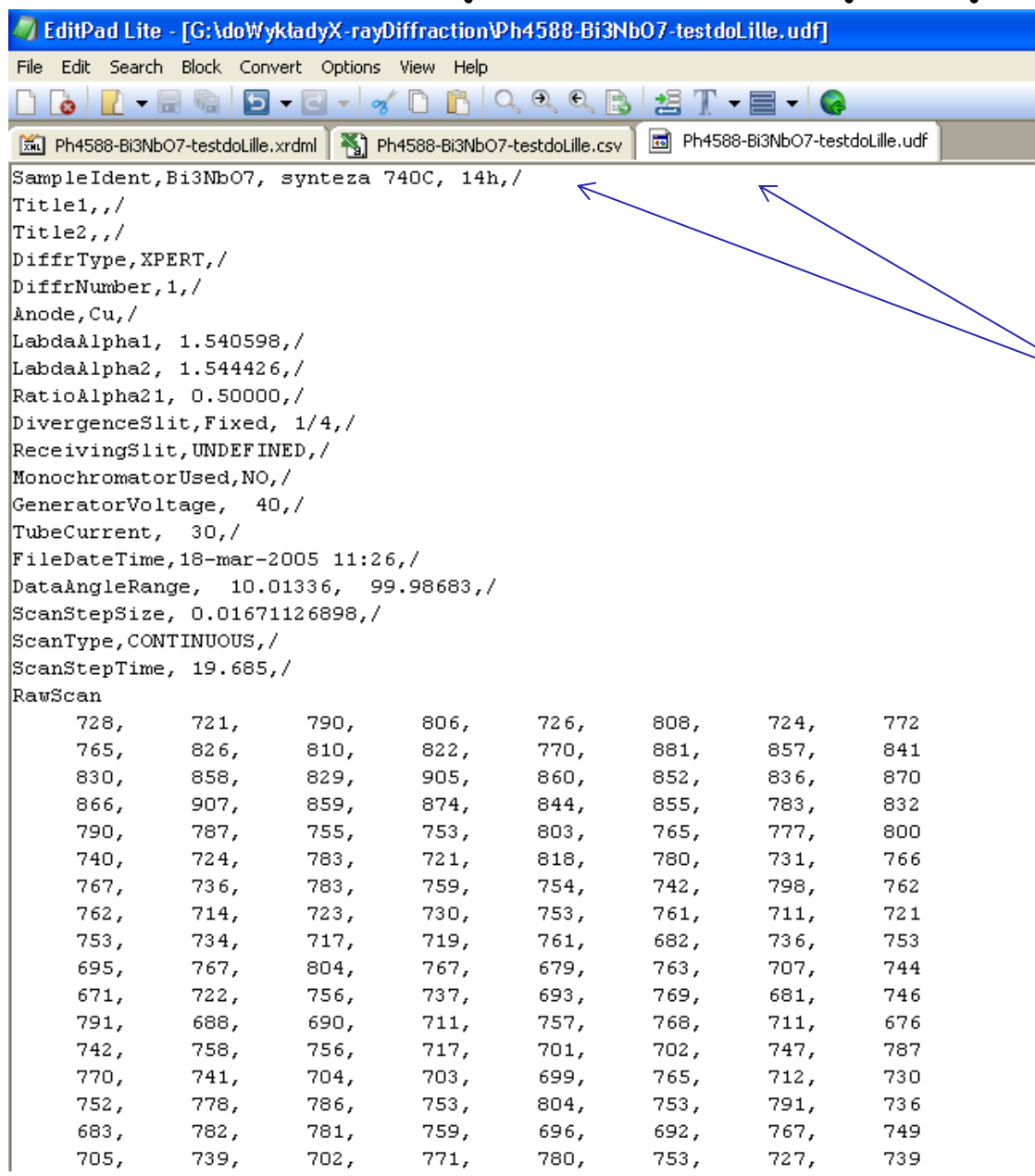
Bezpośrednie rozpoznanie i dopasowanie (Ab initio) struktury krystalicznej nieznanymi faz jest bardzo trudnym, złożonym delikatnym zadaniem.**

Lepiej jest na początku, i to się często robi, dopasować strukturę krystaliczną wykorzystując model początkowy bazujący na innych przesłankach, doświadczeniu, bazach danych związków już poznanych.

** metody Ab initio

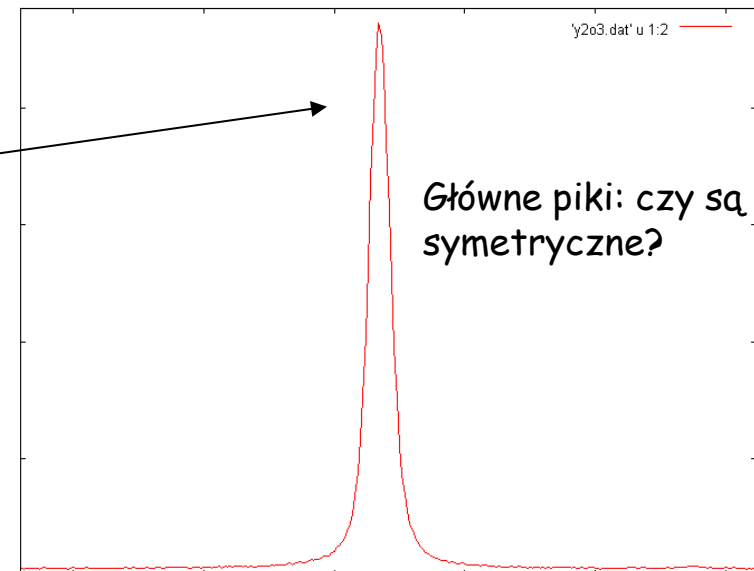
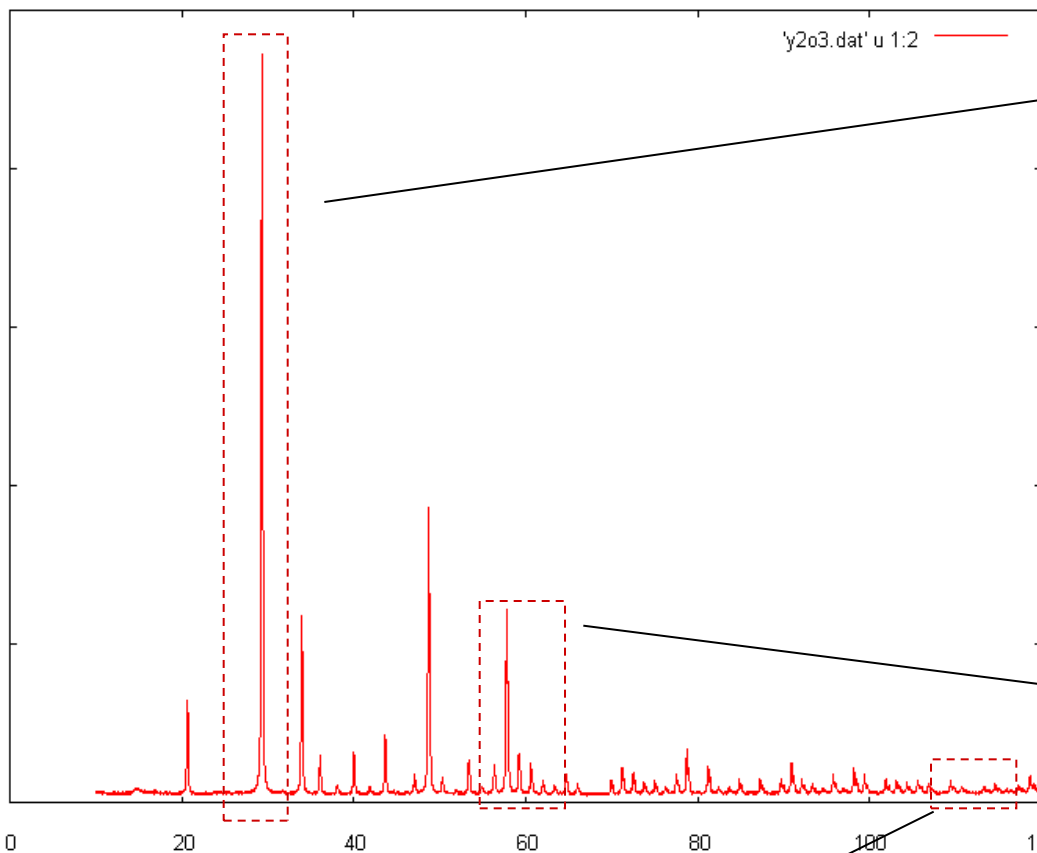
- Harris, K.D.M., M. Tremayne, and M. Kariuki. Contemporary Advances in the Use of Powder X-Ray Diffraction for Structure Determination, Angew. Chem. Int. Ed. 40 (2001) 1626-1651.
- Giacovazzo, C. Direct Methods and Powder Data: State of the Art and Perspectives, Acta Crystallogr. A52 (1996) 331-339.
- Scardi, P., et al. International Union of Crystallography Commission for Powder Diffraction. <http://www.iucr.org/iucr-top/comm/cpd/>

XRPD mamy zrobiony dyfraktogram!



```
SampleIdent,Bi3NbO7, synteza 740C, 14h,/
Title1,,/
Title2,,/
DiffrType,XPRT,/
DiffrNumber,1,/
Anode,Cu,/
LabdaAlpha1, 1.540598,/
LabdaAlpha2, 1.544426,/
RatioAlpha21, 0.50000,/
DivergenceSlit,Fixed, 1/4,/
ReceivingSlit,UNDEFINED,/
MonochromatorUsed,NO,/
GeneratorVoltage, 40,/
TubeCurrent, 30,/
FileDateTime,18-mar-2005 11:26,/
DataAngleRange, 10.01336, 99.98683,/
ScanStepSize, 0.01671126898,/
ScanType,CONTINUOUS,/
ScanStepTime, 19.685,/
RawScan
728, 721, 790, 806, 726, 808, 724, 772
765, 826, 810, 822, 770, 881, 857, 841
830, 858, 829, 905, 860, 852, 836, 870
866, 907, 859, 874, 844, 855, 783, 832
790, 787, 755, 753, 803, 765, 777, 800
740, 724, 783, 721, 818, 780, 731, 766
767, 736, 783, 759, 754, 742, 798, 762
762, 714, 723, 730, 753, 761, 711, 721
753, 734, 717, 719, 761, 682, 736, 753
695, 767, 804, 767, 679, 763, 707, 744
671, 722, 756, 737, 693, 769, 681, 746
791, 688, 690, 711, 757, 768, 711, 676
742, 758, 756, 717, 701, 702, 747, 787
770, 741, 704, 703, 699, 765, 712, 730
752, 778, 786, 753, 804, 753, 791, 736
683, 782, 781, 759, 696, 692, 767, 749
705, 739, 702, 771, 780, 753, 727, 739
```

Różne formaty danych,
zależne od aparatury,
programów do analizy etc.



