

PSM3

I. Description

Ce programme a pour but de traiter des données de diffraction électronique, de calculer les facteurs d'échelle entre des clichés de diffraction électronique obtenus après rotation autour d'un axe particulier du réseau réciproque, d'effectuer la mise à l'échelle et la réduction des données en fonction de la symétrie.

Ce programme utilise les données issues d'EXTRAX un plugin d'ImageJ téléchargeable à l'adresse suivante :

<http://rsbweb.nih.gov/ij/download.html>

<http://rsb.info.nih.gov/ij/plugins/extrax/index.html>

Ces données se présentent sous la forme de fichiers « h k l I Poisson(I) bg Sigma(bg) g(?-1) d(?) » ayant l'extension "out".

Ex :

;	h	k	l	I	Poisson(I)	bg	Sigma(bg)	g(?-1)	d(?)
;	-13	0	-3	7600	112	4947	47480	1.89883732	0.52663806
	-13	0	-2	-1923	82	8625	45258	1.87287365	0.53393885
	-13	0	-1	5470	111	6762	45073	1.86010184	0.53760497
	-12	0	-4	2831	100	7206	44694	1.80419248	0.55426459
	-12	0	-3	4367	89	3482	47000	1.76846659	0.56546163

II. Utilisation

- Placer PSM3.exe dans répertoire contenant les fichiers à traiter puis double cliquer dessus.
- Placer PSM3.exe dans un répertoire situé dans le PATH. Vous pourrez ainsi lancer PSM3 en ligne de commande c:\ depuis n'importe quel emplacement ce qui évite de placer PSM3.exe dans plusieurs répertoire. De l'invite de commande, déplacez vous dans votre répertoire de travail et taper PSM3. Vous pouvez également faire un clic droit sur le fichier d'entrée "2d.txt" → ouvrir avec → sélectionner un programme → aller chercher PSM3.exe.

Pour mettre un répertoire dans le PATH :

Clic droit sur poste de travail → Propriétés → Onglet Avancé → clic gauche sur variables d'environnement → cliquer sur path puis modifier et taper un ";" puis le chemin du répertoire et enregistrer.

Ou pour Vista, en commande. Dans "Démarrer" "Rechercher" taper "cmd" puis dans la fenêtre qui s'est ouverte taper :

PATH=%PATH%;chemin_du_répertoire

III. Fichier d'entrée

Pour fonctionner, PSM3 a besoin d'un fichier d'entrée qui contient le nom des fichiers à traiter (avec extension) et qui est situé dans le même répertoire que les fichiers en question.

Exemple : 2d.txt

zap1-2d.out
zap2-2d.out
zap3-2d.out
zap4-2d.out
zap5-2d.out
zap6-2d.out
zap7-2d.out

IV. Traitements des données

Chaque fichier à traiter peut subir plusieurs traitements avant le calcul des facteurs d'échelle. Il peut y avoir une restriction sur les valeurs de g ($g=1/d$), l'élimination des réflexions dont l'intensité est négative et l'application d'une correction géométrique liée au mouvement de précession électronique. On peut choisir de n'effectuer les calculs de facteurs d'échelle que sur les réflexions les plus intenses sans supprimer les plus faibles. On peut également fusionner (distances et intensités) les réflexions symétriques (paire de Friedel). Le groupe d'espace est demandé afin d'éliminer les réflexions interdites. Les réflexions ainsi éliminées sont affichées dans l'invite de commande pour vérifications.

1) Restriction en g

Il s'agit de donner des bornes au jeu de données. Seules les réflexions dont les valeurs de g seront comprises entre ces bornes seront utilisées pour les calculs, les autres réflexions seront simplement éliminées.

11 g a / 2m
 Quelles sont les limites en g ? (mettre gmin et gmax separee par un espace)
 0 8

Ici, on fixe les limites à 0 et 8\AA^{-1} (ce qui permet en général de conserver toutes les réflexions).

2) Restriction sur l'intensité des réflexions

On rentre une valeur *sigma*, les réflexions dont l'intensité est inférieure à $\text{sigma} \times \text{erreur}$ ne seront pas prises en compte dans le calcul des facteurs d'échelle, mais ne seront pas éliminer du jeu de données final.

Quelle est la valeur du sigma ? (seules les intensites superieures a sigma*erreur seront prises en compte dans les calculs)
 2

Ici, les réflexions dont l'intensité est inférieure à deux fois l'erreur ne sont pas prises en compte.

