ESTUDIO DEL EFECTO DEL SOLVENTE SOBRE LA CRISTALIZACIÓN DEL 3-(4-FLUOROFENIL)-2-(a -NAFTIL)-1,3-TIAZOLIDIN-4-ONA MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS-X.

JOSÉ LUIS PINTO CAMARGO

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER

FACULTAD DE CIENCIAS

ESCUELA DE QUIMICA

BUCARAMANGA

2005

ESTUDIO DEL EFECTO DEL SOLVENTE SOBRE LA CRISTALIZACIÓN DEL 3-(4-FLUOROFENIL)-2-(a -NAFTIL)-1,3-TIAZOLIDIN-4-ONA MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS-X.

JOSÉ LUIS PINTO CAMARGO

Trabajo de Grado presentado como
requisito parcial para optar al título
de Químico.

Director: JOSÉ ANTONIO HENAO MART ÍNEZ
Químico, Ph.D.

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUIMICA
BUCARAMANGA
2005

DEDICATORIA

A Mi ángel de la guarda,
quien es mi guía
para llevar a cabo mis metas.

A mis padres, Susana y Luis Domingo,
quienes con su incondicional apoyo,
me ayudaron en este gran proyecto para mi vida.

A mis amigos, por ser quienes son,
por ser las personas con quienes he compartido mis logros
y por estar en momentos fáciles y difíciles de mi vida.

Abundancia no es lo que tienes, sino lo que disfrutas

AGRADECIMIENTOS

Al Doctor y AMIGO José Antonio Henao Martínez, por su confianza, dirección, apoyo y por darme la oportunidad de crecer personal y profesionalmente con sus continuas enseñanzas.

A los Doctores Martha Eugenia Niño y Cesar Sierra, por sus enseñanzas, evaluación y sugerencias al presente trabajo.

Al Doctor Vladimir Kouznetsov y al laboratorio de Síntesis Orgánica Fina por disponer del material de estudio para el presente trabajo.

Al señor Luis Carlos Areiza de la Empresa Sumicol S.A. por su colaboración en la realización del análisis termogravimétrico.

A los doctores Charles Lake de la Universidad de Indiana y a Steve Gieb de la Universidad de Pittsburg por la toma de datos de Difractometría de cuatro círculos.

A todos los miembros del Laboratorio de Difracción de Rayos-X, en especial a Angélica María Carreño, Jesús Andelfo Pinilla, Hernando Camargo, Yasmith Ortiz, Oscar Carrillo, Arturo Turizo y Miguel Ángel Ramos.

Y a todas aquellas personas ajenas al Laboratorio de Difracción de Rayos-X que de una u otra forma colaboraron desinteresadamente en la realización de este proyecto, en especial a Juan Carlos Poveda, Edna Torres y todos mis amigos.

CONTENIDO

		Pág.
	INTRODUCCION	1
2.	MARCO DE REFERENCIA	3
2.1	MARCO DE ANTECEDENTES	3
2.2	MARCO TEÓRICO	7
2.2.1	Polimorfismo	7
2.2.2	Identificación de polimorfos	8
2.2.3	Rayos-X	9
2.2.4	Motivo y celda unidad	10
2.2.5	Sistemas Cristalinos	12
2.2.5.1	Representación de los grupos especiales	14
2.2.5.2	Índices de Miller	16
2.2.5.3	Ley de Bragg y la reflexión de los rayos-X	17
2.2.5.4	Esfera de Ewald	18
2.2.5.5	Red recíproca	19
2.2.6	Técnicas de difracción de rayos-X	20
2.2.6.1	Técnica de monocristal o de cristal único	20
2.2.6.2	Métodos con cámaras	20
2.2.6.3	Método de Weissenberg	22
2.2.6.4	Difractometría de cuatro círculos	27
2.2.6.5	Montaje del monocristal	28
2.2.6.6	Técnica de polvo	28
2.2.6.7	El difractómetro de polvo	29
2.2.6.8	Tratamiento de datos	30
2.2.6.9	Análisis cualitativo	34
2.2.6.10	Asignación de índices a los perfiles de difracción (Indexación)	34

		Pág.
2.2.6.11	Determinación del número de moléculas por celda unidad Z	38
2.2.6.12	Refinamiento de las constantes de la celda unidad	38
2.2.6.13	Preparación de la muestra	38
2.2.7	Análisis termogravimétrico	39
3.	PARTE EXPERIMENTAL	41
3.1	SÍNTESIS	41
3.2	CRISTALIZACIÓN	42
3.3	ESTUDIO POR DIFRACCIÓN DE RAYOS-X	42
3.3.1	Difracción de rayos-X en monocristal	42
3.3.1.1	Estudio mediante el uso de la cámara de Weissenberg	42
3.3.1.2	Estudio mediante Difractometría de cuatro círculos	43
3.3.2	Difracción de rayos-X en polvo	44
3.4	ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO	46
4.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	47
4.1	CRISTALIZACIÓN	47
4.2	TÉCNICA DE MONOCRISTAL	47
4.2.1	Método de Weissenberg	47
4.2.2	Difractometría de cuatro círculos	48
4.3	TECNICA DE POLVO	56
4.4	ANALISIS TERMOGRAVIMETRICO	62
5.	CONCLUSIONES	65
6.	RECOMENDACIONES	67
	REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	68
	LISTADO DE ANEXOS	73

LISTA DE FIGURAS

Pág.

Figura 1. Arreglos del empaquetamiento de la estructura supramolecular obtenida con acridina y cantidades equimolares de ácido cis, trans-muconico (arriba) y ácido tereptalico (abajo). 6

Figura 2. Representación de una red cristalina. 11

Figura 3. La celda unidad. 12

Figura 4. Redes de Bravais. 14

Figura 5. Índices de Miller. 17

Figura 6. Ley de Bragg. 18

Figura 7. Esfera de Ewald. 19

Figura 8. Red recíproca. 19

Figura 9. Método de Weissenberg. 22

Figura 10. Cámara de Weissenberg. 24

Figura 11. Película de oscilación. 25

Figura 12. Diagrama de medidas sobre películas de Weissenberg, para calcular las constantes de la celda unidad. 26

Figura 13. Goniómetro de geometría euleriana. 27

Figura 14. Goniómetro de geometría kappa. 28

Figura 15. Difractómetro de Polvo, Marca Rigaku modelo DMax-III/B. 29

Figura 16. Proceso estadístico del alisamiento de los datos 31

Figura 17. Eliminación de ruido de un perfil de difracción. 32

Figura 18. Eliminación de Kα2. 33

Figura 19. Montaje de muestra por técnica de llenado lateral. 39

Figura 20. Estructura del 3-(4-fluorofenil)-2-(α-naftil)-1,3-tiazolidin-4-ona, w-14 41

Figura 21. Esquema de la síntesis. 42

Pág.

Figura 22. Montaje de un monocristal en una cabeza goniométrica. 43
Figura 23. Hábito cristalino de forma acicular. 47
Figura 24. Cristalización de w-14 metanol. 48
Figura 25. Representación de la celda unidad de w-14 cristalizado en etanol. 49
Figura 26. Empaquetamiento molecular de w-14 cristalizado en etanol. 50
Figura 27. Contactos de corto alcance entre las moléculas de w-14 cristalizado en etanol. 50
Figura 28. Perfil de difracción de muestras policristalinas de w-14 cristalizado en etanol simulado con el programa Mercury a partir de los datos difractométricos de cuatro círculos. 52
Figura 29. Numeración de las posiciones átomicas para w-14 cristalizado en etanol. 53
Figura 30. Perfiles de DRX. (a) w-14 Etanol, (b) w-14 DMSO, (c) w-14 Acetonitrilo y (d) w-14 Metanol. 56
Figura 31. Superposición de los perfiles obtenidos por DRX de polvo. 59
Figura 32. Termogramas. (a) w-14 acetonitrilo, (b) w-14 dimetilsulfóxido, (c) w-14 metanol y (d) w-14 etanol. 63

LISTA DE TABLAS

		Pág.
Tabla 1.	Sistemas cristalinos y redes de Bravais	13
Tabla 2.	Direcciones asociadas con los grupos espaciales dependiendo del sistema cristalino al que pertenecen.	15
Tabla 3.	Distintas técnicas de monocristal con cámaras	21
Tabla 4.	Aplicaciones del análisis termogravimétrico.	40
Tabla 5.	Parámetros de medida de DRX de muestras policristalinas.	44
Tabla 6.	Condiciones experimentales para la corrección de datos	45
Tabla 7.	Parámetros de celda obtenidos mediante la cámara de Wessenberg.	47
Tabla 8.	Datos cristalograficos obtenidos mediante difractometría de cuatro círculos.	49
Tabla 9.	Lista de contactos de corto alcance en w-14 cristalizado en etanol.	51
Tabla 10.	Angulos de torsión presentes en w.14 cristalizado en etanol.	53
Tabla 11.	Angulos de enlace de w-14 cristalizado en etanol.	54
Tabla 12.	Distancias átomicas de w-14 cristalizado en etanol.	55
Tabla 13.	Resultados obtenidos del indexado.	60
Tabla 14.	Resultados obtenidos mediante DRX de muestras policristalinas.	61
Tabla 15.	Temperaturas de descomposición de las muestras cristalizadas.	62

LISTA DE ANEXOS

		Pág.
Anexo A	Lecturas complementarias recomendadas.	71
Anexo B	Resultado del tratamiento de los datos realizado con el programa POWDERX y correciones del zero shift para cada una de las muestras.	72
Anexo C	Entrada y salida de datos del proceso de indexado para cada muestra, mediante los programas DICVOL04 y TREOR90.	82
Anexo D	Entrada y salida de datos para el cálculo de grupo espacial mediante el programa Chekcell.	107
Anexo E	Entrada y salida de datos para el refinamiento de las constantes mediante el programa NBS.	111

LISTA DE ABREVIATURAS

CAP:	Chloramphenicol palmitate.
CCDC:	Cambridge Crystallographic Data Centre.
CSD:	Cambridge Structural Database.
DICVOL04:	Programa para el indexado de muestras de polvo por DRX.
DMSO:	Dimetilsulfóxido.
DRX:	Difracción de Rayos-X.
DS:	Slit de divergencia.
DSC:	Calorimetría diferencial de barrido
DTA:	Análisis térmico diferencial
$F_{(N)}$:	Figura de mérito de Smith-Snyder.
ICDD:	International Centre for Diffraction Data.
IR:	Espectroscopia Infrarroja.
$M_{(N)}$:	Figura de mérito de Wolff.
NBS*AIDS83:	Programa parageneración y refinamiento de datos.
NIST:	National Institute of Standards and Technology.
RMN:	Espectroscopia de resonancia mágnetica nuclear.
RR:	Rendija receptora.
RS_m:	Slit receptora del monocromador.
TGA:	Análisis termogravimétrico.
w-14:	3-(4-fluorofenil)-2-(α-naftil)-1,3-tiazolidin-4-ona.
7αMNa:	Esteroide 7-α-metil Δ5,10-noretindrona.

TITULO: ESTUDIO DEL EFECTO DEL SOLVENTE SOBRE LA CRISTALIZACIÓN DEL 3-(4-FLUOROFENIL)-2-(a-NAFTIL)-1,3-TIAZOLIDIN-4-ONA MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS-X.*

AUTOR: PINTO CAMARGO, José Luis**

PALABRAS CLAVES: Difracción de rayos-X, Polimorfismo, Tiazolidinonas.

DESCRIPCIÓN

La Técnica de Difracción de Rayos-X (DRX) sigue siendo una invariable herramienta analítica para la industria y la investigación moderna. Mediante esta técnica, no solo es posible obtener información cualitativa y cuantitativa de las fases cristalinas presentes en una muestra, sino también resulta ser la técnica más útil para el estudio del polimorfismo ya que los patrones de difracción de los diversos polimorfos siempre presentan notables diferencias.

Los fragmentos tiazolidin-4-onas se han caracterizado por ser heterociclos que han exhibido un gran rango de actividad biológica (fungicida, pesticida, herbicida, antitubercular, anestésico local al igual que posibles propiedades antimicóticas). Diversas tiazolidinonas también pueden actuar como agentes potenciales quimioterapéuticos La presente investigación se enfoco en conocer los diferentes tipos de polimorfos o solvatos que pueda presentar el compuesto **3-(4-fluorofenil)-2-(a-naftil)-1,3-tiazolidin-4-ona**, sintetizado en el Laboratorio de Síntesis Orgánica Fina adscrito al Centro CIBIMOL de la Universidad Industrial de Santander, ya que particularmente ha mostrado cierta actividad antiparasitaria débil, y como fungicida, presenta débil actividad ante la *Tripazoma cruzi* y la *Tripasoma vaginalis*.

La metodología desarrollada contempló la cristalización del material en diferentes tipos de solventes (metanol, etanol, dimetilsulfóxido y acetonitrilo) escogidos por su carácter polar, sin agitación y a temperatura promedio de 17°C. Los cristales obtenidos se caracterizaron mediante las técnicas de análisis termogravimétrico (TGA) y DRX de muestras policristalinas y monocristalinas. Los resultados indican la presencia de una forma cristalina estable obtenida a partir de los solventes etanol, dimetilsulfóxido y acetonitrilo, y una nueva forma cristalina polimórfica obtenida a partir del metanol bajo las mismas condiciones experimentales.

---

* Trabajo de Investigación

** Facultad de Ciencias, Escuela de Química
Programa en Química
Dir. José Antonio Henao Martínez, Ph.D.

TITLE: UNDERSTANDING THE EFFECT OF THE SOLVENT ON THE CRYSTALLIZATIÓN OF 3-(4-FLUOROPHENYL)-2-(α-NAPHTYL)-1,3-THIAZOLIDIN-4-ONE USING X-RAY DFFRACTION.*

AUTHOR: PINTO CAMARGO, José Luis**

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

ABSTRACT

The international scope of X-ray Powder Diffraction (XRPD) analysis continues being an invariable analytical tool for the modern industry and investigation. By means of this technique, it is not only possible to obtain qualitative and quantitative data of the crystalline phases present in a sample, but also it turns out to be the most useful technique for the study of the polymorphism since the patterns of diffraction of the diverse polymorphs always present remarkable differences.

The fragments thiazolidin-4-one have been characterized like heterocycles that have shown a wide range of biological activities (fungicide, pesticide, herbicide, antitubercular, local anaesthetic and with possible antimycotic properties). Diverse thiazolidinone can also act as potential chemotherapeutic agents. The present investigation is focused on getting the different types of polymorphs or solvates that can present the compound **3-(4-fluorophenyl)-2-(α-naphtyl)-1,3-thiazolidin-4-one**, synthesized in the Laboratory of Síntesis de Orgánica Fina assigned to Center CIBIMOL of the Universidad Industrial de Santander, since it has particularly shown certain weak antiparasitic activity, and like fungicide, presents weak activity before the *Tripazoma cruzi* and the *Tripasoma vaginalis*.

The developed methodology contemplated the crystallization of the material in different types of solvents (methanol, ethanol, dimethyl sulfoxide and acetonitrile) selected by its polar character, without agitation and to temperature average of 17°C. The obtained crystals were characterized by means of termogravimetric analysis (TGA) and X-Ray Diffraction (XRD) of samples monocrystalline and polycrystaline. The results indicate the presence of a stable crystalline form obtained from the ethanol, dimethyl sulfoxide and acetonitrile, and a new obtained polymorphic crystalline form from the methanol under the same experimental conditions.

---

* Investigation work

** Faculty of Sciences, School of Chemistry
Program of Chemistry
Dir. José Antonio Henao Martínez, Ph.D.

INTRODUCCIÓN

La Técnica de Difracción de Rayos-X sigue siendo una invariable herramienta analítica para la industria y la investigación moderna. Mediante esta técnica, no solo es posible obtener información cualitativa y cuantitativa de las fases cristalinas presentes en una muestra, sino también 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.

La importancia del estudio del efecto del solvente sobre los hábitos cristalinos de compuestos orgánicos con posible actividad biológica, radica en el interés por conocer los diferentes tipos de ordenamiento molecular (formación de polimorfos o no) que puedan surgir mediante la cristalización de estos materiales bajo diferentes condiciones cinéticas y termodinámicas. El conocer los diferentes tipos de polimorfos, solvatos o hidratos que pueda formar un compuesto en particular está orientado a conocer si su actividad biológica es favorecida o no. Este aspecto es de especial beneficio para la industria farmacéutica aunque de igual manera son muy utilizados en la industria agroquímica, explosivos, pigmentos, tintas y químicos en general (Bernstein, 2002).

Los fragmentos tiazolidin-4-onas se han caracterizado por ser heterociclos que han exhibido un gran rango de actividad biológica (fungicida, pesticida, herbicida, antitubercular, anestésico local al igual que posibles propiedades antimicóticas). Diversas tiazolidinonas también pueden actuar como agentes potenciales quimioterapéuticos (Brown, 1961; Newcome, 1979; Kouznetsov, 2001).

La presente investigación se enfoco en conocer los diferentes tipos de polimorfos o solvatos que pueda presentar el compuesto **3-(4-fluorofenil)-2-(**a **-naftil)-1,3-tiazolidin-4-ona (w-14)**, sintetizado en el Laboratorio de Síntesis Orgánica Fina adscrito al Centro

CIBIMOL de la Universidad Industrial de Santander, ya que particularmente ha mostrado cierta actividad antiparasitaria débil, y como fungicida, presenta débil actividad ante la *Tripazoma cruzi* y la *Tripasoma vaginalis*.

La metodología desarrollada contempló la cristalización del material en diferentes tipos de solventes (metanol, etanol, dimetilsulfóxido y acetonitrilo) escogidos por su carácter polar, sin agitación y a temperatura promedio de 17°C. Los cristales obtenidos se caracterizaron mediante las técnicas de análisis termogravimétrico (TGA) y difracción de rayos-X (DRX) de muestras policristalinas y monocristalinas. Los resultados indican la presencia de una forma cristalina estable obtenida a partir de los solventes etanol, dimetilsulfóxido y acetonitrilo, y una nueva forma cristalina polimórfica obtenida a partir del metanol bajo las mismas condiciones experimentales. El TGA indica que las formas cristalinas no se encuentra solvatadas.

2. MARCO DE REFERENCIA

2.1 MARCO DE ANTECEDENTES

Diversos investigadores en el área de la química han intentado definir el término ***polimorfismo*** sin lograr una descripción clara de este concepto. Esta definición fue aceptada finalmente a partir de 1983.

Entre los años 1906 y 1919, época en que no se tenía clara la definición de polimorfismo, Groth recopiló en cinco volúmenes un compendio de 10000 compuestos donde relacionó sus propiedades cristalinas incluyendo las formas polimórficas y los métodos de preparación. Una segunda colección literaria sobre el comportamiento polimorfico de materiales orgánicos, fue realizada por Deffet (1942), la cual contenía información sobre 1188 sustancias que exhibían polimorfismo a presión atmosférica y otras 32 sustancias que presentaban comportamiento polimorfico a elevadas presiones.

McCrone en 1965 definió el polimorfismo como “una fase de un sólido cristalino de un compuesto dado que resulta de al menos dos diferentes arreglos de las moléculas de ese compuesto en el estado sólido”. En 1969 Rosenstein y Lami proponen una nueva definición de polimorfismo y la enuncian de la siguiente manera: “cuando una sustancia puede existir en más de un estado cristalino, éste es llamado a exhibir polimorfismo”.

En 1971 Kuhnert-Brandstätter publicó una compilación sobre compuestos polimórficos de aproximadamente 1000 compuestos farmacéuticos importantes en la cual hace una amplia descripción de los detalles descriptivos del comportamiento e identificación de estos materiales.

A partir de 1983, año en que fue aceptado por la comunidad científica el término polimorfismo, Miguell y Stalick publicaron una serie de tablas para la determinación de datos cristalinos para el *Internacional Centre for Diffraction Data* (ICDD). En la actualidad, la base de datos de la National Institute of Standards and Techonology, NIST *Crystal Data* (NIST 2003) contiene cerca de 250000 entradas con datos cristalográficos de compuestos orgánicos y organometálicos, en donde se pueden identificar algunos materiales que exhiben comportamiento polimórfico.

A febrero de 2005 la *Cambridge Structural Database* (CSD) del *Cambridge Crystallographic Data Centre* (CCDC), contiene un total de 325709 entradas de datos cristalográficos de compuestos orgánicos y de compuestos con al menos un enlace carbono-metal; entre las cuales 4023 compuestos son identificados como polimorfos.

Es conocido en el campo de la cristalización de polimorfos que el bloqueo del crecimiento de un cristal en una dirección particular es causado por las interacciones superficie-solvente. Este tipo de interacciones ha promovido la investigación hacia nuevas formas de cristalización de compuestos en diferentes solventes. Entre estas investigaciones esta la de Boerrigter, van den Hoogenhof, Meekes, Verter y Bennema, que en el 2002 en la universidad de Nijimen, realizaron un estudio de la relación entre el polimorfismo, la morfología y mecanismos de crecimiento de cristales del esteroide 7-α-metil Δ5,10-noretindrona (*7αMNa*). Algunos trabajos previos mostraron que éste tipo de esteroide presenta dos formas polimórficas: una de ellas cristaliza en el sistema monoclínico ($P2_1$) y la otra en el triclínico (P1) cuando se utilizaron solventes para su recristalización como el hexano y una mezcla de acetona-acetonitrilo respectivamente. Boerrigter en este caso utilizo la acetona en solución y en fase vapor como solvente para el crecimiento de los cristales del esteroide. Los resultados mostraron que aunque las dos formas de cristalización en fase vapor y en solución cristalizan hacia el mismo sistema monoclínico ($P2_1$), la morfología o hábito cristalino es diferente en las dos formas de cristalización. Esta discrepancia entre las morfologías se atribuye a la sobresaturación por el solvente en fase vapor.

En la universidad de Minnesota, Botez en el año 2003 presenta los resultados de una investigación donde su finalidad es encontrar una nueva estructura cristalina del *poliol D-manitol anhídrido* ya que este compuesto es utilizado en la industria alimenticia sustituyendo el azúcar en los productos dietéticos, en la industria farmacéutica como un diurético osmótico para reducir edema cerebral y en el tratamiento de fallas renales; encontrando las condiciones óptimas en cuanto al tipo y concentración del solvente, temperatura y rata de crecimiento para obtener la nueva estructura cristalina *d-D-manitol*.

Una serie de estudios realizados por Stoika sobre compuestos farmacéuticos (esteroides) en el año 2004 en la Universidad de Nijimen (Holanda), le permitieron comprobar que el crecimiento y el tamaño de un cristal dependían de las interacciones entre superficie-solvente e igualmente le permitió descubrir que la biodisponibilidad depende de la forma y del tamaño de los cristales, ofreciendo de esta manera amplias expectativas en el campo de la investigación estructural para la generación de nuevas formas cristalinas.

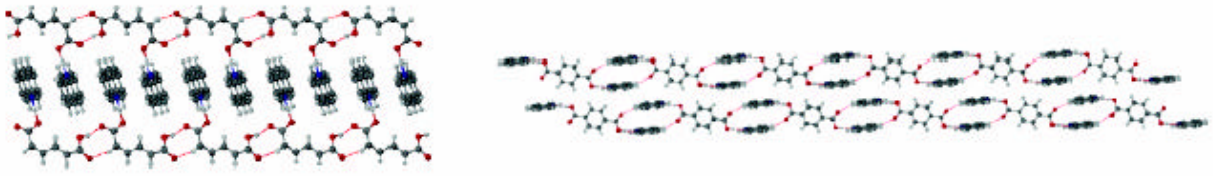
Otro estudio realizado en la universidad de Virginia con el principio activo ácido salicílico y el fármaco ibuprofeno, tuvo como finalidad encontrar un solvente que no produjera contaminación ambiental y que en los procesos de cristalización y precipitación no se vieran afectados aspectos como solubilidad, nucleación, ratas de crecimiento de los cristales, hábitos y estructuras cristalinas, por la implementación del polientilenglicol (Wang, 2004).

Garima Chawla publicó en el año 2004 una revisión sobre los retos del polimorfismo farmacéutico en el cual hace referencia a la forma como el polimorfismo ha contribuido significativamente en la variedad de funciones de los fármacos, en los productos químicos, y en el sector alimenticio. Estas propiedades pueden ser clasificadas como *fundamentales* y *derivadas*. Adicionalmente se hablo de la posibilidad de manipular la biodisponibilidad de una droga ofreciendo de esta manera a los químicos una

oportunidad atractiva de trabajo motivando a los científicos farmacéuticos a producir drogas de mejor calidad. En sus investigaciones con el palmitato de cloranfenicol (*Chloramphenicol palmitate, CAP)* encontró que la "forma B" de un polimorfo metaestable presenta ocho veces más actividad que su "forma A"; y si es administrado a humanos puede causar efectos potencialmente letales. Igualmente advierte que si un polimorfo presenta actividad, otra forma puede ser menos activa, inactiva, tóxica o puede tener otra propiedad de interés.

En la universidad de Georgetown, Xuefeng Mei y Cristian Wolf en el año 2004, estudiaron la cristalización de nuevas formas polimórficas de la acridina mediante la utilización de ácidos dicarboxílicos como orientadores del empaquetamiento. Sin embargo, la manipulación del empaquetamiento de un cristal a través de la derivatización de una estructura molecular de una droga es limitada puesto que puede en última instancia afectar las propiedades farmacológicas y toxicológicas de la droga. El desarrollo de nuevas herramientas para inducir, y si es posible, controlar el polimorfismo en compuestos orgánicos sin la necesidad de modificaciones estructurales es de gran importancia. Como resultados de esta investigación, Mei y Wolf concluyen que en presencia de ácidos dicarboxílicos, la acridina presentó dos nuevos arreglos intramoleculares, atribuidos a la formación de enlaces OH—N o CH—O, como se muestra en la Figura 1.

Figura 1. Arreglos del empaquetamiento de la estructura supramolecular obtenida con acridina y cantidades equimolares de ácido cis, trans-muconico (izquierda) y ácido tereptalico (derecha).



Fuente: Mei, 2004.

En el año 2004, Sheth y colaboradores, en la universidad de Minnesota, publican en un comunicado como se afecta el hábito cristalino, y paralelamente se afecta la forma polimórfica, por factores que incluyen la polaridad del solvente, saturación inicial, y, dependiendo del método de cristalización, rata de enfriamiento de la solución, o evaporación del solvente, con el fin de encontrar una nueva forma polimórfica del piroxicam. Se conocía que las otras dos formas polimórficas cristalizaban como prismas y como agujas, respectivamente, y que a partir de solventes como el diclorometano o la acetona se cristalizaban en algunas ocasiones agujas o prismas; que en solventes como el acetato de etilo o el tetrahidrofurano se presenta una mezcla de prismas y agujas, y en solventes como el benceno o el tolueno principalmente prismas.

Debido a que el tema del polimorfismo en compuestos con actividad farmacológica es extenso ya que involucra otra serie de variables cinéticas y termodinámicas que no se estudiaron en el presente trabajo, en el Anexo A se incluye una serie de publicaciones recomendadas.

2.2 MARCO TEÓRICO

2.2.1 Polimorfismo. De acuerdo al diccionario ingles Oxford, la primera aparición del término en 1656 fue en relación con la diversidad de formas. ***Polimorfismo*** (griego: poli = muchas, morfismo = formas) especificando la diversidad de la naturaleza, es un termino usado en muchas disciplinas. En el contexto de la cristalografía, el primer uso fue acreditado a Mitscherlinch (1822,1823), quien reconoció diferentes estructuras cristalinas de un mismo compuesto en un número de sales de fosfatos y arseniatos (Bernstein, 2002).

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 dos polimorfos cualesquiera desaparece cuando estos se funden (en su punto de fusión).

Además, en el caso de cristales obtenidos en solución, el solvente puede quedar incluido en el sólido cristalino, dando lugar a los llamados ***solvatos***. Los cristales solvatados exhiben un amplio rango de comportamientos. En un extremo, el solvente es fuertemente enlazado, y fuertes condiciones son requeridas para el proceso de desolvatación. En muchos de estos casos el solvente 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 son 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 hablamos de solvatos polimórficos cuando una transformación hacia otra forma cristalina tiene lugar mediante la desolvatación y de ***pseudopolimorfismo*** si se mantiene la estructura cristalina.

2.2.2 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 (NMR).

Aunque cualquiera de las técnicas mencionadas podría ser utilizada, 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 NMR, Raman e IR así cómo 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. (Llorente, 1991)

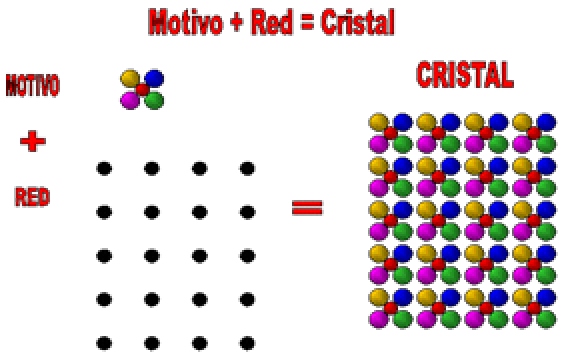
2.2.3 Rayos-X. El fenómeno de la difracción causado por la interacción de la materia con los rayos-X, electrones o neutrones, es el fundamento de la cristalografía, ciencia que estudia las estructuras de materiales cristalinos. La cristalografía se consolida como la ciencia por excelencia para la determinación de las estructuras de materiales cristalinos y hoy en día es aún la herramienta más segura con la que cuenta la cristalografía.

Los rayos-X son una radiación electromagnética de longitud de onda corta producida por el frenado de electrones de elevada energía o por transiciones electrónicas de electrones que se encuentran en los orbítales internos de los átomos. Los rayos-X fueron descubiertos por Röntgen en 1895. Varios años más tarde, Sommerfeld, midió la longitud de onda de rayos-X y encontró que su valor era de 0.4 ?, aproximadamente. El intervalo de longitudes de onda de rayos-X comprende aproximadamente 10^{-5} Å hasta 100 Å; sin embargo, la espectroscopia de rayos-X convencional se limita, en su mayor parte, a la región de aproximadamente 0.1 Å a 25 Å (Skoog, 2001). En 1912 Max von Laue, tomando una idea del artículo de Ewald, un destacado alumno de Sommerfeld, sugirió que los cristales podían ser utilizados como retículos naturales para producir la difracción. Ese mismo año, dos estudiantes de Röntgen, Friederich y Camping, realizaron el experimento que demostró la factibilidad de las ideas de Ewald. En 1913, W. L. Bragg y Max von Laue usaron los patrones de difracción de los rayos-X para deducir las estructuras de algunos haluros de metales alcalinos: NaCl, KCl, KBr, KI (Polonio, 1981).

Dependiendo de la naturaleza de la muestra a ser estudiada, las diversas técnicas de difracción pueden agruparse en dos grandes bloques: la técnica de monocristal o cristal único y la técnica de muestras policristalinas o polvo.

2.2.4 Motivo y celda unidad. La existencia de los cristales es una consecuencia de la repetición ordenada y constante de las unidades estructurales (átomos, iones o moléculas) en un sólido. Al estar éstas en una posición fija, las fuerzas de atracción entre ellas se maximizan. Una forma sencilla de representar el ordenamiento de las unidades estructurales es mediante la elaboración de un patrón o motivo de puntos que se repiten infinitamente en el espacio. A este motivo se le denomina ***punto reticular*** y todos los puntos idénticos a él son puntos reticulares, cada uno de los cuales posee exactamente los mismos alrededores y son idénticos en posición al patrón o motivo que se repite, tal y como se observa en la Figura 2.

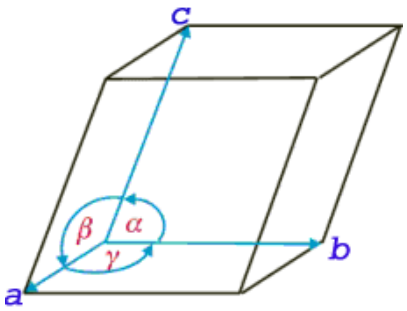
Figura 2. Representación de una red cristalina.



La ***red cristalina*** es el conjunto de puntos idénticos en dos dimensiones y resulta de unir los puntos reticulares mediante líneas rectas lo cual produce una distribución bidimensional compuesta por paralelogramos. Si la distribución de los puntos reticulares ocurre en las tres dimensiones, el conjunto se denomina ***retículo cristalino***, retículo espacial o simplemente cristal, y está formada por paralelepípedos o poliedros limitados por seis caras planas cada una de las cuales es uno de los paralelogramos de la red cristalina. El paralelepípedo es el patrón que se repite infinitamente en tres dimensiones y se llama ***celda unidad***. En la Figura 3 se observa la representación de una celda unidad, la cual tiene una forma geométrica específica que va a ser la responsable de la apariencia bien definida del cristal y de las dimensiones de sus aristas y de los ángulos entre sus planos. En otras palabras, la celda unidad es la más pequeña unidad que se repite en el cristal y es un "paralelepípedo cuyos vértices están ocupados por átomos, iones o moléculas (puntos reticulares) arreglados en una forma bien definida".

El tamaño y la forma de la celda unidad se especifican por los ángulos entre las caras y la longitud relativa de las aristas, caracterizándose cada una, mediante seis números llamados ***parámetros de la red***, constantes de la red o ejes cristalográficos y son los siguientes:

Figura 3. La celda unidad



Fuente: http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_04.html

a, b, c: Longitudes de la arista correspondientes a los ejes de coordenadas x, y, z respectivamente.

a, ß, ?: Ángulos entre las aristas.

2.2.5 Sistemas cristalinos. Un ***cristal*** puede ser definido como un sólido compuesto de átomos, iones o moléculas periódicamente ordenadas en el espacio. Del mismo modo, un cristal es una sustancia homogénea anisótropa, que ordinariamente se manifiesta con formas externas poliédricas, donde no todos los sólidos son cristalinos, algunos son amorfos (como ejemplo los vidrios), donde no existe un arreglo regular interno de sus átomos. Estos estados materiales carentes del grado de ordenación típico del estado cristalino se caracterizan por su isotropía. Entre los conceptos de sólido cristalino y cuerpo amorfo, existe una extensa gama de sustancias con variados grados intermedios de ordenación. (Polonio, 1981)

Existe la posibilidad de clasificar todos los cristales en sistemas bien definidos, tenemos siete tipos de formas básicas de celdas unidad posibles, las cuales dan origen a los siete ***sistemas cristalinos***, mencionados en la Tabla 1. Por ejemplo, todas estas celdas unidad primitivas (P) se caracterizan por poseer un punto reticular en cada una de las esquinas del sólido (Polonio, 1981). Pero, debido a que algunos son capaces de replicarse a ellos mismos en una red más de una forma, existen 14 redes posibles, llamadas ***redes de Bravais***, Figura 4.

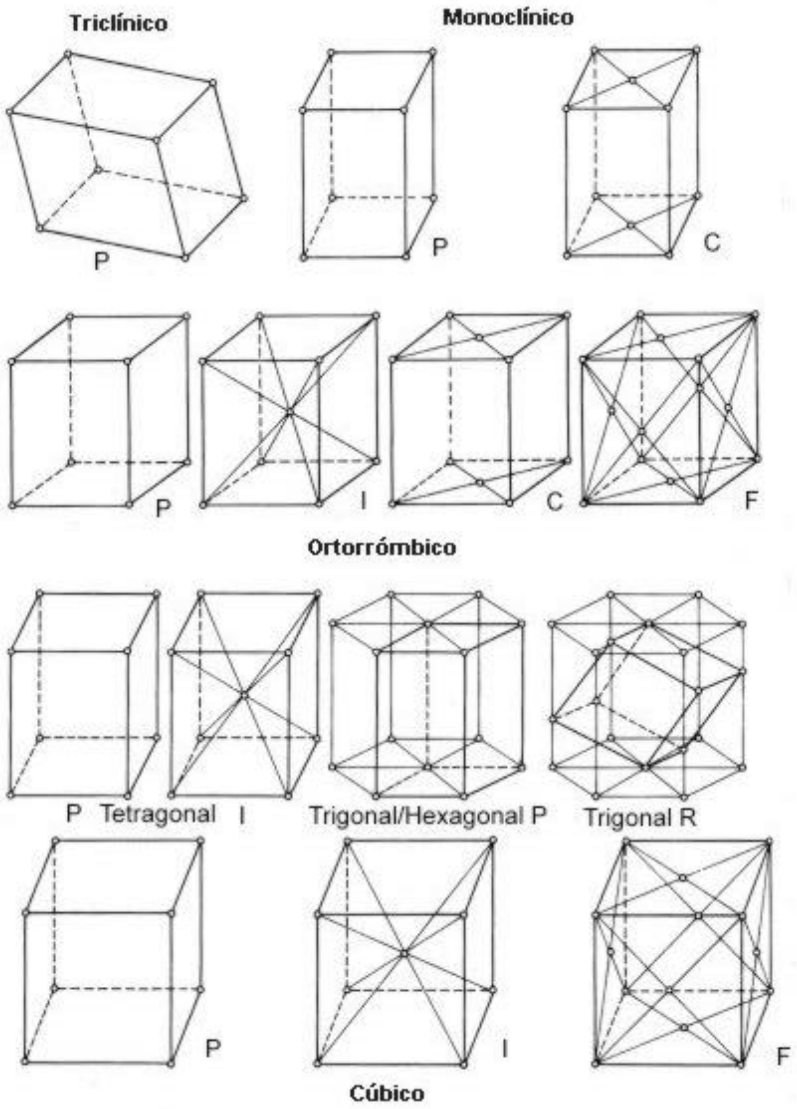
Tabla 1. Sistemas cristalinos y redes de Bravais.

Sistema	*Longitudes axiales y ángulos*	*Redes de Bravais*	Símbolo de la red
Cúbico	*a = b = c, a = ß = ? = 90°*	*Simple* *Centrado en cuerpo* *Centrado en caras*	*P* *I* *F*
Tetragonal	*a = b ? c, a = ß = ? = 90°*	*Simple* *Centrado en cuerpo*	*P* *I*
Ortorrómbico	*a ? b ? c, a = ß = ? = 90°*	*Simple* *Centrado en cuerpo* *Centrado en las bases* *Centrado en caras*	*P* *I* *C* *F*
*Romboédrico**	*a = b = c, a = ß = ? ? 90°*	*Simple*	*R*
Hexagonal	*a = b ? c, a = ß = 90° ? = 120*	*Simple*	*P*
Monoclínico	*a ? b ? c, a = ? = 90°, ß ? 90°*	*Simple* *Centrado en las bases*	*P* *C*
Triclínico	*a ? b ? c, a ? ß ? ? ? 90°*	*Simple*	*P*

* También llamado trigonal.