Szukanie struktury bazowej, która pasowałaby do otrzymanych danych, na podstawie wiedzy a priori o próbce

Porównanie otrzymanego dyfraktogramu z tymi zawartymi w bazie danych związków o podobnym składzie chemicznym

Można poszukać w internecie:

<http://database.iem.ac.ru/mincryst/>

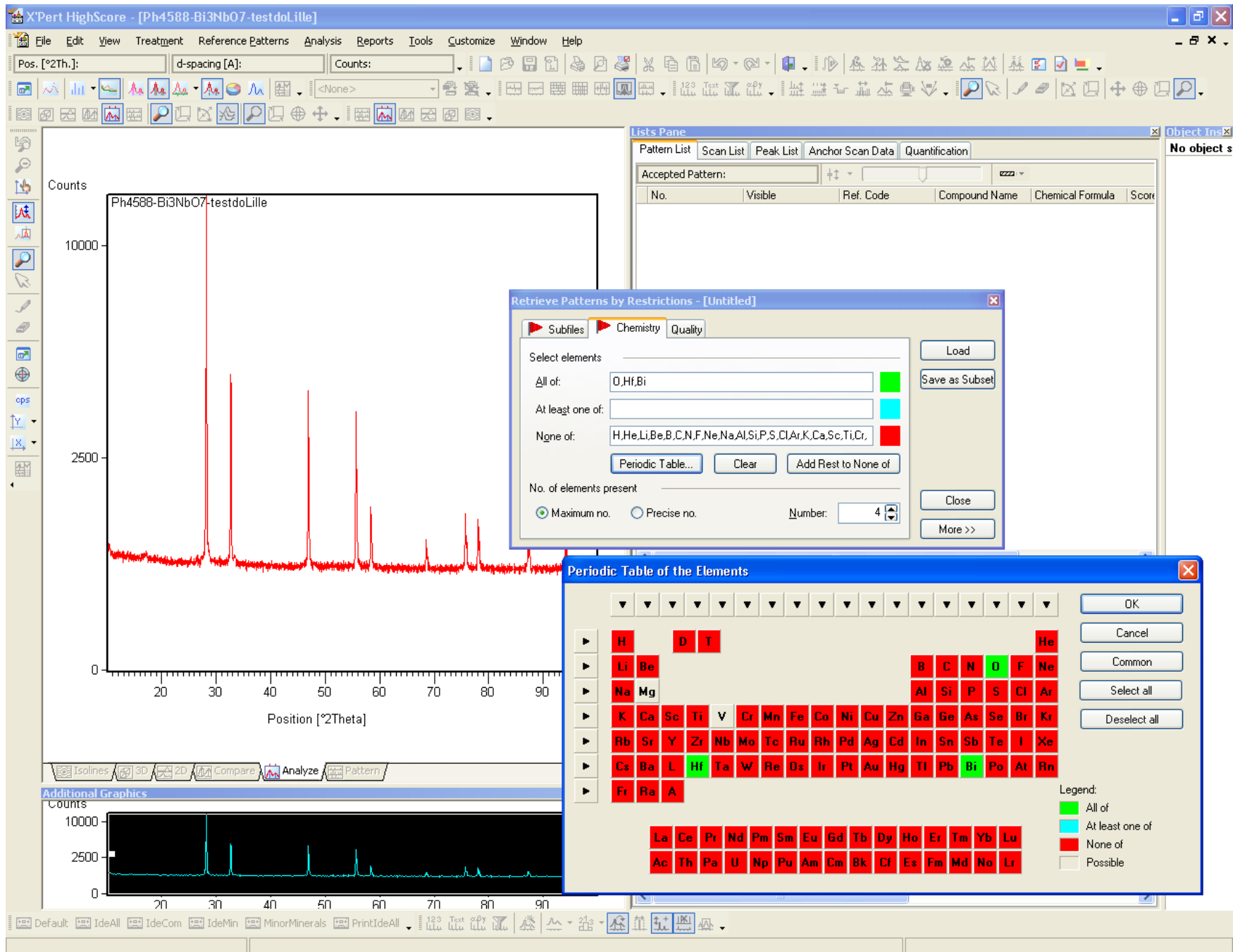
<http://webmineral.com/>

<http://barns.ill.fr/>

Można użyć komercyjnych programów i bazy danych struktur:

X'Pert High Score

ICDD PDF2, PDF4



OXIDE_Y

1

Y(2)O(3)

Cubic I a3 Z = 16

R =0.082

6 .7 .93

Ref.Str.:

Paton M.G., Maslen E.N. (1965)

* Acta Cryst., 19, 307-310

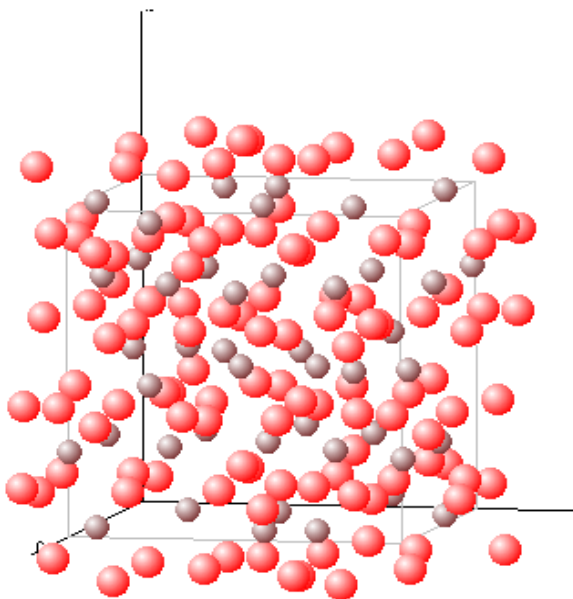
R: D.T.N.

Initial data from file TRANS.DAT

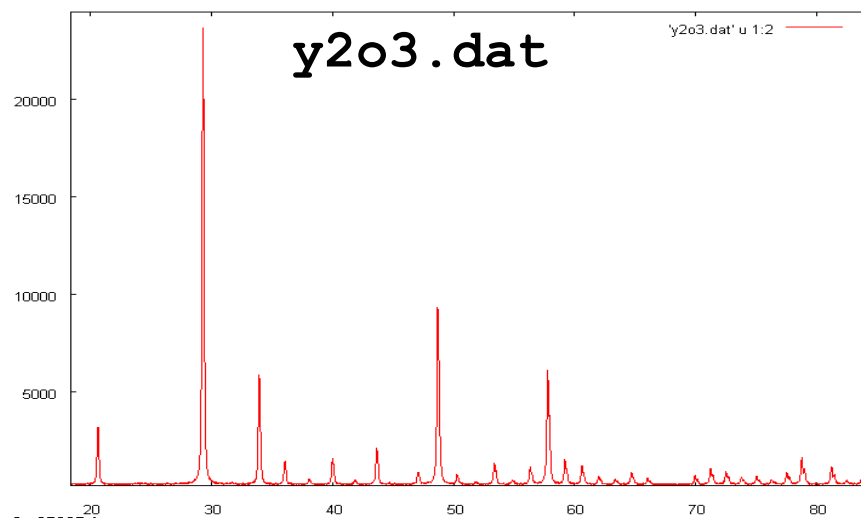
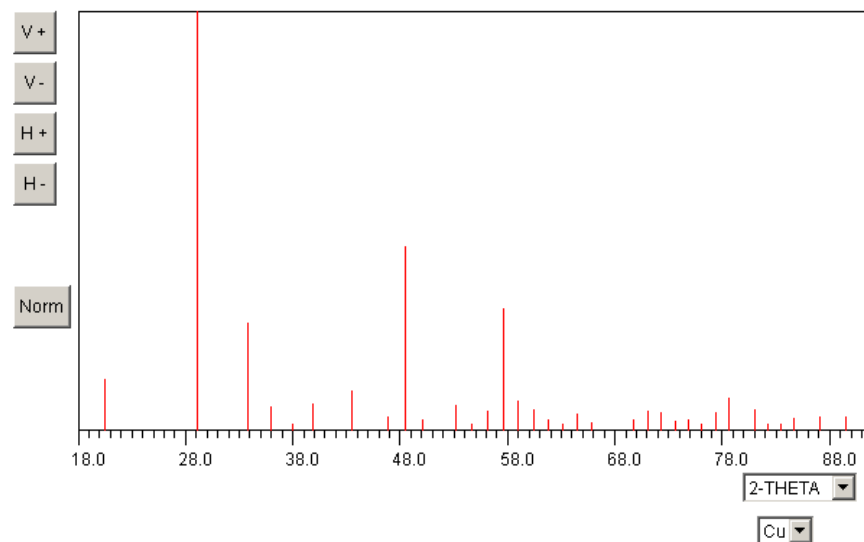
Lattice parameters (cub. ang.,degr.):

a = 10.6040	alpha = 90.00
b = 10.6040	beta = 90.00
c = 10.6040	gamma = 90.00

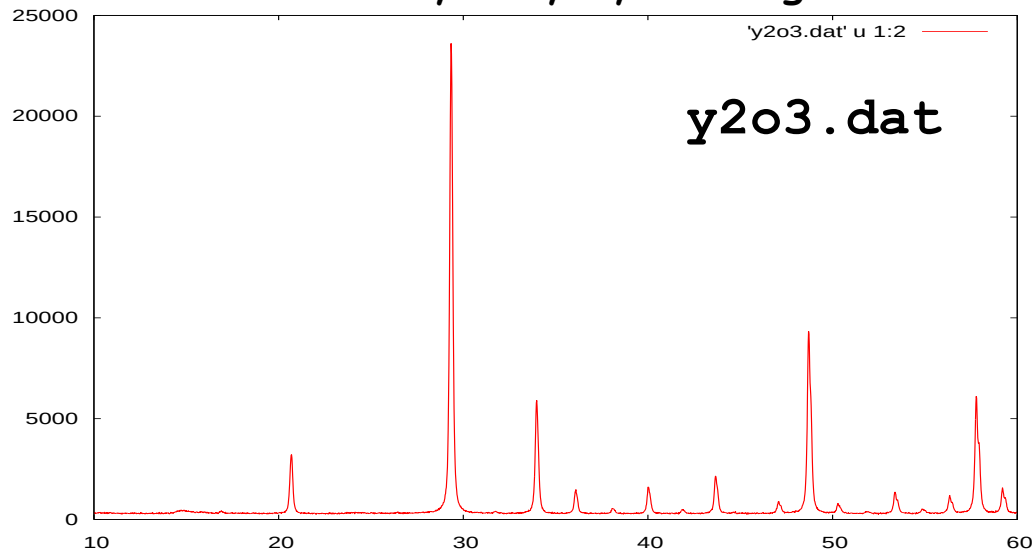
Unit cell volume (cub. ang.) = 1192.36



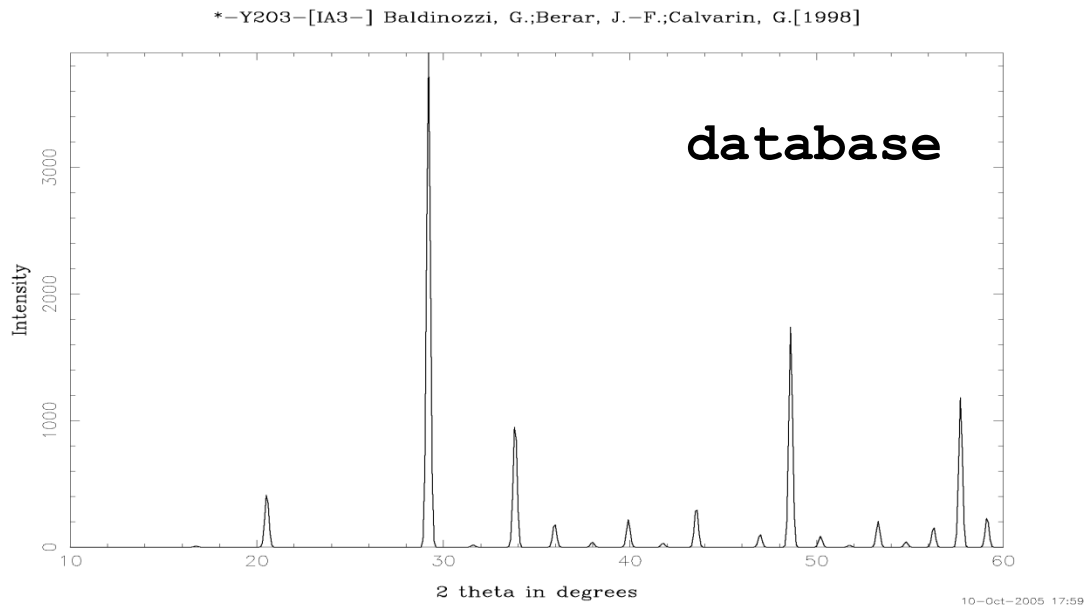
OXIDE_Y, [1], Y₂O₃



Otrzymany dyfraktogram



Jeśli orientacyjnie
dyfraktogramy pasują
do siebie...



