

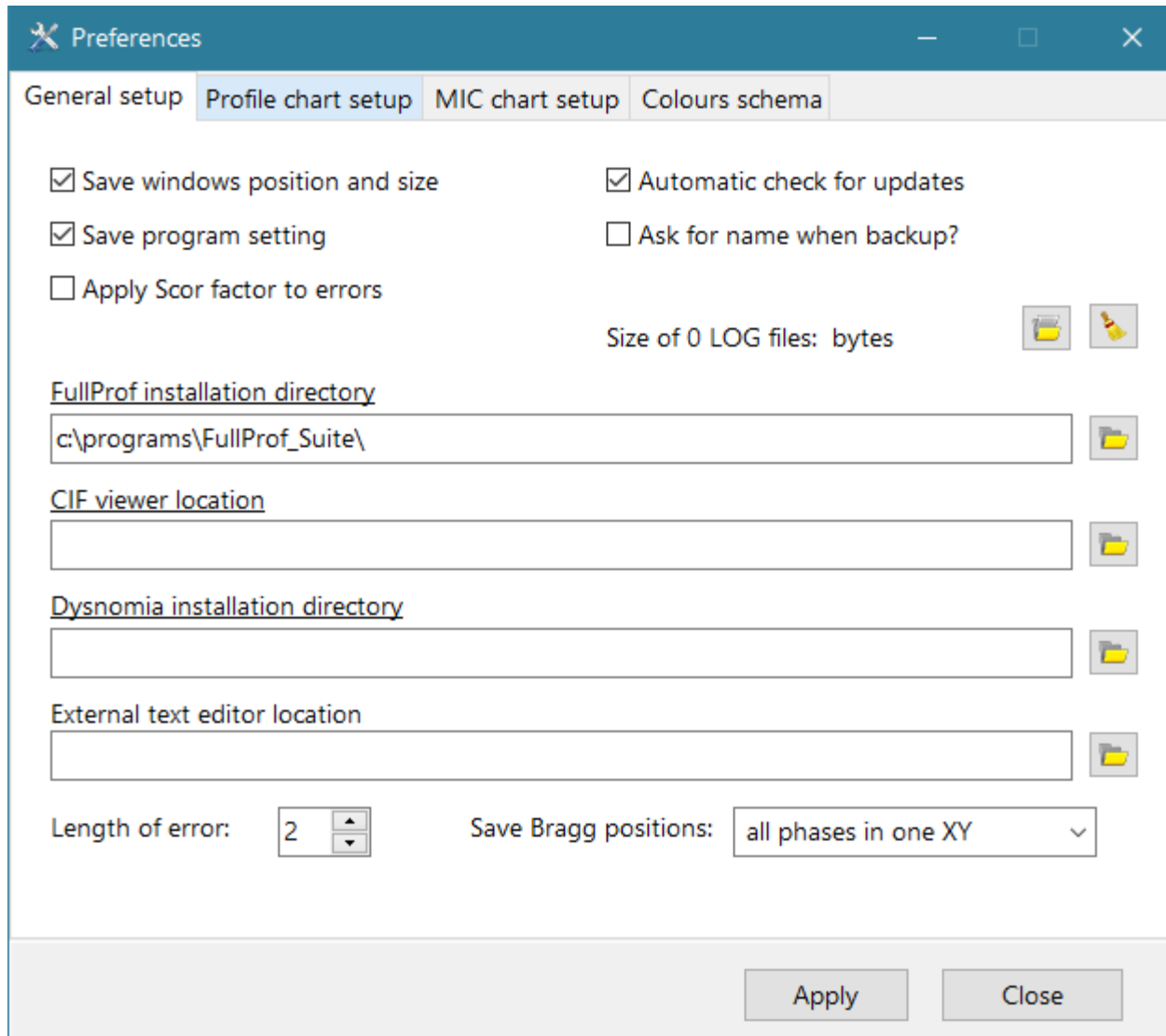
Instalace

1. FullProf Suite <https://www.ill.eu/sites/fullprof/>
samotný program a uživatelské rozhraní

2. GetControl <https://wildrams.github.io/getcontrol/>
alternativní uživatelské rozhraní

GetControl by měl automaticky najít umístění programu FullProf, pokud ne, cesta k FullProfu se zadá v Preferencích – viz následující strana