3) Elimination des intensités négatives

Dans le cas où votre jeu de données contient des réflexions dont l'intensité est négative, vous avez deux choix possible :

- éliminer ces réflexions. Dans ce cas, vous perdait de l'information. On sait que leur intensité est faible, si on les élimine, on ne sait plus rien.
- conserver ces réflexions et leur attribuer une intensité faible et positive. Dans PSM3, cette intensité vaut 1.

Voulez vous supprimer les intensites negatives ou les mettre a 1 ?
 (0 pour les mettre a 1)
 1

Ici, les réflexions dont l'intensité est négative sont supprimées.

4) Corrections géométrique

Il est possible d'appliquer des corrections géométriques liées à la géométrie de la technique de précession. L'approximation de Gjonnes [] est alors appliquée à chaque fichier.

$$C = g \sqrt{1 - \left(\frac{g}{2 \times R_{Ewald} \times \varphi} \right)^2} \quad \text{Approximation de Gjonnes}$$

$$I_{cor} = C \times I_{exp}$$

Où R_{Ewald} est le rayon de la sphère d'Ewald et φ est le demi-angle de précession.

Voulez vous effectuer des corrections de Lorentz (formule de Gjonnes) ? zero pour oui
 1

Ici, on n'applique pas de corrections.

5) Choix de l'erreur

Vous pouvez choisir l'erreur attribuée à chaque réflexion entre la valeur de Poisson (racine carré de l'intensité) et la valeur expérimentale de l'erreur sur le calcul du bruit de fond dans EXTRAX.

```
 Voulez vous que l'erreur corresponde a Poisson(1) ? zero pour oui
Si non l'erreur correspond a Sig(bg)
1
```

Ici, l'erreur correspond à l'erreur sur le calcul du bruit de fond.

6) Fusion des paires de Friedel

Bien que la précession permette de réduire les effets de désorientation des clichés de diffraction, ceux-ci persistent. Il est donc possible avec PSM3 de fusionner les intensités des paires de Friedel afin de réduire encore ces effets. De plus, avec cette option, les distances g ne sont plus calculés à partir des valeurs de " g " données par EXTRAX mais à partir des positions X,Y des paires de Friedel.

```
 Voulez vous merger les paires de Friedel avant le calcul des facteurs d'echelles ? zero pour oui
1
```

7) Choix du groupe d'espace

Il est demandé de choisir un groupe d'espace afin d'éliminer les réflexions interdites et de fusionner les réflexions équivalentes du point de vue de la symétrie.

Il faut taper le numéro du groupe d'espace. Les groupes non standards tels que $P2_1/n$ ($P2_1/c$) ou $Pbnm$ ($Pnma$) ne sont pas pris en compte.

```
 Quel est le numero du groupe d'espace ?
100
```

Ici le groupe d'espace est $P4bm$.

La liste des groupes d'espace est fournie en fin de document.

Le programme effectue les traitements et affiche quand les fichiers sont traités puis crée des fichiers hkl (zap1-2d.out.hkl) correspondant à chaque fichier d'entrée. Enfin, il demande le nom du fichier de sortie.

```
cond vaut : 4
-5 0 -5 295.00 33.00 811.00 973.00 1.34235399 0.74495998 122.00 821.00
-3 0 -3 -337.00 52.00 3059.00 1515.00 0.80835032 1.23788741 296.00 709.00
-1 0 -1 32977.00 209.00 10613.00 14148.00 0.27223501 3.67329687 470.00 598.00
1 0 1 15731.00 146.00 5553.00 7690.00 0.27292294 3.66403792 644.00 487.00
3 0 3 491.00 56.00 2677.00 1311.00 0.80821625 1.23729261 818.00 375.00
5 0 5 -73.00 29.00 935.00 1023.00 1.33512312 0.74899460 993.00 264.00
cond vaut : 10
0 -5 5 361.00 34.00 820.00 927.00 1.30970127 0.76353289 837.00 108.00
0 -3 3 314.00 57.00 2929.00 1445.00 0.76806733 1.30196919 725.00 281.00
0 -1 1 -8029.00 132.00 25422.00 16134.00 0.24623325 4.06119001 613.00 455.00
0 1 -1 -7273.00 132.00 24794.00 15324.00 0.29847093 3.35040998 502.00 629.00
0 3 -3 765.00 58.00 2645.00 1340.00 0.83655549 1.19537797 390.00 803.00
0 5 -5 133.00 31.00 837.00 907.00 1.37371606 0.72795247 278.00 977.00
cond vaut : 0
fichier numero 6 traite
Quel est le nom du fichier de sortie ? <PSMsortie par defaut>
```

Les lignes au-dessus de "fichier numero 6 traite" indique les réflexions présente dans le fichier n°6 (ZAP6-2d.out) interdite par le groupe d'espace.