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***. Los grupos espaciales se obtienen a partir de la combinación de los elementos de simetría de los grupos puntuales con el mecanismo de repetición trasnacional introducido por las redes de *Bravais*. De dicha combinación surgen elementos de simetría adicionales, ***planos de deslizamiento*** y ***ejes helicoidales o de tornillo***, los cuales contienen una componente traslacional. En el caso del espacio bidimensional, la combinación de 10 grupos puntuales con los 5 tipos de redes posibles origina 17 grupos espaciales bidimensionales o ***grupos planos***. En tres dimensiones, la combinación de los 32 grupos puntuales con las 14 redes de *Bravais*, resulta en **230 *grupos espaciales.***

Figura 4. Redes de Bravais.



Fuente: Polonio, 1981.

2.2.5.1 Representación de los grupos espaciales. Esta representación encierra toda la información sobre la simetría que exhibe un determinado arreglo de objetos idénticos en una red infinita tridimensional. El símbolo consta de cuatro elementos colocados uno a continuación del otro:

Para la representación simbólica de los grupos espaciales se usa la notación de Hermann–Mauguin.

$$\underset{(1)}{\underline{\quad}} \qquad \underset{(2)}{\underline{\quad}\ \underline{\quad}\ \underline{\quad}}$$

Donde el primer símbolo *(1)* corresponde al tipo de red de Bravais que presenta el arreglo y éste puede ser P, F, I, R, A, B ó C; y *(2)* son los elementos de simetría paralelos y/o perpendiculares a las tres direcciones más importantes colocadas en orden.

La orientación de los elementos de simetría con respecto a las direcciones importantes para cada sistema cristalino se presenta en la Tabla 2. Los ejes se encuentran paralelos a las direcciones mientras que los planos están perpendiculares a esas direcciones.

Tabla 2. Direcciones asociadas con los grupos espaciales dependiendo del sistema cristalino al que pertenecen.

Sistema	***1er Símbolo***	***2do Símbolo***	***3er Símbolo***
Triclínico	-	-	-
Monoclínico	*[010]*	-	-
Ortorrómbico	*[100]*	*[010]*	*[001]*
Tetragonal	*[001]*	*[100]*	*[110]*
Hexagonal	*[001]*	*[100]*	*[210]*
Romboédrico	*[001]*	*[100]*	*[210]*
Cúbico	*[100]*	*[111]*	*[110]*

Por ejemplo:

P1: Grupo espacial triclínico. Red primitiva. El único elemento de simetría presente es el elemento identidad, el cual equivale a una rotación de 360° alrededor de los ejes *a, b* y *c.*

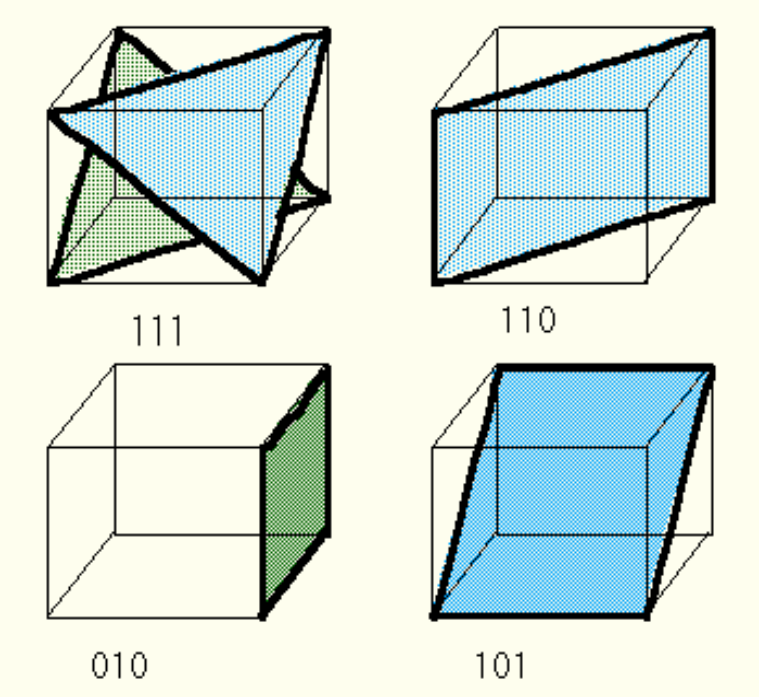
P2/c: La presencia de un solo eje binario indica un grupo monoclínico. La dirección cristalográfica paralela al eje binario se toma convencionalmente como *b* (*b* se denomina eje único). Existe además un plano de deslizamiento tipo *c,* perpendicular a *b.*

Dentro de los 230 grupos espaciales, existe un conjunto de ellos que tienen la particularidad de no presentar centros de inversión o planos de simetría (es decir, poseen imagen especular, pero no son superponibles) ni planos especulares. A estos grupos se les denomina ***grupos espaciales enantiomorfos o no centrosimétricos****.* Debido a la ausencia de esos elementos de simetría, estos grupos solo pueden contener moléculas de una determinada configuración.

A menos que ocurra una racemización durante el proceso de cristalización, un compuesto quiral cristalizará en uno de los grupos espaciales enantiomorfos. Una mezcla rácemica normalmente cristaliza en un grupo espacial centrosimétrico. Sin embargo, puede ocurrir que la mezcla cristalice en un grupo enantiomorfo. En este caso cada cristal individualmente contiene sólo uno de los isómeros. Este tipo de "resolución" se denomina ***resolución espontánea***.

2.2.5.2 Índices de Miller. En una red cristalina pueden trazarse, en varias direcciones, una serie de infinitos planos paralelos y equidistantes entre sí. La distancia ***d*** entre los planos consecutivos de una misma familia, se denomina distancia interplanar o espaciado. Tomando el plano más cercano al origen de coordenadas de la celda unidad en una misma familia, interceptará a dichos ejes, 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***, tal como se muestra en la Figura 5***.***

Figura 5. Índices de Miller

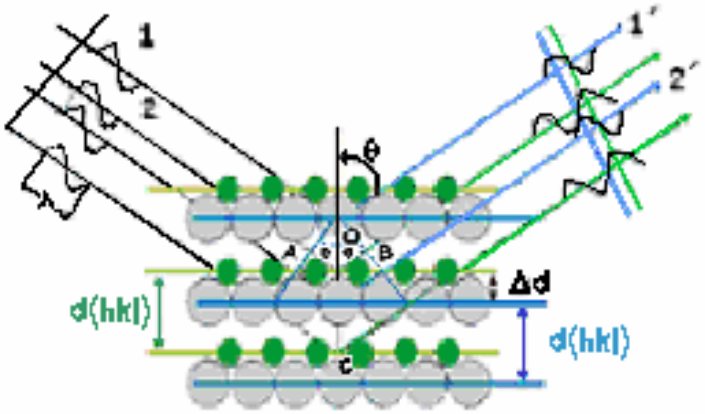


Fuente: http://gfev.univ-tln.fr/cristallo/IndMILLER.htm

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.

2.2.5.3 La ley de Bragg y la reflexión de los rayos-X. Una explicación simplificada del proceso de difracción fue realizada por William L. Bragg en 1913 al 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 ***?*** sobre un conjunto de planos cristalinos paralelos separados con una distancia ***d***. Esto se muestra en la Figura 6.

Figura 6. Ley de Bragg.



Fuente: http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_05.html

Los electrones situados en los puntos ***O*** y ***C*** 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 ***?***, 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 ***OA*** y ***OB***, puede verse que ***AC*** = ***BC***. Los haces ***1'*** y ***2'*** estarán en fase si la diferencia de camino ***AC*** + ***BC*** = ***2AC*** es un número entero de longitudes de onda;

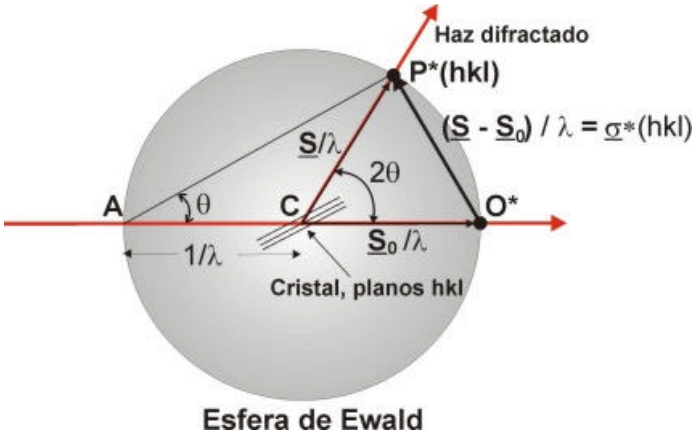
2AC = **?**, dado que ***sen ?*** = ***AC/d***; entonces se tiene que:

$$n\lambda = 2d \operatorname{sen} \theta \qquad \text{Ec. 1}$$

Donde ***n*** es un número entero denominado *orden de reflexión*. (Stout and Jenssen, 1989).

2.2.5.4 Esfera de Ewald. La llamada *esfera de Ewald*, proporciona una interpretación geométrica sencilla, para las posiciones de máximo de difracción, pues cuando los vectores pertenecen a la red recíproca y ésta corta a la esfera de Ewald, se producen máximos de difracción, y el cristal se ubica cumpliendo las condiciones de Bragg.

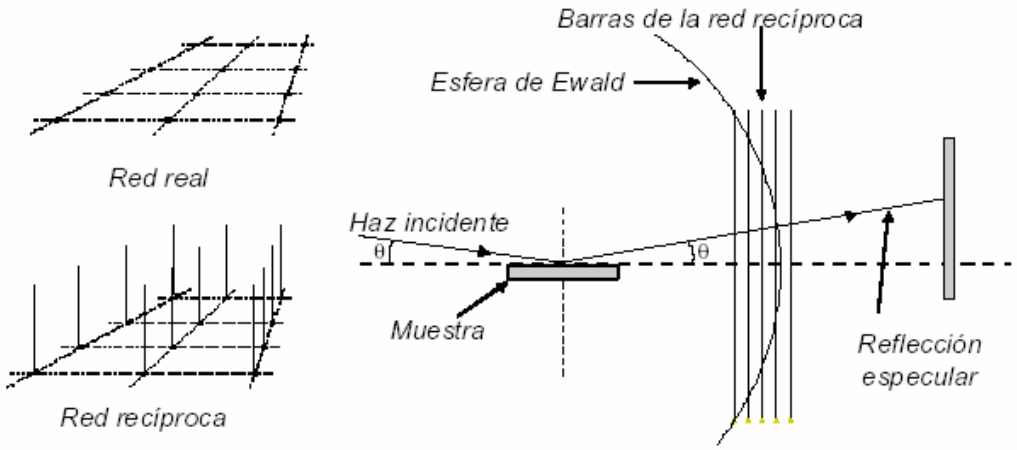
Figura 7. Esfera de Ewald.



Fuente: http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_05.html

2.2.5.5 La red reciproca. Para una explicación del fenómeno de difracción y sus distintos métodos, se hace más fácilmente interpretar con la ayuda del concepto de red reciproca con el fin de representar en el espacio la red real del cristal. La importancia de ésta red radica en el hecho de poder explicar cualquier diagrama de difracción representado en una proyección bidimensional, más o menos distorsionada, de una parte del espacio reciproco correspondiente a la red real, donde se permite reemplazar el complejo conjunto de planos del espacio real del cristal por un equivalente más simple conjuntos de puntos en el espacio reciproco del mismo.

Figura 8. Red recíproca.



2.2.6 Técnicas de difracción de Rayos-X. Entre las técnicas mas utilizados 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 y mediante ambas técnicas se pueden establecer los parámetros estructurales

2.2.6.1 Técnica de monocristal o de cristal único. La característica común a todas las técnicas genéricamente llamadas de cristal móvil, es que la muestra esta constituida por un pequeño monocristal, cuyo promedio mas adecuado está comprendido en el intervalo de 0.06-0.5mm, aproximadamente. El monocristal se utiliza montado en un dispositivo goniométrico de precisión con el propósito de hacer posible que el cristal sea ubicado en una dirección previamente seleccionado y a su vez quede convenientemente orientado respecto a la dirección del haz de rayos-X incidente, donde la radiación empleada debe ser monocromática.

2.2.6.2 Métodos con Cámaras. La clasificación de las distintas técnicas de monocristal móvil puede realizarse atendiendo a las bien diferenciadas condiciones experimentales utilizadas en cada una de ellas. Como puede verse, estas diferenciaciones no solo se refieren al tipo de movimiento a que se halla sometido el cristal, sino también al específico carácter móvil o estacionario de la película fotográfica empleada para el registro de las reflexiones.

Tabla 3. Distintas técnicas de monocristal con cámaras.

TIPO DE MOVIMIENTO DEL CRISTAL	*CARACTERISTICAS DE LA PELICULA FOTOGRAFICA*	*NOMBRE DE LA TECNICA*
Rotación Total (360°) alrededor de un eje de zona orientado perpendicularmente a la dirección del haz de rayos-x incidente.	*Cilíndrica, generalmente, y coaxial con el eje de zona elegido. Estacionaria*	*Cristal giratorio*
Rotación parcial y oscilante alrededor de un eje de zona perpendicular a la dirección del haz de rayos-x incidente.	*Igual que en el método de cristal giratorio*	*Cristal oscilatorio*
Oscilación alrededor de un eje de zona normal o inclinado respecto a la dirección del haz de rayos-x incidente	*Cilíndrica, con movimiento de traslación de ida y vuelta, sincronizado con el movimiento de oscilación del cristal y paralelo al eje de zona coaxial*	*Weissenberg*

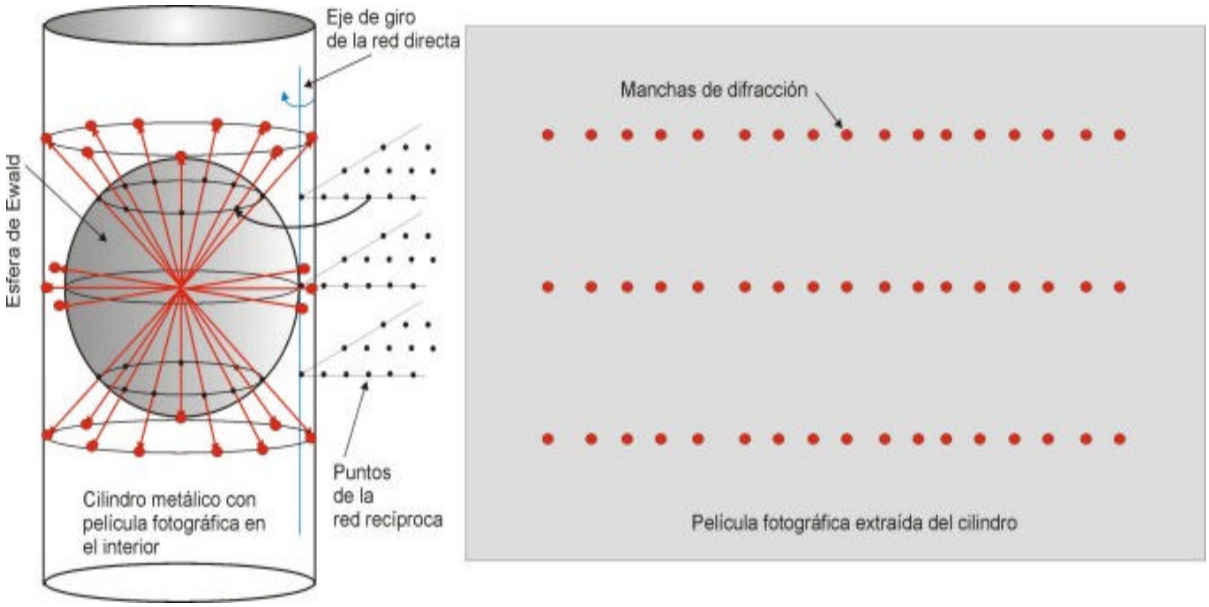
- **Método de cristal giratorio.** Si sobre un monocristal estático se hace incidir un haz de rayos X monocromático, será difícil que se produzcan efectos de difracción; Pero si se imprime al cristal un movimiento de rotación alrededor de un eje cualquiera del mismo, su red reciproca experimentara un movimiento análogo y los puntos recíprocos tendrán la oportunidad de cruzar la superficie dos veces en cada rotación completa, verificándose las condiciones para la difracción.

Es indiferente la elección del eje de giro del cristal para que se produzcan los efectos de difracción, pero por motivos prácticos, es conveniente montar el cristal de forma que el movimiento de rotación se efectúe alrededor de un eje de zona del mismo, situado perpendicularmente a la dirección del haz incidente.

- **Método de cristal oscilatorio.** El método del cristal giratorio presenta dos características desfavorables: a) La incertidumbre para asignar índices a muchas reflexiones del mismo nivel, debido a la superposición de reflexiones producidas por puntos recíprocos con valores parecidos o idénticos; b) La simetría cilíndrica adicional que introduce la propia técnica en los efectos de difracción registrados en el diagrama, debido al movimiento de rotación a la que se encuentra sometido el cristal.

2.2.6.3 Método de Weissenberg. El método del cristal giratorio/oscilatorio proporciona una información incompleta aunque de gran utilidad en los estudios preliminares acerca de la simetría del cristal. Pero su principal inconveniente radica en la ambigüedad que presenta para la correcta identificación de los índices de las reflexiones, lo que limita la validez del método para la inequívoca construcción de la red reciproca, dado que las líneas de nivel del diagrama solo representan una proyección monodimensional de los planos bidimensionales de puntos recíprocos.

Figura 9. Método de Weissenberg.



Fuente: http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_06.html

El método Weissenberg soluciona este inconveniente, bajo este dispositivo permite:

- Registrar en el diagrama únicamente las reflexiones que pertenecen a un mismo nivel, previamente seleccionado.

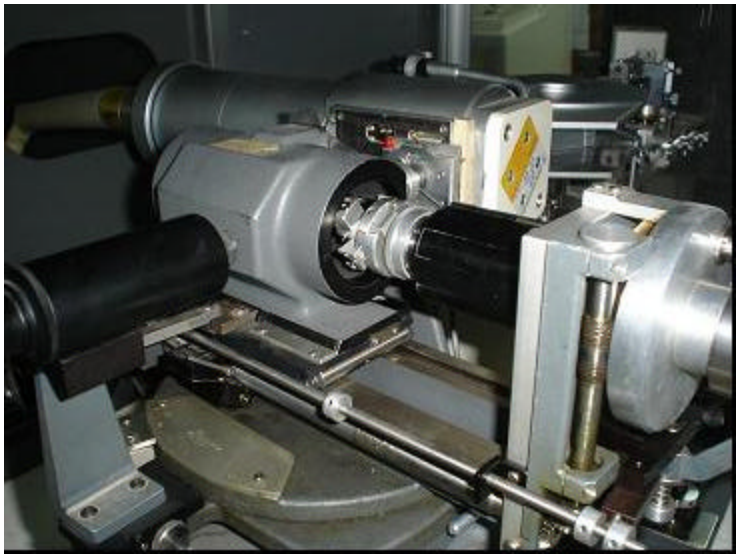
- Distribuir independientemente dichas reflexiones en toda la superficie del diagrama, en vez de condensarlas en una línea de nivel monodimendsional. Todas las reflexiones *h k l* de un mismo diagrama tienen, por lo tanto, un índice común.
- Conocer cuál es la posición angular del cristal en el momento que se produce la reflexión.

Los dos procedimientos más usuales para la puesta en práctica del método de Weissenberg son los de *incidencia normal* y el de *equi-inclinación*. El método de *incidencia normal* consiste en que el haz de rayos-X incide normalmente al eje de rotación del cristal, seleccionándose los distintos niveles mediante una cámara metálica cilíndrica y coaxial con el eje de la cámara; esta pantalla puede desplazarse longitudinalmente, de tal forma que absorba las reflexiones de los niveles no deseados y permita que solamente incidan en la película, a través de una rendija circular, las reflexiones pertenecientes al nivel que se interese registrar. Esta película esta sometida a un movimiento de traslación de ida y vuelta, paralelo al eje de rotación, lo que da lugar a que la reflexión se distribuya sobre la superficie de la misma. El movimiento de traslación de la película, por otra parte, esta simultáneamente sincronizado con el movimiento de oscilación del cristal. Usualmente el intervalo de oscilación del cristal es de unos 180°.

Existen varios procedimientos para obtener las fotografías de niveles superiores mediante la técnica de Weissenberg. Uno de ellos es el de *equi-inclinación.* La única diferencia entre los diagramas de incidencia normal y el de equi-inclinación radica en la escala, ya que ésta depende del diámetro de la esfera de reflexión. Para conseguir las características del procedimiento, basta con hacer coincidir la dirección del haz de rayos-X incidente con la superficie del cono, del nivel superior que se desee estudiar. Esta condición geométrica se verifica en la práctica haciendo girar la cámara de Weissenberg, junto con el goniómetro que soporta al cristal un ángulo (μ) necesario para situar en la superficie de la esfera de reflexión el punto de intersección del eje de rotación con el eje deseado, ya que éste punto se encuentra siempre situado por fuera

de la esfera de reflexión en el procedimiento de incidencia normal. (Ladd y Palmer, 1994; Polonio, 1981). En la Figura 10 se observa la cámara de Weissenberg, ubicada en el laboratorio de DRX de la universidad Industrial de Santander.

Figura 10. Cámara de Weissenberg.



- **Cálculo de las constantes de la celda unidad.** La fotografía de Weissenberg es un mapa de los niveles de la red recíproca. El método para obtener los parámetros de la celda unidad es medir las constantes de la celda recíproca y posteriormente convertirlas en constantes de la celda directa. Las medidas son generalmente hechas sobre las películas de oscilación y de niveles superiores, Figuras 11 y 12.

Para la película de oscilación, se calcula el parámetro de la celda recíproca con la Ecuación 2, y posteriormente se convierte en el parámetro de celda directa con la Ecuación 3.

$$(a^*, b^*, c^*) = \frac{sen \tan^{-1}(Yn / R)}{l} \quad \text{Ec. 2} \qquad (a, b, c) = \frac{1}{(a^*, b^*, c^*)} \quad \text{Ec. 3}$$

Donde:

*a**, *b**, *c** son parámetros de la celda recíproca en $Å^{-1}$

a, *b*, *c* son parámetros de la celda real en Å

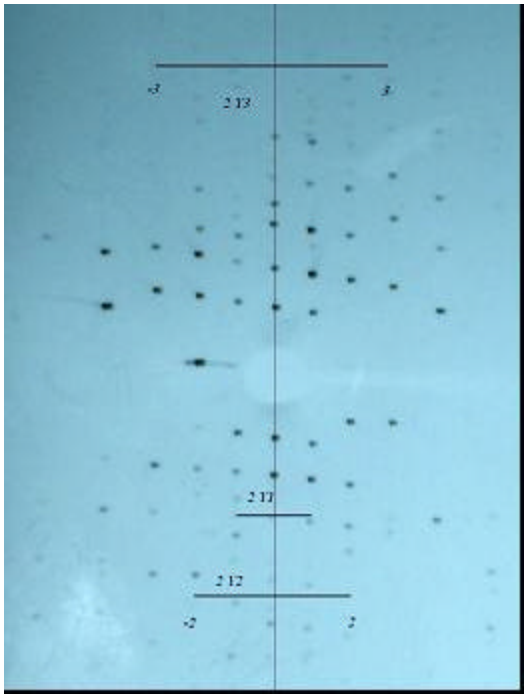
? es la longitud de onda empleada

Yn es la distancia perpendicular entre las correspondientes reflexiones ubicadas en ambos lados de la línea central (ver figura 11)

n es el número de la línea donde se localiza el punto a medir

R es el radio de la cámara de Weissenberg (28.65mm)

Figura 11. Película de oscilación.



Para la película de nivel cero se utilizan las Ecuaciones 4 y 5 para calcular el resto de los parámetros de la celda unidad.

$$(a^*, b^*, c^*) = \frac{senYn}{n\,l} \qquad \text{Ec. 4}$$

$$(a, b, c) = \frac{1}{(a^*, b^*, c^*)} \qquad \text{Ec. 5}$$

Para determinar el ángulo entre los ejes, se realiza por medio de la relación entre distancias como se indica en la Figura 10.

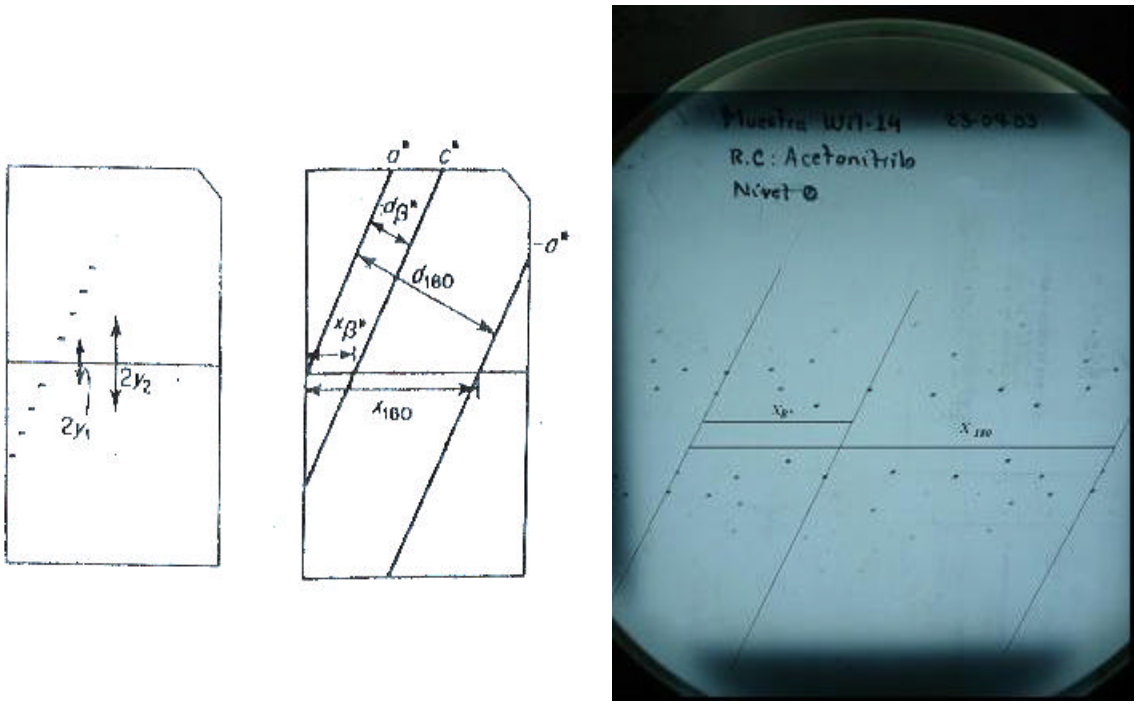
$$b^* = \frac{db^*}{d_{180^\circ}} * 180^\circ = \frac{Xb^*}{X_{180^\circ}} * 180^\circ \qquad \textbf{Ec. 6}$$

Estas distancias pueden ser medidas a lo largo de la línea central de la película o perpendicularmente a las líneas axiales. Está última tiene la ventaja de que la mayoría de las cámaras tienen X_{180° = 90mm y entonces:

$$b^* \approx 2Xb^* \text{ donde } X_{ß}^* \text{ en mm.} \qquad \textbf{Ec. 7}$$

La combinación de las fotografías de oscilación y nivel cero permiten la medición de todos los parámetros de la celda unidad.

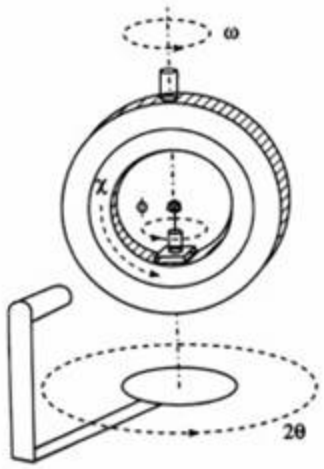
Figura 12. Diagrama de medidas sobre películas de Weissenberg, para calcular las constantes de la celda unidad.



2.2.6.4 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*. 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.

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* (ver Figura 13) el cristal se orienta mediante los tres ángulos de Euler, ***F*** que representa el giro sobre el eje de la cabeza goniométrica, ***c*** que le permite el balanceo sobre el círculo cerrado, y ***w*** que permite el giro total del goniómetro. El cuarto círculo lo representa el giro del detector, ***2?***.

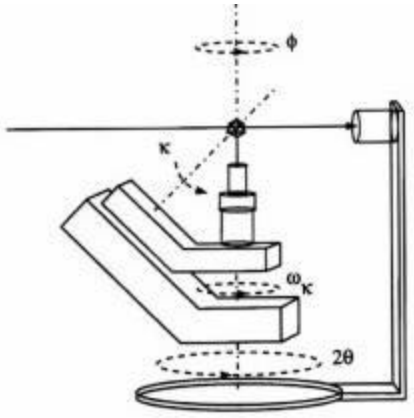
Figura 13. Goniómetro de geometría euleriana.



Fuente: http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_06.html

La geometría alternativa a la Euleriana es la denominada *geometría Kappa* que no dispone de un círculo cerrado equivalente al ***c***. 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 ***c*** eulerianos en el intervalo de -90 a +90º. La ventaja principal de esta geometría es la amplia accesiblidad al cristal. Los ángulos ***F*** y ***2?*** son idénticos al los de la geometría euleriana:

Figura 14. Goniómetro de geometría Kappa.



Fuente: http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_06.html

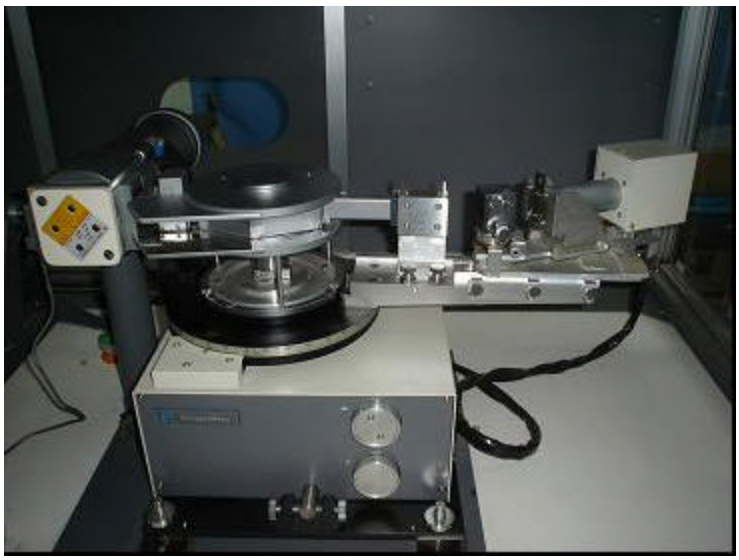
2.2.6.5 Montaje del monocristal. Para la difractometría de un monocristal es conveniente que el cristal este montado de modo que éste pueda ser desplazado para una correcta alineación y centrado en la cámara. El dispositivo de costumbre usado para éste propósito es una cabeza goniométrica de precisión, la cual tiene dos arcos, que permite que el cristal rote ligeramente ±20° 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. (Stout y Jensen, 1989)

2.2.6.6 Técnica de polvo. En los últimos años la utilidad del método de polvo ha crecido considerablemente y su campo se ha extendido con la introducción del difractómetro de Rayos-X (Cornelius y Cornelis, 1985). Este poderoso instrumento de investigación utiliza radiación monocromática y una muestra finamente pulverizada. Está técnica presenta características muy interesantes que permiten abordar el estudio

cristalográfico de las especies que no se presentan o no es posible obtener en forma de monocristales. El estado de estas especies es el de agregado o polvo policristalino, encontrado en una gran variedad de sustancias que van desde los metales y aleaciones, hasta una gran mayoría de minerales y de productos químicos de síntesis existentes. El campo de aplicación más importante del método del polvo está en la identificación de fases cristalinas, cualitativa y cuantitativamente.

2.2.6.7 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 15. se muestra un difractómetro de polvo. El perfil de difracción sencillamente, aparece formado por una serie de máximos de intensidad distribuidos en función de los valores angulares, ***2?***, 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 15. Difractómetro de Polvo, Marca Rigaku modelo D-Max-III/B.



Las ventajas del difractómetro y sus características se resumen así:

- Alta intensidad difractada
- Medidas de intensidad con buena precisión
- Alta resolución en 2?
- Automatización electrónica

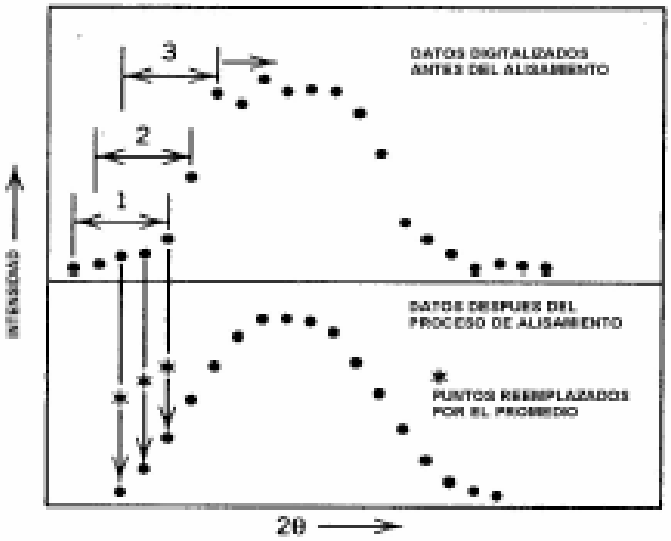
2.2.6.8 Tratamiento de datos. Un patrón de difracción esta constituido a partir de un número de contribuciones las cuales incluye la difracción de longitudes de onda deseadas, dispersión y fluorescencia a partir de la muestra y portamuestra. El propósito del tratamiento de datos es extraer los datos útiles a partir del patrón experimental. Los pasos a seguir son: Alisamiento (*smoothing)*, Sustracción del ruido de fondo (*background)*, eliminación de Kα2 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 16. 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*". Sin embargo el proceso de suavizado y el grado de alisamiento esta determinado por el conteo estadístico que el detector asocia con cada pico, la agudeza o definición de cada pico, la unicidad de cada pico y el número de datos seleccionado para suavizar cada pico. Por tanto todo el ajuste del perfil se realiza mediante el uso de polinomios cuadrados (Ecuación 8) que actúan como filtros digitales que realizan la interpolación entre los puntos seleccionados. El proceso se conoce como el método de mínimos cuadrados de **Savitzky-Golay**, donde

se establecen los valores de a, b y c para cada intervalo de datos (Jenkins and Snyder, 1996).

$$2?_{Calc} = a + b\,(2?_{obs}) + c\,(2?_{obs})^2 + d\,(2?_{obs})^3 \qquad \text{Ec. 8}$$

Figura 16. Proceso estadístico del alisamiento de los datos



Fuente: Jenkins, 1996.

- **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.

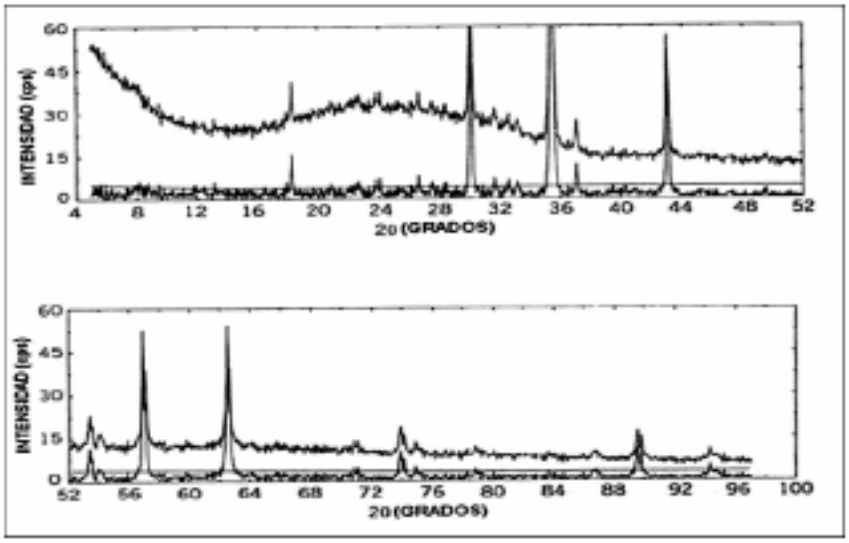
En general entre los factores más comunes que pueden producir un significativo ruido de fondo tenemos:

- Dispersión generada por el porta muestra (generalmente es visto a valores bajos de 2?, 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?).

Para la sustracción del ruido de fondo, se especifica un número de puntos que se consideran de ruido de fondo a bajos y altos ángulos de cada uno de los picos del perfil de difracción. Se obtiene un promedio de intensidades de estos puntos y se usa como la intensidad del ruido de fondo. Creándose un rango de interpolación a cada extremo del pico y esto nos da la formación de la recta a partir de la cual las intensidades por debajo de esta se consideran ruido de fondo y por tanto se eliminan, como se puede observar en la Figura 17. Este proceso se conoce como el método de **Sonneveld y Visser**, el cual utiliza un polinomio de mínimos cuadrados. Para una serie de muchos datos, el número de puntos de muestreo es un número entero en el rango de 150-250, y el tiempo de repeticiones puede ser un número entero entre 20 y 50. Si el ruido de fondo es también plano, se puede incrementar los puntos de muestreo o reducir el tiempo de repeticiones o viceversa.

Figura 17. Eliminación de ruido de un perfil de difracción.

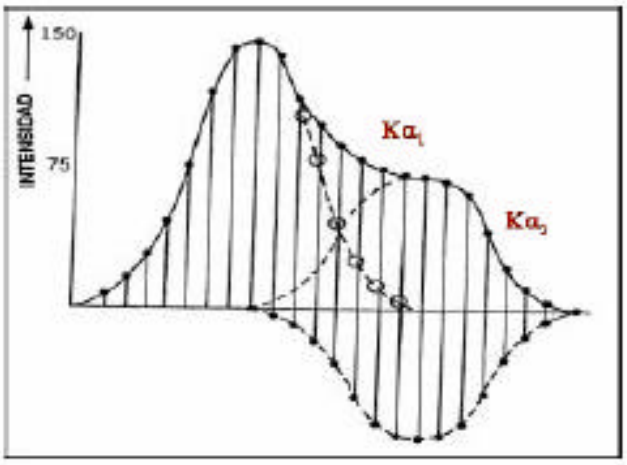


Fuente: Jenkins,1996.

- **Eliminación de Kα2.** Los rayos-X incidentes constan de dos componentes Kα? (Kα1 y Kα2) 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 α_1 y α_2 posteriormente separar los perfiles α_1 y α_2 y eliminar por último el perfil α_2 y así ubicar el pico de mayor intensidad α_1.