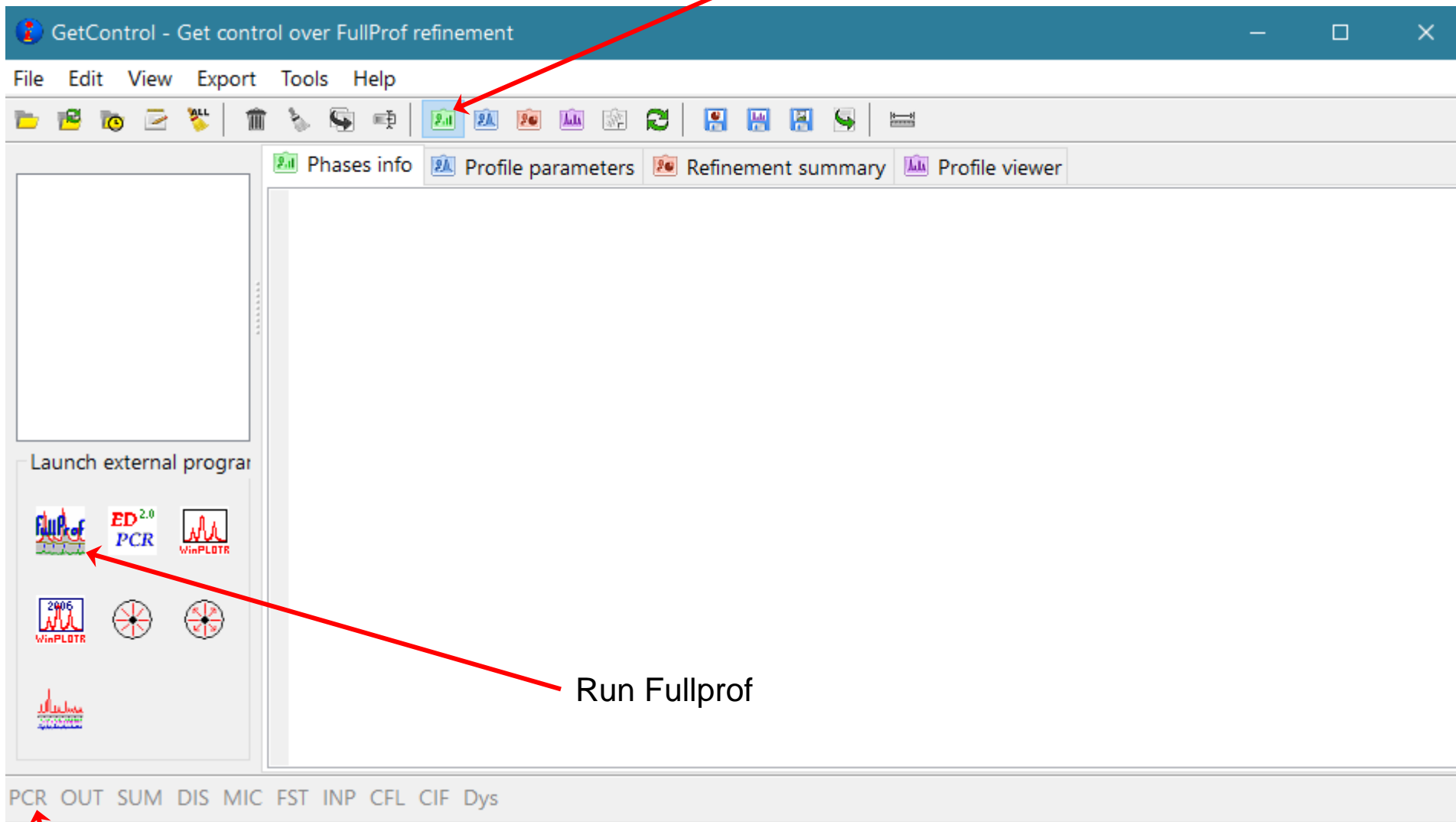
GetControl – Nastavení FullProf installation directory (pokud se nepovede nastavit automaticky):
Přes menu Edit – Preferences – General setup:



FullProf – uživatelské rozhraní GetControl – základní použití

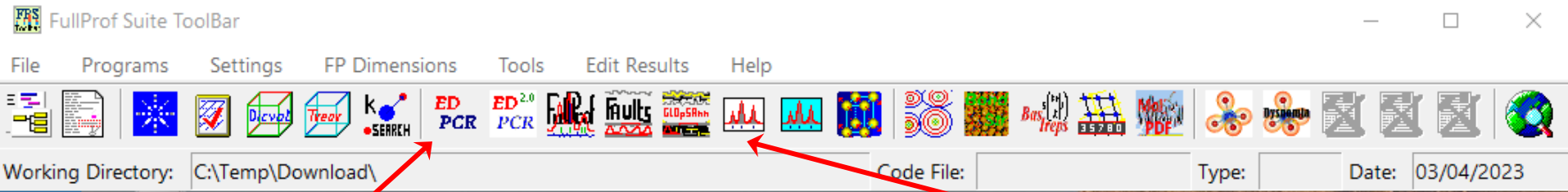
GetControl

Refresh (F5) – znovu načtení souborů



Editace PCR souboru v textovém editoru s nápovědami.

Fullprof toolbar



EDPCR: Editace vstupního souboru *.pcr

WinPlotr: Zobrazení naměřených a vypočtených dat.

FullProf – EDPCR – volba upřesnění poloh atomů

EDPCR: Editace vstupního souboru *.pcr

Editace strukturních parametrů

Editor of PCR Files

File Editor Tools Templates Help Exit

FullProf
PCR
Editor

Information

Title, type of job: Rietveld, Integrated Intensities, Simulated Annealing, ...

Type of Patterns, profile, background, diffraction geometry, user-given scattering factors ...

Phase name, type of calculations (JBT), ATZ, contribution to patterns, symmetry, ...

Number of cycles, relaxation factors, access to patterns and phases (atoms and profile)

Constraints definitions, adding, deleting, modifying...

Fixing range of parameters, distances, angles, magnetic moments and linear restraints

Output options for patterns and phases: Reflection lists, Fourier, distances, BVS...

General

Patterns

Phases

Refinement

Constraints

Box/Restrains

Output

Copyright (c) 2002-2005. JGP - JRC

Editace strukturních parametrů

Refinement Information

Cycles of Refinement:

Stop Criterion of Coverage

Forced Termination when shifts < x E.S.D.

Others:

Relaxation Factors for Shifts

Atomic Anisotropic Profile Global

Reflections ordering

Only at the first cycle Each cycle Bragg R-Factor excluding reflections limiting excluded regions

Pattern 1 | Pattern 2 | Pattern 3 | Pattern 4 | Pattern 5 | Pattern 6 | Pattern 7

Refinement weighting model

Least Squares Maximum Likelihood Unit Weights

Background

Instrumental

Micro-Absorption

Reduction factor of number of data points:

OK

Cancel

Phase 1 | Phase 2 | Phase 3 | Phase 4 | Phase 5 | Phase 6 | Phase 7

Atoms

Prop. Vectors

Patterns

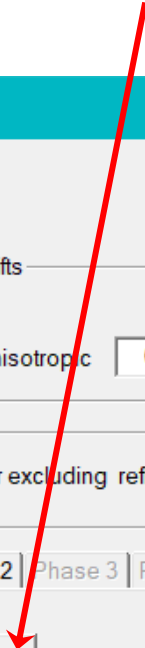
1 2 3 4 5 6 7

Profile

Micro-Structure

HKL Shifts

Further Parameters



FullProf – EDPCR – volba upřesnění poloh atomů

Tlačítkem Refine Positions se povolí upřesňování všech poloh, tj i poloh fixovaných ze symetrie. Po návratu do základního okna (2×OK) a po uložení souboru se zkontroluje symetrie poloh a upraví se volby upřesňování.