Dane z bazy

icsd_86815.cel

```
CELL 10.595700 10.595700 10.595700 90.000000 90.000000 90.000000
natom 3
Y1 39 0.968320 0.000000 0.250000
Y2 39 0.250000 0.250000 0.250000
O1 8 0.390560 0.151630 0.380410
rgnr 206
```

icsd_86815.cel

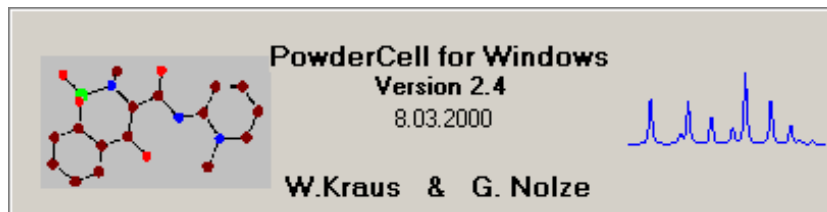
Żeby oszczędzić sobie
pracy, to dane o
strukturze z bazy danych
można zapisać w plikach o
przyjętym powszechnie
standardzie CIF albo CEL

icsd_86815.cif

icsd_86815.cif

```
#####
# Baldinozzi, G.; Berar, J.-F.; Calvarin, G. (1998)
# Materials Science Forum 278, 680-685
# Rietveld refinement of two-phase Zr-doped Y2 O3
#
# CIF by ICSD-for-WWW, Copyright 2003 FIZ-Karlsruhe & A.W.Hewat
# NOT TO BE PUBLISHED IN ANY FORM. See http://icsd.ill.fr/icsd/c
#####

data_86815-ICSD
_database_code_ICSD 86815
_audit_creation_date 2000-07-15
_chemical_name_systematic
'Yttrium oxide'
_chemical_formula_structural
'Y2 O3'
_chemical_formula_sum
'O3 Y2'
_publ_section_title
'O3 Y2'
loop_
_citation_id
_citation_journal_abbrev
_citation_year
_citation_journal_volume
_citation_page_first
_citation_page_last
_citation_journal_id_ASTM
primary 'Materials Science Forum' 1998 278 680 685 MSFORP
loop_
_publ_author_name
Baldinozzi, G.; Berar, J.-F.; Calvarin, G.
_cell_length_a 10.5957(3)
_cell_length_b 10.5957(3)
_cell_length_c 10.5957(3)
_cell_angle_alpha 90.
_cell_angle_beta 90.
_cell_angle_gamma 90.
_cell_volume 1100.5700
```

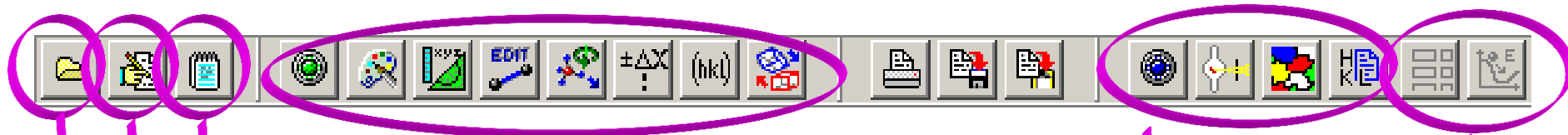


PowderCell, program do początkowej analizy danych, pozwala na:

- wizualizację struktury,
- generowanie testowych dyfraktogramów na podstawie modeli
- dopasowanie struktury metodą Rietveld'a
- etc...

<http://www.ccp14.ac.uk/tutorial/powdcell/index.html>

ftp://ftp.bam.de/Powder_Cell/



Pobranie struktury z pliku
(.cel)

Modyfikacja komórki

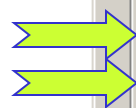
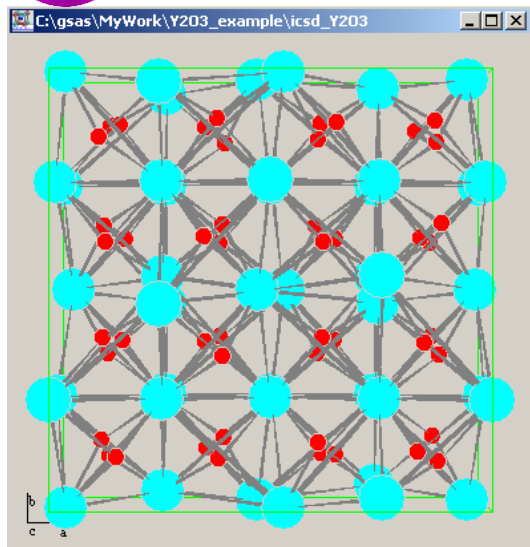
Wygląd komórki

Różne opcje obrazowania
komórki

Generowanie
dyfraktogramu

Dopasowania
struktury

Pobieranie struktury komórki



powder diffraction

experiment | phase options | HKL - list

radiation

source: X-ray

$K\alpha_1$: 0.68835 other: ☐ K-alpha 2

$K\alpha_2$: 1.544426 ☐ anom. disp.

α_2/α_1 : 0.497

2-theta range

$2\theta_1$: 2.950 $2\theta_2$: 47.072

d_1 : 13.371 d_2 : 0.862

$\Delta 2\theta$: 0.0157354

width of calc. profile (n*FWHM)

4

background

0.000

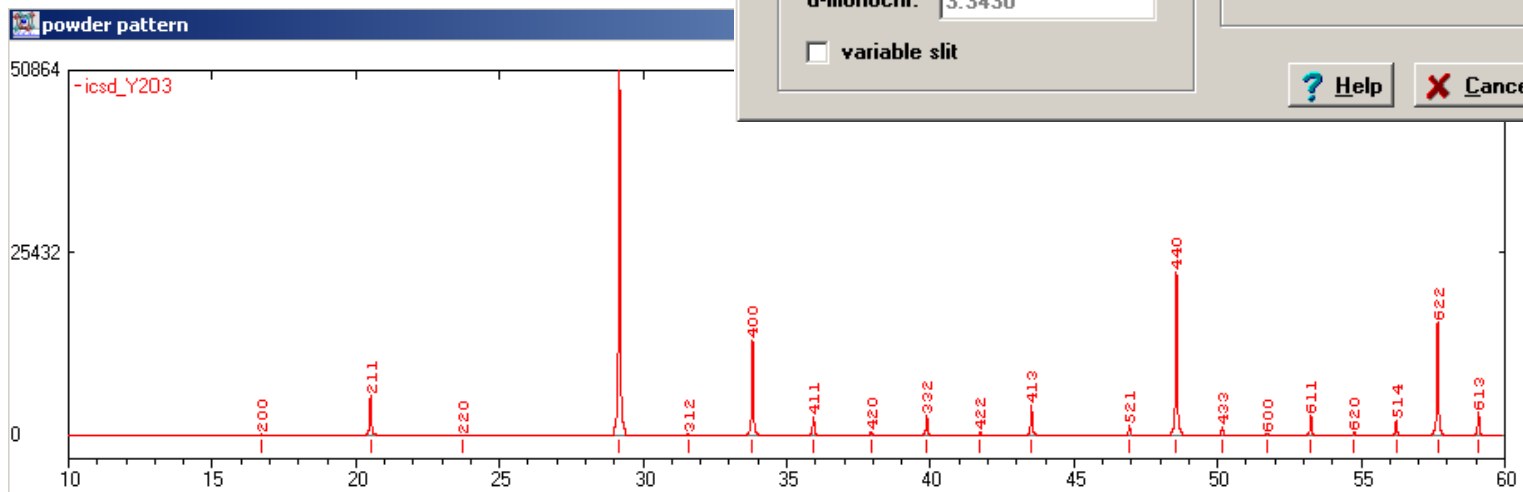
geometry

Debye-Scherrer

d-monochr.: 3.3430

☐ variable slit

? Help X Cancel OK





powder diffraction

experiment | phase options | HKL - list

radiation

source: X-ray

$K\alpha_1$: 1.540598 Cu

$K\alpha_2$: 1.544426 ☒ K-alpha 2

α_2/α_1 : 0.497 ☐ anom. disp

2-theta range

$2\theta_1$: 10.000 $2\theta_2$: 120.000

d_1 : 8.838 d_2 : 0.889

$\Delta 2\theta$: 0.0200000

width of calc. profile (n*FWHM)