Se utiliza el método de **Ranchinger**, en el cual se calcula el promedio de intensidades para las radiaciones Kα1 y Kα2 por mínimos cuadrados sobre todo el perfil de difracción usando una deconvolución de las dos radiaciones con transformada de Fourier.

Figura 18. Eliminación de Kα2.



Fuente: Jenkins, 1996.

- **Localización 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?); y en esta forma es como se encuentra la posición del pico y su intensidad (Jenkins, 1996).

2.2.6.9 Análisis cualitativo. Cada sustancia produce siempre un diagrama de difracción característico, independientemente que se encuentre en estado puro o formando parte de una mezcla de sustancias, y realizado el proceso de búsqueda de picos, se continúa con la búsqueda por comparación con fichas preexistentes en el PDF (*Powder Diffration File*) de la ICDD (*International Centre for diffraction Data*) que contiene información sobre alrededor de 163.835 sustancias entre elementos, aleaciones, compuestos inorgánicos, orgánicos, minerales, etc. Este análisis puede realizarse en forma cualitativa, identificando a que sustancia o sustancias corresponden los diagramas de difracción o cuantitativo, ya que las intensidades de las líneas de difracción de cada fase son proporcionales a la fracción en volumen de esa fase presente en la muestra. El primero en idear un procedimiento sencillo para la clasificación y subsiguiente identificación de las sustancias cristalinas mediante sus diagramas de polvo fue Hanawalt en 1936 (Polonio, 1981).

El método de Hanawalt parte de la base de que más de una sustancia puede tener el mismo valor de ***d*** o uno muy cercano para la primera y segundas reflexiones más fuertes, y caracteriza cada sustancia por los valores de *d* de las tres reflexiones más fuertes, nombrándolas d_1, d_2 y d_3 respectivamente. Los valores de d_1, d_2 y d_3 junto con las intensidades relativas, son usualmente suficientes para caracterizar el perfil de un compuesto desconocido (Jenkins, 1996; Polonio, 1981).

2.2.6.10 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 reciproca 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 están el método de ensayo y error ***Treor90*** (Werner, 1990) y el método de dicotomía de volúmenes, ***Dicvol04*** (Loüer, 1991).

- **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, monoclínico y triclínico. 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 al menos tres criterios:

- El sistema cristalino al que pertenece la solución.
- 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 ordenamos de mayor a menor simetría son: cúbico, tetragonal, hexagonal (trigonal), rómbico, monoclínico y triclínico.

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 9:

$$M_{(20)} = \frac{d_{20}^{*2}}{2 * \left|\Delta d^{2}\right| * N_{pos}} \qquad \textbf{Ec. 9}$$

Donde $d_{20}{}^{*2}$ representa la distancia recíproca de d_{20}, es decir $1/d_{20}$. El valor reciproco 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 (Pinilla, 2000).

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. Se puede decir con certeza que las posibles soluciones de la ecuación anterior y del proceso de indexado automático dependen de la exactitud de los datos observados. 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 10:

$$F_N = \frac{N}{\left|\Delta 2q\right| N_{pos}} \qquad \textbf{Ec. 10}$$

Donde N es el número de líneas observadas, |Δ2?| es el promedio absoluto de la diferencia angular entre los datos calculados y los observados, N_{pos} es el número de líneas posibles (Pinilla, 2000).

- **TREOR90.** Es un programa de indexación de diagramas de rayos X en muestra policristalina basado en el método prueba y error. En él se incluyen todos los sistemas cristalinos. Está basado en el algoritmo de Werner, que realiza una búsqueda semiexhaustiva en el espacio de índices de Miller (no realiza pruebas con todas las combinaciones posibles de índices, sino que elimina algunas imposibles o redundantes). Con base a estos cálculos, el programa propone distintas soluciones (sistemas).

El programa da por buena la primera celda que encuentra con una figura de mérito $M_{(N)}$ superior a la señalada en la orden *MERIT = 10* y que únicamente tenga un máximo de difracción sin indexar. En este momento se interrumpen los cálculos, y la solución es almacenada. En caso de no encontrar una solución que cumpla estas condiciones, el programa continúa su búsqueda, hasta terminar los cálculos. Lo mismo sucede en el caso de tener en cuenta la figura de mérito $F_{(N)}$.

Como ya se ha comentado para el caso del programa DICVOL04, las figuras de mérito **$M_{(N)}$** y **$F_{(N)}$** son números que miden el promedio de la diferencia entre los espaciados reticulares de las líneas que introducimos como datos y los de las líneas correspondientes 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 las figuras de mérito $M(_N)$ y $F(_N)$; cuanto mayor sean, mejor indexado estará el diagrama de difracción.

2.2.6.11 Determinación del número de moléculas por celda unidad *Z.* La ecuación general del número de átomos o moléculas referidas a la celda unidad, es:

$$Z = \frac{r\,(g/cm^3) * V(A^3) * N_A}{M\,(g/mol)} \qquad \textbf{Ec. 11}$$

Donde: es ***M*** la masa molecular del compuesto, r 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.

2.2.6.12 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,* a, b, g) se ajusta el perfil calculado al experimental mediante el método de mínimos cuadrados. La diferencia entre los valores calculados y experimentales (D**2?= 2?$_{cal}$ -2?$_{exp}$**) es utilizada como criterio de ajuste.

2.2.6.13 Preparación de la muestra. Considerando los tres tipos de información que suministra un perfil de difracción (posiciones del máximo de difracción, intensidades del pico y la distribución de la intensidad como una función del ángulo de difracción) se

escoge el método de preparación de la muestra, el cual depende entonces del tipo de información deseada. Se debe tener un especial cuidado en el tratamiento de ésta para no alterar su estado físico, ya que por ejemplo, en el proceso de pulverización o molienda se puede inducir una descomposición o inversión polimórfica. La muestra se prepara para el análisis difractométrico, reduciendola a un polvo fino, el cual se extiende uniformemente sobre la superficie de un portamuestra de zero background, utilizando una pequeña cantidad de aglomerante adhesivo, o también empleando un portamuestra de aluminio, el cual, luego de una suave presión manual es compactado. El llenado lateral o técnica de McMurdie (McMurdie, 1986), es probablemente el mejor método de empaquetamiento o llenado desarrollado hasta hoy. El método es similar el del llenado por detrás excepto que la muestra es cargada por uno de los lados (lado abierto) del portamuestra, tal como se observa en la Figura 19. A medida que la muestra se carga en el portamuestra se debe golpear contra una superficie sólida para que ésta se compacte y así los cristales quedan totalmente al azar evitando el problema de la orientación preferencial.

Figura 19. Montaje de muestra por técnica de llenado lateral.

2.2.7 Análisis termogravimétrico. Los métodos térmicos estan basados en el principio de que un cambio en el estado físico de un material es acompañado por la liberación o absorción de calor. Entre las técnicas fundamentales de análisis térmico se encuentra el análisis termogravimétrico (TGA), donde a diferencia de las técnicas como la

calorimetría diferencial (DSC) y el análisis térmico diferencial (DTA) se miden las cambios de calor (energía) que tienen lugar en la muestra durante el análisis; el TGA lo que detectan son los cambios en la masa o peso de la muestra en función de la temperatura. Este tipo de análisis provee información sobre la presencia de compuestos volatiles, como solventes o agua, que son la base para la formación de solvatos a hidratos respectivamente. 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).

Los cambios de peso (fundamentalmente pérdidas) que se producen en la muestra pueden ser debidos a varias causas, implicando cada una de ellas un tipo diferente de estudio y una información especifica de la muestra. En la Tabla 4. se relacionan los estudios más importantes que pueden llevarse a cabo mediante el análisis termogravimétrico. (Llorente, 1991).

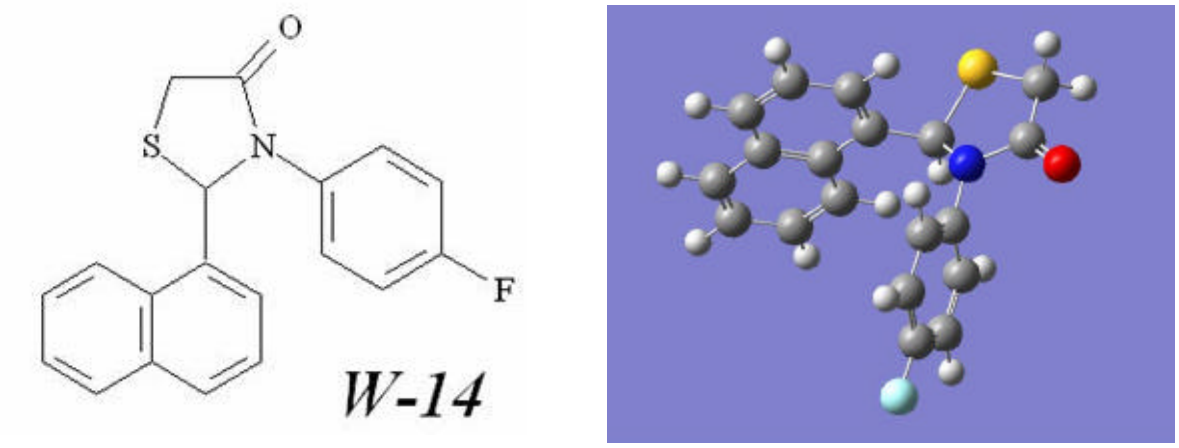
Tabla 4. Aplicaciones del análisis termogravimétrico.

1. Control de Calidad.
2. Efecto de aditivos.
3. Estabilidad térmica en atmósfera inerte.
4. Oxidación en aire o atmósfera rica en oxígeno.
5. Degradación térmica de polímeros.
6. Estudio de la cinética de degradación y análisis de los productos producidos.

3. PARTE EXPERIMENTAL

Se utilizó el compuesto orgánico 3-(4-fluorofenil)-2-(α-naftil)-1,3-tiazolidin-4-ona, w-14, (Figura 20), sintetizado en el laboratorio de Síntesis Orgánica Fina, adscrito al centro de investigación en biomoléculas-C*IBIMOL* de la Universidad Industrial de Santander, como sistema molecular de prueba para todos los ensayos de efecto del solvente.

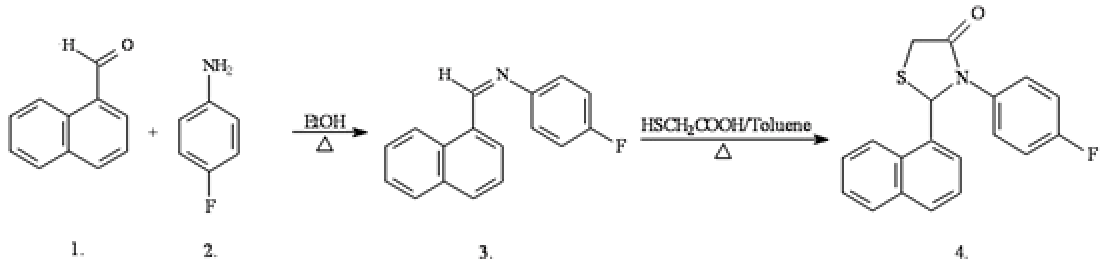
Figura 20. Estructura del 3-(4-fluorofenil)-2-(α-naftil)-1,3-tiazolidin-4-ona, w-14



3.1 Sintesís

La tiazolidinona w-14 (4), fue preparada haciendo reaccionar por calentamiento (30 h), una cantidad adecuada de la imina (3) y el ácido α-mercaptoacetico en tolueno seco, con un rendimiento del 65% aproximadamente. La aldimina seleccionada para el estudio fue obtenida por la reacción de α-naftilaldehido (1) con *p*-fluoroanilina (2) por reflujo en una mezcla de etanol. En la Figura 21 se muestra el esquema de la síntesis de w-14. (Rodríguez, 2002)

Figura 21. Esquema de la síntesis del 3-(4-fluorofenil)-2-(a -naftil)-1,3-tiazolidin-4-ona, w-14.



3.2 Cristalización

La cristalización se llevó a cabo a una temperatura promedio de 17°C y el tiempo empleado para la formación de cristales obedeció a las diferentes ratas de evaporación para cada solvente. El proceso de disolución de la muestra se llevó a cabo en cajas petri a evaporación lenta, utilizando igual cantidad de ésta en cuatro diferentes tipos de solventes, que fueron: metanol, etanol, dimetilsulfóxido y acetonitrilo (seleccionados por su carácter polar, fácil adquisición, costos y son muy utilizados en la industria farmacéutica) hasta dejar una pequeña porción del solvente, y así evitar el maclaje o posibles imperfecciones de los cristales ya formados.

3.3 Estudio por difracción de rayos X

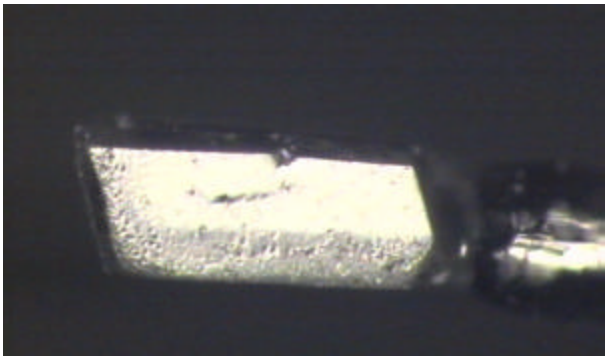
3.3.1 Difracción de rayos-X en monocristal

3.3.1.1 Estudio mediante el uso de la cámara de Weissenberg

Preparación de las muestras. Se seleccionó mediante inspección visual y con la ayuda de un estereoscopio, un cristal de un tamaño entre 0.3-0.5mm, que no presentara maclas o imperfecciones. Posteriormente, el cristal se montó en un capilar de vidrio conservando su eje de crecimiento, y bajo condiciones del equipo de difracción y tiempo de exposición, el capilar se ubicó en una cabeza goniométrica para su

alineación y acople en la cámara de Weissenberg, tal y como se muestra en la Figura 22.

Figura 22. Montaje de un monocristal en una cabeza goniométrica.



Toma de datos. La toma de datos se realizó después de efectuada la correcta alineación del monocristal con el haz de rayos-X. Las películas que se tomaron con la cámara de Weissenberg fueron la de oscilación y nivel cero. A partir del análisis de éstas, se calcularon los parámetros de la celda unidad mediante las ecuaciones reportadas dentro del numeral 2.2.6.3 (Método de Weissenberg).

3.2.1.2 Estudio mediante difractometría de cuatro círculos.

Se realizó la toma de datos de difracción para la muestra w-14 cristalizada en etanol, en un difractómetro de cuatro círculos a una temperatura de 273K, con una radiación de *MoKa (? = 0.71073)*, la fuente fue un tubo sellado, un monocromador de grafito y un detector Pitt-CCD ubicado en la Universidad de Pittsburg (Estados Unidos). El tratamiento de datos fue llevado a cabo con ayuda del programa Bruker – AXS. La solución se llevo a cabo con el programa Shelxs-97 y el refinamiento de la estructura se realizó con el programa Shelxl-97.

3.3.2 Difracción de rayos-X de muestras policristalinas

Preparación de las muestras. Las muestras cristalizadas en cada uno de los diferentes solventes se pulverizaron independientemente en un mortero de ágata, hasta obtener un tamaño de partícula de aproximadamente 38 μm. El montaje utilizado para cada muestra se llevo a cabo mediante la técnica de llenado lateral (McMurdie, 1982).

Toma de datos. La toma de los datos de difracción se realizó en un difractómetro de polvo 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 establecidas para la medición de cada una de las muestras se presentan en la Tabla 5.

Tabla 5. Parámetros de medida de DRX de muestras policristalinas

PARÁMETRO		***DATOS***
Radiación		*CuKa (? = 1.5406 A)*
Voltaje		*40 KV*
Amperaje		*20 mA*
Rango de medición		*2 – 70° (2?)*
Tiempo de muestro / paso		*10 seg*
Intervalo de muestreo		*0.02° (2?)*
Monocromador		*Grafito*
Rendijas	*DS* *RS* *SS*	*1°* *0.3°* *1 mm*

Corrección de datos. Una vez tomados los datos de difracción de polvo se sometieron a diferentes correcciones. Las respectivas correcciones llevadas a cabo y con ayuda del programa POWDERX (Dong, 1998) fueron: alisamiento del perfil por el método de Savitzky-Golay, eliminación del ruido de fondo por el método de Sonneveld y Visser, eliminación de las líneas de difracción producidas por Ka2 por el método de Rachinger y finalmente la determinación de las posiciones de los máximos de difracción por el método del ancho máximo a la altura media del pico (FWHM). Las condiciones experimentales para las correcciones de cada una de las muestras se indican en la Tabla 6.

Tabla 6. Condiciones experimentales para la corrección de datos.

Tipo de corrección	Método Aplicado	Muestra recristalizada	Parámetros	
			Puntos a seleccionar	Orden del polinomio
Alisamiento	Saviztky-Golay	Etanol	5	2
		Metanol	9	2
		Acetonitrilo	5	2
		Dimetilsulfóxido	7	2
Eliminación Background	Sonneveld y Visser		Parámetros	
			Puntos a seleccionar	Número de repetición
		Etanol	140	20
		Metanol	140	25
		Acetonitrilo	140	30
		Dimetilsulfóxido	140	25
Eliminación de $K\alpha 2$	Rachinger		Parámetros	
			Relación $K\alpha_2/K\alpha_1$	Tipo de Radiación
		Para todas las muestras	49.0	Cu

Indexado de las reflexiones. Para el indexado de las reflexiones de cada uno de los perfiles de difracción, se utilizaron los programas DICVOL04 (Loüer, 2004) y TREOR90 (Werner, 1990). Empleando para ello las 20 primeras reflexiones mas intensas en unidades de 2?.

Búsqueda del grupo espacial. Con la información obtenida de los índices de Miller en el indexado, se realizó el estudio completo de las ausencias sistemáticas. Posteriormente, a partir de éstas, se procedió a determinar el posible grupo espacial de cristalización, con ayuda del programa CHEKCELL (Laugier, 2002), para la cual se utilizaron las mismas reflexiones del indexado.

Refinamiento de las constantes de la celda unidad. Con el total de las reflexiones corregidas observadas, el refinamiento de las constantes de la celda unidad se realizó con ayuda del programa NBS*AIDS83 (Mighell, 1991). Los parámetros más importantes

que se introdujeron en el programa son: *a, b, c, a, ß, ?, sistema cristalino, grupo espacial, número de átomos, iones o moléculas por celda unidad (z), y la longitud de onda de la radiación utilizada (CuKa (? = 1.54059 A)).*

3.4 Análisis termogravimétrico

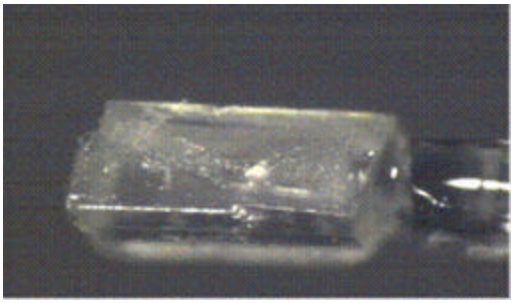
El análisis se realizó en un equipo de TGA - 2950 marca Micromeritics ubicado en el laboratorio de análisis químico de la empresa de Suministros de Colombia S.A, (Sabaneta, Antioquia). Las condiciones de trabajo fueron las siguientes: una rampa de calentamiento de 20.00 °C/min con una resolución entre 3.0 y 970 °C, una sensibilidad de alta resolución de 8.0 °C y un analizador termogravimétrico Hi-Re, con gas de arraste de aire certificado cuya composición es: Aire zero 2.0, Hidrocarburos totales: 1.9 ppm y humedad de 1.8 ppm en atmosfera de oxigeno.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Cristalización

Los cristales obtenidos después de una lenta evaporación del solvente (correspondiente a una condición termodinámica) para cada una de las muestras presentaron un hábito cristalino de forma acicular. Los tiempos empleados para la cristalización fueron de 1 a 7 semanas.

Figura 23. Hábito cristalino de forma acicular.



4.2 Técnica de monocristal

4.2.1 Método de Weissenberg

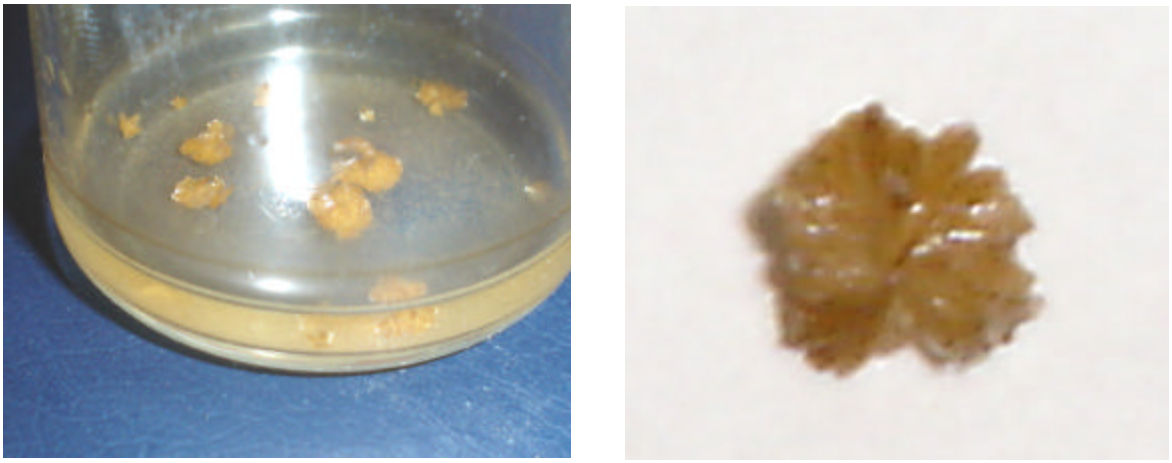
Los resultados del cálculo de las constantes de la celda unidad obtenidos mediante el uso de la cámara de Weissenberg, se presentan en la Tabla 7.

Tabla 7. Parámetros de celda obtenidos mediante la cámara de Weissenberg.

Técnica	Parámetros de celda	Muestra cristalizada w-14			
		Etanol	Metanol	DMSO	Acetonitrilo
Monocristal	*a* (Å)	10.51	-	10.28	10.61
	b (Å)	10.83	-	11.29	10.92
	c (Å)	13.27	-	13.26	13.29
	b (°)	101.2	-	99.2	101.8

Como resultado de la primera cristalización en metanol, se obtuvieron pocos monocristales de buena calidad los cuales fueron llevados para toma de datos a la Universidad de Pittsburg. Los demás cristales fueron pulverizados para tomar los datos en muestras policristalinas. En una segunda cristalización bajo las mismas condiciones no se obtuvieron monocristales con las características apropiadas para su medida; solo se logro una cristalización en forma de aces aciculares, por tal razón, no se reportan datos por el método de Weissenberg. En la Figura 24, se muestra la forma como cristalizó w-14 en metanol.

Figura 24. Cristalización de w-14 metanol.



4.2.2 Difractometría de cuatro círculos

Mediante el estudio difractométrico de w-14 cristalizado en etanol se logró determinar que cristaliza en un sistema monoclínico con grupo espacial $P2_1/c$ [No. 14] con Z = 4 y volumen de celda unidad de 1492.33 $Å^3$. El valor de las constantes de celda unidad junto con los demás datos cristalográficos se presentan en la Tabla 8, y en la Tabla 9 se relacionan las posiciones atómicas, distancias y ángulos de enlace.

Una representación de la celda unidad se muestra en la Figura 25; la Figura 26 representa un empaquetamiento particular de la moléculas en la dirección ***bc*,** en la Figura 27 se muestra los contactos de corto alcance y se da una lista de estos contactos en la Tabla 9; y en la Figura 28 se muestra una representación del perfil de

difracción de muestras policristalinas simulado con el programa Mercury (CSD, 2005) a partir de los datos obtenidos mediante el estudio difractométrico.

Tabla 8. Datos cristalograficos obtenidos mediante Difractometría de cuatro círculos.

Difractometría de cuatro círculos para w-14 etanol.	
Grupo Espacial	**$P2_1/c$**
Distancias de la celda	***a* = 10.6097 (5)** Å
	***b* = 10.8355 (5)** Å
	***c* = 13.2278 (6)** Å
Ángulos de la celda	a = 90.00°
	b = 101.0850° (10)
	g = 90.00°
Volumen de la celda	**1492.33** $Å^3$
Z	**4**
Dx	**1.439**

Figura 25. Representación de la celda unidad de w-14 cristalizado en etanol.

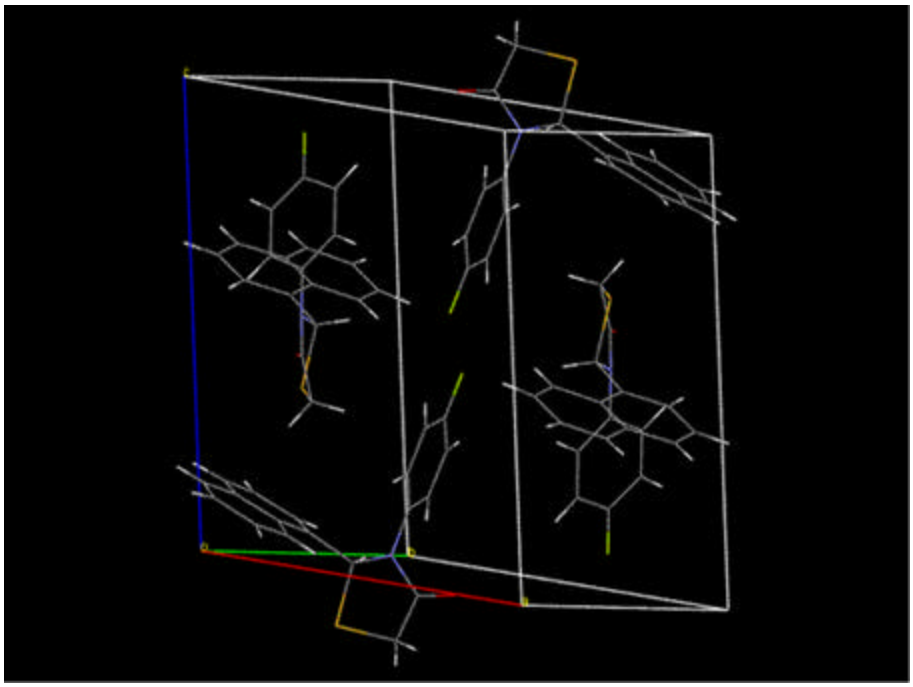


Figura 26. Empaquetamiento molecular de w-14 cristalizado en etanol.

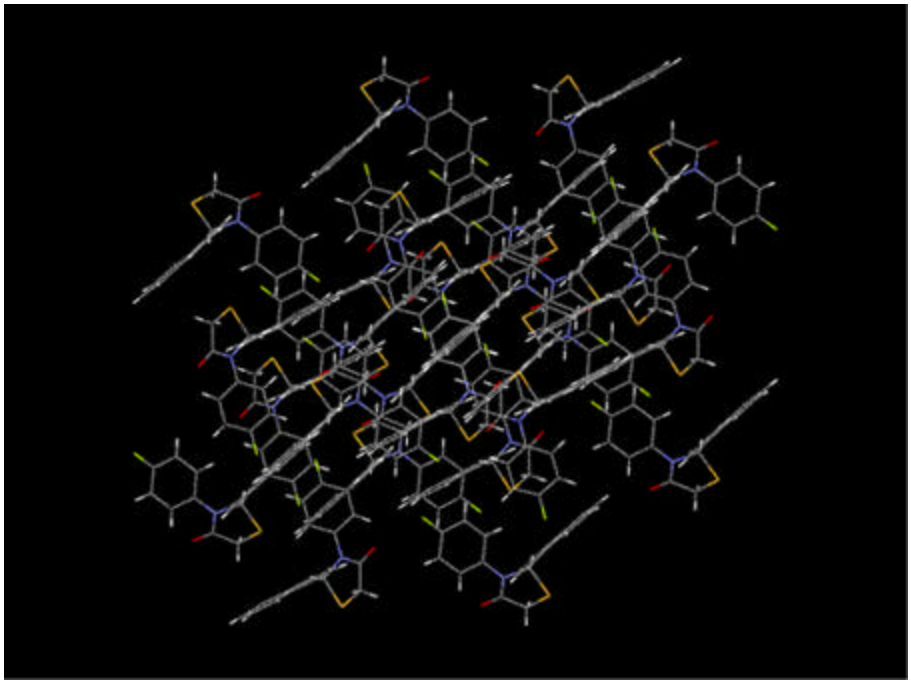


Figura 27. Contactos de corto alcance entre las moléculas de w-14 cristalizado en etanol.

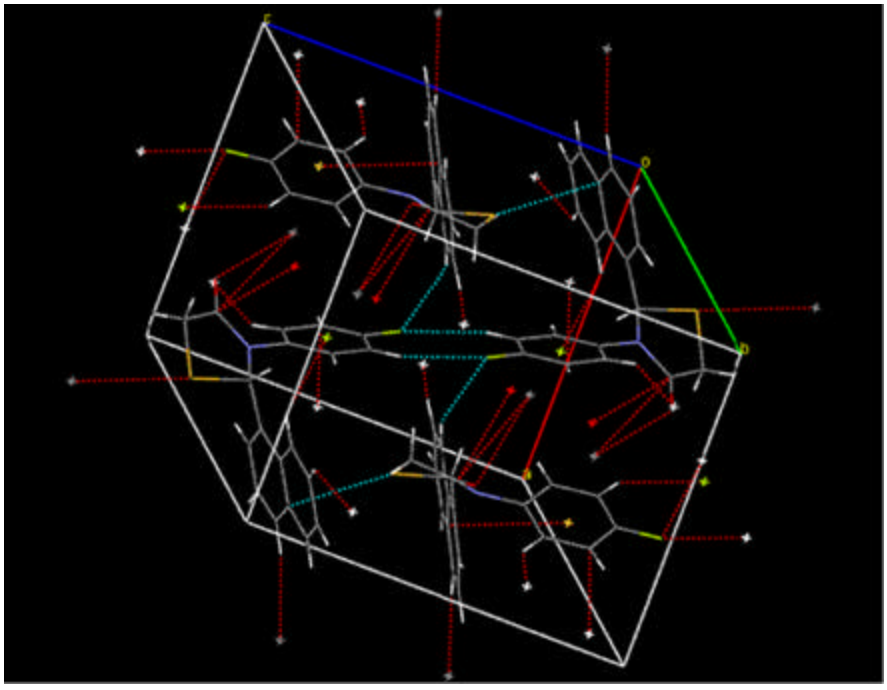
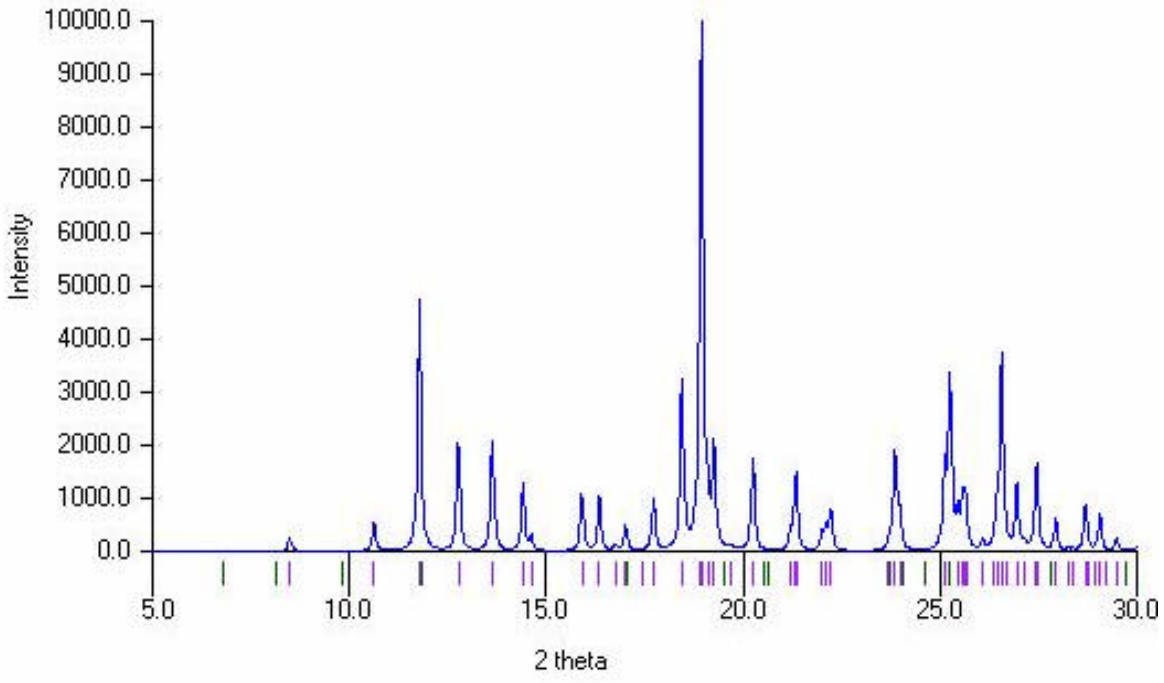


Tabla 9. Lista de contactos de corto alcance en w-14 cristalizado en etanol.

Number	Atom1	Atom2	Symm. op. 1	Symm. op. 2	Length	Length-VdW	Expanded
1	H5	H17	x,y,z	x,-1+y,z	2.318	-0.082	No
2	H17	H5	x,y,z	x,1+y,z	2.318	-0.082	No
3	F1	H18	x,y,z	1-x,-1/2+y,1.5-z	2.606	-0.064	Yes
4	H18	F1	x,y,z	1-x,1/2+y,1.5-z	2.606	-0.064	No
5	C6	H13	x,y,z	2-x,-1/2+y,1.5-z	2.827	-0.073	No
6	H13	C6	x,y,z	2-x,1/2+y,1.5-z	2.827	-0.073	No
7	F1	H2	x,y,z	1-x,1-y,1-z	2.641	-0.029	Yes
8	H2	F1	x,y,z	1-x,1-y,1-z	2.641	-0.029	Yes
9	O1	C7	x,y,z	1-x,1-y,2-z	3.094	-0.126	No
10	C7	O1	x,y,z	1-x,1-y,2-z	3.094	-0.126	No
11	C7	C7	x,y,z	1-x,1-y,2-z	3.310	-0.090	No
12	C14	S1	x,y,z	x,1.5-y,-1/2+z	3.484	-0.016	Yes
13	S1	C14	x,y,z	x,1.5-y,1/2+z	3.484	-0.016	No
14	H5	H17	1-x,-1/2+y,1.5-z	1-x,-1.5+y,1.5-z	2.318	-0.082	No
15	H17	H5	1-x,-1/2+y,1.5-z	1-x,1/2+y,1.5-z	2.318	-0.082	No
16	F1	H18	1-x,-1/2+y,1.5-z	x,-1+y,z	2.606	-0.064	No
17	C6	H13	1-x,-1/2+y,1.5-z	-1+x,-1+y,z	2.827	-0.073	No
18	H13	C6	1-x,-1/2+y,1.5-z	-1+x,y,z	2.827	-0.073	No
19	F1	H2	1-x,-1/2+y,1.5-z	x,1/2-y,1/2+z	2.641	-0.029	No
20	H2	F1	1-x,-1/2+y,1.5-z	x,1/2-y,1/2+z	2.641	-0.029	No
21	O1	C7	1-x,-1/2+y,1.5-z	x,1/2-y,-1/2+z	3.094	-0.126	No
22	C7	O1	1-x,-1/2+y,1.5-z	x,1/2-y,-1/2+z	3.094	-0.126	No
23	C7	C7	1-x,-1/2+y,1.5-z	x,1/2-y,-1/2+z	3.310	-0.090	No
24	C14	S1	1-x,-1/2+y,1.5-z	1-x,1-y,2-z	3.484	-0.016	No
25	S1	C14	1-x,-1/2+y,1.5-z	1-x,1-y,1-z	3.484	-0.016	Yes
26	H5	H17	1-x,1-y,1-z	1-x,2-y,1-z	2.318	-0.082	No
27	H17	H5	1-x,1-y,1-z	1-x,-y,1-z	2.318	-0.082	No
28	F1	H18	1-x,1-y,1-z	x,1.5-y,-1/2+z	2.606	-0.064	Yes
29	H18	F1	1-x,1-y,1-z	x,1/2-y,-1/2+z	2.606	-0.064	No
30	C6	H13	1-x,1-y,1-z	-1+x,1.5-y,-1/2+z	2.827	-0.073	No
31	H13	C6	1-x,1-y,1-z	-1+x,1/2-y,-1/2+z	2.827	-0.073	No
32	O1	C7	1-x,1-y,1-z	x,y,-1+z	3.094	-0.126	No
33	C7	O1	1-x,1-y,1-z	x,y,-1+z	3.094	-0.126	No
34	C7	C7	1-x,1-y,1-z	x,y,-1+z	3.310	-0.090	No
35	S1	C14	1-x,1-y,1-z	1-x,-1/2+y,1/2-z	3.484	-0.016	No

Number	Atom1	Atom2	Symm. op. 1	Symm. op. 2	Length	Length-VdW	Expanded
36	H5	H17	x,1.5-y,-1/2+z	x,2.5-y,-1/2+z	2.318	-0.082	No
37	H17	H5	x,1.5-y,-1/2+z	x,1/2-y,-1/2+z	2.318	-0.082	No
38	F1	H18	x,1.5-y,-1/2+z	1-x,2-y,1-z	2.606	-0.064	No
39	C6	H13	x,1.5-y,-1/2+z	2-x,2-y,1-z	2.827	-0.073	No
40	H13	C6	x,1.5-y,-1/2+z	2-x,1-y,1-z	2.827	-0.073	No
41	F1	H2	x,1.5-y,-1/2+z	1-x,1/2+y,1/2-z	2.641	-0.029	No
42	H2	F1	x,1.5-y,-1/2+z	1-x,1/2+y,1/2-z	2.641	-0.029	No
43	O1	C7	x,1.5-y,-1/2+z	1-x,1/2+y,1.5-z	3.094	-0.126	No
44	C7	O1	x,1.5-y,-1/2+z	1-x,1/2+y,1.5-z	3.094	-0.126	No
45	C7	C7	x,1.5-y,-1/2+z	1-x,1/2+y,1.5-z	3.310	-0.090	No
46	C14	S1	x,1.5-y,-1/2+z	x,y,-1+z	3.484	-0.016	No

Figura 28. Perfil de difracción de muestras policristalinas de w-14 cristalizado en etanol simulado con el programa Mercury a partir de los datos difractométricos de cuatro círculos.



En la Figura 29 se muestra la numeración de las posiciones átomicas para w-14 cristalizado en etanol. En la Tabla 10 se observan los ángulos de torsión, en la Tabla 11 se presentan los ángulos de enlace y en la Tabla 12 se pueden observar las distancias de enlace de w-14 cristalizado en etanol.