Atoms Information: Phase 1

List of Atoms

Number of Atoms:

	Label	Ntyp	X	Y	Z	B	Occ	Therm. Fact	
Atom # 1	Tb	TB+3	0.98000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.06000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.25000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.80000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.25000 <input checked="" type="checkbox"/>	Isotropic	
Atom # 2	Sr	SR+2	0.98000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.06000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.25000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.80000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.25000 <input checked="" type="checkbox"/>	Isotropic	
Atom # 3	Co	CO+3	0.50000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.00000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.00000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.20000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.50000 <input type="checkbox"/>	Isotropic	
Atom # 4	O1	O-1	0.09000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.46000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.25000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.80000 <input checked="" type="checkbox"/>	0.50000 <input type="checkbox"/>	Isotropic	

Anisotropic Thermal Factors / Form Factors

#	B11/F1	B22/F2	B33/F3	B12/F4	B13/F5	B23/F6	F7	
#	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
#	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
#	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	
#	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	

Special Form Factors

#	SASH-Type	Matrix	j=1	j=2	j=3	N. Coeff.	Indices	#1	#2	#3	#4	#5	#6	
#	Spherical													
	Spherical													
	Spherical													

Refine Positions

Refine B_iso

Refine B_aniso

Fix All

Cancel

OK

FullProf – EDPCR – volba upřesnění poloh atomů

Volby upřesňování poloh se mohou zkontrolovat opětovným otevřením okna s polohami atomů, nebo kontrolou uloženého souboru *.pcr v textovém editoru.

Pokud byla vybrána i volba upřesnění směsného obsazení jedné polohy (Td,Sr), pak je potřeba v textovém editoru upravit kód parametru 131.0 u Sr na -121.0).

Pro teplotní parametry Biso je lépe zvolit stejný kód (101.0) pro atomy O1 a O2.

List of Atoms

Number of Atoms:

	Label	Ntyp	X	Y	Z	B	Occ	Therm. Fact
Atom # 1	Tb	TB+3	0.98000 ✓	0.06000 ✓	0.25000	0.80000 ✓	0.25000 ✓	Isotropic
Atom # 2	Sr	SR+2	0.98000 ✓	0.06000 ✓	0.25000	0.80000 ✓	0.25000 ✓	Isotropic
Atom # 3	Co	CO+3	0.50000	0.00000	0.00000	0.20000 ✓	0.50000	Isotropic
Atom # 4	O1	O-1	0.09000 ✓	0.46000 ✓	0.25000	0.80000 ✓	0.50000	Isotropic

P b n m <--Space group symbol

!Atom	Typ	X	Y	Z	Biso	Occ	In	Fin	N_t	Spc	/Codes
Tb	TB+3	0.98000	0.06000	0.25000	0.80000	0.25000	0	0	0	0	
		11.00	21.00	0.00	81.00	121.00					
Sr	SR+2	0.98000	0.06000	0.25000	0.80000	0.25000	0	0	0	0	
		11.00	21.00	0.00	81.00	131.00					
Co	CO+3	0.50000	0.00000	0.00000	0.20000	0.50000	0	0	0	0	
		0.00	0.00	0.00	91.00	0.00					
O1	O-1	0.09000	0.46000	0.25000	0.80000	0.50000	0	0	0	0	
		31.00	41.00	0.00	101.00	0.00					
O2	O-1	-0.30000	0.30000	0.06000	0.80000	1.00000	0	0	0	0	
		51.00	61.00	71.00	111.00	0.00					

FullProf – soubor *.pcr

COMM YCoO3

• Instrumental parameters

```

0 5 3 0 0 0 1 0 0 0 1 0 0 0 0 0 0
0 0 1 1 1 0 0 0 1 1 1 0 0 1 0 0 0
1.540560 1.544390 0.4900 30.0000 10.0000 1.0000 0.0000 50.00 0.0000
5 0.10 0.50 0.50 0.50 0.50 2.0000 0.0200 150.0000 0.000 0.000
6 !Number of refined parameters
0.0000 0.00 0.0000 11.00 0.0000 0.00 0.000000 0.00 0
1.000000 0.000000 0.000000 0.000000 0.000000 0.000000 0.000000
21.00 31.00 41.00 51.00 .00 .00
    
```