V. Fichiers de sortie

PSM3 crée automatiquement plusieurs fichiers de sortie en plus des fichiers précédemment cités :

nom_sortie.hkl, fichier contenant l'ensemble des réflexions mises à l'échelle.

nom_sortie.txt, fichier contenant les paramètres de traitement des fichiers d'entrée et les résultats des calculs de facteurs d'échelle.

nom_sortiefin.hkl, fichier contenant les données réduites en fonction de la symétrie.

et *nom_sortie-g.txt*, fichier contenant les résultats des calculs de facteur d'échelle sur les valeur de *g*. (Ces calculs sont effectués de façon à prendre en compte de légères variations de la longueur de chambre d'un cliché à l'autre).

VI. Calcul des facteurs d'échelles

Les facteurs d'échelle sont calculés par moindre carré linéaire en minimisant l'expression :

$$S = \sum_n \sum_m (A_m \alpha_{nm} - A_n)^2$$

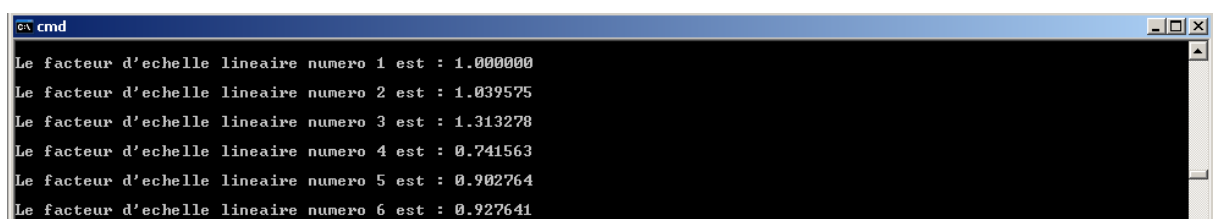
Où A_m est le facteur d'échelle du cliché numéro *m*.

Où α_{nm} est la moyenne pondérée (Intensité/erreur) des rapports d'intensité entre les réflexions communes aux clichés numéros *n* et *m*.

Seules les réflexions dont l'intensité est supérieur à *sigma* fois l'erreur sont prise en compte dans les calculs.

VII. Réduction des données en fonction de la symétrie

Lorsque les calculs de facteurs d'échelle sont effectués, Les réflexions équivalentes sont moyennées en fonction du groupe d'espace entré préalablement.



```
cmd
Le facteur d'echelle lineaire numero 1 est : 1.000000
Le facteur d'echelle lineaire numero 2 est : 1.039575
Le facteur d'echelle lineaire numero 3 est : 1.313278
Le facteur d'echelle lineaire numero 4 est : 0.741563
Le facteur d'echelle lineaire numero 5 est : 0.902764
Le facteur d'echelle lineaire numero 6 est : 0.927641
```

A la fin, le programme affiche le nombre total de réflexions, le nombre de réflexions redondantes, le nombre de réflexions indépendantes, la symétrie et le Rint.

$$R_{int} = \frac{\sum_{ind} \left(\frac{1}{n_{eq}} \sum |I - \langle I \rangle| \right)}{\sum_{ind} \left(\frac{1}{n_{eq}} \sum I \right)}$$

où ind représente les réflexions indépendantes, eq représente les réflexions équivalentes, n représente le nombre de réflexions équivalentes et I est l'intensité diffractée.

```

Nombre total de reflexions : 847
Nombre de reflexions redondantes : 495
Nombre de reflexions independantes : 352
Symetrie: 4/mmm
Rint = 0.070552

Que chabat !!!
Appuyez sur une touche pour continuer...

```

"Que chabat" signifie que "C'est fini".