Figura 29. Numeración de las posiciones átomicas para w-14 cristalizado en etanol.

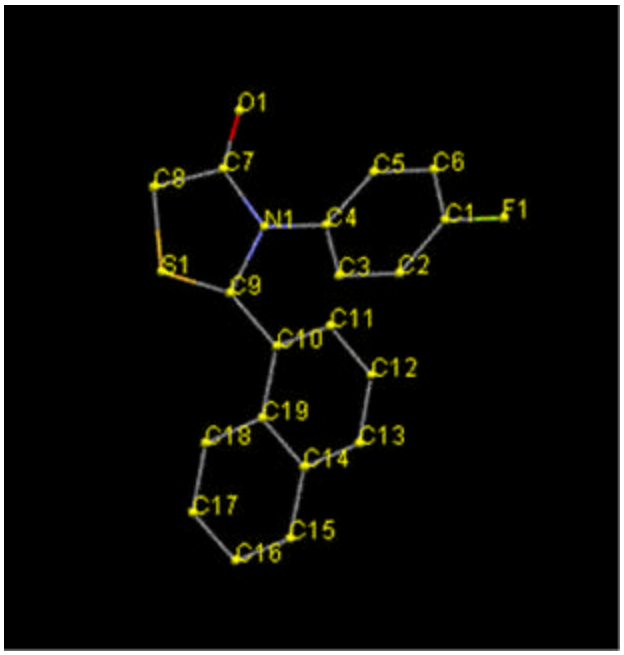


Tabla 10. Ángulos de torsión presentesen w-14 cristalizado en etanol.

Number	Object1	Object2	Object3	Object4	Torsión (°)
1	C19	C10	C9	S1	-89.55
2	C9	S1	C8	C7	26.22
3	C10	C9	N1	C4	-54.38
4	C4	N1	C7	O1	10.61
5	C4	N1	C9	C10	-54.38
6	C10	C9	N1	C4	-54.38

Tabla 11. Ángulos de enlace de w-14 cristalizado en etanol.

Number	Object1	Object2	Object3	Angle (°)
1	C17	C18	C19	120.89
2	C16	C15	C14	120.98
3	C19	C10	C11	119.65
4	C14	C13	C12	120.50
5	C10	C11	C12	121.20
6	C11	C12	C13	120.36
7	C13	C14	C19	119.68
8	C10	C19	C14	118.60
9	C19	C14	C15	119.31
10	C14	C19	C18	118.17
11	C15	C16	C17	120.06
12	C18	C17	C16	120.58
13	C11	C10	C9	120.29
14	C10	C9	N1	114.32
15	N1	C9	S1	104.29
16	C9	S1	C8	90.93
17	N1	C7	C8	111.79
18	S1	C8	C7	106.79
19	C9	N1	C7	115.56
20	N1	C7	O1	124.81
21	O1	C7	C8	123.39
22	N1	C4	C7	28.67
23	C4	C5	C3	30.07
24	C5	C4	C3	119.75
25	C4	C5	C6	120.24
26	C1	F1	C6	30.89
27	C1	C6	F1	30.48
28	F1	C1	C2	118.66
29	C2	C1	C6	122.71
30	C2	C3	C4	120.37
31	C3	C4	C5	119.75
32	C4	N1	C9	119.64
33	C4	N1	C7	121.65
34	C18	C19	C10	123.18
35	C19	C10	C9	119.93

Tabla 12. Distancias átomicas de w-14 cristalizado en etanol

Number	Object1	Object2	Length (Å)
1	C1	F1	1.358
2	C10	C9	1.504
3	C7	O1	1.216
4	C4	N1	1.422
5	S1	C9	1.826
6	S1	C8	1.796
7	C8	C7	1.512
8	C7	N1	1.378
9	N1	C9	1.469
10	C10	C19	1.430
11	C10	C11	1.373
12	C19	C18	1.422
13	C18	C17	1.372
14	C17	C16	1.409
15	C16	C15	1.360
16	C15	C14	1.423
17	C14	C13	1.415
18	C13	C12	1.360
19	C12	C11	1.406
20	C4	C3	1.388
21	C5	C6	1.390
22	C6	C1	1.374
23	C1	C2	1.376
24	C2	C3	1.386
25	C4	C5	1.393

Comparando los valores de la celda unidad hallada mediante la cámara de Weissenberg con los valores obtenidos por difractometría para el cristal obtenido en etanol, como se observa en la Tabla 14, se observa buena similitud entre ellos. Haciendo la comparación entre los demás cristales (DMSO y Acetonitrilo) estudiados con la cámara de Weissenberg con el resultado del estudio por difractometría (cristalizado en etanol) se puede observar que para el acetonitrilo los valores

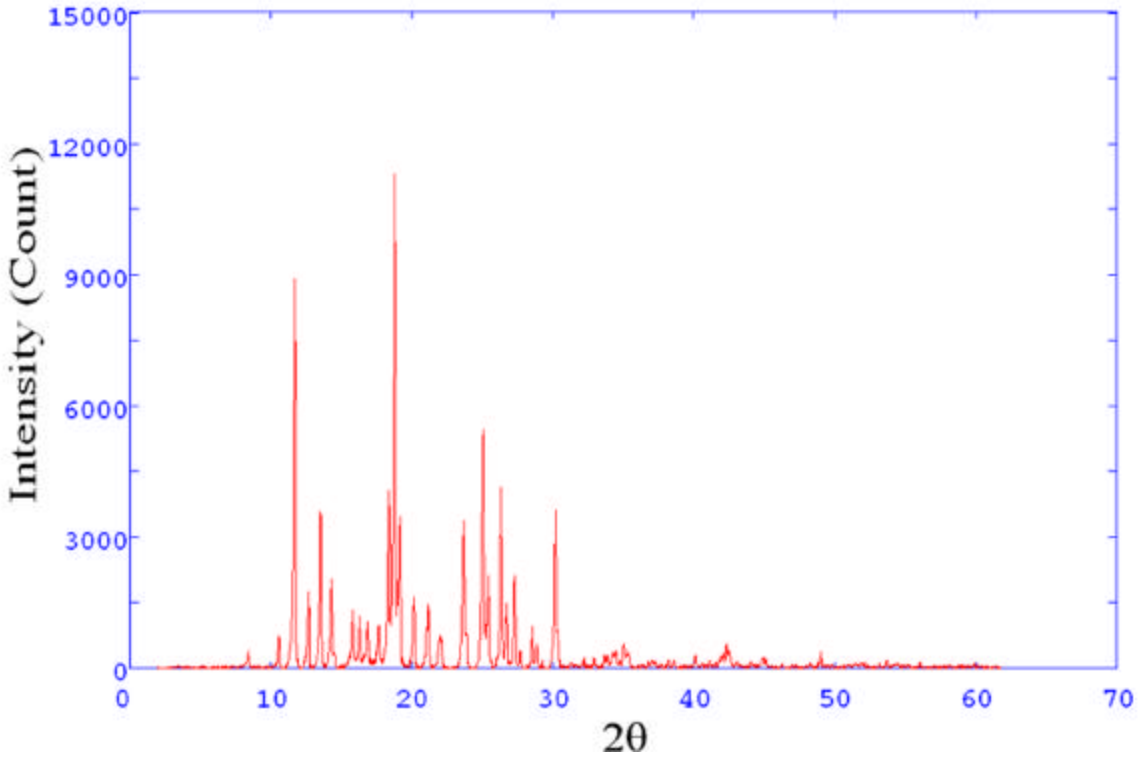
concuerdan muy bien mientras que los valores de DMSO presentan desviaciones significativas.

4.3 Técnica de polvo

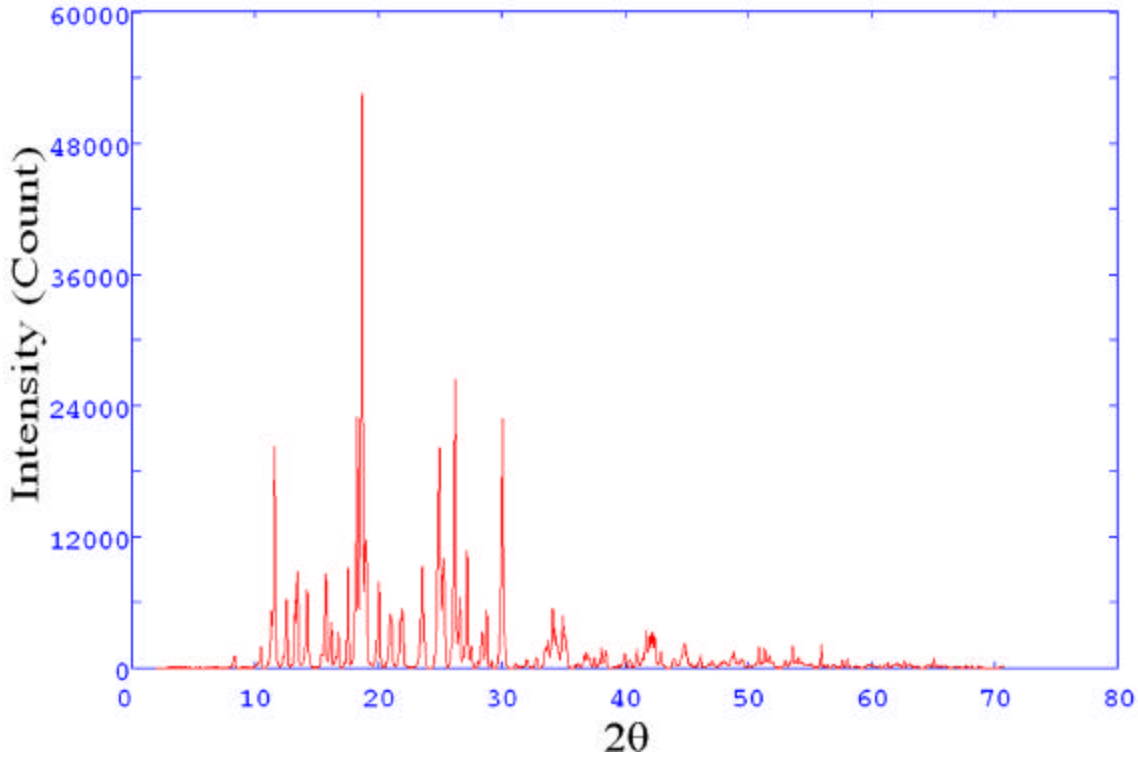
Los gráficos de los perfiles de DRX de muestras policristalinas para cada uno de los diferentes solventes empleados se presentan en la Figura 30.

Figura 30. Perfiles de DRX de muestras policristalinas. (a) w-14 Etanol, (b) w-14 DMSO, (c) w-14 Acetonitrilo y (d) w-14 Metanol.

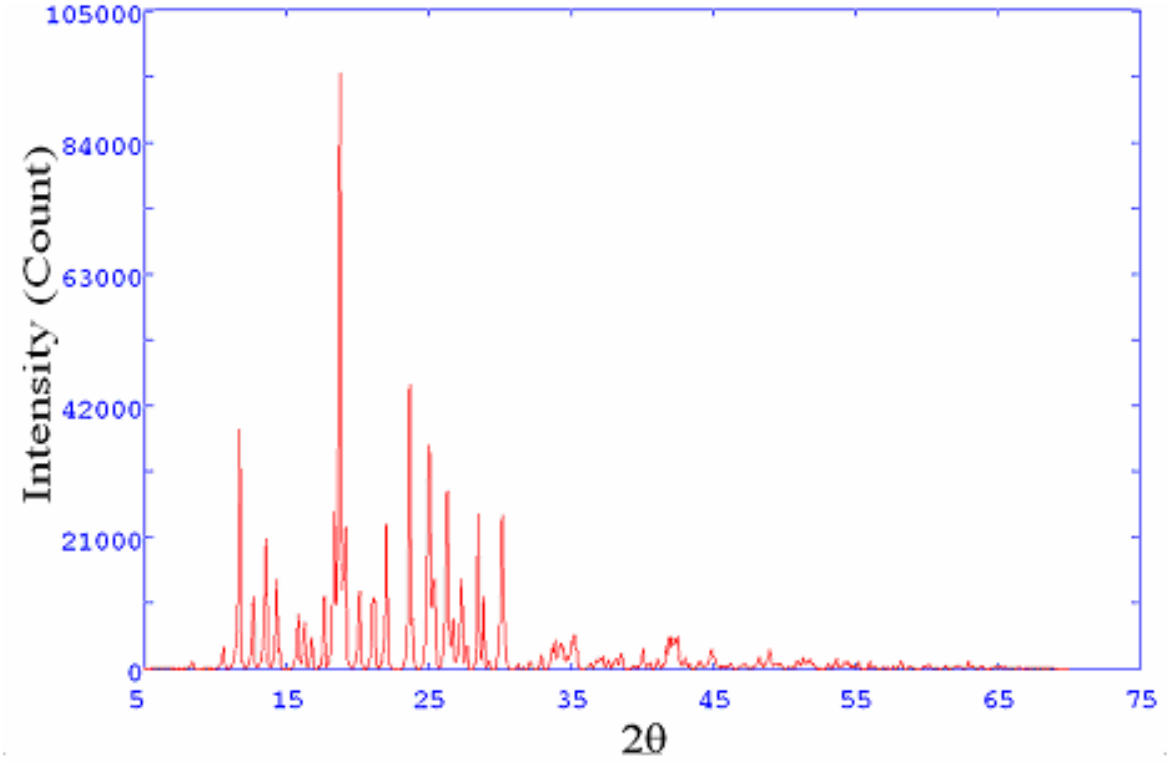
(a)



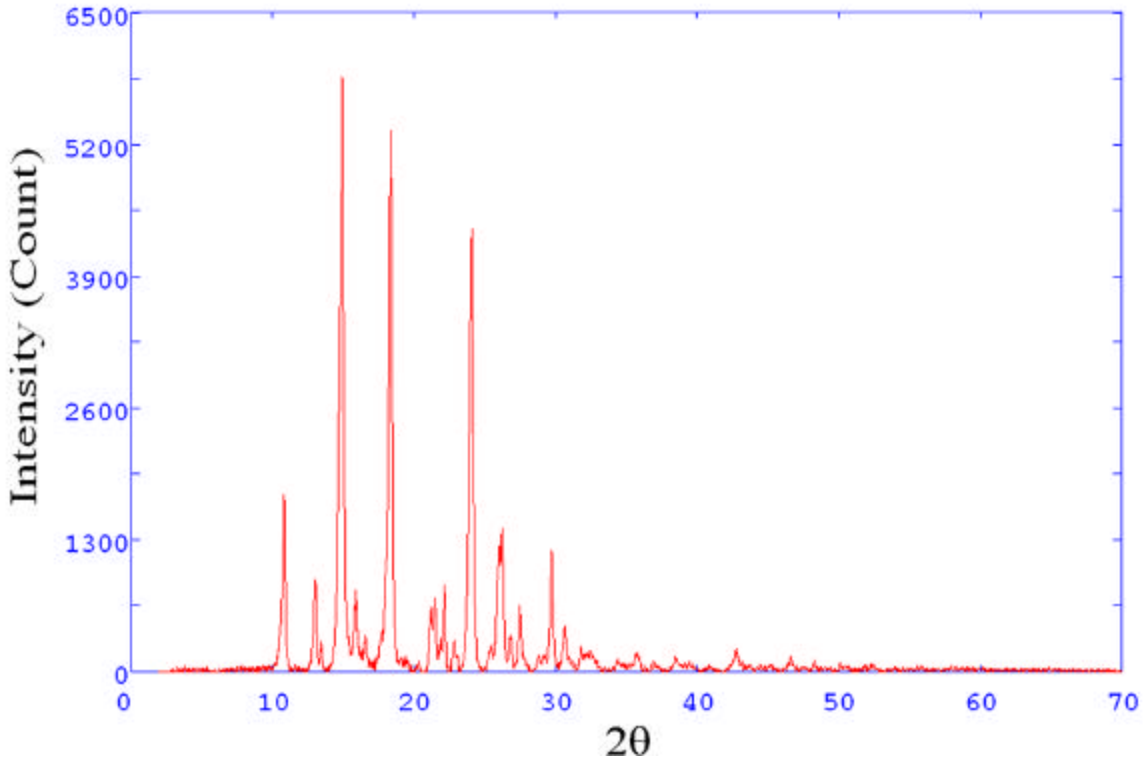
(b)


60000
48000
36000
24000
12000
0
Intensity (Count)
0
10
20
30
40
50
60
70
80
2θ

(c)

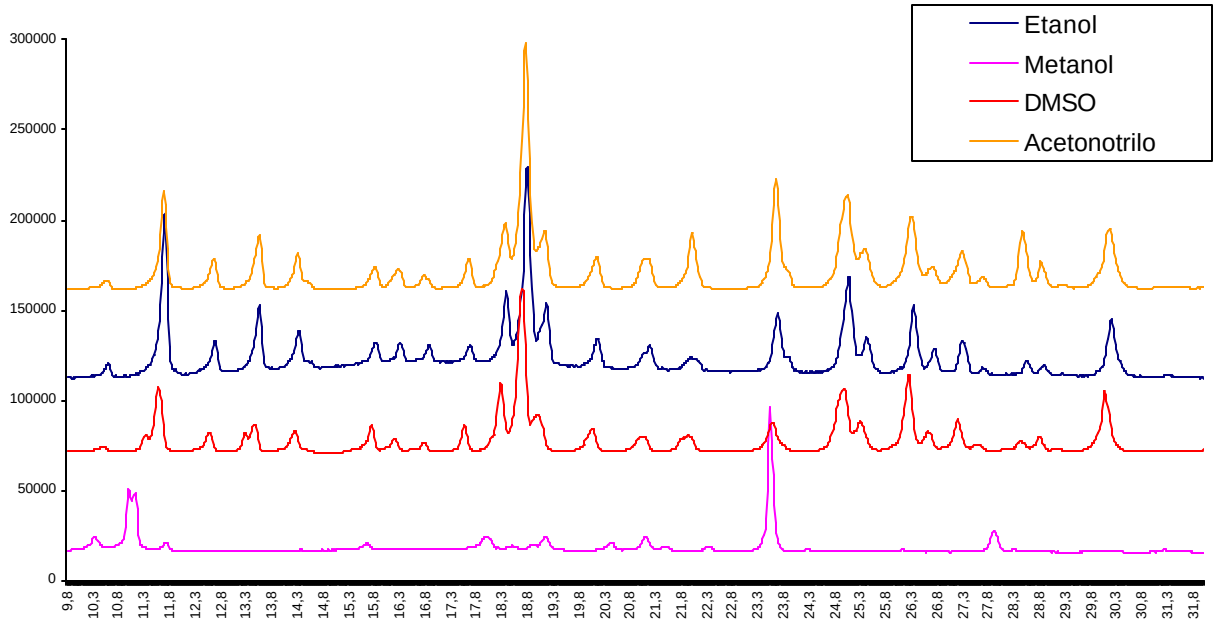

105000
84000
63000
42000
21000
0
Intensity (Count)
5
15
25
35
45
55
65
75
2θ

(d)



Para facilitar la comparación de los cuatro perfiles y detectar algunas diferencias entre ellos, en la Figura 31 se muestra la superposición de cada uno de los perfiles.

Figura 31. Superposición de los perfiles obtenidos por DRX de polvo.



Mediante el análisis de cada uno de los perfiles de difracción se puede observar que el ordenamiento molecular del compuesto w-14 con etanol, DMSO y acetonitrilo es el mismo. La anterior afirmación se basa en que el perfil de difracción es la huella digital de cada arreglo particular de las moléculas de un mismo compuesto.

Por el contrario, el perfil de difracción de w-14 obtenido en metanol presenta diferencias en las posiciones de los máximos de difracción (huella digital diferente) con respecto a los otros perfiles, indicando con esto, que las condiciones establecidas favorecen un nuevo ordenamiento de las moléculas de w-14 con el solvente metanol. En otras palabras, se ha obtenido una nueva forma cristalina polimórfica de w-14.

El proceso de indexar las reflexiones de cada una de los perfiles, proporcionó una idea más precisa de las constantes de la celda unidad, sistema cristalino y el grupo espacial al cual pertenece cada una de las muestras cristalizadas.

Los resultados obtenidos del indexado con ayuda de los programas DICVOL04 y TREOR90 para cada una de las muestras cristalizadas se presentan en la Tabla 13.

Tabla 13. Resultados obtenidos del indexado.

Parámetros	Etanol		DMSO		Acetonitrilo		Metanol	
	Dicvol04	**Treor90**	**Dicvol04**	**Treor90**	**Dicvol04**	**Treor90**	**Dicvol04**	**Treor90**
a	10.6959(5)	10.7053(2)	10.7243(7)	10.7484(2)	10.7087(5)	10.7102(2)	13.6912(9)	13.6945(8)
b	10.8671(4)	10.8742(2)	10.8872(6)	10.9289(9)	10.8611(4)	10.8870(7)	6.3539(5)	6.3541(5)
c	13.3076(4)	13.3108(3)	13.3425(8)	13.4024(3)	13.2887(7)	13.3654(9)	16.4781(1)	16.4796(1)
b	101.170(4)	101.114(2)	100.984(5)	100.944(1)	101.153(4)	101.159(5)	97.200(3)	97.203(5)
Volumen	1517.77	1520.47	1529.30	1545.72	1516.40	1528.98	1422.16	1422.68
$M_{(N)}$	28.6	36.0	14.8	12.0	20.3	17.0	12.2	13.0
$F_{(N)}$	64.8(.0070, 45)	79.0(.0054, 47)	32.0(.0130, 47)	26.0(.0173, 46)	49.6(.0104, 37)	38.0(.0144, 37)	26.0(.0150, 48)	30.0(.0144, 47)

Comparando los datos de salida del indexado después de utilizar los dos programas (Anexo C), se corrobora la presencia de una nueva forma cristalina polimórfica de w-14 la cual fue obtenida a partir de la cristalización en metanol y se evidencia por la diferencia en el valor de las constantes de la celda unidad.

En la Tabla 14 se presenta una compilación de los resultados obtenidos en los estudios por difractometría de cuatro círculos, indexado utilizando el programa especializado Dicvol04 y refinamiento de las constantes de la celda unidad mediante el uso del programa NBS.

Tabla 14. Resultados obtenidos mediante DRX de muestras policristalinas.

Parámetro de celda	Muestra recristalizada w-14											
	Etanol			Metanol			Acetonitrilo			Dimetilsulfóxido		
	Difracto	Dicvol04	NBS	Difracto	Dicvol04	NBS	Difracto	Dicvol04	NBS	Difracto	Dicvol04	NBS
a	10.6097(5)	10.6956(5)	10.7047(2)	-	13.6912(9)	13.6878(3)	-	10.7087(5)	10.7301(2)	-	10.7243(7)	10.7848(2)
b	10.8356(5)	10.8671(4)	10.8716(2)	-	6.3539(5)	6.3614(2)	-	10.8611(4)	10.8810(3)	-	10.8872(6)	10.9194(2)
c	13.2278(6)	13.3076(4)	13.3076(3)	-	16.4781(1)	16.4928(4)	-	13.2887(7)	13.3485(3)	-	13.3425(8)	13.3632(2)
b	101.085	101.170(4)	101.081(2)	-	97.20(3)	97.1999(2)	-	101.153(4)	101.219(2)	-	100.984(5)	100.919(2)
V	1492.33	1517.77	1519.82	-	1422.16	1424.75	-	1516.40	1528.7120	-	1529.30	1545.2090
Z	4			4			4			4		
Grupo Esp.	$P2_1/c$ [No. 14] Sistema monoclínico.			$P2_1/a$ [No. 14] Extención del grupo espacial $P2_1/c$. Sistema monclínico.			$P2_1/c$ [No. 14] Sistema monoclínico.			$P2_1/c$ [No. 14] Sistema monoclínico.		
M(20)	-	28.6	36.5	-	12.2	18.2	-	20.3	20.0	-	14.8	22.4
F(20)	-	64.8(.0070,45)	65.8(.009)	-	26.0(.0150,48)	31.7(.014)	-	49.6(.0104,37)	34.6(.014)	-	32.0(.0130,47)	29.2(.022)
Dm	1.186			1.163			1.189			1.192		

4.4 Análisis termogravimétrico.

La información suministrada por el análisis termogravimétrico corresponde a las temperaturas de descomposición de los materiales estudiados. Esta información se reporta en la Tabla 15. Debido a que en la cercanía de los puntos de ebullición de cada solvente utilizado en la cristalización no se registra pérdida de peso, se puede asegurar que las dos formas cristalinas polimórficas del w-14 no presentan solvatación.

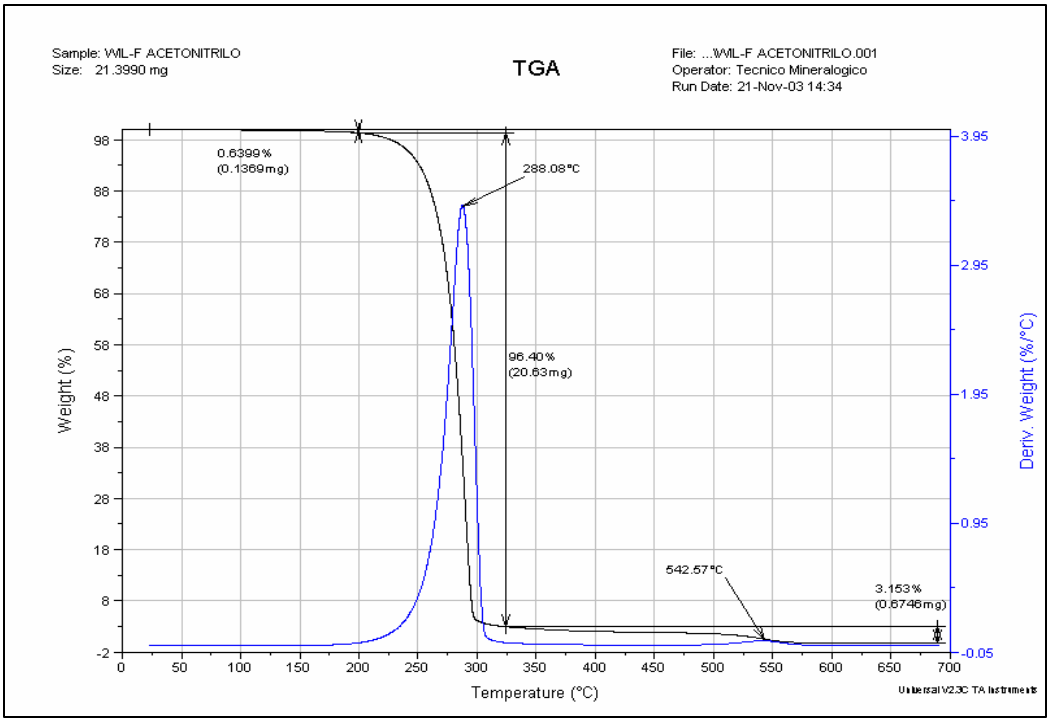
Tabla 15. Temperaturas de descomposición de las muestras cristalizadas.

Muestra recristalizada	**Temperatura máxima de descomposición**	**Puntos de Ebullición del solvente**
Etanol	247.18°C	78°C
Dimetilsulfóxido	278.00°C	189°C
Acetonitrilo	289.08°C	81°C
Metanol	283.54°C	65°C

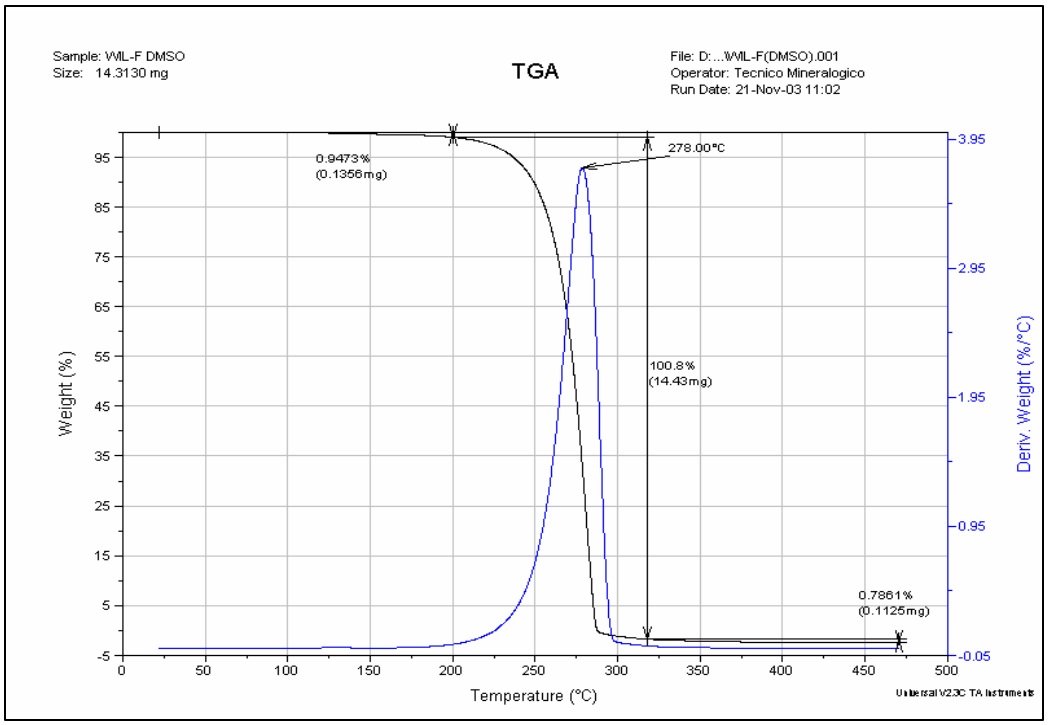
En la Figura 32, se pueden apreciar los termogramas de las diferentes muestras cristalizadas.

Figura 32. Termogramas. (a) w-14 acetonitrilo, (b) w-14 dimetilsulfóxido, (c) w-14 metanol y (d) w-14 etanol.

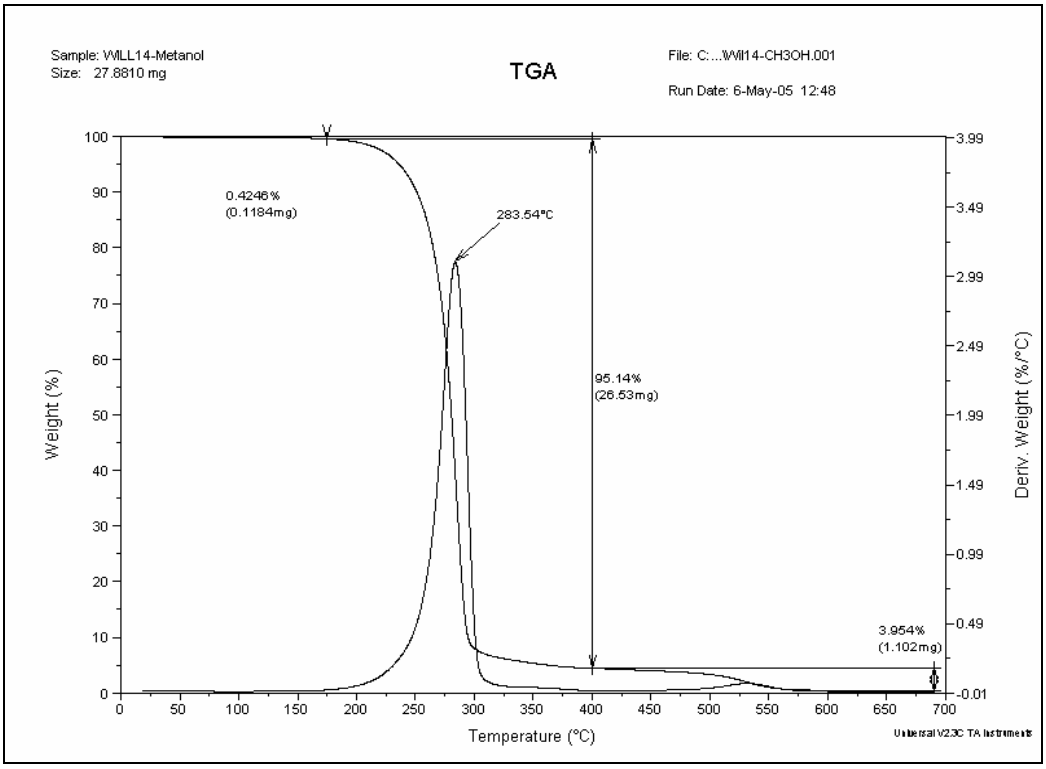
(a)



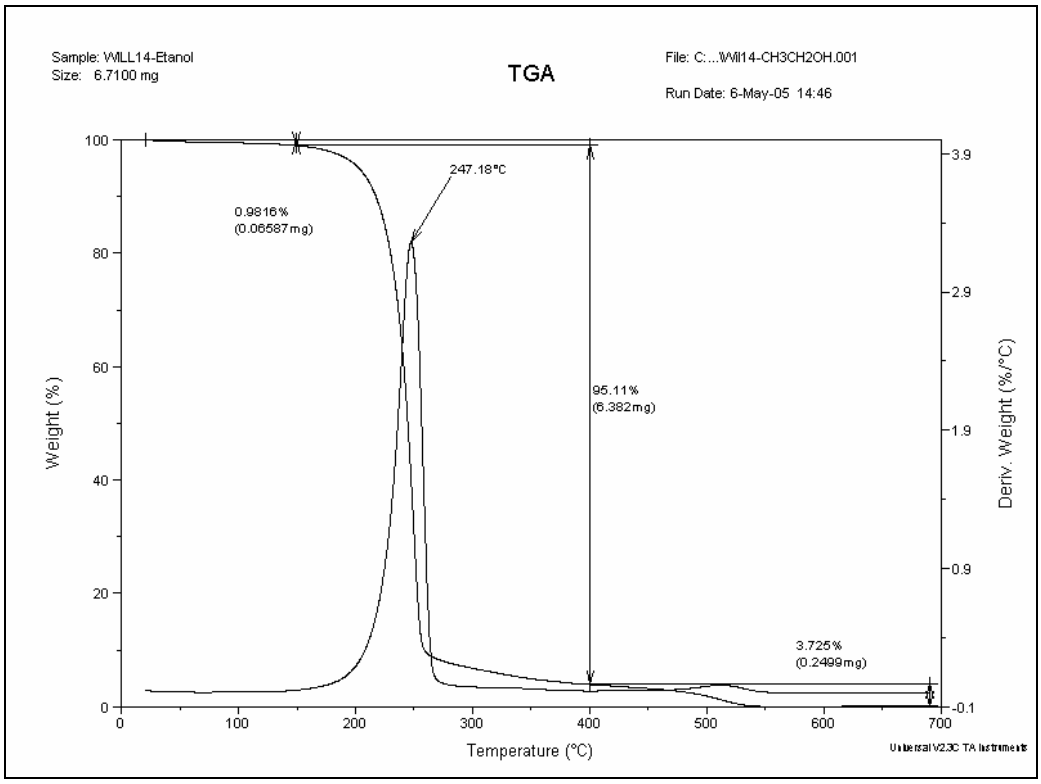
(b)



(c)


Sample: WILL14-Metanol
Size: 27.8810 mg
TGA
File: C:...\Wil14-CH3OH.001
Run Date: 6-May-05 12:48
0.4246%
(0.1184mg)
283.54°C
95.14%
(26.53mg)
3.954%
(1.102mg)
Weight (%)
Deriv. Weight (%/°C)
Temperature (°C)
Universal V2.3C TA Instruments

(d)


Sample: WILL14-Etanol
Size: 6.7100 mg
TGA
File: C:...\Wil14-CH3CH2OH.001
Run Date: 6-May-05 14:46
247.18°C
0.9816%
(0.06587mg)
95.11%
(6.382mg)
3.725%
(0.2499mg)
Weight (%)
Deriv. Weight (%/°C)
Temperature (°C)
Universal V2.3C TA Instruments

5. CONCLUSIONES

- En el presente trabajo de investigación se lograron obtener dos formas cristalinas polimórficas de w-14. Una de ellas cristaliza en el grupo espacial P21/a con parámetros de celda *a* = 13.6878, *b* = 6.3614, *c* = 16.4928 y β = 97.1999 y otra forma cristalina con grupo espacial P21/c con parámetros de celda *a* = 10.6097, *b* = 10.8356, *c* = 13.2278 y β = 101.085.

- Mediante la cristalización con los solventes etanol, DMSO y acetonitrilo a evaporación lenta cumpliendo la condición termodinámica, se obtuvo la misma forma cristalina polimórfica.

- Con el solvente metanol bajo la misma condición termodinámica (evaporación lenta), se obtuvo una nueva forma cristalina polimórfica.

- La difracción de rayos-X de muestras policristalinas es la técnica más adecuada para la identificación de nuevas formas cristalinas polimórficas.

- La Difractometría de rayos-X de monocristal es una técnica apropiada para la caracterización estructural de polimórfos ya que nos suministra información sobre los ángulos de torsión, las longitudes y ángulos de enlace e interacciones intra e intermoleculares. Lo importante es lograr obtener un monocristal con las características apropiadas para su medida.

- Los parámetros cristalográficos obtenidos por las diferentes técnicas de difracción son muy similares.

- El análisis termogravimetrico claramente muestra que el solvente no se encuentra formando parte de la estructura cristaliana, por lo tanto, las formas cristalinas polimorficas no se encuentran solvatadas.

6. RECOMENDACIONES

- Continuar la investigación con nuevas condiciones termodinámicas, tales como otras velocidades de evaporación del solvente, velocidades de agitación y temperaturas.

- Contar con la suficiente cantidad de muestra para la realización de una caracterización más completa.

- Realizar el estudio, utilizando mezclas de solventes de carácter polares y no polares.

- Realizar análisis térmicos conjuntos, TGA y DSC, ya que darían gran información sobre la naturaleza de la desolvatación, incluyendo calor de desolvatación y transformaciones subsequentes.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

BERNSTEIN, J. Polymorphism in Molecular Crystals. Oxford University press. New York. (2002).

BOERRIGTER, S. M. X., van den HOOGENHOF, C. J. M., MEEKES, H., VERWER, P., and BENNEMA, P. Pseudomorphic crystal growth of the model steroid methyl analogue of norethindrone. *J. Phys. Chem. B.* 2002. 106, p13224-13230.

BOTEZ, C. E., SURYANARAYANAN, R., NUNES, C. and STEPHENS, P. W. Crystal structure of anhydrous d-*D*-mannitol. *Powder diffraction*. 2003. Vol. 18. 3. p214-218.

BROWN F. C. "4-Thiazolidinones", *Chem. Rev.,* 1961, 61, p463-521.

BYRN, Stephen, PFEIFFER, Ralph and STOWELL, Joseph. Solid State Chemistry of drugs. 2ed. SSCI Inc. 2000.