YCoO3

• Phase 1 space group

```

4 0 0 0.0 0.0 1.0 0 0 0 0 0 4.00 0 0 0
P b n m
Y Y+3 0.05000 0.05000 0.25000 0.50000 0.50000 0 0 0 0
161.00 171.00 0.00 231.00 0.00
Co CO+3 0.50000 0.00000 0.00000 0.50000 0.50000 0 0 0 0
0.00 0.00 0.00 241.00 0.00
O1 O-1 0.00000 0.50000 0.25000 1.00000 0.50000 0 0 0 0
181.00 191.00 0.00 251.00 0.00
O2 O-1 -0.25000 0.25000 0.00000 1.00000 1.00000 0 0 0 0
201.00 211.00 221.00 251.00 0.00
0.00010000 0.80000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0
61.00 151.00 0.00 0.00 0.00 0.00
0.000000 0.000000 0.010000 0.000000 0.000000 0.000000 0.000000 0
121.00 111.00 101.00 0.00 0.00 0.00 0.00
5.13 5.43 7.33 90.000000 90.000000 90.000000
71.00 81.00 91.00 0.00 0.00 0.00
1.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000
0.00 0.00 141.00 131.00 0.00 0.00
    
```

atoms

scale, peak shape

peak widths

lattice

asymmetry

Y2O3

• Phase 2

```

3 0 0 0.0 0.0 1.0 0 0 0 0 0 16.00 0 5 0
I a 3 <--Space group symbol
Y1 Y+3 0.25000 0.25000 0.25000 0.50000 0.16667 0 0 0
0.00 0.00 0.00 0.00 0.00
Y2 Y+3 0.96767 0.00000 0.25000 0.50000 0.50000 0 0 0
0.00 0.00 0.00 0.00 0.00.00 0.00
    
```

```

COMM [079] (TbSr)CoO3
! Current global Chi2 (Bragg contrib.) =      54.96
! Files => DAT-file: r.dat, PCR-file: r
! Job Npr Nph Nba Nex Nsc Nor Dum Iwg Ilo Ias Res Ste Nre Cry Uni Cor Opt Aut
!   0   5   2  -5   0   0   1   0   0   0   1   0   0   0   0   0   0   0   1
!
! Ipr Ppl Ioc Mat Pcr Ls1 Ls2 Ls3 NLI Prf Ins Rpa Sym Hkl Fou Sho Ana
!   0   0   1   1   1   0   4   0   0   3   1   0   1   1   0   0   0
!
! Lambda1 Lambda2 Ratio Bkpos Wdt Cthm muR AsyLim Rpolarz 2nd-muR -> Patt# 1
! 1.540560 1.544390 0.49000 30.000 10.0000 1.0000 0.0000 50.00 0.0000 0.0000
!
! NCY Eps R_at R_an R_pr R_gl Thmin Step Thmax PSD Sent0
! 9 0.10 0.50 0.50 0.50 0.50 20.0000 0.040000 135.0000 0.000 0.000

```

Job: 0=rtg 1=neutron

Npr: profilová funkce, 5 = PseudoVoigtova funkce

Nph: počet fází

Nba: typ upřesnění pozadí, -5 = Čebyšovy polynomy

Aut: 1 = automatické nastavení čísel parametrů

Pcr: 1 = soubor *.pcr je přepsán s novými upřesněnými parametry

Prf: formát výstupního souboru s naměřenými a vypočtenými daty, 3 = typ vhodný pro GetControl

Ins: formát vstupního souboru dat

Lambda1, 2, ratio: vlnová délka záření pro $K\alpha_1$ a $K\alpha_2$ a poměr jejich intenzit (obvykle 0.5)

Cthm,Rpolarz: parametry pro Lp-faktor

R_at, R_an, R_pr, R_gl: relaxační faktory = násobek opravy parametrů při upřesňování – menší hodnota může stabilizovat nestabilní upřesňování

NCY: počet cyklů při jednom běhu upřesňování

0 !Number of refined parameters

```
! Zero      Code  SyCos  Code  SySin  Code  Lambda  Code MORE ->Patt# 1
0.00000  0.0  0.00000  1.0  0.00000  0.0  0.000000  0.00  0
```

```
! Background coefficients/codes for Pattern# 1 (Chebychev polynomials, up to 24 coefficients)
10.000  0.000  0.000  0.000  0.000  0.000  0.000
 1.00  1.00  1.00  1.00  1.00  1.00  1.00
 0.000  0.000  0.000  0.000  0.000  0.000  0.000
 0.00  0.00  0.00  0.00  0.00  0.00  0.00
```