3

geometry

Debye-Scherrer

d-monochr.: 3.3430

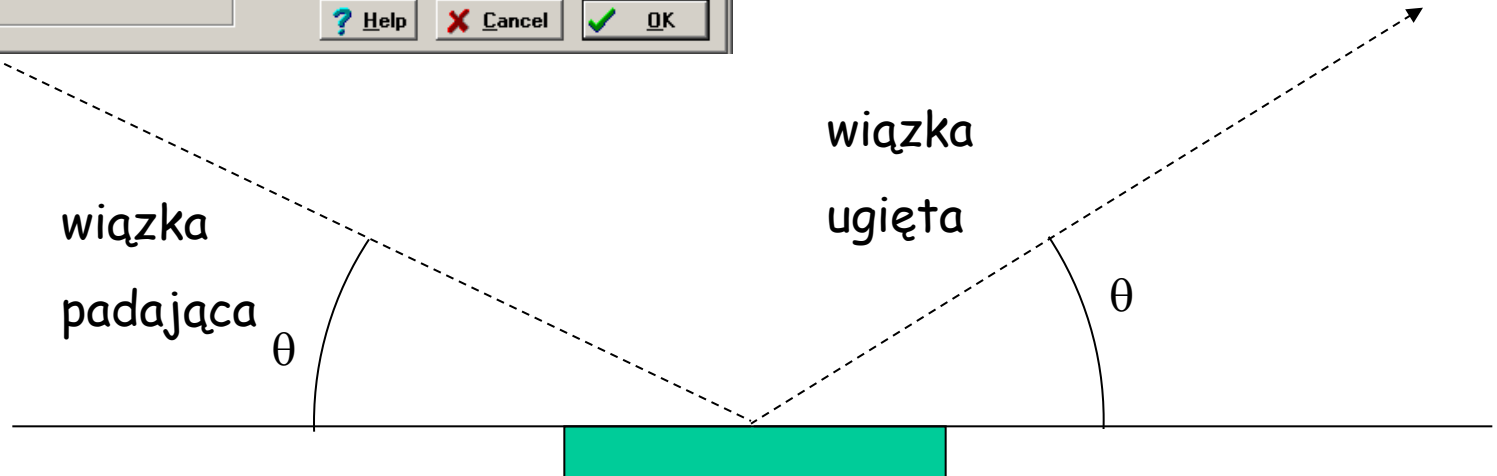
☐ variable slit

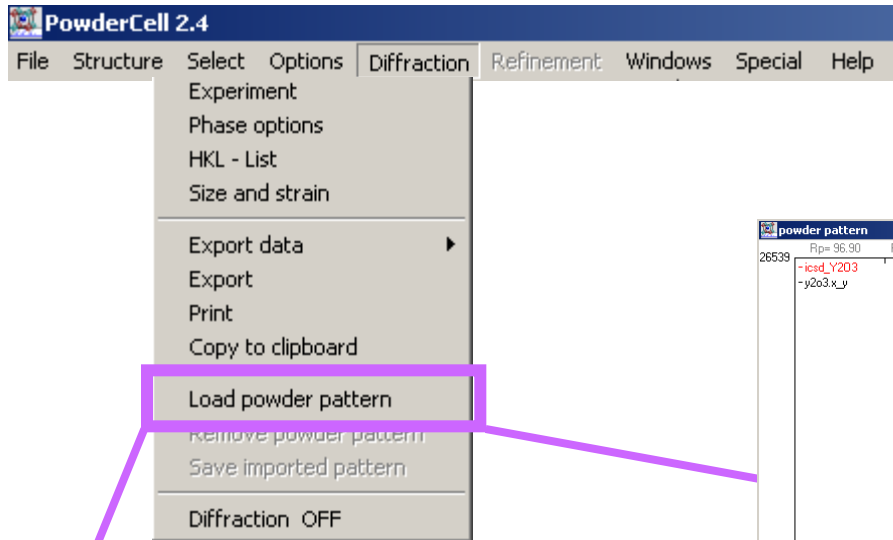
background

0.000

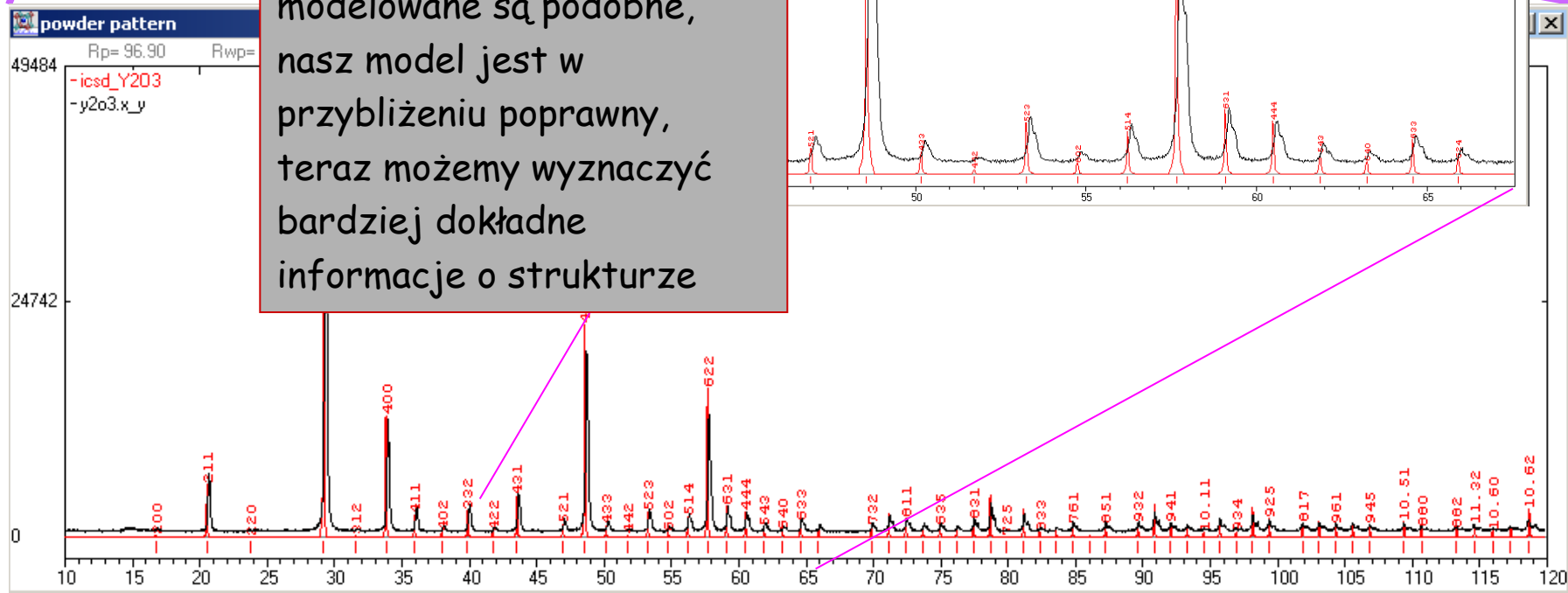
? Help X Cancel OK

Warunki eksperymentu:
długość fali X
„geometria eksperymentu”
zakres kątowy



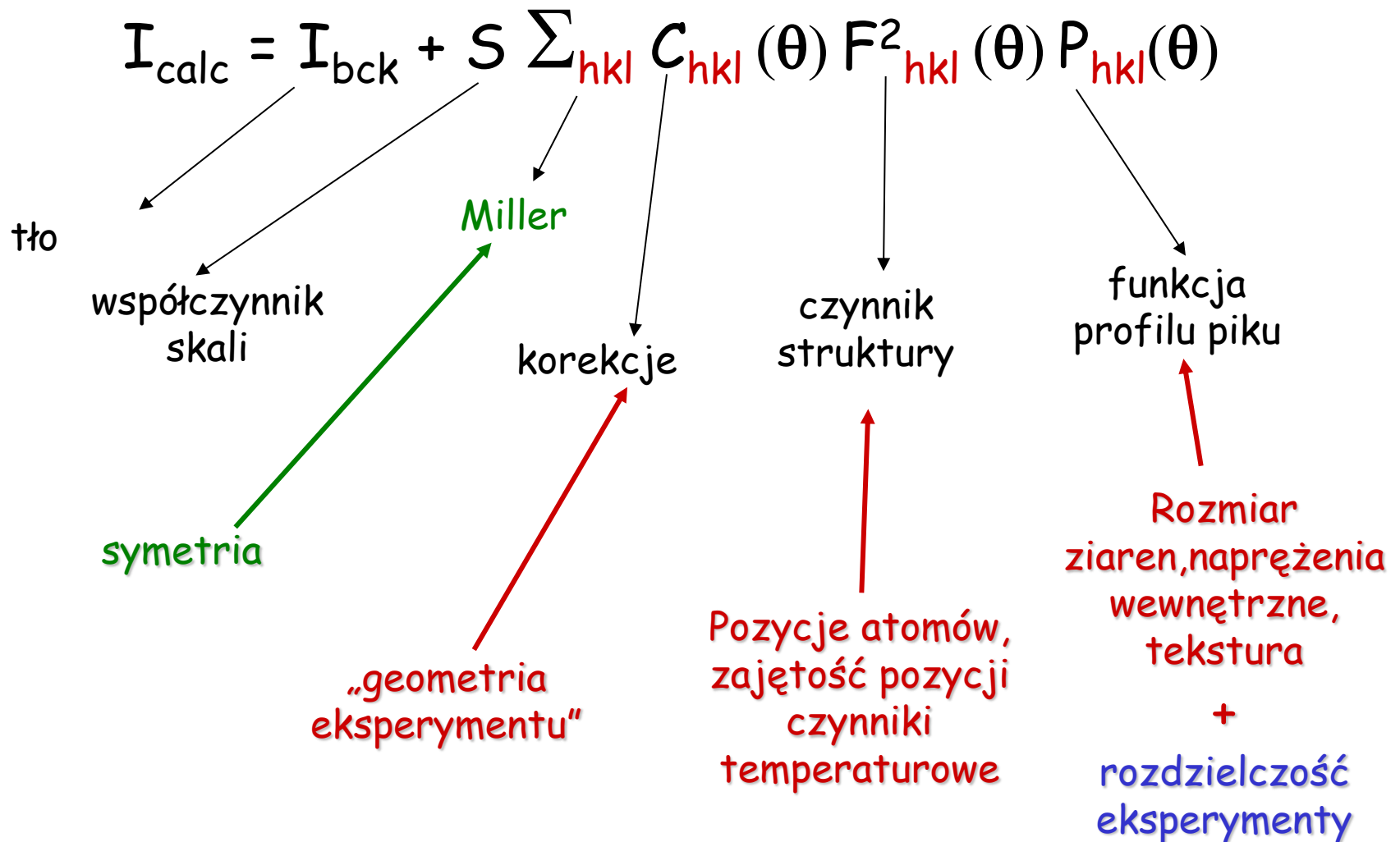


y2o3.x_y

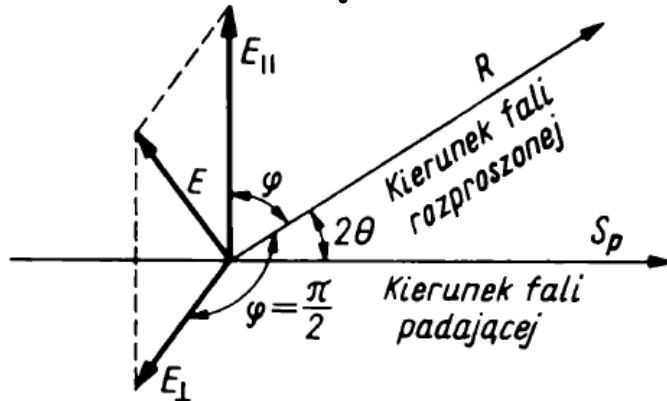


Dane otrzymane i modelowane są podobne, nasz model jest w przybliżeniu poprawny, teraz możemy wyznaczyć bardziej dokładne informacje o strukturze

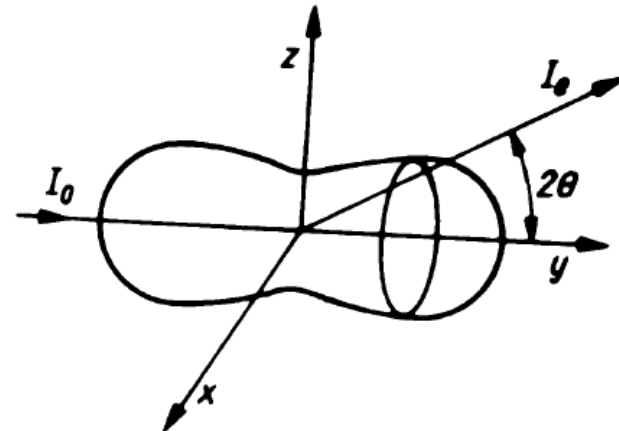
Metoda Rietveld udokładniania struktury



Rozpraszanie promieni X przez elektron



Rys. 3.1. Rozkład wektora E na dwie składowe $E_{\parallel}$ i $E_{\perp}$. Zależności kątowe między wektorami $E_{\parallel}$ i $E_{\perp}$ a kierunkiem fali rozproszonej. Wektor Poyntinga jest prostopadły do płaszczyzny wektorów E , $E_{\parallel}$ i $E_{\perp}$.



Rys. 3.2. Rozkład natężenia promieniowania rozproszonego przez swobodny elektron

Po podstawieniu wartości liczbowych do wzoru (3.5) otrzymamy

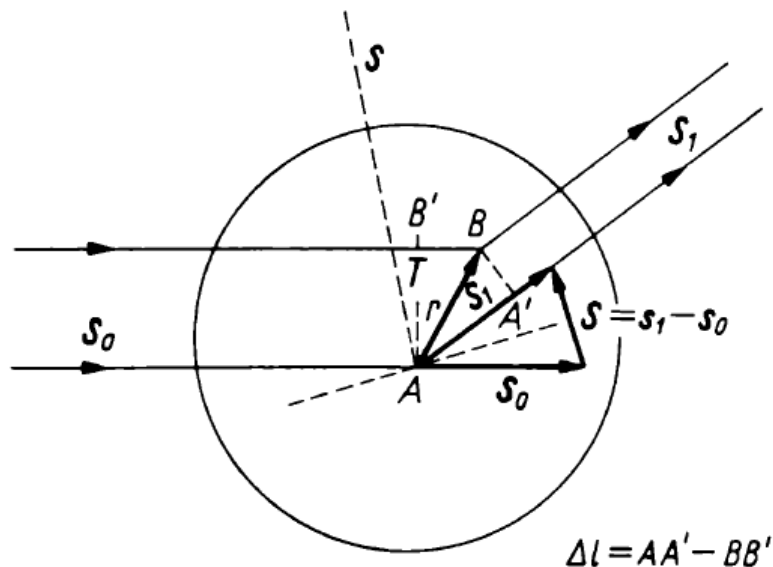
$$I_e(\theta) = 7,9 \cdot 10^{-26} \frac{I_0}{R^2} \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2}$$

Oznacza to, że swobodny elektron rozprasza w jednostce kąta bryłowego 10^{-26} części natężenia promieniowania wiązki padającej.