Cambridge Structural Database: a quarter of a million crystal structures and rising. F. H. Allen, *Acta Crystallogr.*, **B58**, 380-388,2002.

CHAWLA, Garima and BANSAL, Arvind. Challenges in polymorphism of pharmaceuticals. National institute of pharmaceutical Education and research. 2004. CRIPS. Vol. 1. 1.

CORNELIUS, H. S. Jr. Y CORNELIS, K. Manual de mineralogía de Dana, Reverté S.A., John Wiley & Sons. N.Y., 1985. p124-126.

DEFFET, L. Repertoire des composes organique Polymorphes. Editions Desoer, Liége. 1942.

DONG, C. “PowderX windows-95- based program for X-ray diffraction data processing”. *J. Appl. Cryst*. 32, 1998, p838.

GROTH. P. H. R. Chemische Kristallographie. [Chemical crystallography] W. Engelemann, Leipzig. Vol. 1-5. p1906-1919.

JENKINS, R and SNYDER, R. L. X-ray powder diffractometry, John Wiley & Sons, Inc. New York, Vol. 138. 1996. p246-254.

KUHNERT-BRANDSTÄTTER, M. Thermomicroscopy in the analysis of pharmaceuticals. In *International series of monographs in analytical chemistry*, Vol. 45 (ed. R. Belcher and M. Freiser). Pergamon, Oxford. 1971.

LADD, M. F. C. and PALMER, R. A. Structure determination by X-Ray crystallography. 2ed. Plenum Press. New York. 1994. p138-148.

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/*

LAIRD, Trevor. Special feature section: polymorphism and crystallization. *Organic process research & development.* 2003. 7, 957.

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.

LLORENTE, Miguel Ángel y HARTA Arturo. Técnicas de caracterización de polímeros. Ciencias químicas Universidad Nacional de educación a distancia. Madrid. 1ed. 1991.

McCRONE, W.C. Polymorphism. In physic and chemistry of the organic solid state, Vol. 2. 1965. D. Fox, M. M. Labes and A. Weissemberg ed. Wiley Interscience, New York. p725-67

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.

MEI, Xuefeng and WOLF, Christian. Formation of new polymorphs of acridine using dicarboxylic acids as crystallization templates in solution. Crystal growth and design. 2004. Vol 4, No. 6. p1099-1103.

MIGUELL, A. D., HUBBARD, C. R. and STALICK, J. K. (1991). "*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).

MITSCHERLICH, E. Considering the materials which can crystallize in two different crystal forms. 1822-1823. *Abl. Akad. Berlin,* 43-8.

NEWCOME, G.R; Nayak, A. "Thiazolidin-4-ones", *Adv. Heterocycl. Chem.,* 1979. 25, p83-112.

NIST (2003). *NIST crystal data:* US National Institute of Standards and Techonology. Gaithersburg, Maryland (http://www.nist.gov/srd/chemandcryst.htm)

PDF-2. International centre for diffraction data. Newton square corporate campus, 12 campus boulevard, newton square, Pensylvania 19073 - 3273, USA.

PINILLA, J. A. Caracterización por difracción de rayos-X de las especies tíofenicas presentes en aceite liviano de ciclo (ALC) del crudo Orito (Colombia), Tesis de grado, Facultad de Ciencias, Escuela de Química, UIS, Bucaramanga-Colombia, 2000.

POLONIO, B.J. Métodos de Difracción de Rayos X; Principios y aplicaciones. Ediciones Pirámide S.A. Madrid (1981).

POSTEK, M. Scanning electron microscopy and student's handbook. Burlington, Ve. Ladd Research Industries.1980.

RODGERS, R. D. Polymorphism in crystals – A special issue of crystal growth & design. *Crystal growth & design*. 2004. 4, p1085.

RODRIGUEZ, W. E. Uso de los N-ariliden-α-naftilaminas. Síntesis de N-[1-(α-naftil)-3-butenil]-N-arilaminas y derivados de 3-aril-2-(α-naftil)-1,3-tiazolidin-4-onas, en búsqueda de compuestos heterociclicos con actividad antifungica, Tesis de grado, Facultad de Ciencias, Escuela de Química, UIS, Bucaramanga-Colombia, 2002.

ROSENSTEIN, S. and LAMY, P. P. Polymorphism. *Am. J. Hos. Pharm.,* 1969. 26, p598-601.

SHETH, A. M., BATES, S., MULLER, F. X. and GRANT, D. J. Polymorphism in pyroxicam. Crystal Growth and design. 2004. Vol. 4, No. 6. p1091-1098.

SKOOG, M., HOLLER, F.J., NIEMAN, T. Análisis instrumental. 5ed. Mc Graw Hill. Barcelona. 2001. p291-316.

STOICA, C., VERWER, P., MEEKES, H., van HOOF, 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.

STOUT, G.H. and JENSEN, L.H. X-Ray structure Determination. 2ed. Jhon Wiley & Sons (intersciencie), New York. (1989).

KOUZNETSOV, V.V., VARGAS, L., ÖCAL, N. YOLAÇAN, Ç. KABAN, S. *J. Heterocyclic Chem*., 38, p233-236. 2001.

WANG, Xing, STEWARD, Celia, and KIRWAN, D. J. Low Molecular Weight Poly (ethylene glycol) as an Environmentally Benign Solvent for pharmaceutical crystallization and precipitation. *Crystal growth & design*. 2004. 5, p85-92.

WERNER, Per Erick. Treor90 program, Dept. of Structure Chemistry Arrhenius Laboratory University of Stockholm Sweden. (1990).

LISTADO DE ANEXOS

Anexo A. Lecturas complementarias recomendadas.

MIURA, H., USHIO, T., NAGAI, K., FUJIMOTO, D., LEPP Z., TAKAHASHI, H., and TAMURA, R. Crystallization of a desired metaestable polymorph by pseudaseeding, crystal structure solution from its powder X-ray diffraction data, and confirmation of polymorphic transition. *Crystal growth & design*. 2003. 3, p959-965.

PARK, K., EVANS, J. M., and MYERSON, S. Determination of solubility of polymorphs using differential scanning calorimetry. *Crystal growth & design*. 2003. 3, p991-995.

YU, Lian. Nucleation of One Polymorph by Another. *J. AM. CHEM. SOC*. 2003, 125, 6380-6381.

BLAGDEN, Nicholas and DAVEY, Roger J. Polymorph Selection: Challenges for the Future?. *Crystal growth & design*. 2003. 3, p873-885.

SEDDON, Kenneth R. *Pseudo*polymorph: A Polemic. *Crystal growth & design*. 2004. 4, p1087.

MADRAS, Giridhar. Growth and Ripening Kinetics of Crystalline Polymorphs. *Crystal growth & design*. 2003. 3, p981-990.

VEESLER, S., FERTÈ, N., COSTES, M. S., CZJZEK, M. and ASTIER, J. P. Temperature and pH Effect on the Polymorphism of Aprotinin (BPTI) in Sodium Bromide Solutions. *Crystal growth & design*. 2004. 4, p1137-1141.

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

(A5ZA) w-14 Etanol

2Theta	d (A)	Height	Area	FWHM
8,414	10,51992	278,3	2225,8	0,1600
10,573	8,36031	543,1	4324,4	0,1600
11,705	7,55412	8855,3	52735,6	0,1200
12,674	6,97865	1328,0	10588,5	0,1600
13,544	6,53236	2828,0	22586,5	0,1600
14,313	6,18328	1650,8	14786,0	0,1800
14,528	6,09203	300,3	1289,4	0,1000
15,805	5,60261	1063,8	9429,0	0,1800
16,289	5,43716	923,1	7315,0	0,1600
16,855	5,25595	826,8	6599,6	0,1600
17,651	5,02068	822,8	7358,0	0,1800
18,368	4,82626	3323,0	26451,2	0,1600
18,788	4,71934	11071,7	65776,6	0,1200
19,139	4,63356	2843,2	22067,6	0,1600
20,140	4,40541	1356,9	10855,5	0,1600
20,921	4,24270	687,0	10891,7	0,2800
21,164	4,19455	1098,6	15159,0	0,2800
21,988	4,03910	640,5	9382,7	0,3000
21,958	4,04463	646,0	8507,7	0,3000
23,669	3,75599	2801,5	22238,1	0,1600
23,865	3,72553	743,6	3225,8	0,1000
25,050	3,55193	4709,5	46743,8	0,2000
25,410	3,50239	1674,3	13301,0	0,1600
26,331	3,38194	3261,7	25860,8	0,1600
26,722	3,33345	1141,4	9129,2	0,1600
27,287	3,26568	1649,8	14793,1	0,1800
27,686	3,21950	279,2	2458,4	0,1800
28,531	3,12597	690,8	4797,1	0,1400
28,867	3,09037	453,0	4028,7	0,1800
30,186	2,95833	2844,9	22695,2	0,1600
32,205	2,77730	120,9	940,0	0,1600
32,929	2,71789	141,6	1123,2	0,1600
33,680	2,65893	214,0	1445,8	0,1400
33,866	2,64481	206,5	1219,7	0,1200
34,257	2,61545	283,9	2163,9	0,1600
34,473	2,59960	328,4	2521,6	0,1600
34,741	2,58015	138,1	828,4	0,1200
35,030	2,55949	455,9	4082,3	0,1800
35,341	2,53767	309,7	3262,0	0,2200
36,802	2,44021	112,7	901,2	0,1600
37,075	2,42288	139,1	1100,6	0,1600
38,210	2,35347	156,6	1243,2	0,1600
38,583	2,33160	136,9	1205,2	0,1800
40,095	2,24710	189,9	1704,5	0,1800
41,940	2,15239	228,7	3201,9	0,2800
42,119	2,14364	248,4	1241,8	0,1000
42,334	2,13328	412,3	2853,1	0,1400
42,400	2,13013	321,0	2077,6	0,1400
44,893	2,01744	206,0	2260,5	0,2200
45,115	2,00802	131,8	920,8	0,1400
49,008	1,85724	243,3	1677,1	0,1400
53,675	1,70624	133,8	1067,6	0,1600

(A6ZS) w-14 Dimetilsulfóxido

2Theta	d (A)	Height	Area	FWHM
8,320	10,61854	1031,6	6189,7	0,1200
10,491	8,42525	1863,8	12887,5	0,1400
11,318	7,81185	5114,3	24463,5	0,1000
11,572	7,64107	20160,1	179759,5	0,1800
12,294	7,19398	924,5	4151,4	0,1000
12,567	7,03815	6199,5	42524,9	0,1400
13,262	6,67051	5923,0	29585,8	0,1000
13,453	6,57657	8858,1	70478,1	0,1600
14,237	6,21613	6974,7	48760,5	0,1400
14,414	6,14002	1177,0	5463,1	0,1000
15,416	5,74311	1187,7	6972,7	0,1200
15,733	5,62829	8512,1	59009,2	0,1400
16,062	5,51370	1588,6	5807,9	0,0800
16,189	5,47048	4090,8	32358,1	0,1600
16,568	5,34621	888,1	5004,5	0,1200
16,760	5,28559	3159,1	18954,2	0,1200
17,548	5,05001	8915,3	61709,5	0,1400
18,092	4,89933	4800,8	16720,1	0,0800
18,256	4,85575	22371,0	133774,9	0,1200
18,671	4,74853	52404,1	416753,9	0,1600
18,945	4,68046	11155,1	129601,2	0,2400
18,992	4,66901	11490,4	121895,5	0,2400
19,796	4,48116	1276,2	4333,5	0,0800
20,041	4,42704	7579,1	57973,0	0,1600
20,981	4,23073	4689,9	27213,1	0,1200
21,070	4,21301	4411,8	24788,7	0,1200
21,806	4,07249	4424,6	25337,6	0,1200
21,933	4,04925	5213,6	46749,4	0,1800
23,569	3,77178	9302,6	83073,0	0,1800
23,850	3,72791	2186,8	10867,7	0,1000
24,810	3,58582	15282,7	79080,3	0,1000
24,964	3,56399	20221,1	138741,1	0,1400
25,286	3,51931	9833,3	67658,6	0,1400
25,934	3,43288	1910,0	6718,7	0,0800
26,234	3,39426	26368,4	183578,2	0,1400
26,613	3,34677	6530,8	45488,4	0,1400
26,928	3,30833	1131,3	5625,8	0,1000
27,194	3,27658	10541,7	73436,4	0,1400
27,559	3,23407	2092,7	22656,9	0,2200
28,102	3,17275	701,1	3502,7	0,1000
28,413	3,13874	3360,8	23400,2	0,1400
28,793	3,09817	5198,4	30888,8	0,1200
29,172	3,05873	719,0	4275,3	0,1200
30,067	2,96977	22526,1	134117,0	0,1200
30,289	2,94847	2141,8	6647,2	0,0800
32,028	2,79222	733,0	4361,9	0,1200
32,095	2,78659	631,6	2810,7	0,1000
32,807	2,72769	895,1	8175,5	0,2000
33,555	2,66854	1768,1	10424,1	0,1200
33,737	2,65462	2533,5	15176,4	0,1200
34,165	2,62231	5298,9	31645,6	0,1200
34,307	2,61177	3540,0	13881,7	0,0800
34,517	2,59638	2101,5	12303,9	0,1200
34,965	2,56414	4754,2	28454,2	0,1200
35,114	2,55358	3054,2	27425,9	0,1800
34,444	2,60172	4132,0	23134,2	0,1800
36,693	2,44721	1172,2	8040,0	0,1400
36,880	2,43523	1315,3	12495,6	0,2000
36,955	2,43050	1249,2	11724,1	0,2000
37,125	2,41976	923,8	5387,9	0,1200
37,540	2,39394	947,8	6634,9	0,1400
38,081	2,36117	1714,5	10285,2	0,1200
38,454	2,33911	1584,6	12617,6	0,1600
39,976	2,25348	1215,1	9706,1	0,1600
40,387	2,23152	688,0	6131,4	0,1800
40,974	2,20090	1638,2	9551,6	0,1200
41,367	2,18087	741,0	6814,1	0,2000
41,466	2,17590	907,5	9040,2	0,2000
41,644	2,16703	1431,1	5359,3	0,0800
41,745	2,16199	3159,1	18873,9	0,1200
42,068	2,14613	2974,4	17716,6	0,1200
42,238	2,13791	3241,4	19437,2	0,1200
42,420	2,12917	2695,6	13477,2	0,1000
42,805	2,11087	691,5	2529,6	0,0800

42,936	2,10475	1428,7	8549,8	0,1200
43,970	2,05761	749,2	4446,3	0,1200
44,045	2,05430	617,0	2759,3	0,1000
44,852	2,01920	2146,9	14966,9	0,1400
45,020	2,01205	1265,7	6023,2	0,1000
46,129	1,96622	970,1	6677,0	0,1400
48,672	1,86926	946,2	6576,1	0,1400
48,859	1,86254	1423,9	8542,9	0,1200
49,439	1,84205	793,6	4761,1	0,1200
49,631	1,83536	579,1	3440,0	0,1200
50,878	1,79327	1796,0	12565,5	0,1400
51,333	1,77843	1718,4	11928,8	0,1400
51,710	1,76635	1094,7	8678,0	0,1600
53,011	1,72604	635,6	4418,4	0,1400
53,603	1,70835	1930,7	13494,1	0,1400
53,844	1,70126	622,9	3727,9	0,1200
54,079	1,69443	910,3	6183,8	0,1400
55,933	1,64260	2009,7	11889,1	0,1200
57,633	1,59811	619,7	4300,7	0,1400
58,057	1,58744	749,0	4487,9	0,1200
62,689	1,48083	617,6	4274,7	0,1400
65,030	1,43305	893,9	6157,0	0,1400

(A7DU) w-14 Acetonitrilo

2Theta	d (A)	Height	Area	FWHM
8,364	10,56264	1139,5	8659,8	0,1600
10,561	8,37025	3393,9	25911,0	0,1600
11,679	7,57125	38145,5	228816,4	0,1200
12,657	6,98836	11384,7	90967,9	0,1600
13,552	6,52884	21026,6	145373,4	0,1400
14,296	6,19051	14244,6	85220,4	0,1200
14,478	6,11312	3260,4	18281,7	0,1200
15,803	5,60352	8746,4	58893,8	0,1400
16,168	5,47780	5286,0	17243,1	0,0800
16,263	5,44592	7569,3	50852,1	0,1400
16,749	5,28903	5188,8	30749,2	0,1200
16,824	5,26555	3646,1	13064,3	0,0800
17,639	5,02408	11747,5	82219,6	0,1400
18,343	4,83280	25136,0	175806,9	0,1400
18,745	4,73002	95384,8	761148,4	0,1600
19,115	4,63921	22764,6	136186,8	0,1200
20,132	4,40723	12357,9	85792,9	0,1400
21,043	4,21849	11140,6	64855,9	0,1200
21,152	4,19700	11239,2	74315,8	0,1400
21,996	4,03766	23213,6	138934,3	0,1200
23,636	3,76119	45375,9	316816,8	0,1400
23,837	3,72991	8055,6	37468,5	0,1000
25,005	3,55832	35981,9	426447,4	0,2400
25,163	3,53631	12073,6	136648,3	0,2000
25,388	3,50538	14820,6	147341,6	0,2000
26,277	3,38881	28816,0	259206,5	0,1800
26,686	3,33783	8535,5	67338,6	0,1600
27,118	3,28561	6107,7	20641,7	0,0800
27,279	3,26657	14787,6	112880,1	0,1600
27,674	3,22086	4187,6	33332,2	0,1600
28,449	3,13487	25446,5	175467,6	0,1400
28,823	3,09496	11829,0	70755,8	0,1200
29,219	3,05400	1577,5	12617,3	0,1600
30,149	2,96180	24888,5	173198,5	0,1400
32,148	2,78209	1181,0	10607,9	0,1800
32,904	2,71984	2279,8	15893,4	0,1400
33,661	2,66045	3335,9	26687,1	0,1600
33,859	2,64533	4676,9	28053,2	0,1200
34,128	2,62507	3509,9	16394,9	0,1000
34,231	2,61743	4173,1	20791,2	0,1000
34,434	2,60245	3472,2	19632,6	0,1200
34,726	2,58125	1940,2	11437,1	0,1200
35,035	2,55917	4392,2	25950,3	0,1200
35,228	2,54559	5440,9	26856,4	0,1000
35,372	2,53553	3226,9	14794,5	0,1000
36,794	2,44073	1504,3	11994,9	0,1600
37,003	2,42742	1889,3	15087,2	0,1600
37,221	2,41371	1976,2	9878,3	0,1000
37,622	2,38891	1380,2	13300,2	0,2000
38,166	2,35613	1683,1	18095,4	0,2200
38,524	2,33501	2347,9	23188,3	0,2000
40,046	2,24975	3257,4	22723,6	0,1400
40,518	2,22461	1063,4	8379,1	0,1600
41,041	2,19744	1564,2	13570,4	0,1800
41,662	2,16613	3760,9	22553,2	0,1200
41,896	2,15454	5294,9	26420,9	0,1000
42,066	2,14622	5082,3	30437,3	0,1200
42,289	2,13543	4868,1	29114,9	0,1200
42,482	2,12619	5117,1	29682,7	0,1200
42,980	2,10268	1727,8	13823,0	0,1600
44,046	2,05423	1232,1	8585,1	0,1400
44,869	2,01845	3023,8	21018,8	0,1400
45,039	2,01123	1652,4	9284,1	0,1200
48,214	1,88594	1829,9	10951,1	0,1200
48,917	1,86047	3076,0	18429,8	0,1200
50,894	1,79273	1288,8	8979,9	0,1400
51,265	1,78063	1827,1	10888,2	0,1200
51,791	1,76377	1465,3	14527,5	0,2000
53,655	1,70683	1629,4	11361,6	0,1400
54,176	1,69163	1151,3	8973,8	0,1600
54,453	1,68368	1151,8	10325,0	0,1800
55,185	1,66307	1133,3	6777,0	0,1200
55,955	1,64198	1233,4	7347,2	0,1200
58,184	1,58427	1346,7	9084,3	0,1400

(A9IA) w-14 Metanol

2Theta	d (A)	Height	Area	FWHM
10,815	8,17380	1653,1	16506,5	0,2000
11,124	7,94727	73,1	233,7	0,0800
13,026	6,79101	874,1	7764,8	0,1800
13,442	6,58183	258,7	2528,7	0,2000
14,519	6,09591	2247,2	18199,8	0,1200
14,926	5,93040	5768,5	57261,1	0,2000
15,421	5,74137	309,8	1204,7	0,0800
15,894	5,57167	740,5	7334,1	0,2000
16,218	5,46078	198,8	768,3	0,0800
16,565	5,34739	357,9	2830,4	0,1600
16,926	5,23390	113,4	551,2	0,1000
17,004	5,21009	102,4	425,6	0,0800
17,179	5,15751	99,9	383,1	0,0800
17,718	5,00175	373,7	4027,9	0,2200
18,986	4,67047	1655,2	7053,7	0,1400
18,355	4,82971	5246,0	52379,3	0,2000
18,988	4,67011	128,2	495,6	0,0800
19,089	4,64560	149,8	1043,0	0,1400
19,344	4,58497	107,5	421,6	0,0800
19,449	4,56028	118,5	1300,1	0,2200
19,334	4,58715	127,4	1102,8	0,2200
20,322	4,36635	103,7	725,4	0,1400
21,200	4,18745	640,6	5765,3	0,1800
21,469	4,13565	723,6	6895,3	0,2000
21,876	4,05958	294,0	1738,7	0,1200
22,146	4,01072	827,0	7332,9	0,1800
22,823	3,89335	310,4	2793,2	0,1800
23,035	3,85789	166,0	951,2	0,1200
23,388	3,80041	66,5	318,2	0,1000
24,071	3,69413	4256,2	53738,9	0,2600
25,268	3,52177	156,8	1149,8	0,1600
25,432	3,49947	204,5	1824,2	0,1800
26,290	3,38724	1488,5	10597,4	0,2400
26,018	3,42191	1188,7	14264,0	0,2400
26,217	3,39646	1368,1	12068,6	0,1800
26,807	3,32298	334,1	3652,7	0,2200
27,212	3,27451	81,1	390,6	0,1000
27,474	3,24383	607,5	5456,0	0,1800
27,835	3,20260	116,6	544,3	0,1000
28,804	3,09697	143,1	1143,0	0,1600
29,208	3,05513	156,6	1719,0	0,2200
29,719	3,00373	1179,2	11790,4	0,2000
30,156	2,96120	60,8	242,7	0,0800
30,331	2,94443	77,7	386,1	0,1000
30,431	2,93499	210,7	915,7	0,0800
30,653	2,91427	411,3	4100,8	0,2000
30,926	2,88920	135,0	667,0	0,1000
31,150	2,86891	81,9	489,4	0,1200
31,796	2,81207	214,5	1903,2	0,1800
32,048	2,79052	151,3	754,8	0,1000
32,258	2,77288	161,9	1295,3	0,1600
32,457	2,75634	190,7	1333,8	0,1400
32,652	2,74024	128,2	638,4	0,1000
32,914	2,71905	85,2	840,6	0,2000
34,357	2,60808	95,1	836,0	0,1800
34,487	2,59854	77,9	371,2	0,1000
35,125	2,55282	58,9	352,3	0,1200
35,391	2,53424	62,3	424,1	0,1400
35,658	2,51584	157,1	1086,4	0,1400
35,762	2,50880	152,0	751,4	0,1000
35,912	2,49862	120,8	566,8	0,1000
36,945	2,43110	90,2	540,1	0,1200
38,466	2,33843	128,2	1536,1	0,2400
39,143	2,29949	74,5	577,9	0,1600
39,459	2,28182	80,1	560,7	0,1400
42,527	2,12403	97,8	454,2	0,1000
42,731	2,11437	217,7	1733,8	0,1600
41,385	2,17996	337,9	786,9	0,1200
43,165	2,09413	87,5	599,9	0,1400
43,715	2,06901	62,1	496,2	0,1600
46,616	1,94681	121,4	969,3	0,1600
48,273	1,88376	89,1	620,7	0,1400
50,077	1,82007	76,9	610,1	0,1800

Correcciones del zero shift para w-14 Etanol (A5ZA)

2Theta	d (A)	Height	Area	FWHM
8,399	10,50053	362,8	2155,6	0,1200
10,583	8,35242	739,5	4427,1	0,1200
11,162	7,92091	110,6	518,1	0,0800
11,702	7,55629	8971,5	53792,2	0,1200
11,921	7,41787	275,8	976,0	0,0800
12,366	7,15186	169,8	823,8	0,0800
12,679	6,97595	1790,1	10739,5	0,1200
13,547	6,53095	3636,3	21110,5	0,1200
13,794	6,41447	128,1	496,9	0,0800
13,963	6,33757	135,8	541,0	0,0800
14,319	6,18056	2050,9	12304,1	0,1200
14,487	6,10914	371,0	2025,9	0,1400
15,437	5,73557	164,3	573,6	0,0800
15,600	5,67591	311,1	1033,1	0,0800
15,813	5,59980	1340,1	9298,0	0,1400
16,289	5,43737	1206,3	7144,2	0,1200
16,685	5,30920	327,0	1235,8	0,0800
16,870	5,25136	1091,2	6459,0	0,1200
17,143	5,16833	218,3	665,3	0,0800
17,302	5,12116	203,7	813,3	0,0800
17,488	5,06706	404,4	1573,0	0,0800
17,661	5,01784	995,2	6807,0	0,1400
17,786	4,98278	247,4	869,9	0,0800
18,371	4,82553	4155,8	24514,0	0,1200
18,779	4,72146	11327,3	90613,1	0,1600
19,151	4,63057	3553,7	20993,8	0,1200
19,342	4,58529	236,8	768,6	0,0800
20,154	4,40233	1639,4	13043,5	0,1600
20,359	4,35852	124,3	989,2	0,1300
21,080	4,21115	917,0	3856,1	0,1000
21,178	4,19176	1444,5	7216,5	0,1000
21,972	4,04213	733,5	4320,7	0,1200
22,081	4,02238	700,5	3501,6	0,1000
23,679	3,75438	3372,8	26980,1	0,1600
23,872	3,72453	804,5	4783,9	0,1200
24,644	3,60956	191,1	754,8	0,0800
25,058	3,55082	5475,7	49260,5	0,1800
25,414	3,50187	2154,3	12830,4	0,1200
26,108	3,41043	313,6	1042,6	0,0800
26,329	3,38221	4218,9	28832,7	0,1400
26,731	3,33235	1511,5	10388,2	0,1400
26,968	3,30353	158,0	787,9	0,1000
27,282	3,26618	2120,7	14826,3	0,1400
27,686	3,21951	404,4	2815,7	0,1400
28,534	3,12565	962,4	6685,9	0,1400
28,884	3,08856	546,9	4889,9	0,1800
29,255	3,05033	182,0	718,5	0,0800
30,101	2,96643	707,2	1473,8	0,0800
30,186	2,95829	3630,3	21636,0	0,1200
30,321	2,94539	856,6	4144,0	0,1000
31,285	2,85681	121,2	1046,4	0,1800
32,216	2,77640	209,6	1043,0	0,1000
32,921	2,71853	207,1	1242,4	0,1200
33,678	2,65908	280,6	1962,7	0,1400
33,877	2,64393	274,6	1645,4	0,1200
34,023	2,63293	118,0	469,9	0,0800
34,247	2,61619	318,4	2303,0	0,1600
34,476	2,59934	377,2	2465,9	0,1400
34,737	2,58043	160,1	1117,8	0,1400
35,007	2,56117	532,4	4204,9	0,1600
35,375	2,53537	339,8	2699,3	0,1600
37,096	2,42155	160,7	1596,9	0,2000
37,258	2,41138	144,7	722,5	0,1000
38,223	2,35274	179,2	1406,7	0,1600
38,587	2,33134	163,0	1172,0	0,1600
40,099	2,24685	247,3	1731,2	0,1400
41,114	2,19370	135,0	666,4	0,1000
41,576	2,17038	114,7	569,6	0,1000
41,781	2,16022	160,0	863,8	0,1200
41,952	2,15182	261,6	1817,3	0,1400
42,119	2,14367	319,3	1914,9	0,1200
42,327	2,13360	527,8	3132,7	0,1200
42,493	2,12568	374,5	3267,0	0,1800
42,589	2,12108	246,1	2212,2	0,1800

43,072	2,09841	141,8	846,9	0,1200
44,061	2,05358	157,9	946,9	0,1200
44,803	2,02127	195,4	783,2	0,1000
44,886	2,01775	241,3	1392,5	0,1200
45,118	2,00789	192,5	1153,7	0,1200
48,828	1,86366	141,5	540,8	0,0800
49,004	1,85739	359,8	1788,7	0,1000
52,108	1,75380	124,7	613,3	0,1000
53,683	1,70601	184,7	1291,7	0,1400
54,346	1,68675	116,4	923,1	0,1600
56,036	1,63981	136,6	636,1	0,1000

Correcciones del zero shift para w-14 Dimetilsulfóxido (A6ZS)

2Theta	d (A)	Height	Area	FWHM
8,364	10,56264	1139,5	8659,8	0,1600
10,561	8,37025	3393,9	25911,0	0,1600
11,679	7,57125	38145,5	228816,4	0,1200
12,657	6,98836	11384,7	90967,9	0,1600
13,552	6,52884	21026,6	145373,4	0,1400
14,296	6,19051	14244,6	85220,4	0,1200
14,478	6,11312	3260,4	18281,7	0,1200
15,803	5,60352	8746,4	58893,8	0,1400
16,263	5,44592	7569,3	50852,1	0,1400
16,749	5,28903	5188,8	30749,2	0,1200
16,824	5,26555	3646,1	13064,3	0,0800
17,639	5,02408	11747,5	82219,6	0,1400
18,343	4,83280	25136,0	175806,9	0,1400
18,745	4,73002	95384,8	761148,4	0,1600
19,115	4,63921	22764,6	136186,8	0,1200
20,132	4,40723	12357,9	85792,9	0,1400
21,043	4,21849	11140,6	64855,9	0,1200
21,152	4,19700	11239,2	74315,8	0,1400
21,996	4,03766	23213,6	138934,3	0,1200
23,636	3,76119	45375,9	316816,8	0,1400
23,837	3,72991	8055,6	37468,5	0,1000
25,005	3,55832	35981,9	426447,4	0,2400
25,388	3,50538	14820,6	147341,6	0,2000
26,277	3,38881	28816,0	259206,5	0,1800
26,686	3,33783	8535,5	67338,6	0,1600
27,279	3,26657	14787,6	112880,1	0,1600
27,674	3,22086	4187,6	33332,2	0,1600
28,449	3,13487	25446,5	175467,6	0,1400
28,823	3,09496	11829,0	70755,8	0,1200
29,219	3,05400	1577,5	12617,3	0,1600
30,149	2,96180	24888,5	173198,5	0,1400
31,275	2,85769	771,3	5367,1	0,1600
32,148	2,78209	1181,0	10607,9	0,1800
32,904	2,71984	2279,8	15893,4	0,1400
33,661	2,66045	3335,9	26687,1	0,1600
33,859	2,64533	4676,9	28053,2	0,1200
34,128	2,62507	3509,9	16394,9	0,1000
34,231	2,61743	4173,1	20791,2	0,1000
34,434	2,60245	3472,2	19632,6	0,1200
34,726	2,58125	1940,2	11437,1	0,1200
35,035	2,55917	4392,2	25950,3	0,1200
35,228	2,54559	5440,9	26856,4	0,1000
35,372	2,53553	3226,9	14794,5	0,1000
36,318	2,47165	891,1	4085,4	0,1300
36,794	2,44073	1504,3	11994,9	0,1600
37,003	2,42742	1889,3	15087,2	0,1600
37,221	2,41371	1976,2	9878,3	0,1000
37,622	2,38891	1380,2	13300,2	0,2000
38,166	2,35613	1683,1	18095,4	0,2200
38,524	2,33501	2347,9	23188,3	0,2000
40,046	2,24975	3257,4	22723,6	0,1400
40,518	2,22461	1063,4	8379,1	0,1600
41,041	2,19744	1564,2	13570,4	0,1800
41,662	2,16613	3760,9	22553,2	0,1200
41,896	2,15454	5294,9	26420,9	0,1000
42,066	2,14622	5082,3	30437,3	0,1200
42,289	2,13543	4868,1	29114,9	0,1200
42,482	2,12619	5117,1	29682,7	0,1200
42,980	2,10268	1727,8	13823,0	0,1600
44,046	2,05423	1232,1	8585,1	0,1400
44,869	2,01845	3023,8	21018,8	0,1400
45,039	2,01123	1652,4	9284,1	0,1200
48,214	1,88594	1829,9	10951,1	0,1200
48,917	1,86047	3076,0	18429,8	0,1200
50,894	1,79273	1288,8	8979,9	0,1400
51,265	1,78063	1827,1	10888,2	0,1200
51,791	1,76377	1465,3	14527,5	0,2000
53,655	1,70683	1629,4	11361,6	0,1400
54,176	1,69163	1151,3	8973,8	0,1600
54,453	1,68368	1151,8	10325,0	0,1800
55,185	1,66307	1133,3	6777,0	0,1200
55,955	1,64198	1233,4	7347,2	0,1200
58,184	1,58427	1346,7	9084,3	0,1400
62,935	1,47562	1287,4	7224,2	0,1200

Correcciones del zero shift para w-14 Acetonitrilo (A7DU)

2Theta	d (A)	Height	Area	FWHM
8,361	10,56648	1131,0	25911,0	0,1600
10,561	8,37025	3393,9	25911,0	0,1600
11,679	7,57125	38145,5	228816,4	0,1200
12,657	6,98836	11384,7	90967,9	0,1600
13,552	6,52884	21026,6	145373,4	0,1400
14,296	6,19051	14244,6	85220,4	0,1200
14,478	6,11312	3260,4	18281,7	0,1200
15,803	5,60352	8746,4	58893,8	0,1400
16,168	5,47780	5286,0	17243,1	0,0800
16,263	5,44592	7569,3	50852,1	0,1400
16,749	5,28903	5188,8	30749,2	0,1200
16,824	5,26555	3646,1	13064,3	0,0800
17,639	5,02408	11747,5	82219,6	0,1400
18,343	4,83280	25136,0	175806,9	0,1400
18,745	4,73002	95384,8	761148,4	0,1600
19,115	4,63921	22764,6	136186,8	0,1200
20,132	4,40723	12357,9	85792,9	0,1400
21,043	4,21849	11140,6	64855,9	0,1200
21,152	4,19700	11239,2	74315,8	0,1400
21,996	4,03766	23213,6	138934,3	0,1200
23,636	3,76119	45375,9	316816,8	0,1400
23,837	3,72991	8055,6	37468,5	0,1000
25,005	3,55832	35981,9	426447,4	0,2400
25,163	3,53631	12073,6	136648,3	0,2000
25,388	3,50538	14820,6	147341,6	0,2000
26,277	3,38881	28816,0	259206,5	0,1800
26,686	3,33783	8535,5	67338,6	0,1600
27,118	3,28561	6107,7	20641,7	0,0800
27,279	3,26657	14787,6	112880,1	0,1600
27,674	3,22086	4187,6	33332,2	0,1600
28,449	3,13487	25446,5	175467,6	0,1400
28,823	3,09496	11829,0	70755,8	0,1200
29,219	3,05400	1577,5	12617,3	0,1600
30,149	2,96180	24888,5	173198,5	0,1400
32,148	2,78209	1181,0	10607,9	0,1800
32,904	2,71984	2279,8	15893,4	0,1400
33,661	2,66045	3335,9	26687,1	0,1600
33,859	2,64533	4676,9	28053,2	0,1200
34,128	2,62507	3509,9	16394,9	0,1000
34,231	2,61743	4173,1	20791,2	0,1000
34,434	2,60245	3472,2	19632,6	0,1200
34,726	2,58125	1940,2	11437,1	0,1200
35,035	2,55917	4392,2	25950,3	0,1200
35,228	2,54559	5440,9	26856,4	0,1000
35,372	2,53553	3226,9	14794,5	0,1000
36,794	2,44073	1504,3	11994,9	0,1600
37,003	2,42742	1889,3	15087,2	0,1600
37,221	2,41371	1976,2	9878,3	0,1000
37,622	2,38891	1380,2	13300,2	0,2000
38,166	2,35613	1683,1	18095,4	0,2200
38,524	2,33501	2347,9	23188,3	0,2000
40,046	2,24975	3257,4	22723,6	0,1400
40,518	2,22461	1063,4	8379,1	0,1600
41,041	2,19744	1564,2	13570,4	0,1800
41,662	2,16613	3760,9	22553,2	0,1200
41,896	2,15454	5294,9	26420,9	0,1000
42,066	2,14622	5082,3	30437,3	0,1200
42,289	2,13543	4868,1	29114,9	0,1200
42,482	2,12619	5117,1	29682,7	0,1200
42,980	2,10268	1727,8	13823,0	0,1600
44,046	2,05423	1232,1	8585,1	0,1400
44,869	2,01845	3023,8	21018,8	0,1400
45,039	2,01123	1652,4	9284,1	0,1200
48,214	1,88594	1829,9	10951,1	0,1200
48,917	1,86047	3076,0	18429,8	0,1200
50,894	1,79273	1288,8	8979,9	0,1400
51,265	1,78063	1827,1	10888,2	0,1200
51,791	1,76377	1465,3	14527,5	0,2000
53,655	1,70683	1629,4	11361,6	0,1400
54,176	1,69163	1151,3	8973,8	0,1600
54,453	1,68368	1151,8	10325,0	0,1800
55,185	1,66307	1133,3	6777,0	0,1200
55,955	1,64198	1233,4	7347,2	0,1200
58,184	1,58427	1346,7	9084,3	0,1400

Correcciones del zero shift para w-14 Metanol (A9IA)