Počet upřesňovacích parametrů. Při nastavení Aut = 1 se také nastaví automaticky

Zero: chyba nuly 2θ

Disp: rozcentrování vzorku

Pozadí: koeficienty polynomu

Iterace – výpočet opravy parametrů:

$Nová_hodnota = Předchozí_hodnota + Vypočtená_Oprava \times Násobek_parametru \times Relaxační_faktor$

R_at – relaxační faktor pro atomové parametry

R_an – relaxační faktor pro anizotropní teplotní faktory

R_pr – relaxační faktor pro profilové parametry

R_gl – relaxační faktor pro instrumentální parametry

Kód parametru: $číslo_parametru \times 10 + násobek_parametru$

71.0 = 7.parametr násobený 1.0

Svázání 2 parametrů č.7: má-li být např. poloha y 2× větší než poloha x, tj. $y = 2x$:

použijeme kód(x) = 70.5, kód(y) = 71.0

! Data for PHASE number: 1 ==> Current R_Bragg for Pattern# 1: 69.64

!-----
 (TbSr)CoO3_Pbnm

!Nat Dis Ang Pr1 Pr2 Pr3 Jbt Irf Isy Str Furth ATZ Nvk Npr More
 5 0 0 0.0 0.0 1.0 0 0 0 0 0 4.000 0 5 0

! P b n m <--Space group symbol
 !Atom Typ X Y Z Basis Occ In Fin N_t Spc /Codes

Tb	TB+3	0.98000	0.06000	0.25000	0.80000	0.25000	0	0	0	0
		0.00	0.00	0.00	0.00	0.00				
Sr	SR+2	0.98000	0.06000	0.25000	0.80000	0.25000	0	0	0	0
		0.00	0.00	0.00	0.00	0.00				
Co	CO+3	0.50000	0.00000	0.00000	0.20000	0.50000	0	0	0	0
		0.00	0.00	0.00	0.00	0.00				
O1	O-1	0.09000	0.46000	0.25000	0.80000	0.50000	0	0	0	0
		0.00	0.00	0.00	0.00	0.00				
O2	O-1	-0.30000	0.30000	0.06000	0.80000	1.00000	0	0	0	0
		0.00	0.00	0.00	0.00	0.00				

Nat: počet atomů

ATZ: pro výpočet poměrů fází (Z: počet vzorcových jednotek, M: molární hmotnost)

- $ATZ = Z \rightarrow$ molární poměry, $ATZ = M \times Z \rightarrow$ hmotnostní poměry

Symbol prostorové grupy s mezerami mezi symboly pro jednotlivé krystalové směry

Typ: Název atomu, oxidační číslo – jen obvyklá oxidační čísla, pro anionty vždy -1.

Biso: koeficient teplotního faktoru

Occ: Obsazení_polohy (0-1) \times četnost_polohy / četnost_grupy

!-----> Profile Parameters for Pattern # 1

Scale	Shape1	Bov	Str1	Str2	Str3	Strain-Model		
0.10000E-03	0.80000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0		
0.00000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000			
U	V	W	X	Y	GauSiz	LorSiz	Size-Model	
0.000000	0.000000	0.010000	0.000000	0.000000	0.000000	0.000000	0	
0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000		
a	b	c	alpha	beta	gamma	#Cell Info		
5.200000	5.400000	7.430000	90.000000	90.000000	90.000000			
0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000	0.00000			
Pref1	Pref2	Asy1	Asy2	Asy3	Asy4			
1.00000	0.00000	0.05000	0.00000	0.00000	0.00000			
0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00			

Scale: škálový faktor

Shape: podíl Lorentz/Gauss v PseudoVoigtově funkci

U, V, W: parametry pološířky $FWHM = U \tan^2\theta + V \tan\theta + W$

a, b, c, alpha, beta, gamma: mřížkové parametry

kódy platí pro odvozené parametry A,B,C,D,E,F

Pref1, 2: preferenční orientace

Asy1, 2: asymetrie píků