LISTE DES GROUPES D'ESPACE :

Tricliniques et monocliniques :

1: P1 2: P-1 3: P2 4: P2₁ 5: C2 6: Pm 7: Pc 8: Cm 9: Cc 10: P2/m 11: P2₁/m
12: C2/m 13: P2/c 14: P2₁/c 15: C2/c

Orthorhombiques :

16: P222 17: P222₁ 18: P2₁2₁2 19: P2₁2₁2₁ 20: C222₁ 21: C222 22: F222 23: I222
24: I2₁2₁2₁ 25: Pmm2 26: Pmc2₁ 27: Pcc2 28: Pma2 29: Pca2₁ 30: Pnc2 31: Pmn2₁
32: Pba2 33: Pna2₁ 34: Pnn2 35: Cmm2 36: Cmc2₁ 37: Ccc2 38: Amm2 39: Aem2
40: Ama2 41: Aea2 42: Fmm2 43: Fdd2 44: Imm2 45: Iba2 46: Ima2 47: Pmmm
48: Pnnn 49: Pccm 50: Pban 51: Pmma 52: Pnna 53: Pmna 54: Pcca 55: Pbam
56: Pccn 57: Pbcm 58: Pnnm 59: Pmmn 60: Pbcn 61: Pbca 62: Pnma 63: Cmcn
64: Cmce 65: Cmmm 66: Cccm 67: Cmme 68: Ccce 69: Fmmm 70: Fddd
71: Immm 72: Ibam 73: Ibca 74: Imma

Tétraгонаux :

75: P4 76: P4₁ 77: P4₂ 78: P4₃ 79: I4 80: I4₁ 81: P-4 82: I-4 83: P4/m 84: P4₂/m
85: P4/n 86: P4₂/n 87: I4/m 88: I4₁/a 89: P422 90: P4₂12 91: P4₁22 92: P4₁2₁2
93: P4₂22 94: P4₂2₁2 95: P4₃22 96: P4₃2₁2 97: I422 98: I4₁22 99: P4mm 100: P4bm
101: P4₂cm 102: P4₂nm 103: P4cc 104: P4nc 105: P4₂mc 106: P4₂bc 107: I4mm
108: I4cm 109: I4₁md 110: I4₁cd 111: P-42m 112: P-42c 113: P-42₁m 114: P-42₁c
115: P-4m2 116: P-4c2 117: P-4b2 118: P-4n2 119: I-4m2 120: I-4c2 121: I-42m
122: I-42d 123: P4/mmm 124: P4/mcc 125: P4/nbm 126: P4/nnc 127: P4/mbm
128: P4/mnc 129: P4/nmm 130: P4/ncc 131: P4₂/mmc 132: P4₂/mcm 133: P4₂/nbc
134: P4₂/nnm 135: P4₂/mbc 136: P4₂/mnm 137: P4₂/nmc 138: P4₂/ncm 139: I4/mmm
140: I4/mcm 141: I4₁/amd 142: I4₁/acd

Rhomboédriques :

143: P3 144: P3₁ 145: P3₂ 146: R3 147: P-3 148: R-3 149: P312 150: P321
151: P3₁12 152: P3₁21 153: P3₂12 154: P3₂21 155: R32 156: P3m1 157: P31m
158: P3c1 159: P31c 160: R3m 161: R3c 162: P-31m 163: P-31c 164: P-3m1
165: P-3c1 166: R-3m 167: R-3c

Héxagonaux :

168: P6 169: P6₁ 170: P6₅ 171: P6₂ 172: P6₄ 173: P6₃ 174: P-6 175: P6/m
176: P6₃/m 177: P622 178: P6₁22 179: P6₅22 180: P6₂22 181: P6₄22 182: P6₃22
183: P6mm 184: P6cc 185: P6₃cm 186: P6₃mc 187: P-6m2 188: P-6c2 189: P-62m
190: P-62c 191: P6/mmm 192: P6/mcc 193: P6₃/mcm 194: P6₃/mmc

Cubiques :

195: P23 196: F23 197: I23 198: P2₁3 199: I2₁3 200: Pm-3 201: Pn-3 202: Fm-3
203: Fd-3 204: Im-3 205: Pa-3 206: Ia-3 207: P432 208: P4₂32 209: F432 210: F4₁32
211: I432 212: P4₃32 213: P4₁32 214: I4₁32 215: P-43m 216: F-43m 217: I-43m
218: P-43n 219: F-43c 220: I-43d 221: Pm-3m 222: Pn-3n 223: Pm-3n 224: Pn-3m
225: Fm-3m 226: Fm-3c 227: Fd-3m 228: Fd-3c 229: Im-3m 230: Ia-3d