Rozpraszanie promieni X przez swobodny atom

Elektrony:

traktować je jako nieruchome. Nie można jednak pominąć rozmiaru atomu, co uniemożliwia założenie, że wszystkie elektrony są skupione w jednym punkcie. W tej sytuacji, żeby obliczyć rozpraszanie przez elektrony w atomie trzeba dokonać sumowania fal rozproszonych przez poszczególne elektrony, uwzględniając amplitudy i fazy poszczególnych fal. Weźmy pod uwagę dwa elektrony w atomie w punktach A i B oddległych od siebie o r (rys. 3.3).



Rys. 3.3. Powstawanie różnicy faz między falą rozproszoną w punkcie A i falą rozproszoną w punkcie B w objętości atomu

Rozpraszanie promieni X przez swobodny atom

$$f(S) = \int_V \varrho(r) e^{\frac{2\pi}{\lambda} i \mathbf{r} \cdot \mathbf{S}} dv \quad (3.7)$$

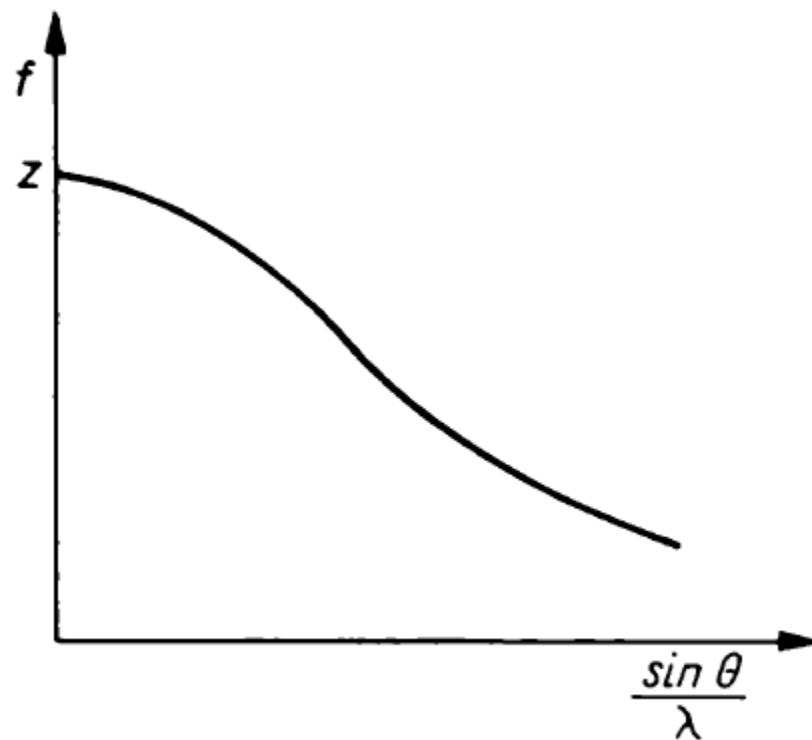
$f(S)$ nazywa się *amplitudą atomową rozpraszania* i charakteryzuje ona zdolność rozpraszania promieniowania rentgenowskiego przez atom. Inaczej mówiąc, liczbowa wartość f wyraża ile razy amplituda fali rozproszonej przez atom jest większa od amplitudy fali rozproszonej przez pojedynczy elektron.

W przypadku sferycznego rozkładu ładunku w atomie wyrażenie (3.7) przedstawić można w postaci

$$f(S) = \int_0^\infty 4\pi r^2 \varrho(r) \frac{\sin Sr}{Sr} dv \quad (3.8)$$

Dla $S \rightarrow 0$, $f(0) = \int_0^\infty 4\pi r^2 \varrho(r) dv = Z$. Wynika stąd, że im większa jest liczba porządkowa pierwiastka, tym większa jest amplituda atomowa. Łatwo zatem można wyjaśnić bardzo słabe rozpraszanie promieni rentgenowskich przez wodór.

Rozpraszanie promieni X przez swobodny atom



Rys. 3.4. Typowy przebieg krzywej amplitudy atomowej w zależności od $(\sin \theta)/\lambda$.

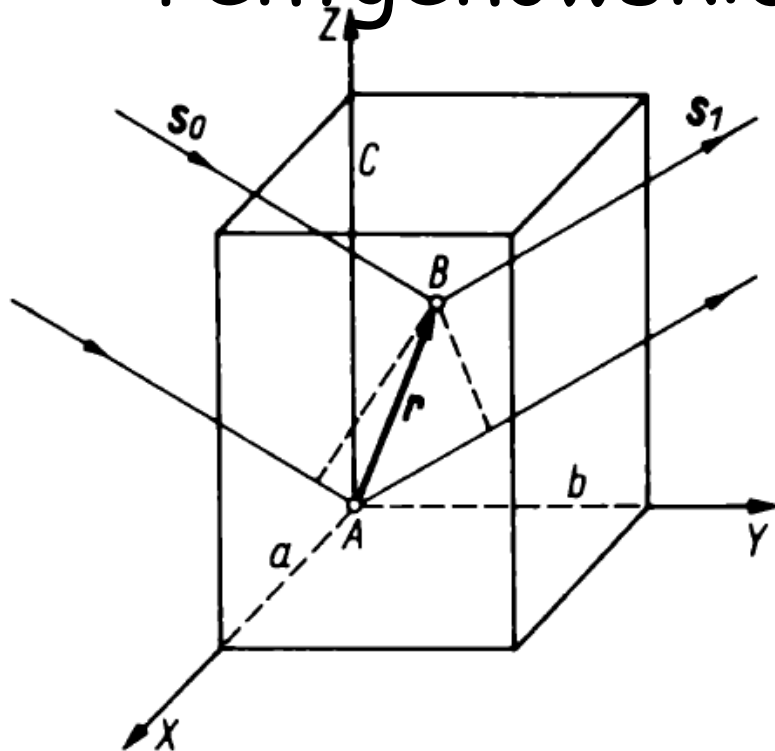
Rozpraszanie X przez swobodny atom - uwzględnienie drgań

W przedstawionych rozważaniach braliśmy pod uwagę atomy będące w spoczynku, podczas gdy w rzeczywistości atomy w kryształach wykonują drgania wokół położenia równowagi. Z pomiarów wynika, że amplituda tych drgań może przyjmować dość znaczne wartości ok. $0,1 \text{ \AA}$. Drgania te wpływają na osłabienie natężenia promieniowania ugiętego, nie powodując jednak rozmycia wzmocnień interferencyjnych. Zwykle przyjmuje się, że drgania te mają charakter izotropowy chociaż wiadomo, że przeważnie mają charakter anizotropowy. Uwzględniając drgania termiczne atomów, amplitudę atomową zapisujemy w postaci

$$f = f_0 e^{-M}$$

gdzie f_0 jest amplitudą atomową bez uwzględnienia drgań (atomy w spoczynku), $M = 8\pi^2 \bar{u}^2 \frac{\sin \theta}{\lambda}$ ($\bar{u}^2$ jest średnim kwadratem wychYLENIA atomu z położenia równowagi).

Rozpraszanie promieni rentgenowskich przez kryształ



Rys. 3.5. Powstawanie różnicy faz między falą rozproszoną w punkcie A i falą rozproszoną w punkcie B w komórce elementarnej

Wypadkowa amplituda fali rozproszonej przez wszystkie atomy w komórce elementarnej będzie więc sumą: $F = F_1 + F_2 + \dots + F_N$, gdzie N jest liczbą atomów w komórce elementarnej. Zapisując fale F_i w postaci zespolonej możemy napisać

$$F = F(hkl) = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i (hx_j + ky_j + lz_j)} \quad (3.10)$$

Rozpraszanie promieni rentgenowskich przez kryształ

F nazywa się *amplitudą struktury*. Jest to podstawowe równanie rentgenografii strukturalnej. Natężenie promienia interferencyjnego dającego wzmocnienie w węźle hkl będzie: $I(hkl) \sim F(hkl) \cdot F^*(hkl)$. Amplituda struktury F nie jest wielkością bezpośrednio mierzalną w rentgenografii. Natężenie promienia ugiętego mierzymy doświadczalnie za pomocą błony fotograficznej lub odpowiedniego licznika. Z równania (3.10) wynika, że jeżeli znamy współrzędne atomów w komórce elementarnej, to łatwo (jest to tylko problem techniki obliczeniowej) można otrzymać obraz dyfrakcyjny jaki daje dany rozkład atomów w komórce elementarnej.

W rentgenografii zwykle mamy do rozwiązania zadanie odwrotne. Mamy obraz dyfrakcyjny $I(hkl)$ i na jego podstawie chcemy obliczyć położenia atomów w komórce elementarnej. Jednakże zadanie to nie jest proste, ponieważ z eksperymentu nie mamy informacji o fazie fali, więc mierzymy $I(hkl) \sim F^2(hkl)$, a nie $F(hkl)$.