2Theta	d (A)	Height	Area	FWHM
10,822	8,16848	1645,7	233,7	0,0800
13,026	6,79101	874,1	7764,8	0,1800
13,442	6,58183	258,7	2528,7	0,2000
14,519	6,09591	2247,2	18199,8	0,1200
14,926	5,93040	5768,5	57261,1	0,2000
15,421	5,74137	309,8	1204,7	0,0800
15,894	5,57167	740,5	7334,1	0,2000
16,218	5,46078	198,8	768,3	0,0800
16,565	5,34739	357,9	2830,4	0,1600
16,926	5,23390	113,4	551,2	0,1000
17,004	5,21009	102,4	425,6	0,0800
17,179	5,15751	99,9	383,1	0,0800
17,718	5,00175	373,7	4027,9	0,2200
18,986	4,67047	1655,2	7053,7	0,1400
18,355	4,82971	5246,0	52379,3	0,2000
18,988	4,67011	128,2	495,6	0,0800
19,089	4,64560	149,8	1043,0	0,1400
19,344	4,58497	107,5	421,6	0,0800
19,449	4,56028	118,5	1300,1	0,2200
19,334	4,58715	127,4	1102,8	0,2200
20,322	4,36635	103,7	725,4	0,1400
21,200	4,18745	640,6	5765,3	0,1800
21,469	4,13565	723,6	6895,3	0,2000
21,876	4,05958	294,0	1738,7	0,1200
22,146	4,01072	827,0	7332,9	0,1800
22,823	3,89335	310,4	2793,2	0,1800
23,035	3,85789	166,0	951,2	0,1200
23,388	3,80041	66,5	318,2	0,1000
24,071	3,69413	4256,2	53738,9	0,2600
25,268	3,52177	156,8	1149,8	0,1600
25,432	3,49947	204,5	1824,2	0,1800
26,290	3,38724	1488,5	10597,4	0,2400
26,018	3,42191	1188,7	14264,0	0,2400
26,217	3,39646	1368,1	12068,6	0,1800
26,807	3,32298	334,1	3652,7	0,2200
27,212	3,27451	81,1	390,6	0,1000
27,474	3,24383	607,5	5456,0	0,1800
27,835	3,20260	116,6	544,3	0,1000
28,804	3,09697	143,1	1143,0	0,1600
29,208	3,05513	156,6	1719,0	0,2200
29,719	3,00373	1179,2	11790,4	0,2000
30,156	2,96120	60,8	242,7	0,0800
30,331	2,94443	77,7	386,1	0,1000
30,431	2,93499	210,7	915,7	0,0800
30,653	2,91427	411,3	4100,8	0,2000
30,926	2,88920	135,0	667,0	0,1000
31,150	2,86891	81,9	489,4	0,1200
31,796	2,81207	214,5	1903,2	0,1800
32,048	2,79052	151,3	754,8	0,1000
32,258	2,77288	161,9	1295,3	0,1600
32,457	2,75634	190,7	1333,8	0,1400
32,652	2,74024	128,2	638,4	0,1000
32,914	2,71905	85,2	840,6	0,2000
34,357	2,60808	95,1	836,0	0,1800
34,487	2,59854	77,9	371,2	0,1000
35,125	2,55282	58,9	352,3	0,1200
35,391	2,53424	62,3	424,1	0,1400
35,658	2,51584	157,1	1086,4	0,1400
35,762	2,50880	152,0	751,4	0,1000
35,912	2,49862	120,8	566,8	0,1000
36,945	2,43110	90,2	540,1	0,1200
38,466	2,33843	128,2	1536,1	0,2400
39,143	2,29949	74,5	577,9	0,1600
39,459	2,28182	80,1	560,7	0,1400
42,527	2,12403	97,8	454,2	0,1000
42,731	2,11437	217,7	1733,8	0,1600
41,385	2,17996	337,9	786,9	0,1200
43,165	2,09413	87,5	599,9	0,1400
43,715	2,06901	62,1	496,2	0,1600
46,616	1,94681	121,4	969,3	0,1600
48,273	1,88376	89,1	620,7	0,1400
50,077	1,82007	76,9	610,1	0,1800

Anexo C. Entrada y salida de datos del proceso de indexado mediante los programas DICVOL04 y TREOR90

Entrada de datos Dicvol04 para w-14 Etanol.

```
*** w-14 EtOH ***
20 2 0 0 0 0 1 0
0. 0. 0. 0. 0. 0. 0.
0. 0. 0. 0.
0. 0. -1 1 1
8.414
10.580
11.698
12.680
13.539
14.320
15.800
16.291
16.859
17.661
18.360
18.781
19.142
20.142
21.040
21.180
21.980
23.680
25.060
25.419
```

Salida de datos Dicvol04 para w-14 Etanol.

```
 ------------------------------------------------------------------------
| *** w-14 EtOH ***                                                      |
 ------------------------------------------------------------------------
                              INPUT DATA
                              **********
      EXPERIMENTAL                                  EXPERIMENTAL
        2-THETA                                       ERROR

          8.414                                       0.030
         10.580                                       0.030
         11.698                                       0.030
         12.680                                       0.030
         13.539                                       0.030
         14.320                                       0.030
         15.800                                       0.030
         16.291                                       0.030
         16.859                                       0.030
         17.661                                       0.030
         18.360                                       0.030
         18.781                                       0.030
         19.142                                       0.030
         20.142                                       0.030
         21.040                                       0.030
         21.180                                       0.030
         21.980                                       0.030
         23.680                                       0.030
         25.060                                       0.030
         25.419                                       0.030
              ****************************************
 -------  PARAMETER LIMITS  --------     --------  VOLUME LIMITS  ---------
|                                |     |                                  |
|    A MAXIMUM    =   25.00 A    |     |                                  |
|    B MAXIMUM    =   25.00 A    |     |  VOLUME MINIMUM =    0.00 A**3   |
|    C MAXIMUM    =   25.00 A    |     |                                  |
|    BETA MINIMUM =   90.00 Deg. |     |  VOLUME MAXIMUM = 2500.00 A**3   |
|    BETA MAXIMUM =  125.00 Deg. |     |                                  |
|                                |     |                                  |
 ---------------------------------     ----------------------------------
                        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 = -.029 Deg. 2Theta

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


                SEARCH OF MONOCLINIC SOLUTION(S)
                ********************************

  SEARCH OF MONOCLINIC SOLUTION(S) WITHIN THE LIMITS ON LINEAR PARAMETERS
  **********************************************************************
  (SLIGHT TOLERANCE ACCEPTED):  AMAX= 21.649   BMAX= 21.649   CMAX= 21.649

 VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
 ============================
           LOWER BOUND =       0.00 A**3     HIGHER BOUND =     400.00 A**3
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                 0       0       0       0       0       0       0
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                 0       0       0       0       0       0       0
                              NO SOLUTION

 VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
 ============================
           LOWER BOUND =     400.00 A**3     HIGHER BOUND =     800.00 A**3
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                42       1       0       0       0       0       0
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
               329      19       0       0       0       0       0
                              NO SOLUTION

 VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
 ============================
           LOWER BOUND =     800.00 A**3     HIGHER BOUND =    1200.00 A**3
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
```

```
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
               513      34       0       0       0       0       0
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              3614     808      18       0       0       0       0
                                NO SOLUTION

 VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
 ============================
            LOWER BOUND =    1200.00 A**3     HIGHER BOUND =    1600.00 A**3
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.

                  M O N O C L I N I C    S Y S T E M
DIRECT PARAMETERS : A=13.3076 B=10.8671 C=10.6956 BETA=101.107 VOLUME=1517.77
STANDARD DEVIATIONS :  0.0052    0.0037    0.0038        0.035
REFINED ZERO-POINT SHIFT : 0.0394 deg. 2-theta

REDUCED CELL : A=10.6956 B=10.8671 C=13.3076 BETA=101.107 VOLUME=1517.77

   H   K   L    DOBS     DCAL    DOBS-DCAL 2TH.OBS  2TH.CAL  DIF.2TH.

   0   0   1  10.53709 10.54449  -0.00740    8.385    8.379   0.006
   1   1   0   8.37821  8.38412  -0.00590   10.551   10.543   0.007
   0   1   1   7.57786  7.57467   0.00319   11.669   11.673  -0.005
   1   1  -1   6.99175  6.98901   0.00273   12.651   12.656  -0.005
   2   0   0   6.54905  6.54812   0.00093   13.510   13.511  -0.002
   1   1   1   6.19284  6.19235   0.00049   14.291   14.292  -0.001
   2   1   0   5.61484  5.61057   0.00427   15.771   15.783  -0.012
   0   2   0   5.44639  5.44661  -0.00022   16.262   16.261   0.001
   0   0   2   5.26383  5.25981   0.00403   16.830   16.843  -0.013
   1   2   0   5.02617  5.02771  -0.00155   17.632   17.626   0.005
   0   2   1   4.83605  4.83551   0.00053   18.331   18.333  -0.002
   0   1   2   4.72841  4.73536  -0.00695   18.752   18.724   0.028
   1   1  -2            4.72260   0.00581            18.775  -0.023
   2   1   1   4.63991  4.64055  -0.00064   19.113   19.110   0.003
   1   2   1   4.41141  4.40969   0.00172   20.113   20.120  -0.008
   1   1   2   4.22485  4.22347   0.00137   21.011   21.017  -0.007
   2   1  -2   4.19720  4.19646   0.00074   21.151   21.154  -0.004
   3   1   0   4.04600  4.04786  -0.00186   21.951   21.940   0.010
   2   0   2   3.75888  3.75865   0.00023   23.651   23.652  -0.001
   1   0  -3   3.55468  3.56027  -0.00559   25.031   24.991   0.040
   2   1   2            3.55247   0.00222            25.046  -0.016
   0   0   3   3.50523  3.50375   0.00148   25.390   25.400  -0.011
   1   2   2            3.50448   0.00074            25.395  -0.005

        * NUMBER OF LINES
            .- LINES INPUT      =   20
            .- LINES INDEXED    =   20
            .- LINES CALCULATED =   45
        * MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES
                                          <Q> =0.3160E-04
                              <DELTA(2-THETA)> =0.6856E-02
            MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) =0.4500E-01
        * FIGURES OF MERIT
              1.- M( 20) =   28.6
              2.- F( 20) =   64.8(0.0069,   45)

                                  ---------

  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.

                  M O N O C L I N I C    S Y S T E M
DIRECT PARAMETERS : A=15.4276 B=10.9056 C=10.7588 BETA=121.684 VOLUME=1540.36
STANDARD DEVIATIONS :  0.0064    0.0049    0.0104        0.037
REFINED ZERO-POINT SHIFT :-0.0177 deg. 2-theta

REDUCED CELL : A=10.7588 B=10.9056 C=13.3941 BETA=101.436 VOLUME=1540.36
```

```
  H   K   L    DOBS     DCAL    DOBS-DCAL 2TH.OBS  2TH.CAL  DIF.2TH.

  1   0  -1  10.53709 10.52307   0.01402    8.385    8.396  -0.011
  1   1   0   8.37821  8.37476   0.00345   10.551   10.555  -0.004
  1   1  -1   7.57786  7.56938   0.00848   11.669   11.682  -0.013
  0   1   1   6.99175  7.00220  -0.01045   12.651   12.632   0.019
  2   0   0   6.54905  6.55554  -0.00649   13.510   13.496   0.013
  2   1  -1   6.19284  6.18611   0.00673   14.291   14.306  -0.016
  2   1   0   5.61484  5.61768  -0.00284   15.771   15.763   0.008
  0   2   0   5.44639  5.44692  -0.00052   16.262   16.260   0.002
  1   0  -2   5.26383  5.26176   0.00207   16.830   16.836  -0.007
  2   0  -2            5.26712  -0.00328             16.819   0.011
  1   2   0   5.02617  5.03070  -0.00453   17.632   17.616   0.016
  1   2  -1   4.83605  4.83895  -0.00290   18.331   18.319   0.011
  1   1  -2   4.72841  4.73857  -0.01016   18.752   18.711   0.041
  3   1  -1   4.63991  4.64122  -0.00131   19.113   19.107   0.005
  2   2  -1   4.41141  4.41162  -0.00021   20.113   20.112   0.001
  0   1   2   4.22485  4.21738   0.00747   21.011   21.048  -0.038
  3   1  -2            4.22567  -0.00082             21.006   0.004
  2   2   0   4.19720  4.19093   0.00627   21.151   21.183  -0.032
  2   1   1   4.04600  4.04476   0.00124   21.951   21.957  -0.007
  4   0  -2   3.75888  3.75980  -0.00092   23.651   23.645   0.006
  4   1  -2   3.55468  3.55436   0.00032   25.031   25.033  -0.002
  0   2   2   3.50523  3.50359   0.00164   25.390   25.402  -0.012
  1   3   0            3.50098   0.00425             25.421  -0.031
  3   2  -2            3.50833  -0.00310             25.367   0.023

       * NUMBER OF LINES
           .- LINES INPUT      =   20
           .- LINES INDEXED    =   20
           .- LINES CALCULATED =   49
       * MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES
                                          <Q> =0.5028E-04
                              <DELTA(2-THETA)> =0.1151E-01
           MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) =0.4500E-01
       * FIGURES OF MERIT
             1.- M( 20) =   16.5
             2.- F( 20) =   35.4(0.0115,   49)

                                 ---------

            ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
            1182     246      25      12      14      40     299
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
            ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
            7134    2868     176      43      21       3       0

END OF SEARCH FOR MONOCLINIC SOLUTIONS
--------------------------------------
--- T O T A L   CALCULATION TIME :      6.080 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.
```

Entrada de datos Dicvol04 para w-14 Dimetisulfóxido.

```
*** w-14 DMSO ***
20 2 0 0 0 0 1 0
0. 0. 0. 0. 0. 0. 0.
0. 0. 0. 0.
0. 0. -1 1 1
8.320
10.500
11.603
13.453
14.237
14.414
15.733
16.189
16.568
16.760
17.548
18.256
18.671
18.945
18.992
20.041
21.070
21.806
24.810
25.286
```

Salida de datos Dicvol04 para w-14 Dimetilsulfóxido.

```
 ------------------------------------------------------------------
 | *** w-14 DMSO ***                                              |
 ------------------------------------------------------------------
                              INPUT DATA
                              **********
      EXPERIMENTAL                                  EXPERIMENTAL
        2-THETA                                         ERROR

          8.320                                        0.030
         10.500                                        0.030
         11.603                                        0.030
         13.453                                        0.030
         14.237                                        0.030
         14.414                                        0.030
         15.733                                        0.030
         16.189                                        0.030
         16.568                                        0.030
         16.760                                        0.030
         17.548                                        0.030
         18.256                                        0.030
         18.671                                        0.030
         18.945                                        0.030
         18.992                                        0.030
         20.041                                        0.030
         21.070                                        0.030
         21.806                                        0.030
         24.810                                        0.030
         25.286                                        0.030
              ****************************************
 -------  PARAMETER LIMITS  --------     --------  VOLUME LIMITS  ---------
 |                                |     |                                 |
 |    A MAXIMUM    =   25.00 A    |     |                                 |
 |    B MAXIMUM    =   25.00 A    |     |  VOLUME MINIMUM =    0.00 A**3  |
 |    C MAXIMUM    =   25.00 A    |     |                                 |
 |    BETA MINIMUM =   90.00 Deg. |     |  VOLUME MAXIMUM = 2500.00 A**3  |
 |    BETA MAXIMUM =  125.00 Deg. |     |                                 |
 |                                |     |                                 |
 ----------------------------------     -----------------------------------
                        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 = -.137 Deg. 2Theta

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


                 SEARCH OF MONOCLINIC SOLUTION(S)
                 ********************************

  SEARCH OF MONOCLINIC SOLUTION(S) WITHIN THE LIMITS ON LINEAR PARAMETERS
  **********************************************************************
  (SLIGHT TOLERANCE ACCEPTED):  AMAX= 22.169   BMAX= 22.169   CMAX= 22.169

 VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
 ============================
           LOWER BOUND =       0.00 A**3     HIGHER BOUND =     400.00 A**3
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                 0       0       0       0       0       0       0
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                 0       0       0       0       0       0       0
                                  NO SOLUTION

 VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
 ============================
           LOWER BOUND =     400.00 A**3     HIGHER BOUND =     800.00 A**3
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                21       0       0       0       0       0       0
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
               192       0       0       0       0       0       0
                                  NO SOLUTION

 VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
 ============================
           LOWER BOUND =     800.00 A**3     HIGHER BOUND =    1200.00 A**3
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
               279      22       0       0       0       0       0
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
```

```
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              2254     224      11       0       0       0       0
                                NO SOLUTION

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =    1200.00 A**3     HIGHER BOUND =    1600.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              1006      99       5       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              6668    1578      77       2       0       0       0
                                NO SOLUTION

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =    1600.00 A**3     HIGHER BOUND =    2000.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              2510     432      13       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
             12948    6510     478      14       0       0       0
                                NO SOLUTION

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =    2000.00 A**3     HIGHER BOUND =    2400.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              4316    1733     155       2       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
             18334   17237    2927     161      48     156     214
                                NO SOLUTION

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
```

```
============================
           LOWER BOUND =    2400.00 A**3     HIGHER BOUND =    2500.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              2924    1201     128       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
             11670   10344    2018     159      28      11       0
                                NO SOLUTION

          ====> EXTENSION OF THE SEARCH OF MONOCLINIC SOLUTION(S)
                  WITHIN THE LIMITS ON LINEAR PARAMETERS :
            A MAX =  25.000      B MAX =  25.000      C MAX =  25.000

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =       0.00 A**3     HIGHER BOUND =     400.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                 0       0       0       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                 0       0       0       0       0       0       0
                                NO SOLUTION

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =     400.00 A**3     HIGHER BOUND =     800.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                 0       0       0       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                28       0       0       0       0       0       0
                                NO SOLUTION

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =     800.00 A**3     HIGHER BOUND =    1200.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
```

```
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                82       4       0       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                442      71       0       0       0       0       0
                                 NO SOLUTION

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =    1200.00 A**3     HIGHER BOUND =    1600.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                315      58       5       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              1544     545      26       0       0       0       0
                                 NO SOLUTION

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =    1600.00 A**3     HIGHER BOUND =    2000.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                641     151       9       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              3041    1566     118       3       0       0       0
                                 NO SOLUTION

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =    2000.00 A**3     HIGHER BOUND =    2400.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              1216     596      74       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
```

```
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              4597    4384     800      80       5       0       0
                                 NO SOLUTION

 VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
 ============================
           LOWER BOUND =    2400.00 A**3     HIGHER BOUND =    2500.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
               885     394      66       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              3028    2716     613      34       0       0       0
                                 NO SOLUTION

 END OF SEARCH FOR MONOCLINIC SOLUTIONS
 --------------------------------------

     ========================================================================
>>>>  SEARCH OF SOLUTIONS WITH A ZERO ERROR ON INPUT DATA = 0.073 Deg. 2Theta

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


                SEARCH OF MONOCLINIC SOLUTION(S)
                ********************************

 SEARCH OF MONOCLINIC SOLUTION(S) WITHIN THE LIMITS ON LINEAR PARAMETERS
 **********************************************************************
 (SLIGHT TOLERANCE ACCEPTED):  AMAX= 21.630   BMAX= 21.630   CMAX= 21.630

 VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
 ============================
           LOWER BOUND =       0.00 A**3     HIGHER BOUND =     400.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                 0       0       0       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                 0       0       0       0       0       0       0
                                 NO SOLUTION

 VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
 ============================
           LOWER BOUND =     400.00 A**3     HIGHER BOUND =     800.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
```

```
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                34       0       0       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
               244       7       0       0       0       0
                                 NO SOLUTION

 VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
 ============================
            LOWER BOUND =     800.00 A**3     HIGHER BOUND =    1200.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
               451      38       5       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              3077     373      57       0       0       0       0
                                 NO SOLUTION

 VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
 ============================
            LOWER BOUND =    1200.00 A**3     HIGHER BOUND =    1600.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.

                  M O N O C L I N I C    S Y S T E M
DIRECT PARAMETERS : A=13.3425 B=10.8872 C=10.7243 BETA=100.984 VOLUME=1529.30
STANDARD DEVIATIONS :  0.0080    0.0056    0.0069        0.054
REFINED ZERO-POINT SHIFT :-0.0072 deg. 2-theta

REDUCED CELL : A=10.7243 B=10.8872 C=13.3425 BETA=100.984 VOLUME=1529.30

   H   K   L    DOBS     DCAL    DOBS-DCAL 2TH.OBS  2TH.CAL  DIF.2TH.

   0   0   1  10.52676 10.51878   0.00798    8.393    8.399  -0.006
   1   1   0   8.36063  8.36682  -0.00618   10.573   10.565   0.008
   0   1   1   7.57317  7.56350   0.00967   11.676   11.691  -0.015
   2   0   0   6.54122  6.54553  -0.00431   13.526   13.517   0.009
   1   1   1   6.18455  6.19248  -0.00793   14.310   14.291   0.018
   2   0  -1   6.10939  6.10420   0.00518   14.487   14.499  -0.012
   2   1   0   5.60240  5.60938  -0.00698   15.806   15.786   0.020
   0   2   0   5.44631  5.44121   0.00510   16.262   16.277  -0.015
   2   1  -1   5.32311  5.32413  -0.00102   16.641   16.638   0.003
   0   0   2   5.26283  5.26167   0.00116   16.833   16.837  -0.004
   1   2   0   5.02921  5.02472   0.00449   17.621   17.637  -0.016
   0   2   1   4.83651  4.83356   0.00294   18.329   18.340  -0.011
   0   1   2   4.73035  4.73724  -0.00690   18.744   18.716   0.028
   1   1  -2            4.72128   0.00907            18.780  -0.036
   1   2  -1   4.66281  4.66920  -0.00639   19.018   18.992   0.026
   2   1   1   4.65142  4.64555   0.00587   19.065   19.089  -0.024
   1   2   1   4.41114  4.41091   0.00023   20.114   20.115  -0.001
   2   1  -2   4.19872  4.19495   0.00376   21.143   21.162  -0.019
   2   2  -1   4.05911  4.06233  -0.00322   21.879   21.861   0.018
   3   1   0            4.05099   0.00812            21.923  -0.044
   3   1   1   3.57546  3.57474   0.00072   24.883   24.888  -0.005
   0   0   3   3.50941  3.50829   0.00112   25.359   25.367  -0.008
   1   2   2            3.50850   0.00091            25.365  -0.007
```

```
        * NUMBER OF LINES
            .- LINES INPUT      =   20
            .- LINES INDEXED    =   20
            .- LINES CALCULATED =   47
        * MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES
                                          <Q> =0.5835E-04
                              <DELTA(2-THETA)> =0.1329E-01
            MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) =0.4500E-01
        * FIGURES OF MERIT
              1.- M( 20) =   14.8
              2.- F( 20) =   32.0(0.0133,   47)

                                   ---------

  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.

                  M O N O C L I N I C    S Y S T E M
DIRECT PARAMETERS : A=15.4493 B=10.8823 C=10.7584 BETA=122.102 VOLUME=1532.18
STANDARD DEVIATIONS :  0.0119    0.0059    0.0055        0.052
REFINED ZERO-POINT SHIFT :-0.0089 deg. 2-theta

REDUCED CELL : A=10.7584 B=10.8823 C=13.3329 BETA=101.018 VOLUME=1532.18

   H   K   L    DOBS     DCAL    DOBS-DCAL 2TH.OBS  2TH.CAL  DIF.2TH.

   1   0  -1  10.52676 10.54890  -0.02214    8.393    8.375   0.018
   1   1   0   8.36063  8.36044   0.00020   10.573   10.573   0.000
   1   1  -1   7.57317  7.57271   0.00047   11.676   11.676  -0.001
   2   0   0   6.54122  6.53930   0.00192   13.526   13.530  -0.004
   2   1  -1   6.18455  6.19599  -0.01143   14.310   14.283   0.027
   1   0   1   6.10939  6.10586   0.00353   14.487   14.495  -0.008
   2   1   0   5.60240  5.60470  -0.00230   15.806   15.799   0.007
   0   2   0   5.44631  5.43819   0.00812   16.262   16.286  -0.024
   1   1   1   5.32311  5.32458  -0.00147   16.641   16.636   0.005
   1   0  -2   5.26283  5.25483   0.00800   16.833   16.859  -0.026
   1   2   0   5.02921  5.02169   0.00752   17.621   17.647  -0.027
   1   2  -1   4.83651  4.83451   0.00200   18.329   18.336  -0.008
   1   1  -2   4.73035  4.73180  -0.00145   18.744   18.738   0.006
   0   2   1   4.66281  4.66965  -0.00684   19.018   18.990   0.028
   3   1  -1   4.65142  4.64537   0.00605   19.065   19.090  -0.025
   2   2  -1   4.41114  4.41108   0.00006   20.114   20.114   0.000
   0   1   2   4.19872  4.20137  -0.00266   21.143   21.129   0.014
   1   2   1   4.05911  4.06169  -0.00258   21.879   21.865   0.014
   2   0  -3   3.57546  3.57364   0.00182   24.883   24.896  -0.013
   4   1  -1            3.57344   0.00201             24.897  -0.014
   3   2  -2   3.50941  3.51206  -0.00265   25.359   25.339   0.019

        * NUMBER OF LINES
            .- LINES INPUT      =   20
            .- LINES INDEXED    =   20
            .- LINES CALCULATED =   47
        * MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES
                                          <Q> =0.6135E-04
                              <DELTA(2-THETA)> =0.1362E-01
            MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) =0.4500E-01
        * FIGURES OF MERIT
              1.- M( 20) =   14.1
              2.- F( 20) =   31.2(0.0136,   47)

                                   ---------

             ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
             1090     151      34       7      14      28     125
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
             ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
             6584    1538     205      48     136     438    1980

 END OF SEARCH FOR MONOCLINIC SOLUTIONS
```

```
-------------------------------------
--- T O T A L   CALCULATION TIME :     29.520 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.
```

Entrada de datos Dicvol04 para w-14 Acetonitrilo.

```
*** w-14 acetonitrilo ***
20 2 0 0 0 0 1 0
0. 0. 0. 0. 0. 0. 0.
0. 0. 0. 0.
0. 0. -1 1 1
8.361
10.561
11.680
12.650
13.539
14.293
14.470
15.792
16.263
16.824
17.224
17.632
18.338
18.753
19.101
20.120
21.043
21.140
21.997
23.639
```

Salida de datos Dicvol04 para w-14 Acetonitrilo.

```
 ------------------------------------------------------------------
 | *** w-14 acetonitrilo ***                                      |
 ------------------------------------------------------------------
                              INPUT DATA
                              **********

      EXPERIMENTAL                                  EXPERIMENTAL
        2-THETA                                       ERROR

          8.361                                       0.030
         10.561                                       0.030
         11.680                                       0.030
         12.650                                       0.030
         13.539                                       0.030
         14.293                                       0.030
         14.470                                       0.030
         15.792                                       0.030
         16.263                                       0.030
         16.824                                       0.030
         17.224                                       0.030
         17.632                                       0.030
         18.338                                       0.030
         18.753                                       0.030
         19.101                                       0.030
         20.120                                       0.030
         21.043                                       0.030
         21.140                                       0.030
         21.997                                       0.030
         23.639                                       0.030
              ****************************************
 -------  PARAMETER LIMITS  --------     --------  VOLUME LIMITS  ---------
 |                                |     |                                |
 |    A MAXIMUM    =   25.00 A    |     |                                |
 |    B MAXIMUM    =   25.00 A    |     |  VOLUME MINIMUM =    0.00 A**3 |
 |    C MAXIMUM    =   25.00 A    |     |                                |
 |    BETA MINIMUM =   90.00 Deg. |     |  VOLUME MAXIMUM = 2500.00 A**3 |
 |    BETA MAXIMUM =  125.00 Deg. |     |                                |
 |                                |     |                                |
 ----------------------------------     ----------------------------------
                         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 ?           **
          **                                                    **
```

```
 ***********************************************************


        THE SEARCH OF A ZERO-POINT SHIFT IS UNSUCCESSFUL.


               SEARCH OF MONOCLINIC SOLUTION(S)
               ********************************

 SEARCH OF MONOCLINIC SOLUTION(S) WITHIN THE LIMITS ON LINEAR PARAMETERS
 **********************************************************************
 (SLIGHT TOLERANCE ACCEPTED):  AMAX= 21.709   BMAX= 21.709   CMAX= 21.709

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =       0.00 A**3     HIGHER BOUND =     400.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                 0       0       0       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                 0       0       0       0       0       0       0
                                NO SOLUTION

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =     400.00 A**3     HIGHER BOUND =     800.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                25       0       0       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
               133       2       0       0       0       0       0
                                NO SOLUTION

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =     800.00 A**3     HIGHER BOUND =    1200.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
               296       5       0       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
```

```
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
               ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
               2166     179       3       0       0       0       0
                                 NO SOLUTION

 VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
 ============================
            LOWER BOUND =    1200.00 A**3     HIGHER BOUND =    1600.00 A**3
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.

                  M O N O C L I N I C    S Y S T E M
DIRECT PARAMETERS : A=13.3382 B=10.8733 C=10.7166 BETA=101.171 VOLUME=1524.77
STANDARD DEVIATIONS :  0.0085    0.0069    0.0069        0.050
REFINED ZERO-POINT SHIFT : 0.0197 deg. 2-theta

REDUCED CELL : A=10.7166 B=10.8733 C=13.3382 BETA=101.171 VOLUME=1524.77

   H   K   L    DOBS     DCAL    DOBS-DCAL 2TH.OBS  2TH.CAL  DIF.2TH.

   0   0   1  10.56669 10.53822   0.02848    8.361    8.384  -0.023
   1   1   0   8.36993  8.37849  -0.00856   10.561   10.550   0.011
   0   1   1   7.57044  7.57089  -0.00044   11.680   11.679   0.001
   1   1  -1   6.99204  6.99023   0.00181   12.650   12.653  -0.003
   2   0   0   6.53486  6.55224  -0.01738   13.539   13.503   0.036
   1   1   1   6.19178  6.19102   0.00076   14.293   14.295  -0.002
   2   0  -1   6.11643  6.11967  -0.00324   14.470   14.462   0.008
   2   1   0   5.60726  5.61304  -0.00578   15.792   15.776   0.016
   0   2   0   5.44591  5.44318   0.00273   16.263   16.271  -0.008
   0   0   2   5.26555  5.26288   0.00267   16.824   16.833  -0.009
   2   0   1   5.14416  5.13298   0.01118   17.224   17.262  -0.038
   1   2   0   5.02603  5.02613  -0.00010   17.632   17.632   0.000
   0   2   1   4.83410  4.83433  -0.00023   18.338   18.337   0.001
   0   1   2   4.72804  4.73764  -0.00959   18.753   18.715   0.038
   1   1  -2            4.72667   0.00137            18.759  -0.006
   2   1   1   4.64268  4.64220   0.00048   19.101   19.103  -0.002
   1   2   1   4.40979  4.40924   0.00055   20.120   20.123  -0.003
   1   1   2   4.21840  4.22520  -0.00680   21.043   21.009   0.034
   2   1  -2   4.19926  4.20197  -0.00271   21.140   21.126   0.014
   3   1  -1   4.03756  4.03212   0.00544   21.997   22.027  -0.030
   2   0   2   3.76069  3.76094  -0.00025   23.639   23.637   0.002

         * NUMBER OF LINES
              .- LINES INPUT      =   20
              .- LINES INDEXED    =   20
              .- LINES CALCULATED =   38
         * MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES
                                          <Q> =0.5163E-04
                               <DELTA(2-THETA)> =0.1224E-01
              MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) =0.4500E-01
         * FIGURES OF MERIT
                1.- M( 20) =   18.0
                2.- F( 20) =   43.0(0.0122,   38)

                                    ---------

  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
               ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                814      67      17      15      24      22      16
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
  ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.

                  M O N O C L I N I C    S Y S T E M
DIRECT PARAMETERS : A=13.2887 B=10.8611 C=10.7087 BETA=101.153 VOLUME=1516.40
STANDARD DEVIATIONS :  0.0070    0.0055    0.0054        0.044
REFINED ZERO-POINT SHIFT : 0.0421 deg. 2-theta

REDUCED CELL : A=10.7087 B=10.8611 C=13.2887 BETA=101.153 VOLUME=1516.40

   H   K   L    DOBS     DCAL    DOBS-DCAL 2TH.OBS  2TH.CAL  DIF.2TH.
```

```
   0   0   1  10.56669 10.55922   0.00748    8.361    8.367  -0.006
   1   1   0   8.36993  8.37811  -0.00818   10.561   10.551   0.010
   0   1   1   7.57044  7.57860  -0.00816   11.680   11.667   0.013
   1   1  -1   6.99204  6.99126   0.00077   12.650   12.651  -0.001
   2   0   0   6.53486  6.53908  -0.00422   13.539   13.530   0.009
   1   1   1   6.19178  6.19098   0.00079   14.293   14.295  -0.002
   2   0  -1   6.11643  6.10992   0.00651   14.470   14.486  -0.016
   2   1   0   5.60726  5.60419   0.00306   15.792   15.801  -0.009
   0   2   0   5.44591  5.44452   0.00139   16.263   16.267  -0.004
   0   0   2   5.26555  5.26627  -0.00072   16.824   16.822   0.002
(  2   0   1)  5.14416  ****************    17.224            0.061
   1   2   0   5.02603  5.02495   0.00109   17.632   17.636  -0.004
   0   2   1   4.83410  4.83521  -0.00112   18.338   18.334   0.004
   1   1  -2   4.72804  4.72725   0.00080   18.753   18.756  -0.003
   2   1   1   4.64268  4.63672   0.00596   19.101   19.126  -0.025
   1   2   1   4.40979  4.40816   0.00163   20.120   20.127  -0.007
   1   1   2   4.21840  4.22490  -0.00650   21.043   21.010   0.033
   2   1  -2   4.19926  4.19868   0.00059   21.140   21.143  -0.003
   3   1   0   4.03756  4.04254  -0.00498   21.997   21.970   0.027
   2   0   2   3.76069  3.75778   0.00290   23.639   23.658  -0.019

        * NUMBER OF LINES
            .- LINES INPUT      =   20
            .- LINES INDEXED    =   19
            .- LINES CALCULATED =   37
        * MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES
                                              <Q> =0.4719E-04
                                <DELTA(2-THETA)> =0.1036E-01
            MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) =0.4500E-01
        * FIGURES OF MERIT
              1.- M( 19) =   20.3
              2.- F( 19) =   49.6(0.0104,   37)

                                   ---------

 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              5052     899      57      21      38      63      37

END OF SEARCH FOR MONOCLINIC SOLUTIONS
--------------------------------------
--- T O T A L   CALCULATION TIME :      5.920 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.
```

Entrada de datos Dicvol04 para w-14 Metanol.

```
*** w-14 metanol ***
20 2 0 0 0 0 1 0
0. 0. 0. 0. 0. 0. 0.
0. 0. 0. 0.
0. 0. -1 1 1
10.822
13.026
13.442
14.926
15.894
16.218
16.565
17.695
18.360
19.089
19.449
20.381
21.200
21.469
22.146
22.823
23.035
24.071
25.268
25.432
```

Salida de datos Dicvol04 para w-14 Metanol.

```
 ------------------------------------------------------------------
 | *** w-14 metanol ***                                           |
 ------------------------------------------------------------------
                              INPUT DATA
                              **********
      EXPERIMENTAL                                  EXPERIMENTAL
        2-THETA                                         ERROR

         10.822                                        0.030
         13.026                                        0.030
         13.442                                        0.030
         14.926                                        0.030
         15.894                                        0.030
         16.218                                        0.030
         16.565                                        0.030
         17.695                                        0.030
         18.360                                        0.030
         19.089                                        0.030
         19.449                                        0.030
         20.381                                        0.030
         21.200                                        0.030
         21.469                                        0.030
         22.146                                        0.030
         22.823                                        0.030
         23.035                                        0.030
         24.071                                        0.030
         25.268                                        0.030
         25.432                                        0.030
              ****************************************
 -------  PARAMETER LIMITS  --------     --------  VOLUME LIMITS  ---------
 |                               |     |                                 |
 |    A MAXIMUM    =   25.00 A   |     |                                 |
 |    B MAXIMUM    =   25.00 A   |     |  VOLUME MINIMUM =    0.00 A**3  |
 |    C MAXIMUM    =   25.00 A   |     |                                 |
 |    BETA MINIMUM =   90.00 Deg.|     |  VOLUME MAXIMUM = 2500.00 A**3  |
 |    BETA MAXIMUM =  125.00 Deg.|     |                                 |
 |                               |     |                                 |
 ---------------------------------     ---------------------------------
                        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 ?           **
          **                                                    **
```

```
          ************************************************************


         THE SEARCH OF A ZERO-POINT SHIFT IS UNSUCCESSFUL.


                SEARCH OF MONOCLINIC SOLUTION(S)
                ********************************

 SEARCH OF MONOCLINIC SOLUTION(S) WITHIN THE LIMITS ON LINEAR PARAMETERS
 **********************************************************************
 (SLIGHT TOLERANCE ACCEPTED):  AMAX= 16.883   BMAX= 16.883   CMAX= 16.883

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =       0.00 A**3     HIGHER BOUND =     400.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                 0       0       0       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                 2       0       0       0       0       0       0
                                NO SOLUTION

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =     400.00 A**3     HIGHER BOUND =     800.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
                198       3       0       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              1626      49       0       0       0       0       0
                                NO SOLUTION

VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
============================
           LOWER BOUND =     800.00 A**3     HIGHER BOUND =    1200.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              1710     257       2       0       0       0       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
```

```
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              8314    3112      56       0       0       0       0
                                NO SOLUTION

 VOLUME DOMAIN BEING SCANNED :
 ============================
           LOWER BOUND =    1200.00 A**3     HIGHER BOUND =    1600.00 A**3
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
              3802    1867      66       4      11       9       0
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 90.000 Deg.  BETA MAX= 95.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN= 95.000 Deg.  BETA MAX=100.000 Deg.

                  M O N O C L I N I C    S Y S T E M
DIRECT PARAMETERS : A=16.4781 B= 6.3539 C=13.6912 BETA= 97.200 VOLUME=1422.16
STANDARD DEVIATIONS :  0.0122    0.0048    0.0094        0.056
REFINED ZERO-POINT SHIFT : 0.0034 deg. 2-theta

REDUCED CELL : A=13.6912 B= 6.3539 C=16.4781 BETA= 97.200 VOLUME=1422.16

   H   K   L    DOBS     DCAL    DOBS-DCAL 2TH.OBS  2TH.CAL  DIF.2TH.

   2   0   0   8.16865  8.17666  -0.00801   10.822   10.811   0.011
   0   0   2   6.79104  6.79340  -0.00236   13.026   13.021   0.005
   1   0  -2   6.58180  6.57211   0.00969   13.442   13.462  -0.020
   1   1   0   5.93058  5.92364   0.00694   14.926   14.944  -0.018
   2   0  -2   5.57150  5.57994  -0.00844   15.894   15.870   0.024
   3   0   0   5.46092  5.45053   0.01039   16.218   16.249  -0.031
   1   1   1   5.34729  5.34173   0.00556   16.565   16.582  -0.017
   2   1   0   5.00828  5.01752  -0.00924   17.695   17.662   0.033
   2   1  -1   4.82835  4.82900  -0.00065   18.360   18.358   0.002
   0   1   2   4.64557  4.64073   0.00484   19.089   19.109  -0.020
   1   1  -2   4.56039  4.56831  -0.00792   19.449   19.415   0.034
(  1   1   2)  4.35390  ****************    20.381            -0.063
   2   0  -3   4.18751  4.19019  -0.00267   21.200   21.186   0.014
   2   1  -2            4.19285  -0.00533            21.173   0.027
   3   1   0   4.13565  4.13710  -0.00145   21.469   21.461   0.008
   3   0   2   4.01073  4.01260  -0.00187   22.146   22.136   0.010
   2   1   2   3.89327  3.89510  -0.00184   22.823   22.812   0.011
   3   1   1   3.85791  3.85669   0.00122   23.035   23.042  -0.007
   0   1   3   3.69417  3.68784   0.00633   24.071   24.113  -0.042
   3   1  -2            3.69280   0.00137            24.080  -0.009
   1   1   3   3.52181  3.52114   0.00067   25.268   25.273  -0.005
   2   1  -3   3.49947  3.49810   0.00138   25.432   25.442  -0.010

        * NUMBER OF LINES
            .- LINES INPUT      =   20
            .- LINES INDEXED    =   19
            .- LINES CALCULATED =   48
        * MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES
                                          <Q> =0.6974E-04
                              <DELTA(2-THETA)> =0.1521E-01
            MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) =0.4500E-01
        * FIGURES OF MERIT
              1.- M( 19) =   12.2
              2.- F( 19) =   26.0(0.0152,   48)

                                   ---------

 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=100.000 Deg.  BETA MAX=105.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=105.000 Deg.  BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=110.000 Deg.  BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=115.000 Deg.  BETA MAX=120.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED :  BETA MIN=120.000 Deg.  BETA MAX=125.000 Deg.
              ITERATION NUMBER AT EACH DICHOTOMY LEVEL :
             10073   10193     745      22       6       7       1

 END OF SEARCH FOR MONOCLINIC SOLUTIONS
 --------------------------------------
```

--- T O T A L   CALCULATION TIME :   6.050 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.