refinement parameters

general | lattice/profile | atoms | results | standard limits

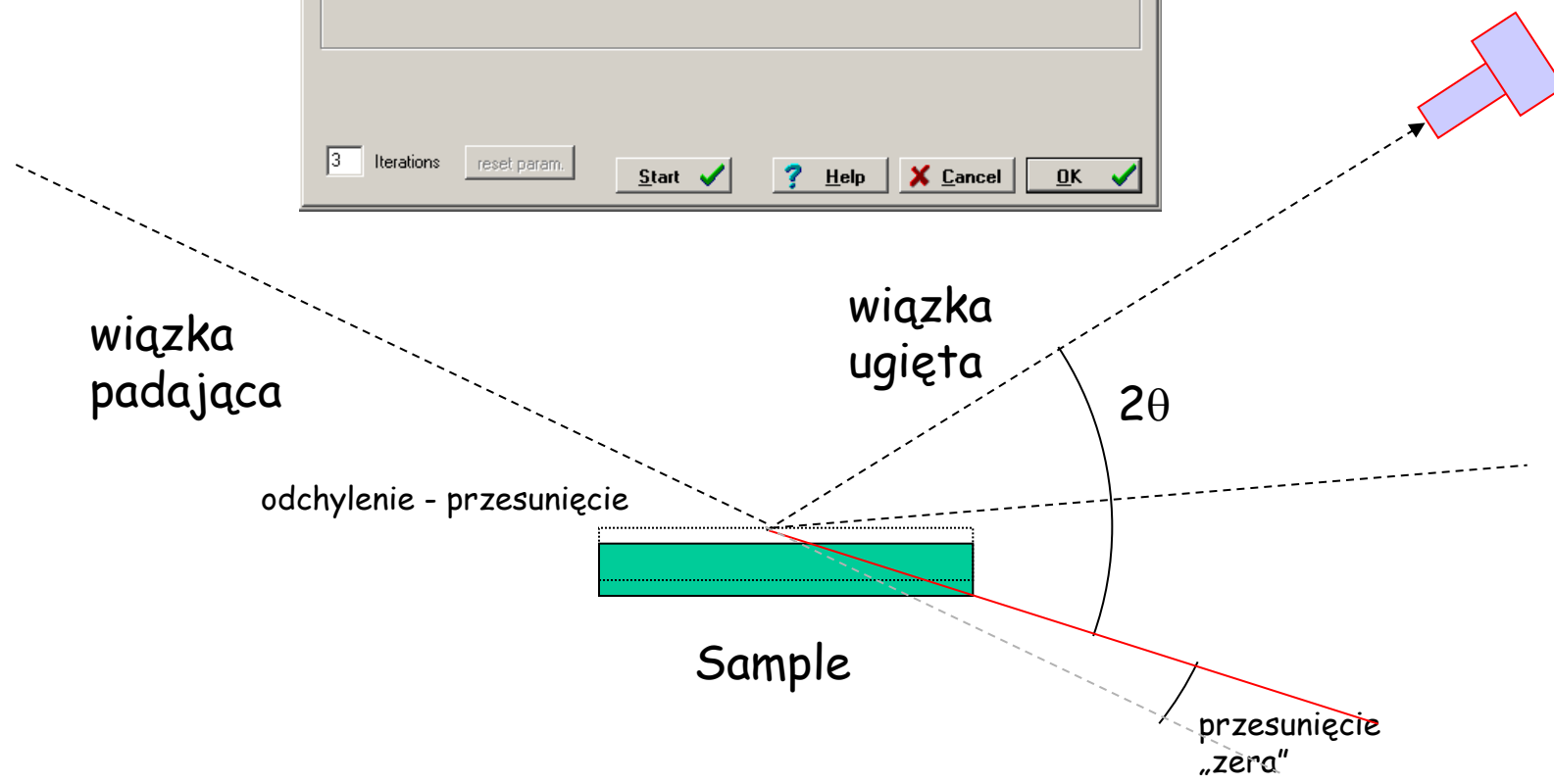
C:\gsas\MyWork\Y203_example\icsd_Y203

scale factor 1.000000 1.000000 0.000000 ☒ Bo 0.000000 ☐

background

degree of polynom 8 ☒ zeroshift 0.000000 1.000000 -1.000000 ☒ displacement 0.000000 ☐

3 Iterations reset param. Start ☒ ? Help X Cancel OK ☒



$$I_{\text{calc}} = I_{\text{bck}} + S \sum_{hkl} C_{hkl}(\theta) F_{hkl}^2(\theta) P_{hkl}(\theta)$$

refinement parameters

general | **lattice/profile** | atoms | results | standard limits

C:\gsas\MyWork\Y203_example\icsd_Y203

lattice

a 10.69570
10.595700 ☒ b 10.595700 c 10.595700
10.49570

α 90.000000 β 90.000000 γ 90.000000

profile

FWHM U 0.000000 ☒ V 0.000000 ☒ W 0.005000
-0.500000 0.000000

mixing na 0.500000 nb 0.000000

preferred orientation
none o1 1.000000 o2 0.000000

reset param. Start ☒ ? Help X Cancel

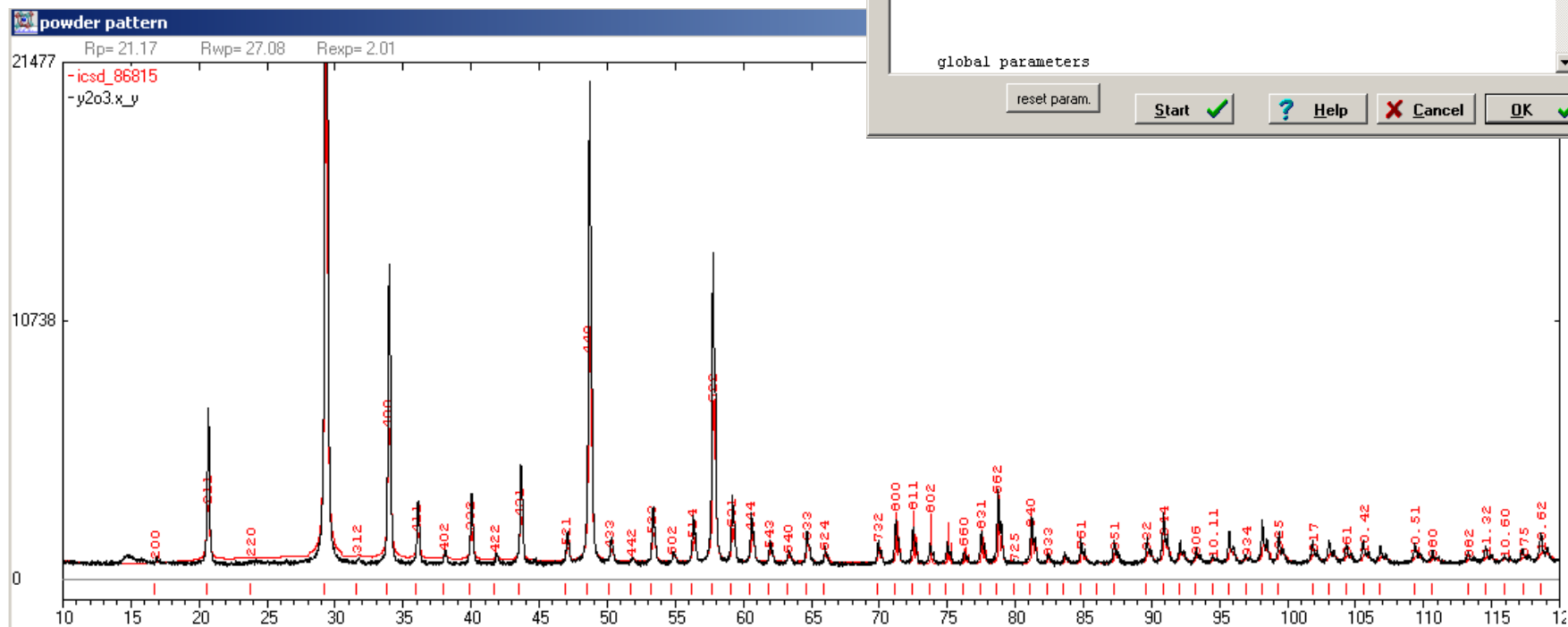
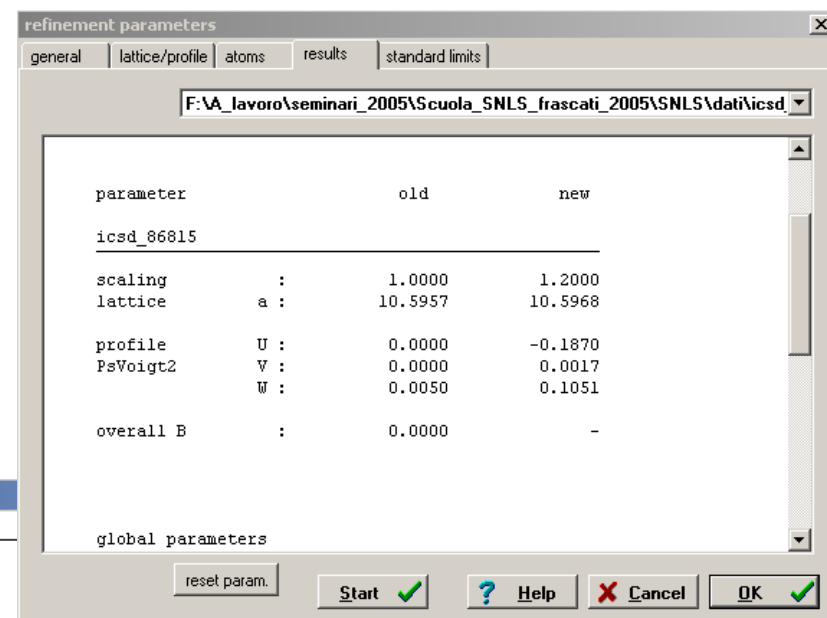
refinement parameters

general | **lattice/profile** | atoms | results | standard limits

F:\A_lavoro\seminari_2005\Scuola_SNLS_frascati_2005\SNLS\dat\icsd

	name	ion	x	y	z	SOF	B(temp)
1	Y1	Y	0.46832 ☐	0.00000 ☐	0.25000 ☐	1.0000 ☐	0.0000 ☐
2	Y2	Y	0.25000 ☐	0.25000 ☐	0.25000 ☐	1.0000 ☐	0.0000 ☐
3	O1	O	0.39056 ☐	0.15163 ☐	0.38041 ☐	1.0000 ☐	0.0000 ☐
			☐	☐	☐	☐	☐

reset param. Start ☒ ? Help X Cancel OK ☒



R-values Rp=18.08 Rwp=24.85 Rexp=2.01
2 iterations of 6

parameter old new

icsd_86815

scaling : 1.2000 1.2000
lattice a : 10.5968 10.6090

profile U : -0.1870 -0.4973
PsVoigt2 V : 0.0020 0.7986
W : 0.1050 -0.2679

overall B : 0.0000 -

global parameters

zero shift : -0.1475 -0.1997

displacement : 0.0000 -

backgr. polynom : 13 13

coeff. a0 : 4515.8630 6590.1070
a1 : -841.4 -1060
a2 : 68.74 75.86
a3 : -2.669 -2.745
a4 : 0.05247 0.0522
a5 : -0.0004457 -0.0004386
a6 : -6.29E-7 -5.966E-7
a7 : 3.161E-8 3.121E-8
a8 : -3.797E-12 -8.06E-12
a9 : -1.953E-12 -1.947E-12
a10 : 2.97E-16 6.361E-1
a11 : 1.251E-16 1.261E-1
a12 : -6.315E-19 -6.571E-1
a13 : 8.173E-22 8.861E-2



structure data

initial data

F:\A_lavoro\seminari_2005\Scuola_SNLS_frascati_2005\SI

lattice constants

space-group No **206** setting **1** I 2₁/a -3 atoms in cell: 80.0 (80 pos)

a	b	c	α	β	γ
10.5957	10.5957	10.5957	90.0000	90.0000	90.0000

cell vol: 1189.567 Å³ density: 5.043 g/cm³ rel. mass: 3612.937 mass abs coef: 108.051 cm²/g

	name	Z	ion	Wyck	x	y	z	SOF	B (temp)
1	Y1	39	Y	24d	0.46832	0.00000	0.25000	1.0000	0.0000
2	Y2	39	Y	8b	0.25000	0.25000	0.25000	1.0000	0.0000
3	O1	8	O	48e	0.39056	0.15163	0.38041	1.0000	0.0000



+ atom - atom comment ? Help X Cancel OK

Szykanie innych dodatkowych informacji

CMPR

[Home](#)[Instruments](#)[Science](#)[Experiments](#)[SiteMap](#)