Entrada de datos Treor90 para w-14 Etanol.

```
w-14 Etanol
8.414
10.580
11.698
12.680
13.539
14.320
15.800
16.291
16.859
17.661
18.360
18.781
19.142
20.142
21.040
21.180
21.980
23.680
25.060
25.419


 CHOICE=3,
 MONO=130,
  END*
  0.00
```

Salida de datos Treor90 para w-14 Etanol.

```
    VERSION JANUARY 1990
  w-14 Etanol
        8.414000
       10.580000
       11.698000
       12.680000
       13.539000
       14.320000
       15.800000
       16.291000
       16.858999
       17.660999
       18.360001
       18.781000
       19.142000
       20.142000
       21.040001
       21.180000
       21.980000
       23.680000
       25.059999
       25.419001
 STOP LIMITS
 FIGURE OF MERIT REQUIRED=   10
 MAX NUMBER OF UNINDEXED LINES IN FIGURE OF MERIT TEST=    1
 THE 7 FIRST LINES ADJUSTED BY THEIR HIGHER ORDERS
 CUBIC,TETRAGONAL,HEXAGONAL AND ORTHOROMBIC SYMMETRY
 MAX CELL EDGE= 25.0 MAX CELL VOLUME=    2000.0
 D1=   .000200 SSQTL=   .050000 D2=   .000400 WAVE=  1.540598
 NUMBER OF TEST LINES=   19 IQ REQUIRED=   16
 ** CUBIC TEST ********************* MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1) (2)
 BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    6
 ** TETRAGONAL TEST ***************** MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1,2) (1,3) (2,3)
 BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 ** HEXAGONAL TEST ****************** MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1,2) (1,3) (2,3)
 BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 ** ORTHORHOMBIC TEST ************** MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1,2,3) (1,2,4) (1,2,5) (1,3,4) (2,3,4) (1,2,6)
 BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    3
```

```
BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    4
BASE LINE THREE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    4
** MONOCLINIC TEST **************** MAX. VOLUME= 2000.
MAX BETA ALLOWED=  130 DEG.
(020)-SEARCH
SELECTED BASE LINES (1,2,3,4) (1,2,3,5) (1,2,4,5)
BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    2
BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    3
BASE LINE THREE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    3
BASE LINE FOUR.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    4
  NUMBER OF SINGLE INDEXED LINES =   15
  TOTAL NUMBER OF LINES =   20
  A = 13.310831   .003076 A   ALFA = 90.000000   .000000 DEG
  B = 10.874227   .002315 A   BETA =101.113960   .018754 DEG
  C = 10.705270   .002943 A  GAMMA = 90.000000   .000000 DEG
  UNIT CELL VOLUME =   1520.47 A**3
   H   K   L SST-OBS  SST-CALC   DELTA   2TH-OBS 2TH-CALC D-OBS   FREE PARAM.
   0   0   1  .005378  .005377   .000001   8.411   8.411 10.5037
   1   1   0  .008500  .008496   .000004  10.580  10.577  8.3549
   0   1   1  .010385  .010395  -.000010  11.698  11.704  7.5588
   1   0   1           .010523                    11.776
  -1   1   1  .012194  .012206  -.000012  12.680  12.686  6.9756
   2   0   0  .013895  .013913  -.000018  13.539  13.548  6.5349
   1   1   1  .015535  .015541  -.000005  14.320  14.323  6.1802
   2   1   0  .018891  .018931  -.000040  15.800  15.817  5.6044
   0   2   0  .020075  .020072   .000004  16.291  16.289  5.4366
   0   0   2  .021489  .021509  -.000020  16.859  16.867  5.2547
  -1   0   2           .021653                    16.924
   1   2   0  .023566  .023550   .000016  17.661  17.655  5.0178
   0   2   1  .025452  .025449   .000003  18.360  18.359  4.8284
   0   1   2           .026527                    18.747
  -1   1   2  .026622  .026671  -.000049  18.781  18.798  4.7211
   2   1   1  .027646  .027643   .000003  19.142  19.141  4.6328
   1   2   1  .030579  .030594  -.000015  20.142  20.147  4.4050
   1   1   2  .033335  .033340  -.000005  21.040  21.042  4.2190
  -2   1   2  .033775  .033771   .000004  21.180  21.179  4.1914
   3   1   0  .036343  .036322   .000021  21.980  21.974  4.0406
   2   0   2  .042099  .042091   .000007  23.680  23.678  3.7543
  -1   0   3           .046872                    25.007
   2   1   2  .047068  .047109  -.000041  25.060  25.071  3.5506
   1   2   2           .048394                    25.416
   0   0   3  .048404  .048396   .000007  25.419  25.417  3.5012
NUMBER OF OBS. LINES =   20
NUMBER OF CALC. LINES =   25
M( 20)=  36  AV.EPS.=  .0000143
F 20 =  79.( .005406,   47)
M( 20)=  36  AV.EPS.=  .0000143
F 20 =  79.( .005406,   47)
    0  LINES ARE UNINDEXED
M-TEST=   36 UNINDEXED IN THE TEST=    0


THIS MAY BE THE SOLUTION !!!
THE REFINEMENT OF THE CELL WILL NOW BE REPEATED
THREE CYCLES MORE. --- GOOD LUCK !


CYCLE RESULTS


  .003478   .005018   .005377   .001667   .000000   .000000
  .003478   .005018   .005377   .001667   .000000   .000000
  .003478   .005018   .005377   .001667   .000000   .000000
  NUMBER OF SINGLE INDEXED LINES =   15
  TOTAL NUMBER OF LINES =   20
  A = 13.310831   .003076 A   ALFA = 90.000000   .000000 DEG
  B = 10.874227   .002315 A   BETA =101.113960   .018754 DEG
  C = 10.705270   .002943 A  GAMMA = 90.000000   .000000 DEG
  UNIT CELL VOLUME =   1520.47 A**3
   H   K   L SST-OBS  SST-CALC   DELTA   2TH-OBS 2TH-CALC D-OBS   FREE PARAM.
   0   0   1  .005378  .005377   .000001   8.411   8.411 10.5037
   1   1   0  .008500  .008496   .000004  10.580  10.577  8.3549
   0   1   1  .010385  .010395  -.000010  11.698  11.704  7.5588
   1   0   1           .010523                    11.776
  -1   1   1  .012194  .012206  -.000012  12.680  12.686  6.9756
   2   0   0  .013895  .013913  -.000018  13.539  13.548  6.5349
   1   1   1  .015535  .015541  -.000005  14.320  14.323  6.1802
   2   1   0  .018891  .018931  -.000040  15.800  15.817  5.6044
```

```
   0   2   0  .020075  .020072   .000004  16.291  16.289  5.4366
   0   0   2  .021489  .021509  -.000020  16.859  16.867  5.2547
  -1   0   2           .021653                    16.924
   1   2   0  .023566  .023550   .000016  17.661  17.655  5.0178
   0   2   1  .025452  .025449   .000003  18.360  18.359  4.8284
   0   1   2           .026527                    18.747
  -1   1   2  .026622  .026671  -.000049  18.781  18.798  4.7211
   2   1   1  .027646  .027643   .000003  19.142  19.141  4.6328
   1   2   1  .030579  .030594  -.000015  20.142  20.147  4.4050
   1   1   2  .033335  .033340  -.000005  21.040  21.042  4.2190
  -2   1   2  .033775  .033771   .000004  21.180  21.179  4.1914
   3   1   0  .036343  .036322   .000021  21.980  21.974  4.0406
   2   0   2  .042099  .042091   .000007  23.680  23.678  3.7543
  -1   0   3           .046872                    25.007
   2   1   2  .047068  .047109  -.000041  25.060  25.071  3.5506
   1   2   2           .048394                    25.416
   0   0   3  .048404  .048396   .000007  25.419  25.417  3.5012
NUMBER OF OBS. LINES =   20
NUMBER OF CALC. LINES =   25
M( 20)=  36  AV.EPS.=  .0000143
F 20 =  79.( .005406,   47)
M( 20)=  36  AV.EPS.=  .0000143
F 20 =  79.( .005406,   47)
 M   CF. J.APPL.CRYST. 1(1968)108
 F  CF. J.APPL.CRYST. 12(1979)60
    0  LINES ARE UNINDEXED
M-TEST=   36 UNINDEXED IN THE TEST=    0


ANY COMMON FACTOR IN THE QUADRATIC FORMS ? ?
CHECK CONVERGENCE IN THE REFINEMENT
(EV. USE PROGRAM PIRUM OR PURUM)
END OF INDEXING CALCULATIONS


The following unit cell reduction is ONLY valid if,
and ONLY IF the unit cell found is PRIMITIVE.
If the unit cell found is not primitive, you have to
convert the cell to a primitive one and run a cell
reduction program separately.

      *** INPUT CELL ***
     A= 13.31083 B= 10.87423 C= 10.70527
     ALFA= 90.000 BETA=101.114 GAMMA= 90.000
     TOLERANCE= .0500

     VOLUME OF INPUT CELL=   1520.47 A3

      *** REDUCED-CELL ***
     A= 10.70527 B= 10.87423 C= 13.31083
     ALFA= 90.0000 BETA=101.1140 GAMMA= 90.0000

     VOLUME OF THE REDUCED CELL=   1520.47 A3

     REDUCED FORM NUMBER = 33 INT.TAB.1,SECT. 5.1

      *** CONVENTIONAL CELL  (METRIC SYMMETRY) ***
     MONOCLINIC P
     A= 13.31083 B= 10.87423 C= 10.70527
     ALFA= 90.0000 BETA=101.1140 GAMMA= 90.0000

     VOLUME OF THE CONVENTIONAL CELL=   1520.47 A3

IF YOU WANT TO LOOK FOR A BETTER SOLUTION YOU
MAY TRY TO INCREASE THE PARAMETER MERIT ABOVE    36
....OR PERHAPS THIS WAS THE BEST SOLUTION...
NUMBER OF CELLS WITH  16 OR MORE INDEXABLE LINES
IN MONOCLINIC (020)-TESTS     0 SOLUTIONS
IN MONOCLINIC DOMINANT ZONE TESTS     0 SOLUTIONS
IN MONOCLINIC GENERAL TESTS     8 SOLUTIONS
IN TRICLINIC TESTS     0 SOLUTIONS
```

Entrada de datos Treor90 para w-14 Dimetisulfóxido.

```
w-14 Dimetilsulfoxido
8.320
10.500
11.603
13.453
14.237
14.414
15.733
16.189
16.568
16.760
17.548
18.256
18.671
18.945
18.992
20.041
21.070
21.806
24.810
25.286


 CHOICE=3,
 MONO=130,
  END*
  0.00
```

Salida de datos Treor90 para w-14 Dimetisulfóxido.

```
  VERSION JANUARY 1990
  w-14 Dimetilsulfoxido
        8.320000
       10.500000
       11.603000
       13.453000
       14.237000
       14.414000
       15.733000
       16.188999
       16.568001
       16.760000
       17.548000
       18.256001
       18.671000
       18.945000
       18.992001
       20.041000
       21.070000
       21.806000
       24.809999
       25.285999
 STOP LIMITS
 FIGURE OF MERIT REQUIRED=   10
 MAX NUMBER OF UNINDEXED LINES IN FIGURE OF MERIT TEST=    1
 THE 7 FIRST LINES ADJUSTED BY THEIR HIGHER ORDERS
 CUBIC,TETRAGONAL,HEXAGONAL AND ORTHOROMBIC SYMMETRY
 MAX CELL EDGE= 25.0 MAX CELL VOLUME=    2000.0
 D1=   .000200 SSQTL=   .050000 D2=   .000400 WAVE=  1.540598
 NUMBER OF TEST LINES=   19 IQ REQUIRED=   16
 ** CUBIC TEST ********************** MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1) (2)
 BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    6
 ** TETRAGONAL TEST ***************** MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1,2) (1,3) (2,3)
 BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 ** HEXAGONAL TEST ****************** MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1,2) (1,3) (2,3)
 BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 ** ORTHORHOMBIC TEST ************** MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1,2,3) (1,2,4) (1,2,5) (1,3,4) (2,3,4) (1,2,6)
 BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    3
```

```
BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    4
BASE LINE THREE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    4
** MONOCLINIC TEST **************** MAX. VOLUME= 2000.
MAX BETA ALLOWED=  130 DEG.
(020)-SEARCH
SELECTED BASE LINES (1,2,3,4) (1,2,3,5) (1,2,4,5)
BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    2
BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    3
BASE LINE THREE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    3
BASE LINE FOUR.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    4
  NUMBER OF SINGLE INDEXED LINES =   13
  TOTAL NUMBER OF LINES =   20
  A = 17.058407   .017870 A   ALFA = 90.000000   .000000 DEG
  B =  7.188336   .012151 A   BETA = 98.353378   .077655 DEG
  C = 15.401594   .016143 A  GAMMA = 90.000000   .000000 DEG
  UNIT CELL VOLUME =   1868.53 A**3
   H   K   L SST-OBS  SST-CALC   DELTA   2TH-OBS 2TH-CALC D-OBS   FREE PARAM.
   1   0   1  .005323  .005309   .000014   8.368   8.357 10.5580
   2   0   0  .008357  .008332   .000025  10.490  10.475  8.4261
   0   0   2  .010218  .010221  -.000004  11.603  11.605  7.6205
   1   1   0           .013566                    13.377
   1   0   2  .013719  .013645   .000074  13.453  13.416  6.5764
  -1   1   1  .015357  .015451  -.000095  14.237  14.281  6.2160
  -2   0   2  .015739  .015872  -.000134  14.414  14.475  6.1401
   3   0   0  .018732  .018748  -.000016  15.733  15.740  5.6282
   2   1   0  .019826  .019815   .000011  16.189  16.185  5.4706
              .020759                    16.568           5.3463
   2   0   2  .021239  .021235   .000004  16.760  16.758  5.2855
  -1   0   3           .023070                    17.473
   3   0   1  .023268  .023314  -.000046  17.548  17.566  5.0499
   1   1   2  .025167  .025128   .000038  18.256  18.242  4.8556
              .026314                    18.671           4.7486
   1   0   3  .027085  .027092  -.000008  18.945  18.948  4.6806
  -2   0   3  .027218  .027308  -.000090  18.992  19.024  4.6691
  -2   1   2           .027355                    19.040
   3   1   0  .030276  .030231   .000045  20.041  20.026  4.4270
   4   0   0  .033429  .033329   .000100  21.070  21.038  4.2131
  -3   0   3  .035777  .035713   .000064  21.806  21.786  4.0725
              .046148                    24.810           3.5858
   3   0   3           .047779                    25.252
   1   2   0  .047907  .048016  -.000109  25.286  25.315  3.5193
NUMBER OF OBS. LINES =   20
NUMBER OF CALC. LINES =   21
M( 20)=   8  AV.EPS.=  .0000516
F 20 =  17.( .020351,   59)
M( 20)=   8  AV.EPS.=  .0000516
F 20 =  17.( .020351,   59)
    3  LINES ARE UNINDEXED
M-TEST=    8 UNINDEXED IN THE TEST=    3


  NUMBER OF SINGLE INDEXED LINES =   13
  TOTAL NUMBER OF LINES =   20
  A = 13.389840   .010985 A   ALFA = 90.000000   .000000 DEG
  B = 10.928276   .006781 A   BETA =101.028656   .080324 DEG
  C = 10.766985   .012549 A  GAMMA = 90.000000   .000000 DEG
  UNIT CELL VOLUME =   1546.41 A**3
   H   K   L SST-OBS  SST-CALC   DELTA   2TH-OBS 2TH-CALC D-OBS   FREE PARAM.
   0   0   1  .005323  .005313   .000010   8.368   8.360 10.5580
   1   1   0  .008357  .008404  -.000046  10.490  10.520  8.4261
   0   1   1  .010218  .010281  -.000064  11.603  11.639  7.6205
   1   0   1           .010383                    11.697
   2   0   0  .013719  .013741  -.000022  13.453  13.464  6.5764
   1   1   1  .015357  .015351   .000006  14.237  14.234  6.2160
  -2   0   1  .015739  .015785  -.000046  14.414  14.435  6.1401
   2   1   0  .018732  .018709   .000023  15.733  15.723  5.6282
   0   2   0  .019826  .019874  -.000047  16.189  16.208  5.4706
  -2   1   1  .020759  .020753   .000006  16.568  16.566  5.3463
   0   0   2  .021239  .021251  -.000012  16.760  16.765  5.2855
  -1   0   2           .021417                    16.831
   1   2   0  .023268  .023309  -.000041  17.548  17.564  5.0499
   0   2   1  .025167  .025186  -.000019  18.256  18.263  4.8556
   0   1   2           .026220                    18.637
  -1   1   2  .026314  .026386  -.000072  18.671  18.697  4.7486
  -1   2   1  .027085  .026987   .000098  18.945  18.911  4.6806
   2   1   1  .027218  .027291  -.000073  18.992  19.018  4.6691
   1   2   1  .030276  .030256   .000020  20.041  20.034  4.4270
  -2   1   2  .033429  .033423   .000006  21.070  21.068  4.2131
```

```
   2   2   0           .033615                    21.129
  -2   2   1           .035658                    21.770
   3   1   0  .035777  .035886  -.000109  21.806  21.840  4.0725
   3   1   1  .046148  .046102   .000046  24.810  24.797  3.5858
  -1   0   3           .046347                    24.864
   0   0   3           .047815                    25.261
   1   2   2  .047907  .047829   .000078  25.286  25.265  3.5193
NUMBER OF OBS. LINES =   20
NUMBER OF CALC. LINES =   27
M( 20)=  12  AV.EPS.=  .0000422
F 20 =  26.( .016412,   47)
M( 20)=  12  AV.EPS.=  .0000422
F 20 =  26.( .016412,   47)
    0  LINES ARE UNINDEXED
M-TEST=   12 UNINDEXED IN THE TEST=    0


THIS MAY BE THE SOLUTION !!!
THE REFINEMENT OF THE CELL WILL NOW BE REPEATED
THREE CYCLES MORE. --- GOOD LUCK !


CYCLE RESULTS


  .003427   .004968   .005328   .001622   .000000   .000000
  .003436   .004962   .005313   .001649   .000000   .000000
  .003427   .004968   .005328   .001622   .000000   .000000
  NUMBER OF SINGLE INDEXED LINES =   13
  TOTAL NUMBER OF LINES =   20
  A = 13.402379   .016919 A   ALFA = 90.000000   .000000 DEG
  B = 10.928864   .009538 A   BETA =100.944000   .117964 DEG
  C = 10.748415   .034177 A  GAMMA = 90.000000   .000000 DEG
  UNIT CELL VOLUME =   1545.72 A**3
   H   K   L SST-OBS  SST-CALC   DELTA   2TH-OBS 2TH-CALC D-OBS   FREE PARAM.
   0   0   1  .005323  .005328  -.000005   8.368   8.372 10.5580
   1   1   0  .008357  .008395  -.000037  10.490  10.514  8.4261
   0   1   1  .010218  .010296  -.000078  11.603  11.648  7.6205
   1   0   1           .010377                    11.694
   2   0   0  .013719  .013707   .000012  13.453  13.447  6.5764
   1   1   1  .015357  .015345   .000011  14.237  14.232  6.2160
  -2   0   1  .015739  .015791  -.000052  14.414  14.438  6.1401
   2   1   0  .018732  .018675   .000057  15.733  15.709  5.6282
   0   2   0  .019826  .019871  -.000045  16.189  16.207  5.4706
  -2   1   1  .020759  .020759   .000001  16.568  16.568  5.3463
   0   0   2  .021239  .021312  -.000073  16.760  16.789  5.2855
   1   2   0  .023268  .023298  -.000031  17.548  17.560  5.0499
   0   2   1  .025167  .025200  -.000033  18.256  18.268  4.8556
   0   1   2  .026314  .026280   .000034  18.671  18.659  4.7486
  -1   1   2           .026462                    18.724
  -1   2   1  .027085  .027004   .000081  18.945  18.916  4.6806
   2   1   1  .027218  .027248  -.000030  18.992  19.003  4.6691
   1   2   1  .030276  .030249   .000027  20.041  20.032  4.4270
  -2   1   2  .033429  .033498  -.000069  21.070  21.092  4.2131
   2   2   0           .033579                    21.118
  -2   2   1           .035662                    21.771
   3   1   0  .035777  .035810  -.000033  21.806  21.816  4.0725
   3   1   1  .046148  .046005   .000143  24.810  24.771  3.5858
   1   2   2           .047856                    25.272
   0   0   3  .047907  .047953  -.000046  25.286  25.298  3.5193
NUMBER OF OBS. LINES =   20
NUMBER OF CALC. LINES =   25
M( 20)=  12  AV.EPS.=  .0000449
F 20 =  26.( .017319,   46)
M( 20)=  12  AV.EPS.=  .0000449
F 20 =  26.( .017319,   46)
 M   CF. J.APPL.CRYST. 1(1968)108
 F  CF. J.APPL.CRYST. 12(1979)60
    0  LINES ARE UNINDEXED
M-TEST=   12 UNINDEXED IN THE TEST=    0


ANY COMMON FACTOR IN THE QUADRATIC FORMS ? ?
CHECK CONVERGENCE IN THE REFINEMENT
(EV. USE PROGRAM PIRUM OR PURUM)
END OF INDEXING CALCULATIONS
```

```
The following unit cell reduction is ONLY valid if,
and ONLY IF the unit cell found is PRIMITIVE.
If the unit cell found is not primitive, you have to
convert the cell to a primitive one and run a cell
reduction program separately.

      *** INPUT CELL ***
     A= 13.40238 B= 10.92886 C= 10.74841
     ALFA= 90.000 BETA=100.944 GAMMA= 90.000
     TOLERANCE= .0500

     VOLUME OF INPUT CELL=   1545.72 A3

      *** REDUCED-CELL ***
     A= 10.74841 B= 10.92886 C= 13.40238
     ALFA= 90.0000 BETA=100.9441 GAMMA= 90.0000

     VOLUME OF THE REDUCED CELL=   1545.72 A3

     REDUCED FORM NUMBER = 33 INT.TAB.1,SECT. 5.1

      *** CONVENTIONAL CELL  (METRIC SYMMETRY) ***
     MONOCLINIC P
     A= 13.40238 B= 10.92886 C= 10.74841
     ALFA= 90.0000 BETA=100.9441 GAMMA= 90.0000

     VOLUME OF THE CONVENTIONAL CELL=   1545.72 A3

 IF YOU WANT TO LOOK FOR A BETTER SOLUTION YOU
 MAY TRY TO INCREASE THE PARAMETER MERIT ABOVE    12
....OR PERHAPS THIS WAS THE BEST SOLUTION...
 NUMBER OF CELLS WITH  16 OR MORE INDEXABLE LINES
 IN MONOCLINIC (020)-TESTS     0 SOLUTIONS
 IN MONOCLINIC DOMINANT ZONE TESTS     0 SOLUTIONS
 IN MONOCLINIC GENERAL TESTS    14 SOLUTIONS
 IN TRICLINIC TESTS     0 SOLUTIONS
```

Entrada de datos Treor90 para w-14 Acetonitrilo.

```
w-14 Acetonitrilo
8.361
10.561
11.680
12.650
13.539
14.293
14.470
15.792
16.263
16.824
17.224
17.632
18.338
18.753
19.101
20.120
21.043
21.140
21.997
23.639


 CHOICE=3,
 MONO=130,
  END*
  0.00
```

Salida de datos Treor90 para w-14 Acetonitrilo.

```
  VERSION JANUARY 1990
  w-14 Acetonitrilo
        8.361000
       10.561000
       11.680000
       12.650000
       13.539000
       14.293000
       14.470000
       15.792000
       16.263000
       16.823999
       17.224001
       17.632000
       18.337999
       18.753000
       19.101000
       20.120001
       21.042999
       21.139999
       21.997000
       23.639000
 STOP LIMITS
 FIGURE OF MERIT REQUIRED=   10
 MAX NUMBER OF UNINDEXED LINES IN FIGURE OF MERIT TEST=    1
 THE 7 FIRST LINES ADJUSTED BY THEIR HIGHER ORDERS
 CUBIC,TETRAGONAL,HEXAGONAL AND ORTHOROMBIC SYMMETRY
 MAX CELL EDGE= 25.0 MAX CELL VOLUME=    2000.0
 D1=   .000200 SSQTL=   .050000 D2=   .000400 WAVE=  1.540598
 NUMBER OF TEST LINES=   19 IQ REQUIRED=   16
 ** CUBIC TEST ********************* MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1) (2)
 BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    6
 ** TETRAGONAL TEST ***************** MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1,2) (1,3) (2,3)
 BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 ** HEXAGONAL TEST ***************** MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1,2) (1,3) (2,3)
 BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 ** ORTHORHOMBIC TEST ************** MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1,2,3) (1,2,4) (1,2,5) (1,3,4) (2,3,4) (1,2,6)
```

```
BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    3
BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    4
BASE LINE THREE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    4
** MONOCLINIC TEST ***************** MAX. VOLUME= 2000.
MAX BETA ALLOWED=  130 DEG.
(020)-SEARCH
SELECTED BASE LINES (1,2,3,4) (1,2,3,5) (1,2,4,5)
BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    2
BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    3
BASE LINE THREE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    3
BASE LINE FOUR.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    4
  NUMBER OF SINGLE INDEXED LINES =   16
  TOTAL NUMBER OF LINES =   20
  A = 13.362654   .008274 A   ALFA = 90.000000   .000000 DEG
  B = 10.885814   .006777 A   BETA =101.209091   .064089 DEG
  C = 10.723710   .010343 A  GAMMA = 90.000000   .000000 DEG
  UNIT CELL VOLUME =   1530.15 A**3
   H   K   L SST-OBS  SST-CALC   DELTA   2TH-OBS 2TH-CALC D-OBS   FREE PARAM.
   0   0   1  .005350  .005362  -.000012   8.389   8.399 10.5311
   1   1   0  .008470  .008461   .000009  10.561  10.555  8.3699
   0   1   1  .010353  .010370  -.000016  11.680  11.689  7.5704
   1   0   1           .010489                    11.757
  -1   1   1  .012137  .012150  -.000013  12.650  12.657  6.9920
   2   0   0  .013895  .013814   .000081  13.539  13.500  6.5349
   1   1   1  .015477  .015496  -.000019  14.293  14.302  6.1918
  -2   0   1  .015861  .015830   .000030  14.470  14.456  6.1164
   2   1   0  .018872  .018821   .000051  15.792  15.771  5.6073
   0   2   0  .020007  .020029  -.000022  16.263  16.272  5.4459
   0   0   2  .021401  .021450  -.000049  16.824  16.843  5.2656
  -1   0   2           .021557                    16.886
   2   0   1  .022423  .022523  -.000100  17.224  17.263  5.1442
   1   2   0  .023489  .023482   .000007  17.632  17.629  5.0260
   0   2   1  .025391  .025391   .000000  18.338  18.338  4.8341
   0   1   2           .026457                    18.722
  -1   1   2  .026543  .026564  -.000021  18.753  18.760  4.7280
   2   1   1  .027528  .027530  -.000001  19.101  19.101  4.6427
   1   2   1  .030513  .030518  -.000005  20.120  20.122  4.4098
   1   1   2  .033344  .033256   .000088  21.043  21.015  4.2184
  -2   1   2  .033649  .033579   .000070  21.140  21.118  4.1993
   2   2   0           .033843                    21.202
  -3   1   1  .036398  .036432  -.000034  21.997  22.007  4.0376
   2   0   2  .041955  .041956  -.000001  23.639  23.639  3.7607
NUMBER OF OBS. LINES =   20
NUMBER OF CALC. LINES =   24
M( 20)=  18  AV.EPS.=  .0000315
F 20 =  43.( .012756,   37)
M( 20)=  18  AV.EPS.=  .0000315
F 20 =  43.( .012756,   37)
    0  LINES ARE UNINDEXED
M-TEST=   18 UNINDEXED IN THE TEST=    0


THIS MAY BE THE SOLUTION !!!
THE REFINEMENT OF THE CELL WILL NOW BE REPEATED
THREE CYCLES MORE. --- GOOD LUCK !


CYCLE RESULTS


  .003451   .005006   .005374   .001667   .000000   .000000
  .003454   .005007   .005362   .001673   .000000   .000000
  .003451   .005006   .005374   .001667   .000000   .000000
  NUMBER OF SINGLE INDEXED LINES =   17
  TOTAL NUMBER OF LINES =   20
  A = 13.365416   .009070 A   ALFA = 90.000000   .000000 DEG
  B = 10.887024   .007273 A   BETA =101.158890   .078593 DEG
  C = 10.710231   .015197 A  GAMMA = 90.000000   .000000 DEG
  UNIT CELL VOLUME =   1528.98 A**3
   H   K   L SST-OBS  SST-CALC   DELTA   2TH-OBS 2TH-CALC D-OBS   FREE PARAM.
   0   0   1  .005350  .005374  -.000024   8.389   8.408 10.5311
   1   1   0  .008470  .008457   .000013  10.561  10.553  8.3699
   0   1   1  .010353  .010380  -.000027  11.680  11.695  7.5704
   1   0   1           .010492                    11.758
  -1   1   1  .012137  .012164  -.000027  12.650  12.664  6.9920
   2   0   0  .013895  .013804   .000091  13.539  13.494  6.5349
   1   1   1  .015477  .015498  -.000021  14.293  14.303  6.1918
  -2   0   1  .015861  .015844   .000017  14.470  14.462  6.1164
```

```
   2   1   0  .018872  .018810   .000062  15.792  15.766  5.6073
   0   2   0  .020007  .020024  -.000018  16.263  16.270  5.4459
   0   0   2  .021401  .021496  -.000095  16.824  16.862  5.2656
   2   0   1  .022423  .022511  -.000088  17.224  17.258  5.1442
   1   2   0  .023489  .023475   .000014  17.632  17.627  5.0260
   0   2   1  .025391  .025398  -.000007  18.338  18.341  4.8341
   0   1   2  .026543  .026502   .000041  18.753  18.738  4.7280
  -1   1   2           .026619                    18.780
   2   1   1  .027528  .027517   .000011  19.101  19.097  4.6427
   1   2   1  .030513  .030516  -.000003  20.120  20.121  4.4098
   1   1   2  .033344  .033287   .000058  21.043  21.025  4.2184
  -2   1   2  .033649  .033638   .000011  21.140  21.137  4.1993
   2   2   0           .033828                    21.197
  -3   1   1  .036398  .036438  -.000039  21.997  22.009  4.0376
   2   0   2  .041955  .041967  -.000012  23.639  23.642  3.7607
NUMBER OF OBS. LINES =   20
NUMBER OF CALC. LINES =   23
M( 20)=  17  AV.EPS.=  .0000339
F 20 =  38.( .014406,   37)
M( 20)=  17  AV.EPS.=  .0000339
F 20 =  38.( .014406,   37)
 M   CF. J.APPL.CRYST. 1(1968)108
 F  CF. J.APPL.CRYST. 12(1979)60
    0  LINES ARE UNINDEXED
M-TEST=   17 UNINDEXED IN THE TEST=    0



ANY COMMON FACTOR IN THE QUADRATIC FORMS ? ?
CHECK CONVERGENCE IN THE REFINEMENT
(EV. USE PROGRAM PIRUM OR PURUM)
END OF INDEXING CALCULATIONS


The following unit cell reduction is ONLY valid if,
and ONLY IF the unit cell found is PRIMITIVE.
If the unit cell found is not primitive, you have to
convert the cell to a primitive one and run a cell
reduction program separately.

      *** INPUT CELL ***
     A= 13.36542 B= 10.88702 C= 10.71023
     ALFA= 90.000 BETA=101.159 GAMMA= 90.000
     TOLERANCE= .0500

     VOLUME OF INPUT CELL=   1528.98 A3

      *** REDUCED-CELL ***
     A= 10.71023 B= 10.88702 C= 13.36542
     ALFA= 90.0000 BETA=101.1590 GAMMA= 90.0000

     VOLUME OF THE REDUCED CELL=   1528.98 A3

     REDUCED FORM NUMBER = 33 INT.TAB.1,SECT. 5.1

      *** CONVENTIONAL CELL  (METRIC SYMMETRY) ***
     MONOCLINIC P
     A= 13.36542 B= 10.88702 C= 10.71023
     ALFA= 90.0000 BETA=101.1590 GAMMA= 90.0000

     VOLUME OF THE CONVENTIONAL CELL=   1528.98 A3

IF YOU WANT TO LOOK FOR A BETTER SOLUTION YOU
MAY TRY TO INCREASE THE PARAMETER MERIT ABOVE    17
....OR PERHAPS THIS WAS THE BEST SOLUTION...
NUMBER OF CELLS WITH  16 OR MORE INDEXABLE LINES
IN MONOCLINIC (020)-TESTS     0 SOLUTIONS
IN MONOCLINIC DOMINANT ZONE TESTS     0 SOLUTIONS
IN MONOCLINIC GENERAL TESTS     7 SOLUTIONS
IN TRICLINIC TESTS     0 SOLUTIONS
```

Entrada de datos Treor90 para w-14 Metanol.

```
w-14 Etanol
10.822
13.026
13.442
14.926
15.894
16.218
16.565
17.695
18.360
19.089
19.449
20.321
21.200
21.469
22.146
22.823
23.035
24.071
25.268
25.432


 CHOICE=3,
 MONO=130,
  END*
  0.00
```