The Portable **CMPR** & **LOGIC** programs

Updated November 2005

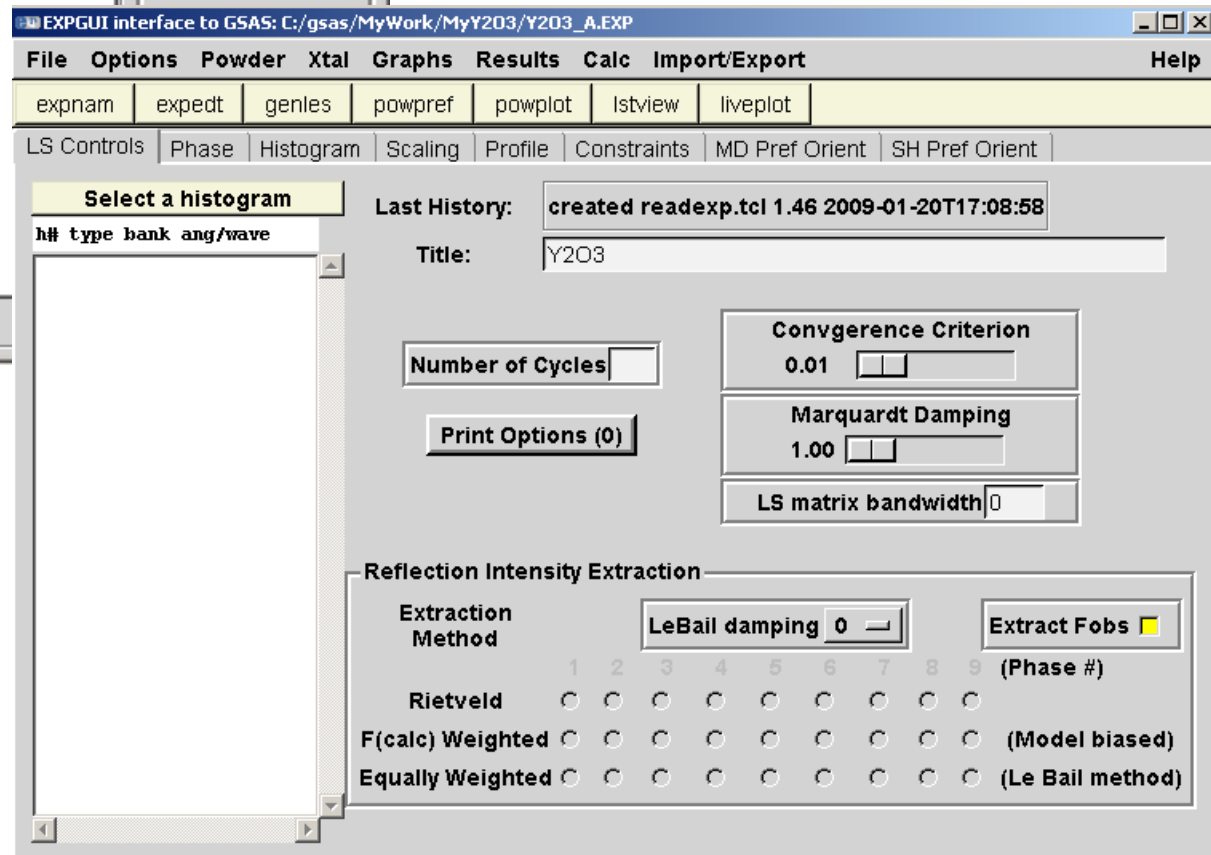
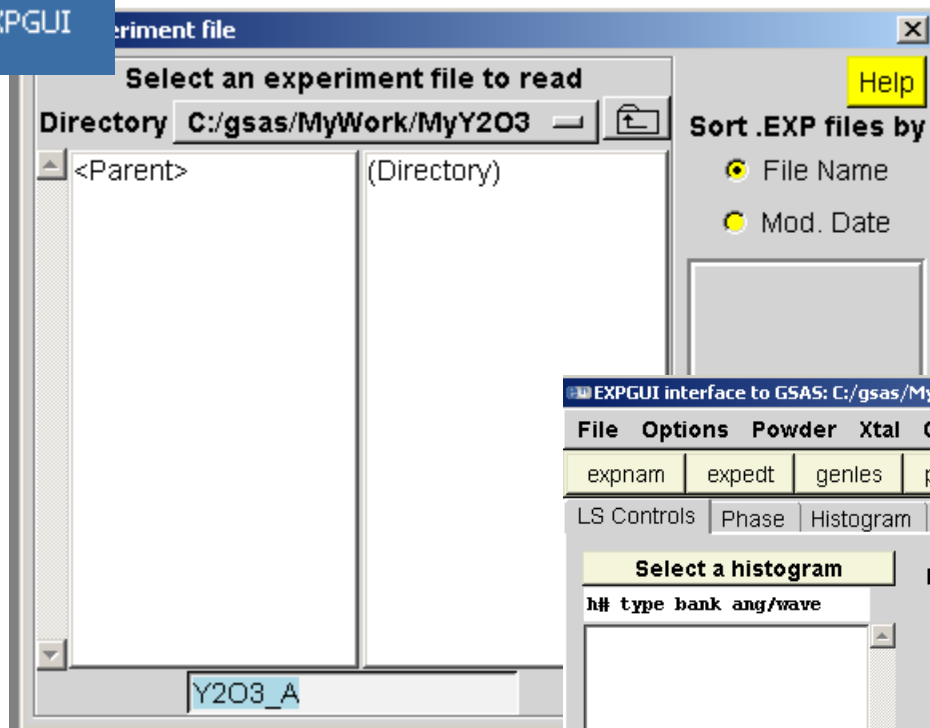
Introduction

CMPR is a multipurpose program that can be used for displaying diffraction data, manual- & auto-indexing, peak fitting and other nifty stuff. I started writing this program as a replacement for a program by the same name that was part of my VAX Powder Suite package. This version of **CMPR** has evolved to have many features not present in the VAX program. I consider **CMPR** to be my "swiss army knife" for diffraction. Any useful manipulation that I need that does belong anywhere else will probably end up in **CMPR**.

<http://www.ncnr.nist.gov/xtal/software/cmpr/>

GSAS

<http://www.ccp14.ac.uk/solution/gsas/>



File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

exnam expedt genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Phase:

Add Phase

add new phase

Adding phase #1

Phase title:

Space Group:

a b c

α 90. β 90. γ 90.

Add Cancel Help

Import phase from: Crystallographic Information File (CIF)

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

exnam expedt genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Phase: 1 Replace title: from C:/Documents and Settings/Carlo/Desktop/Dakar09_

Add Phase

a 10.595700 b 10.595700 c 10.595700

α 90.0000 β 90.0000 γ 90.0000

Edit Cell Refine Cell Cell damping 0

* name	type	ref/damp	fractional coordinates			Mult	Occupancy	Uiso
1 Y1	Y+3	0 0 0	0.968320	0.000000	0.250000	24	1.0000	0.42000
2 Y2	Y+3	0 0 0	0.250000	0.250000	0.250000	8	1.0000	0.54000
3 O1	O-2	0 0 0	0.390560	0.151630	0.380410	48	1.0000	0.61000

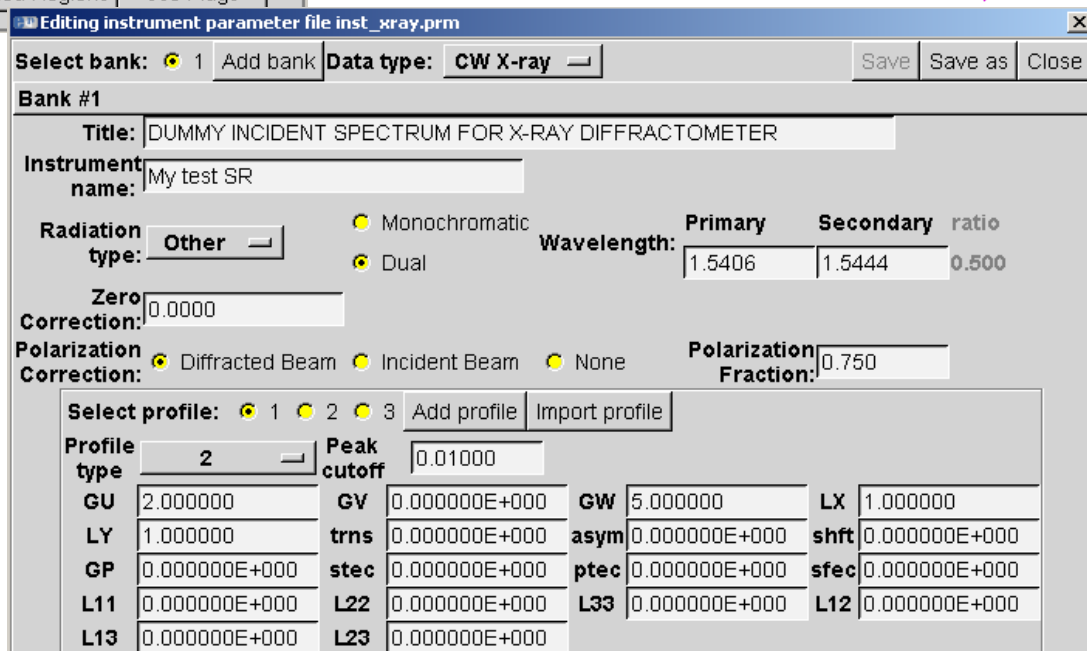
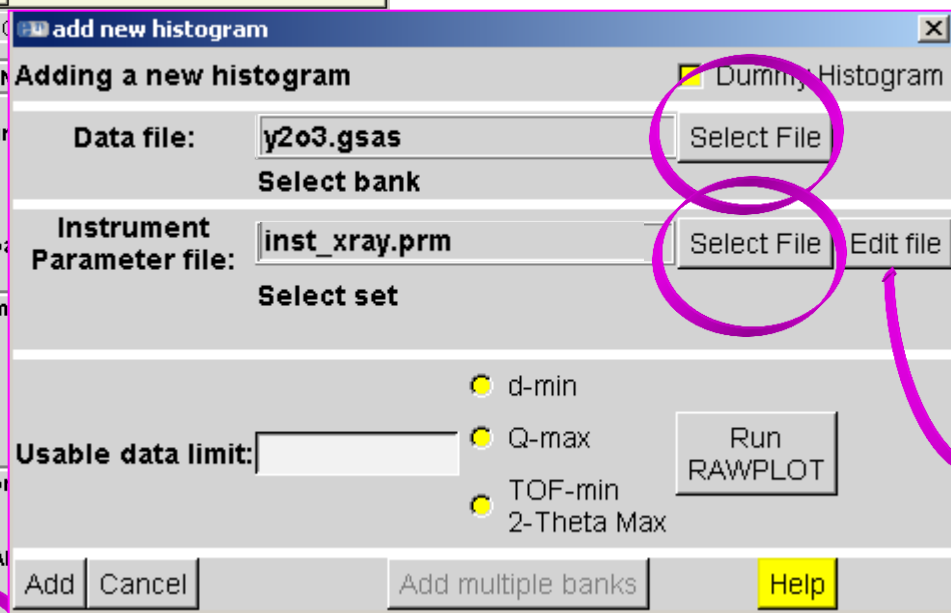
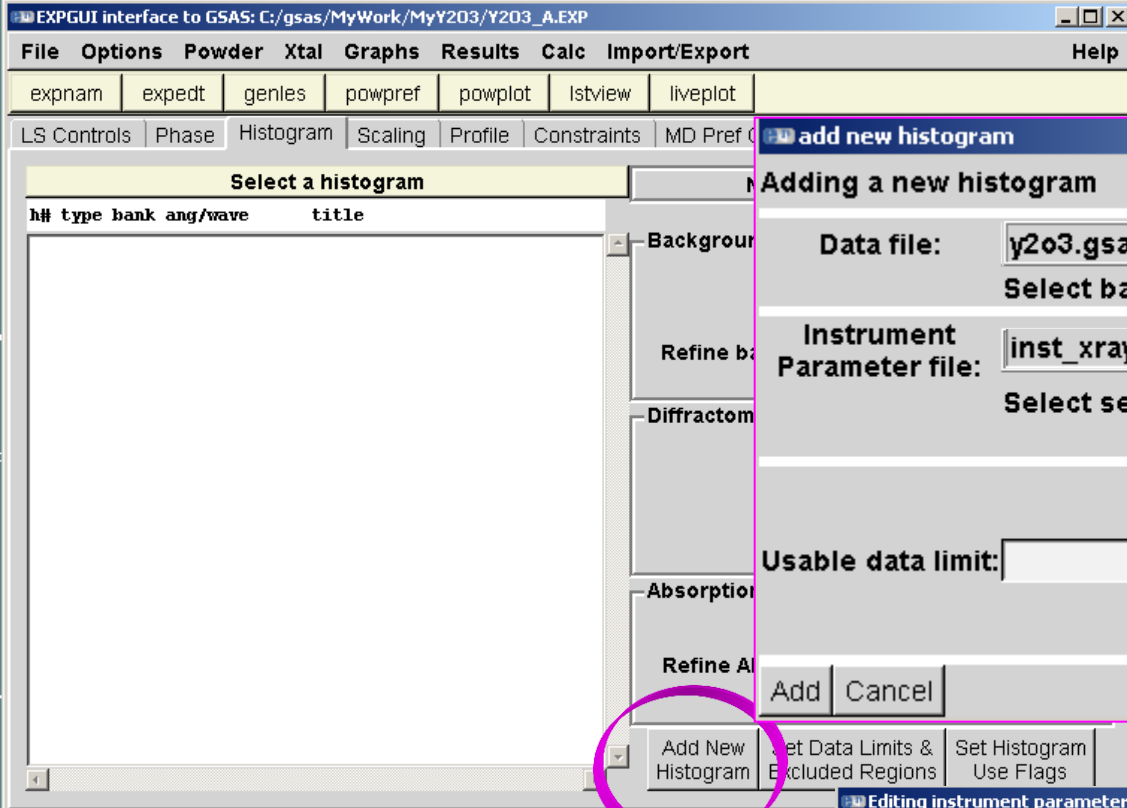
Editing atom #3 -- O1

Refinement Flags: ☒ X ☒ U ☒ F Damping: X 0 U 0 F 0

Label O1 Coordinates 0.390560 0.151630 0.380410 Occupancy 1.000000

Uiso 0.610000

Add New Atoms Xform Atom



EXPGUI interface to GSAS: C:/gsas/MyWork/MyY203/Y203_C.EXP (modified)

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expedt genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

h#	type	bank	ang/wave	tit
1	XCR	1	1.54060	Y203 po

Background

Function type 2 (3 terms)
Edit Background

Refine background ☒
Damping 0

Diffractometer Constants

wavelengths
1.5406
1.5444

Refine ratio ☐
Ratio 0.50000
Damping 0

Refine zero ☐
Zero 0.0000

Refine POLA ☐
POLA 0.750
IPOLA 0

Absorption/Reflectivity Correction

Refine Abs./Refl. ☐
Damping 0
Edit Abs./Refl.

Add New Histogram
Set Data Limits & Excluded Regions
Set Histogram Use Flags

EXPGUI C:/gsas/MyWork/Y203_GSAS/y2o3.exp

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expedt genes powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Phase: 1 Replace title: y2o3

Add Phase

a 10.602304 b 10.602304 c 10.602304 Edit Refine Cell ☒

α 90.0000 β 90.0000 γ 90.0000 Cell Cell damping 0

*	name	type	ref/damp	fractional coordinates			Mult	Occupancy	Uiso
1	Y1	Y	0 U0 0	0.250000	0.250000	0.250000	8	1.0000	0.01025
2	Y2	Y	X0 U0 0	-0.032645	0.000000	0.250000	24	1.0000	0.01030
3	O3	O	X0 U0 0	0.390383	0.152109	0.379978	48	1.0000	0.00838

Editing atom #3 -- O3

Refinement Flags: ☒ X ☒ U ☐ F Damping: X 0 U 0 F 0 Xform Atom

Label O3 Coordinates 0.390383 0.152109 0.379978 Occupancy 1.000000

Uiso 0.008377

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

h# type bank ang/wave title

1 XC 1 1.54050 Y203 powder 10.0

Background

Function type 2 (3 terms) Edit Background

Refine background ☒ Damping 0

Diffractometer Constants

wavelengths 1.5405000 1.5443000

Refine ratio ☐ Ratio 0.50000 Damping 0

Refine zero ☐ Zero 0.00000

Refine POLA ☐ POLA 0.75000 IPOLA 0

Absorption Reflectivity Correction

Refine Abs./Ref. ☐ Damping 0 Edit Abs./Ref.

Add New Histogram Set Data Limits & Excluded Regions Set Histogram Use Flags

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

h# type bank ang/wave title

1 XC 1 1.54050 Y203 powder 10.0

Scale Factor

Scale 8.4799 Refine ☒ Damping 0

Phase Fractions

Phase 1 1.0000 Refine ☐ Damping 0

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

h# type bank ang/wave title

1 XC 1 1.54050 Y203 powder 10.0

Hist 1 -- Phase 1 (type 2)

Damping 0 Peak cutoff 0.00500 Change Type

GU ☐	0.200000E+01	GV ☐	-0.200000E+01	GW ☐	0.500000E+01
LX ☒	0.105230E+02	LY ☒	0.200600E+01	trns ☐	0.000000E+00
asym ☐	0.000000E+00	shft ☒	-0.178532E+02	GP ☐	0.000000E+00
stec ☐	0.000000E+00	ptec ☐	0.000000E+00	sfec ☐	0.000000E+00
L11 ☐	0.000000E+00	L22 ☐	0.000000E+00	L33 ☐	0.000000E+00
L12 ☐	0.000000E+00	L13 ☐	0.000000E+00	L23 ☐	0.000000E+00

$$I_{\text{calc}} = I_{\text{bck}} + S \sum_{hkl} C_{hkl}(\theta) F_{hkl}^2(\theta) P_{hkl}(\theta)$$

LS Controls | Phase | Histogram | **Profile** | Constraints | MD Pref Orient | SH Pref Orient

Select a histogram

h#	type	bank	ang/wave
1	XC	1	1.54050 Y20

Hist 1 -- Phase 1 (type 2)

Damping Peak cutoff

GU ☐	0.200000E+01	GV ☐	-0.200000E+01	GW ☐	0.500000E+01
LX ☒	0.105230E+02	LY ☒	0.200600E+01	trns ☐	0.000000E+00
asym ☐	0.000000E+00	shft ☒	-0.178532E+02	GP ☐	0.000000E+00
stec ☐	0.000000E+00	ptec ☐	0.000000E+00	sfec ☐	0.000000E+00
L11 ☐	0.000000E+00	L22 ☐	0.000000E+00	L33 ☐	0.000000E+00
L12 ☐	0.000000E+00	L13 ☐	0.000000E+00	L23 ☐	0.000000E+00

peak breadth Gaussian: $\sigma^2 = GU \tan^2 \theta + GV \tan \theta + GW + GP / \cos^2 \theta$

sample shift: $s = -\pi R \text{ shft} / 3600$

sample absorption: $\mu_{\text{eff}} = -9000 / (\pi R \text{ Asym})$

Gaussian
Sherrer
broadening

peak breadth Lorentzian: $\gamma = (LX - \text{ptec} \cos \phi) / \cos \theta + (LY - \text{stec} \cos \phi) \tan \theta$

Lorentzian
Sherrer
broadening
(particle size)

Anisotropy

Lorentzian
strain
broadening

Anisotropy
(stacking faults)

Gaussian Breadth: $\sigma^2 = GU \tan^2 \theta + GV \tan \theta + GW \tan^2 \phi + GP / \cos^2 \theta$

Lorentzian Breadth: $\gamma = (LX - p_{\text{tec}} \cos \phi) / \cos \theta + (LY - s_{\text{tec}} \cos \phi) \tan \theta$

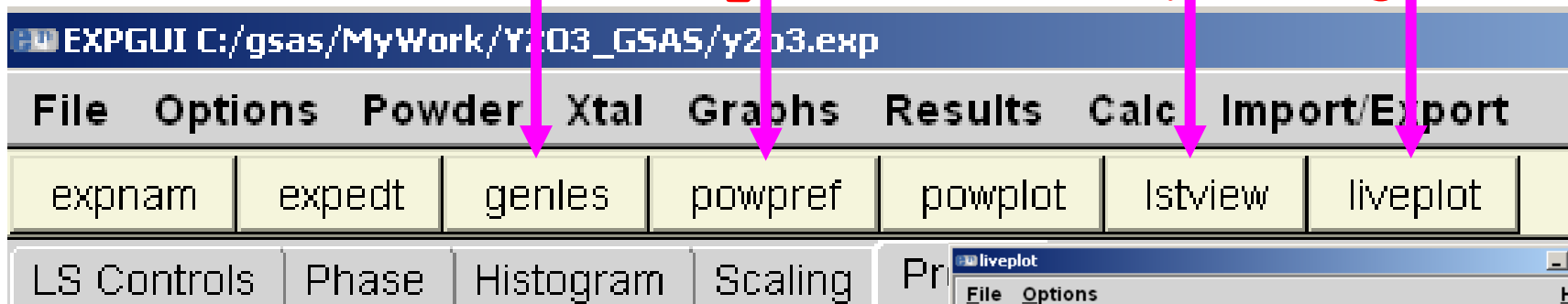
Strain: $S = \Delta d / d$

Gaussian contrib. $S = \sqrt{8 \ln 2 (GU - U_i)} (\pi / 18000) \cdot 100\%$
Instrumental contribution

Lorentzian contrib. $S = (LY - Y_i) (\pi / 18000) \cdot 100\%$
Instrumental contribution

Particle size: P

$P = (18000 / \pi) K \lambda / LX$
Scherrer constant

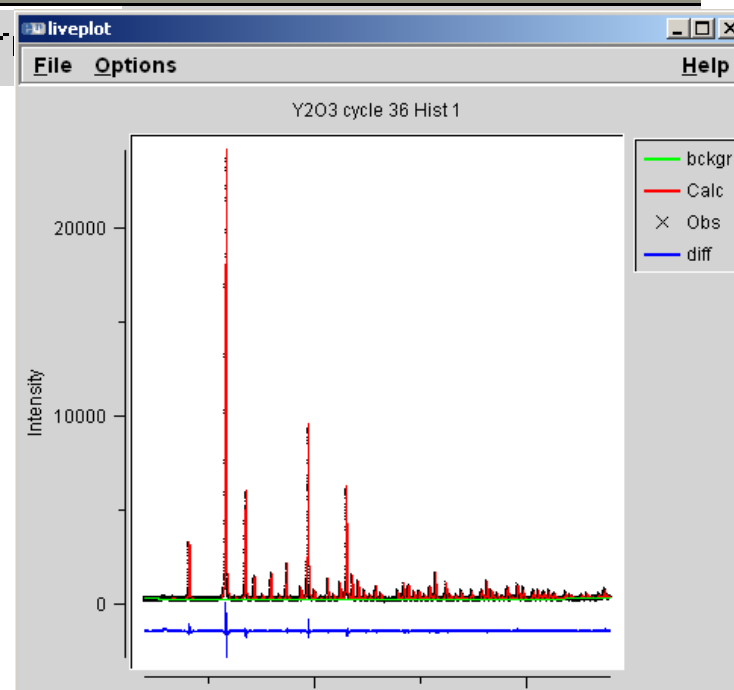


$$M_p = \sum w (I_{\text{exp}} - I_{\text{calc}})^2$$

$$R_p = \sum (I_{\text{exp}} - I_{\text{calc}}) / \sum I_{\text{exp}}$$

$$wR_p = \sqrt{M_p / \sum I_{\text{exp}}^2}$$

$$\chi^2 = M_p / (N_{\text{obs}} - N_{\text{var}})$$



Powder data statistics

	Bank	Ndata	Sum(w*d**2)	Fitted wRp	Rp	-Bknd wRp	Rp	DWd	Average Integral
Hstgm 1 PXC	1	5500	11430.	0.0646	0.0486	0.0575	0.0458	1.013	0.938
Powder totals		5500	11430.	0.0646	0.0486	0.0575	0.0458	1.013	

Cycle 37 There were 5500 observations.
 Total before-cycle CHI**2 (offset/sig) = 1.1430E+04 (5.6760E+01)

Reduced CHI**2 = 2.084 for 15 variables
 Histogram 1 Type PXC Nobs= 306 R(F**2) = 0.0361