Salida de datos Treor90 para w-14 Metanol.

```
  VERSION JANUARY 1990
  w-14 Etanol
       10.822000
       13.026000
       13.442000
       14.926000
       15.894000
       16.218000
       16.565001
       17.695000
       18.360001
       19.089001
       19.448999
       20.320999
       21.200001
       21.469000
       22.146000
       22.823000
       23.035000
       24.070999
       25.268000
       25.431999
 STOP LIMITS
 FIGURE OF MERIT REQUIRED=   10
 MAX NUMBER OF UNINDEXED LINES IN FIGURE OF MERIT TEST=    1
 THE 7 FIRST LINES ADJUSTED BY THEIR HIGHER ORDERS
 CUBIC,TETRAGONAL,HEXAGONAL AND ORTHOROMBIC SYMMETRY
 MAX CELL EDGE= 25.0 MAX CELL VOLUME=    2000.0
 D1=   .000200 SSQTL=   .050000 D2=   .000400 WAVE=  1.540598
 NUMBER OF TEST LINES=   19 IQ REQUIRED=   16
 ** CUBIC TEST ********************* MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1) (2)
 BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    6
 ** TETRAGONAL TEST ***************** MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1,2) (1,3) (2,3)
 BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 ** HEXAGONAL TEST ***************** MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1,2) (1,3) (2,3)
 BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    4    4    4 MAX H+K+L=    4
 ** ORTHORHOMBIC TEST ************** MAX. VOLUME= 2000.
 SELECTED BASE LINES (1,2,3) (1,2,4) (1,2,5) (1,3,4) (2,3,4) (1,2,6)
```

```
BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    3
BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    4
BASE LINE THREE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    4
** MONOCLINIC TEST ***************** MAX. VOLUME= 2000.
MAX BETA ALLOWED=  130 DEG.
(020)-SEARCH
SELECTED BASE LINES (1,2,3,4) (1,2,3,5) (1,2,4,5)
BASE LINE ONE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    2
BASE LINE TWO.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    3
BASE LINE THREE.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    3
BASE LINE FOUR.(HKL)-MAX=    2    2    2 MAX H+K+L=    4
  NUMBER OF SINGLE INDEXED LINES =   18
  TOTAL NUMBER OF LINES =   20
  A = 16.479614   .012568 A   ALFA = 90.000000   .000000 DEG
  B =  6.354121   .004735 A   BETA = 97.203430   .051941 DEG
  C = 13.694522   .008739 A  GAMMA = 90.000000   .000000 DEG
  UNIT CELL VOLUME =   1422.68 A**3
   H   K   L SST-OBS  SST-CALC   DELTA   2TH-OBS 2TH-CALC D-OBS   FREE PARAM.
   2   0   0  .008892  .008879   .000013  10.822  10.814  8.1686
   0   0   2  .012866  .012858   .000008  13.026  13.022  6.7910
  -1   0   2  .013697  .013738  -.000041  13.442  13.462  6.5818
   1   1   0  .016870  .016916  -.000046  14.926  14.946  5.9306
  -2   0   2  .019115  .019057   .000058  15.894  15.870  5.5715
   3   0   0  .019897  .019978  -.000081  16.218  16.251  5.4609
   1   1   1  .020752  .020800  -.000049  16.565  16.585  5.3473
   2   1   0  .023656  .023575   .000081  17.695  17.665  5.0083
  -2   1   1  .025452  .025450   .000002  18.360  18.359  4.8284
   0   1   2  .027494  .027554  -.000060  19.089  19.110  4.6456
  -1   1   2  .028531  .028434   .000097  19.449  19.416  4.5604
   1   1   2  .031119  .031114   .000005  20.321  20.319  4.3666
  -2   1   2           .033754                   21.173
  -2   0   3  .033838  .033790   .000048  21.200  21.185  4.1875
   3   1   0  .034692  .034674   .000018  21.469  21.463  4.1357
   3   0   2  .036887  .036855   .000032  22.146  22.136  4.0107
   2   1   2  .039146  .039113   .000033  22.823  22.813  3.8933
   3   1   1  .039867  .039898  -.000031  23.035  23.044  3.8579
  -3   1   2  .043480  .043513  -.000033  24.071  24.080  3.6942
   0   1   3           .043626                   24.112
   1   1   3  .047839  .047856  -.000016  25.268  25.272  3.5218
  -2   1   3  .048452  .048486  -.000034  25.432  25.441  3.4995
NUMBER OF OBS. LINES =   20
NUMBER OF CALC. LINES =   22
M( 20)=  13  AV.EPS.=  .0000393
F 20 =  30.( .014462,   47)
M( 20)=  13  AV.EPS.=  .0000393
F 20 =  30.( .014462,   47)
    0  LINES ARE UNINDEXED
M-TEST=   13 UNINDEXED IN THE TEST=    0


THIS MAY BE THE SOLUTION !!!
THE REFINEMENT OF THE CELL WILL NOW BE REPEATED
THREE CYCLES MORE. --- GOOD LUCK !


CYCLE RESULTS


  .002220   .014696   .003214   .000670   .000000   .000000
  .002220   .014696   .003214   .000670   .000000   .000000
  .002220   .014696   .003214   .000670   .000000   .000000
  NUMBER OF SINGLE INDEXED LINES =   18
  TOTAL NUMBER OF LINES =   20
  A = 16.479614   .012568 A   ALFA = 90.000000   .000000 DEG
  B =  6.354121   .004735 A   BETA = 97.203430   .051941 DEG
  C = 13.694522   .008739 A  GAMMA = 90.000000   .000000 DEG
  UNIT CELL VOLUME =   1422.68 A**3
   H   K   L SST-OBS  SST-CALC   DELTA   2TH-OBS 2TH-CALC D-OBS   FREE PARAM.
   2   0   0  .008892  .008879   .000013  10.822  10.814  8.1686
   0   0   2  .012866  .012858   .000008  13.026  13.022  6.7910
  -1   0   2  .013697  .013738  -.000041  13.442  13.462  6.5818
   1   1   0  .016870  .016916  -.000046  14.926  14.946  5.9306
  -2   0   2  .019115  .019057   .000058  15.894  15.870  5.5715
   3   0   0  .019897  .019978  -.000081  16.218  16.251  5.4609
   1   1   1  .020752  .020800  -.000049  16.565  16.585  5.3473
   2   1   0  .023656  .023575   .000081  17.695  17.665  5.0083
  -2   1   1  .025452  .025450   .000002  18.360  18.359  4.8284
   0   1   2  .027494  .027554  -.000060  19.089  19.110  4.6456
```

```
  -1   1   2  .028531  .028434   .000097  19.449  19.416  4.5604
   1   1   2  .031119  .031114   .000005  20.321  20.319  4.3666
  -2   1   2           .033754                    21.173
  -2   0   3  .033838  .033790   .000048  21.200  21.185  4.1875
   3   1   0  .034692  .034674   .000018  21.469  21.463  4.1357
   3   0   2  .036887  .036855   .000032  22.146  22.136  4.0107
   2   1   2  .039146  .039113   .000033  22.823  22.813  3.8933
   3   1   1  .039867  .039898  -.000031  23.035  23.044  3.8579
  -3   1   2  .043480  .043513  -.000033  24.071  24.080  3.6942
   0   1   3           .043626                    24.112
   1   1   3  .047839  .047856  -.000016  25.268  25.272  3.5218
  -2   1   3  .048452  .048486  -.000034  25.432  25.441  3.4995
 NUMBER OF OBS. LINES =   20
 NUMBER OF CALC. LINES =   22
 M( 20)=  13  AV.EPS.=  .0000393
 F 20 =  30.( .014462,   47)
 M( 20)=  13  AV.EPS.=  .0000393
 F 20 =  30.( .014462,   47)
  M   CF. J.APPL.CRYST. 1(1968)108
  F  CF. J.APPL.CRYST. 12(1979)60
     0  LINES ARE UNINDEXED
 M-TEST=   13 UNINDEXED IN THE TEST=    0



 ANY COMMON FACTOR IN THE QUADRATIC FORMS ? ?
 CHECK CONVERGENCE IN THE REFINEMENT
 (EV. USE PROGRAM PIRUM OR PURUM)
 END OF INDEXING CALCULATIONS


 The following unit cell reduction is ONLY valid if,
 and ONLY IF the unit cell found is PRIMITIVE.
 If the unit cell found is not primitive, you have to
 convert the cell to a primitive one and run a cell
 reduction program separately.

       *** INPUT CELL ***
      A= 16.47961 B=  6.35412 C= 13.69452
      ALFA= 90.000 BETA= 97.203 GAMMA= 90.000
      TOLERANCE= .0500

      VOLUME OF INPUT CELL=   1422.68 A3

       *** REDUCED-CELL ***
      A=  6.35412 B= 13.69452 C= 16.47961
      ALFA= 97.2035 BETA= 90.0000 GAMMA= 90.0000

      VOLUME OF THE REDUCED CELL=   1422.68 A3

      REDUCED FORM NUMBER = 35 INT.TAB.1,SECT. 5.1

       *** CONVENTIONAL CELL  (METRIC SYMMETRY) ***
      MONOCLINIC P
      A= 16.47961 B=  6.35412 C= 13.69452
      ALFA= 90.0000 BETA= 97.2035 GAMMA= 90.0000

      VOLUME OF THE CONVENTIONAL CELL=   1422.68 A3

 IF YOU WANT TO LOOK FOR A BETTER SOLUTION YOU
 MAY TRY TO INCREASE THE PARAMETER MERIT ABOVE    13
....OR PERHAPS THIS WAS THE BEST SOLUTION...
 NUMBER OF CELLS WITH  16 OR MORE INDEXABLE LINES
 IN MONOCLINIC (020)-TESTS     1 SOLUTIONS
 IN MONOCLINIC DOMINANT ZONE TESTS     0 SOLUTIONS
 IN MONOCLINIC GENERAL TESTS     6 SOLUTIONS
 IN TRICLINIC TESTS     0 SOLUTIONS
```

Anexo D. Entrada y salida de datos para el cálculo del grupo espacial mediante el programa Chekcell.

Entrada de datos Chekcell para w-14 Etanol.

```
Chekcell: Results for
CRYSFIRE Solution Nb  -1
Cell:   13.3108   10.8742   10.7053    90.000   101.414    90.000
Space group:P21/C
Wavelength:    1.54059
Angular Tolerance:    0.150
Nb of calculated lines:   47
Nb of observed lines  :   20
Nb of indexed lines   :   20
```

N	h	k	l	ThObs	Thcalc	Dif
1	0	0	1	8.399	8.419	-0.020
2	-1	1	0	10.580	10.582	-0.002
3	0	1	1	11.698	11.710	-0.012
4	-1	1	1	12.680	12.671	0.009
5	2	0	0	13.539	13.562	-0.023
6	1	1	1	14.320	14.353	-0.033
7	-2	1	0	15.800	15.829	-0.029
8	0	2	0	16.291	16.289	0.002
9	0	0	2	16.859	16.885	-0.026
10	-1	2	0	17.661	17.658	0.003
11	0	2	1	18.360	18.363	-0.003
12	-1	1	2	18.781	18.783	-0.002
13	2	1	1	19.142	19.188	-0.046
14	1	2	1	20.142	20.169	-0.027
15	1	1	2	21.040	21.089	-0.049
16	-2	1	2	21.180	21.141	0.039
17	-3	1	0	21.980	21.993	-0.013
18	2	0	2	23.680	23.754	-0.074
19	3	1	1	25.060	25.020	0.040
20	0	0	3	25.419	25.444	-0.025

Salida de datos Chekcell para w-14 Etanol.

Sp. Group	Sigma	Indexed	Calculated
P2	0.02288	20	59
P21	0.02288	20	57
PM	0.02288	20	59
PC	0.02551	19	48
PA	0.02551	19	48
P2/M	0.02288	20	59
P21/M	0.02288	20	57
C2/M	0.02130	15	31
P2/C	0.02551	19	48
P21/A	0.02551	19	46
P21/C	0.02518	20	47
P21/N	0.02321	19	46
C2/C	0.02445	14	25
Best estimated group(s):			
P21/C	0.02518	20	47

Entrada de datos Chekcell para w-14 Dimetilsulfóxido.

```
Chekcell: Results for w14dmso.prn
CRYSFIRE Solution Nb  -1
Cell:   10.7171   10.8768   13.2891    90.000   101.165    90.000
Space group:P21/C
Wavelength:    1.54059
Angular Tolerance:    0.150
Nb of calculated lines:   45
Nb of observed lines  :   20
Nb of indexed lines   :   20
```

N	h	k	l	ThObs	Thcalc	Dif
1	1	0	0	8.320	8.403	-0.083
2	0	1	1	10.491	10.584	-0.093
3	-1	1	0	11.572	11.697	-0.125
4	-1	1	1	12.567	12.681	-0.114
5	0	0	2	13.453	13.572	-0.119
6	1	1	1	14.237	14.327	-0.090
7	0	1	2	15.733	15.837	-0.104
8	0	2	0	16.189	16.286	-0.097
9	2	0	0	16.760	16.851	-0.091
10	0	2	1	17.548	17.656	-0.108
11	-1	2	0	18.256	18.352	-0.096
12	-2	1	0	18.671	18.732	-0.061
13	-1	2	1	18.992	19.001	-0.009
14	1	2	1	20.041	20.148	-0.107
15	2	1	1	20.981	21.038	-0.057
16	2	1	1	21.070	21.038	0.032
17	-1	2	2	21.933	21.887	0.046
18	-2	2	1	23.569	23.557	0.012
19	1	1	3	24.964	24.995	-0.031
20	-2	1	3	25.286	25.269	0.017

Salida de datos Chekcell para w-14 Dimetilsulfóxido.

Sp. Group	Sigma	Indexed	Calculated
P2	0.13789	20	57
P21	0.13789	20	55
C2	0.09709	10	28
PM	0.13789	20	57
PC	0.13866	20	47
PA	0.13866	20	47
CM	0.09709	10	28
CC	0.09709	10	23
CA	0.09709	10	23
P2/M	0.13789	20	57
P21/M	0.13789	20	55
C2/M	0.09709	10	28
P2/C	0.13866	20	47
P21/A	0.13181	19	44
P21/C	0.13866	20	45
P21/N	0.13105	19	44
C2/C	0.09709	10	23
Best estimated group(s):			
P21/C	0.13866	20	45

Entrada de datos Chekcell para w-14 Acetonitrilo.

```
Chekcell: Results for w14aceto.prn
CRYSFIRE Solution Nb  -1
Cell:   13.3492   10.8872   10.7313    90.000   101.164    90.000
Space group:P21/C
Wavelength:    1.54059
Angular Tolerance:    0.150
Nb of calculated lines:   73
Nb of observed lines  :   20
Nb of indexed lines   :   20
```

N	h	k	l	ThObs	Thcalc	Dif
1	0	1	1	11.680	11.683	-0.003
2	-1	1	1	12.650	12.658	-0.008
3	2	0	0	13.539	13.511	0.028
4	1	1	1	14.293	14.297	-0.004
5	-2	1	0	15.792	15.780	0.012
6	-1	2	0	17.632	17.630	0.002
7	0	2	1	18.338	18.333	0.005
8	-1	1	2	18.753	18.754	-0.001
9	2	1	1	19.101	19.101	-0.000
10	1	2	1	20.120	20.117	0.003
11	-2	1	2	21.140	21.121	0.019
12	-3	1	1	21.997	22.026	-0.029
13	2	0	2	23.639	23.628	0.011
14	2	1	2	25.008	25.020	-0.012
15	1	2	2	25.357	25.372	-0.015
16	-1	1	3	26.280	26.271	0.009
17	1	3	1	27.270	27.260	0.010
18	-4	1	0	28.453	28.443	0.010
19	2	2	2	28.823	28.822	0.001
20	2	3	1	30.145	30.135	0.010

Salida de datos Chekcell para w-14 Acetonitrilo.

Sp. Group	Sigma	Indexed	Calculated
P2	0.00697	20	74
P21	0.00697	20	73
C2	0.02859	14	36
PM	0.00697	20	74
PC	0.00863	20	62
PA	0.00863	20	62
CM	0.02859	14	36
CC	0.03711	14	30
CA	0.03711	14	30
P2/M	0.00697	20	74
P21/M	0.00697	20	73
C2/M	0.02859	14	36
P2/C	0.00863	20	62
P21/A	0.00697	20	62
P21/C	0.00863	20	61
P21/N	0.00863	20	62
C2/C	0.03711	14	30
Best estimated group(s):			
P21/C	0.00863	20	62

Entrada de datos Chekcell para w-14 Metanol.

```
Chekcell: Results for w14aceto.prn
CRYSFIRE Solution Nb  -1
Cell:   13.6905    6.3626   16.4937    90.000    97.234    90.000
Space group:P21/A
Wavelength:    1.54059
Angular Tolerance:    0.150
Nb of calculated lines:   80
Nb of observed lines  :   20
Nb of indexed lines   :   20
```

N	h	k	l	ThObs	Thcalc	Dif
1	0	0	2	10.822	10.805	0.017
2	2	0	0	13.026	13.026	-0.000
3	-2	0	1	13.442	13.462	-0.020
4	0	1	1	14.926	14.927	-0.001
5	-2	0	2	15.894	15.864	0.030
6	1	1	1	16.565	16.569	-0.004
7	-1	1	2	18.360	18.339	0.021
8	-2	1	2	21.200	21.156	0.044
9	0	1	3	21.469	21.441	0.028
10	-1	1	3	21.876	21.814	0.062
11	2	0	3	22.146	22.134	0.012
12	2	1	2	22.823	22.803	0.020
13	-2	1	3	24.071	24.059	0.012
14	-1	1	4	26.018	26.011	0.007
15	-4	0	0	26.219	26.225	-0.006
16	2	0	4	26.807	26.800	0.007
17	4	0	1	27.474	27.470	0.004
18	4	0	2	29.719	29.707	0.012
19	-1	1	5	30.653	30.665	-0.012
20	2	2	1	31.796	31.801	-0.005

Salida de datos Chekcell para w-14 Metanol.

Sp. Group	Sigma	Indexed	Calculated
P2	0.00438	20	104
P21	0.00438	20	103
C2	0.00783	16	52
PM	0.00438	20	104
PC	0.02191	19	81
PA	0.02191	19	81
CM	0.00783	16	52
CC	0.00811	14	40
CA	0.00811	14	40
P2/M	0.00438	20	104
P21/M	0.00438	20	103
C2/M	0.00783	16	52
P2/C	0.02191	19	81
P21/A	0.00980	20	80
P21/C	0.02191	19	80
P21/N	0.01009	18	79
C2/C	0.00811	14	40
Best estimated group(s):			
P21/A	0.00980	20	80

Anexo E. Entrada y salida de datos para el refinamiento de las constantes mediante el programa NBS.

Entrada de datos de NBS para w-14 Etanol.

```
    0    0    0    0    0    0    0         0    0    0    0    0    2    1
  10.7043  10.8655  13.3045         101.120                                   M1
P21/c                    4    1.18    1.06                                    3
 O                                                                            5
w14etanol                                                                     6
      1.54059                2                                               F
               0.05                                                           G
8.414                                                          1              I
10.580                 11.698                 12.680          2              I
13.539                 14.320                 15.800          3              I
16.291                 16.685                                 4              I
16.859                 17.661                                 5              I
18.360                 18.781                 19.142          6              I
                                                               7              I
20.142                                                         8              I
21.040                 21.180                                  9              I
21.981                 22.081                                 10              I
23.680                 23.872                 25.060          11             I
25.283                                                         12             I
25.419                 26.339                 26.721          13             I
27.280                 27.682                 28.539          14             I
28.638                 28.859                 30.182          15             I
30.321                 30.602                                 16             I
31.281                 31.465                                 17             I
31.604                 32.200                 32.239          18             I
32.928                 33.454                                 19             I
33.677                 33.870                                 20             I
34.251                 34.377                                 21             I
34.477                 34.741                                 22             I
35.028                                                        23              I
35.351                 35.620                                 24             I
                       36.279                 36.360          25             I
36.800                 37.019                 37.075          26             I
                                                              27              I
37.258                 37.399                 37.679          28             I
37.901                 38.041                 38.211          29             I
38.460                 38.585                 38.720          30             I
40.096                 41.114                                 31             I
41.781                                                        32              I
41.940                 42.120                                 33             I
42.331                 42.478                 42.589          34             I
43.069                                                        35              I
44.068                 44.300                 44.458          36             I
44.803                 44.886                                 37             I
                       45.118                 45.280          38             I
45.520                 45.796                 46.303          39             I
46.479                 46.719                                 40             I
48.289                 48.348                 48.450          41             I
48.749                 49.008                 53.675          42             I
54.346                                                        43              I
                                                                                K
```

Salida de datos de NBS para w-14 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          IXPD   =    0          IPHKL  =    2
      IDOLSQ =    1

.....................................................................
```

```
             ***  MONOCLINIC ***           ***         :5/ 5/17     11:15:30

0....:....1....:....2....:....3....:....4....:....5....:....6....:....7.
  10.7043  10.8655  13.3045         101.120                               CELL 1
                                                          4E A-            ESDS 2
P21/c       14A         4     1.180   1.060                  1518.36     SG-I 3
P21/c       14A         4                                    1518.36     SG-F 4
 O                                                                        FLGS 5
w14etanol                                                                NAME 6
T-2    1.00   .00   .00 /  .00  1.00   .00 /  .00   .00  1.00            MATX
1.00:   .00   .00  1.00 /  .00 -1.00   .00 / 1.00   .00   .00            MATX C
INV     .00   .00  1.00 /  .00 -1.00   .00 / 1.00   .00   .00            MATX
  10.704  10.866  13.304  90.00 101.12  90.00  1518.36                    C-IN
  10.704  10.866  13.304  90.00 101.12  90.00  1518.36          33        C-RD D
  13.304  10.866  10.704  90.00 101.12  90.00   1.2245   .9852           C-CD E
 114.582 118.059 177.010    .000 -27.467    .000                         DOTM
      1.54059               2                                          PDF1 F
               0.05                                                     PDF2 G
                     :5/ 5/17  0  0 pc 90/02/28                         HIST K
1-THETA ANGLES        THTMX =  20.0  NCYC = 2  TOLMN =  .0250  TOLMX =  .1000
 THEMX =  27.7  DMIN =  1.658606  LAMBDA =1.5405900
  2 CONDITIONS for NON-EXTINCTION requested
 H0L      L = 2n
 0K0      K = 2n
CYCLE  5   w14etanol
   2-Theta TOLERANCE =    .05000
LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT  -.04363   for OBS  32
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS   .01643   with DEGREES of FREEDOM  48

     A          B          C        Alpha      Beta       Gamma      VOLUME
RECIPROCAL CELL
 .95192E-01 .91983E-01 .76573E-01    90.0000    78.9186    90.0000.657974E-03
R C STNDRD ERRS
 .16801E-04 .19140E-04 .14738E-04      .0000      .0169      .0000
R C CORRECTIONS
-.36201E-08 .28902E-08-.29692E-09      .0000      .0000      .0000.000000E+00
DIRECT CELL
  10.704680  10.871570  13.307580    90.0000   101.0814    90.00001519.818000
D C STNDRD ERRS
    .001928    .002262    .002637      .0000      .0169      .0000    .340633
D C CORRECTIONS
    .000000    .000000    .000000      .0000      .0000      .0000    .000000

                          <AUTHOR >    <PROGRAM>     OBS     CALC   DIFF  FINL
  N  D calc  D obs   INT   H   K   L    H   K   L    2Theta  2Theta 2Theta  WT
  1 10.5051 10.5002   0    1   0   0C   1   0   0     8.414   8.410  -.004  1.0
  2  8.3553  8.3549   0    0   1   1C   0   1   1    10.580  10.579  -.001  1.0
  3  7.5545  7.5588   0    1   1   0C   1   1   0    11.698  11.705   .007  1.0
  4  6.9701  6.9755   0   -1   1   1C  -1   1   1    12.680  12.690   .010  1.0
  5  6.5297  6.5348   0    0   0   2C   0   0   2    13.539  13.550   .011  1.0
  6  6.1795  6.1801   0    1   1   1C   1   1   1    14.320  14.322   .002  1.0
  7  6.0958                            -1   0   2            14.519
  8  5.5977  5.6044   0    0   1   2C   0   1   2    15.800  15.819   .019  1.0
  9  5.4358  5.4366   0    0   2   0C   0   2   0    16.291  16.293   .002  1.0
 10  5.3170  5.3091   0   -1   1   2C  -1   1   2    16.685  16.660  -.025  1.0
 11  5.2525  5.2547   0    2   0   0C   2   0   0    16.859  16.866   .007  1.0
 12  5.1219                            1   0   2            17.299
 13  5.0184  5.0178   0    0   2   1C   0   2   1    17.661  17.659  -.002  1.0
 14  4.8278  4.8283   0    1   2   0C   1   2   0    18.360  18.362   .002  1.0
 15  4.7295                           -2   1   0            18.747
 16  4.7158  4.7210   0   -2   1   1C  -2   1   1 M  18.781  18.802   .021  1.0
 17  4.6642                           -1   2   1            19.012
 18  4.6334  4.6328   0    1   1   2C   1   1   2    19.142  19.139  -.003  1.0
 19  4.5412                           -2   0   2            19.532
 20  4.4035  4.4050   0    1   2   1C   1   2   1    20.142  20.149   .007  1.0
 21  4.2192  4.2190   0    2   1   1C   2   1   1    21.040  21.039  -.001  1.0
 22  4.1903  4.1914   0   -2   1   2C  -2   1   2    21.180  21.186   .006  1.0
 23  4.1777                            0   2   2            21.250
 24  4.0571                           -1   2   2            21.890
 25  4.0412  4.0404   0    0   1   3C   0   1   3    21.981  21.977  -.004  1.0
 26  4.0198  4.0224   0   -1   1   3C  -1   1   3    22.081  22.096   .015  1.0
 27  3.7772                            2   2   0            23.534
 28  3.7703                           -2   2   1            23.578
 29  3.7554  3.7543   0    2   0   2C   2   0   2    23.680  23.673  -.007  1.0
 30  3.7277  3.7245   0    1   2   2C   1   2   2    23.872  23.851  -.021  1.0
 31  3.5646                            1   1   3            24.959
 32  3.5496  3.5506   0    2   1   2C   2   1   2    25.060  25.067   .007  1.0
 33  3.5209  3.5197   0   -2   1   3C  -2   1   3    25.283  25.274  -.009  1.0
```

34	3.5017						3	0	0			25.415		
35	3.5016	3.5012	0	2	2	1C	2	2	1	M	25.419	25.416	-.003	1.0
36	3.4919						0	3	1			25.488		
37	3.4850						-2	2	2			25.539		
38	3.4258						1	3	0			25.989		
39	3.3979						0	2	3			26.206		
40	3.3851						-1	2	3			26.306		
41	3.3812	3.3810	0	-3	1	1C	-3	1	1	M	26.339	26.337	-.002	1.0
42	3.3673						-3	0	2			26.448		
43	3.3658						-1	3	1			26.460		
44	3.3331	3.3335	0	-3	1	0C	-3	1	0		26.721	26.725	.004	1.0
45	3.3029						-1	0	4			26.973		
46	3.2649	3.2664	0	0	0	4C	0	0	4	M	27.280	27.293	.013	1.0
47	3.2638						1	3	1			27.302		
48	3.2165	3.2199	0	-3	1	2C	-3	1	2		27.682	27.712	.030	1.0
49	3.1686						0	3	2			28.139		
50	3.1602						-1	1	4			28.215		
51	3.1269	3.1251	0	0	1	4C	0	1	4		28.539	28.523	-.016	1.0
52	3.1150	3.1146	0	-1	3	2C	-1	3	2		28.638	28.634	-.004	1.0
53	3.0997						1	2	3			28.779		
54	3.0966						3	1	1			28.807		
55	3.0897	3.0912	0	2	2	2C	2	2	2		28.859	28.873	.014	1.0
56	3.0708						-2	2	3			29.055		
57	3.0479						-2	0	4			29.278		
58	2.9828						2	3	0			29.932		
59	2.9794						-2	3	1			29.967		
60	2.9767						-3	2	1			29.994		
61	2.9607						1	0	4			30.161		
62	2.9583	2.9587	0	1	3	2C	1	3	2	M	30.182	30.186	.004	1.0
63	2.9580						2	1	3			30.189		
64	2.9438	2.9454	0	-3	2	0C	-3	2	0		30.321	30.338	.017	1.0
65	2.9348						-2	1	4			30.434		
66	2.9165	2.9190	0	-3	1	3C	-3	1	3		30.602	30.629	.027	1.0
67	2.8651						3	0	2			31.192		
68	2.8625						-3	2	2			31.221		
69	2.8566	2.8572	0	1	1	4C	1	1	4		31.281	31.287	.006	1.0
70	2.8414	2.8409	0	2	3	1C	2	3	1		31.465	31.459	-.006	1.0
71	2.8325	2.8287	0	-2	3	2C	-2	3	2		31.604	31.560	-.044	1.0
72	2.8227						-1	2	4			31.673		
73	2.7988						0	2	4			31.950		
74	2.7851						0	3	3			32.112		
75	2.7781	2.7777	0	-1	3	3C	-1	3	3	M	32.200	32.196	-.004	1.0
76	2.7771	2.7744	0	3	2	1C	3	2	1	M	32.239	32.207	-.032	1.0
77	2.7705						3	1	2			32.286		
78	2.7179	2.7179	0	0	4	0C	0	4	0		32.928	32.928	.000	1.0
79	2.6757	2.6764	0	2	2	3C	2	2	3		33.454	33.462	.008	1.0
80	2.6609						0	4	1			33.655		
81	2.6585	2.6592	0	-2	2	4C	-2	2	4	M	33.677	33.685	.008	1.0
82	2.6561						-3	0	4			33.717		
83	2.6449	2.6445	0	-3	2	3C	-3	2	3		33.870	33.864	-.006	1.0
84	2.6313						1	4	0			34.045		
85	2.6263						4	0	0			34.112		
86	2.6169	2.6159	0	-4	0	2C	-4	0	2	M	34.251	34.237	-.014	1.0
87	2.6137						1	3	3			34.281		
88	2.6077	2.6066	0	2	3	2C	2	3	2	M	34.377	34.362	-.015	1.0
89	2.6038						-1	4	1			34.415		
90	2.6000	2.5993	0	1	2	4C	1	2	4	M	34.477	34.467	-.010	1.0
91	2.5985						-4	1	1			34.488		
92	2.5963						-2	3	3			34.518		
93	2.5812						-1	1	5			34.727		
94	2.5802	2.5801	0	-3	1	4C	-3	1	4	M	34.741	34.740	-.001	1.0
95	2.5609	2.5596	0	2	0	4C	2	0	4		35.028	35.010	-.018	1.0
96	2.5557						1	4	1			35.084		
97	2.5528						4	1	0			35.124		
98	2.5443						-4	1	2			35.247		
99	2.5396						0	1	5			35.313		
100	2.5387	2.5370	0	-3	3	1C	-3	3	1	M	35.351	35.326	-.025	1.0
101	2.5346						3	2	2			35.386		
102	2.5182	2.5184	0	3	3	0C	3	3	0		35.620	35.624	.004	1.0
103	2.5092						0	4	2			35.755		
104	2.4927						2	1	4			36.000		
105	2.4823						-1	4	2			36.156		
106	2.4748	2.4742	0	-2	1	5C	-2	1	5		36.279	36.269	-.010	1.0
107	2.4667	2.4689	0	-3	3	2C	-3	3	2		36.360	36.392	.032	1.0
108	2.4411						-1	3	4			36.788		
109	2.4397	2.4404	0	3	1	3C	3	1	3	M	36.800	36.810	.010	1.0
110	2.4256	2.4264	0	0	3	4C	0	3	4	M	37.019	37.032	.013	1.0
111	2.4217	2.4229	0	4	1	1C	4	1	1	M	37.075	37.094	.019	1.0

112	2.4139						2	4	0			37.218		
113	2.4121						-2	4	1			37.247		
114	2.4114	2.4114	0	3	3	1C	3	3	1	M	37.258	37.258	.000	1.0
115	2.4071						-4	1	3			37.327		
116	2.4009	2.4026	0	-4	2	1C	-4	2	1	M	37.399	37.427	.028	1.0
117	2.4008						1	4	2			37.428		
118	2.3872						-1	2	5			37.650		
119	2.3865	2.3854	0	-3	2	4C	-3	2	4	M	37.679	37.662	-.017	1.0
120	2.3694	2.3720	0	1	1	5C	1	1	5		37.901	37.943	.042	1.0
121	2.3647	2.3635	0	-4	2	0C	-4	2	0		38.041	38.021	-.020	1.0
122	2.3579						-4	2	2			38.136		
123	2.3542	2.3534	0	0	2	5C	0	2	5		38.211	38.197	-.014	1.0
124	2.3442						2	3	3			38.367		
125	2.3371	2.3388	0	2	4	1C	2	4	1		38.460	38.489	.029	1.0
126	2.3326						-2	3	4			38.566		
127	2.3321	2.3315	0	-2	4	2C	-2	4	2	M	38.585	38.574	-.011	1.0
128	2.3234	2.3236	0	-3	3	3C	-3	3	3		38.720	38.725	.005	1.0
129	2.3167						2	2	4			38.841		
130	2.3054						0	4	3			39.038		
131	2.3023						-2	2	5			39.093		
132	2.3014						-1	4	3			39.109		
133	2.2928						1	3	4			39.263		
134	2.2890						4	0	2			39.330		
135	2.2740						3	2	3			39.600		
136	2.2706						-4	0	4			39.662		
137	2.2671						-3	1	5			39.727		
138	2.2594						4	2	1			39.868		
139	2.2475						3	3	2			40.087		
140	2.2475	2.2470	0	-4	2	3C	-4	2	3	M	40.096	40.087	-.009	1.0
141	2.2399						4	1	2			40.229		
142	2.2226						-4	1	4			40.555		
143	2.2177						-1	0	6			40.650		
144	2.2168						1	2	5			40.667		
145	2.2053						1	4	3			40.887		
146	2.2018						2	4	2			40.957		
147	2.1949	2.1937	0	-2	4	3C	-2	4	3		41.114	41.091	-.023	1.0
148	2.1874						3	0	4			41.237		
149	2.1766						0	0	6			41.452		
150	2.1729						-1	1	6			41.525		
151	2.1632						-2	0	6			41.721		
152	2.1597	2.1602	0	-3	4	1C	-3	4	1		41.781	41.790	.009	1.0
153	2.1527	2.1524	0	-4	3	1C	-4	3	1		41.940	41.933	-.007	1.0
154	2.1471						3	4	0			42.049		
155	2.1448						0	5	1			42.096		
156	2.1445						3	1	4			42.102		
157	2.1428	2.1436	0	-1	3	5C	-1	3	5	M	42.120	42.136	.016	1.0
158	2.1423						-3	3	4			42.147		
159	2.1354						2	1	5			42.291		
160	2.1342	2.1334	0	0	1	6C	0	1	6	M	42.331	42.314	-.017	1.0
161	2.1322						-3	2	5			42.355		
162	2.1292						1	5	0			42.419		
163	2.1265	2.1264	0	-4	3	0C	-4	3	0		42.478	42.474	-.004	1.0
164	2.1225						-5	0	2			42.559		
165	2.1216						-2	1	6			42.578		
166	2.1216	2.1211	0	-4	3	2C	-4	3	2	M	42.589	42.579	-.010	1.0
167	2.1189						0	3	5			42.635		
168	2.1149						-3	4	2			42.719		
169	2.1146						-1	5	1			42.727		
170	2.1096						4	2	2			42.832		
171	2.1010						5	0	0			43.016		
172	2.0996						-5	1	1			43.047		
173	2.0987	2.0985	0	-1	4	4C	-1	4	4	M	43.069	43.066	-.003	1.0
174	2.0951						-4	2	4			43.142		
175	2.0914						2	3	4			43.223		
176	2.0888						0	4	4			43.279		
177	2.0886						1	5	1			43.285		
178	2.0832						-5	1	2			43.403		
179	2.0808						-2	3	5			43.455		
180	2.0797						3	4	1			43.478		
181	2.0630						0	5	2			43.850		
182	2.0628						5	1	0			43.853		
183	2.0598						3	3	3			43.920		
184	2.0543						1	0	6			44.044		
185	2.0534	2.0533	0	-1	2	6C	-1	2	6	M	44.068	44.066	-.002	1.0
186	2.0489						4	3	1			44.166		
187	2.0479						-1	5	2			44.189		
188	2.0419	2.0430	0	4	1	3C	4	1	3	M	44.300	44.326	.026	1.0
189	2.0401						-4	3	3			44.368		

190	2.0361	2.0362	0	2	4	3C	2	4	3		44.458	44.458	.000	1.0
191	2.0319						-3	0	6			44.555		
192	2.0293						3	2	4			44.616		
193	2.0285						-2	4	4			44.634		
194	2.0245						-4	1	5			44.728		
195	2.0225						-3	4	3			44.775		
196	2.0216	2.0213	0	2	2	5C	2	2	5	M	44.803	44.796	-.007	1.0
197	2.0206						0	2	6			44.818		
198	2.0186						1	1	6			44.866		
199	2.0173	2.0177	0	-5	1	3C	-5	1	3	M	44.886	44.897	.011	1.0
200	2.0170						1	3	5			44.903		
201	2.0099						-2	2	6			45.071		
202	2.0090						2	5	0			45.092		
203	2.0079	2.0079	0	-2	5	1C	-2	5	1	M	45.118	45.117	-.001	1.0
204	2.0022						1	4	4			45.254		
205	2.0014	2.0011	0	1	5	2C	1	5	2	M	45.280	45.271	-.009	1.0
206	1.9974						-3	1	6			45.369		
207	1.9911	1.9911	0	-5	2	1C	-5	2	1		45.520	45.519	-.001	1.0
208	1.9808	1.9797	0	5	1	1C	5	1	1		45.796	45.770	-.026	1.0
209	1.9771						-5	2	2			45.859		
210	1.9718						3	4	2			45.990		
211	1.9641						2	5	1			46.183		
212	1.9611						-2	5	2			46.256		
213	1.9597	1.9592	0	-5	2	0C	-5	2	0	M	46.303	46.290	-.013	1.0
214	1.9527	1.9522	0	-3	3	5C	-3	3	5		46.479	46.467	-.012	1.0
215	1.9452						0	5	3			46.657		
216	1.9451						-5	0	4			46.659		
217	1.9428	1.9427	0	-1	5	3C	-1	5	3	M	46.719	46.718	-.001	1.0
218	1.9418						4	2	3			46.744		
219	1.9353						4	3	2			46.910		
220	1.9267						-4	2	5			47.130		
221	1.9241						-4	3	4			47.199		
222	1.9217						1	2	6			47.263		
223	1.9205						-5	2	3			47.292		
224	1.9147						-5	1	4			47.445		
225	1.9069						-4	4	1			47.651		
226	1.9033						-3	2	6			47.746		
227	1.9000						-1	4	5			47.835		
228	1.8996						-3	4	4			47.845		
229	1.8966						5	0	2			47.927		
230	1.8945						3	1	5			47.983		
231	1.8916						-1	3	6			48.061		
232	1.8890						5	2	1			48.132		
233	1.8886						4	4	0			48.141		
234	1.8866						2	0	6			48.195		
235	1.8851						-4	4	2			48.236		
236	1.8839						1	5	3			48.269		
237	1.8832	1.8832	0	0	4	5C	0	4	5	M	48.289	48.287	-.002	1.0
238	1.8817	1.8810	0	2	5	2C	2	5	2	M	48.348	48.330	-.018	1.0
239	1.8777						4	0	4			48.439		
240	1.8774	1.8773	0	-2	5	3C	-2	5	3	M	48.450	48.448	-.002	1.0
241	1.8727						3	3	4			48.576		
242	1.8725						-1	1	7			48.583		
243	1.8684						5	1	2			48.697		
244	1.8666	1.8665	0	2	3	5C	2	3	5	M	48.749	48.745	-.004	1.0
245	1.8659						0	3	6			48.766		
246	1.8639						2	4	4			48.822		
247	1.8607						-4	0	6			48.909		
248	1.8588						2	1	6			48.963		
249	1.8574	1.8572	0	-2	3	6C	-2	3	6	M	49.008	49.002	-.006	1.0
250	1.8564						-2	4	5			49.032		
251	1.8553						-3	5	1			49.063		
252	1.8503						4	1	4			49.204		
253	1.8481						-2	1	7			49.266		
254	1.8472						3	5	0			49.292		
255	1.8426						-5	3	1			49.423		
256	1.8414						3	4	3			49.457		
257	1.8388						0	1	7			49.533		
258	1.8341						-4	1	6			49.668		
259	1.8336						4	4	1			49.681		
260	1.8315						-5	3	2			49.743		
261	1.8314						-5	2	4			49.746		
262	1.8273						-4	4	3			49.866		
263	1.8266						-3	5	2			49.885		
264	1.8176						-5	3	0			50.148		
265	1.8161						-1	5	4			50.193		
266	1.8137						3	2	5			50.266		
267	1.8119						0	6	0			50.317		

268	1.8106					1	4	5		50.356				
269	1.8097					0	5	4		50.383				
270	1.8038					3	5	1		50.560				
271	1.8033					4	3	3		50.576				
272	1.7947					0	6	1		50.833				
273	1.7943					-1	2	7		50.846				
274	1.7916					-5	1	5		50.928				
275	1.7912					-4	3	5		50.940				
276	1.7907					5	2	2		50.956				
277	1.7871					1	3	6		51.065				
278	1.7862					-5	3	3		51.093				
279	1.7856					-1	6	0		51.113				
280	1.7823					2	2	6		51.213				
281	1.7788					-6	0	2		51.322				
282	1.7769					-1	6	1		51.380				
283	1.7751					2	5	3		51.435				
284	1.7748					4	2	4		51.446				
285	1.7728					-2	2	7		51.506				
286	1.7723					-3	3	6		51.522				
287	1.7720					-3	1	7		51.533				
288	1.7701					-2	5	4		51.593				
289	1.7660					-3	5	3		51.720				
290	1.7646					0	2	7		51.765				
291	1.7637					-3	4	5		51.794				
292	1.7614					1	6	1		51.866				
293	1.7607					5	3	1		51.887				
294	1.7605					-4	2	6		51.896				
295	1.7576					-6	1	1		51.988				
296	1.7556					1	1	7		52.049				
297	1.7555					-6	1	2		52.055				
298	1.7525					1	5	4		52.150				
299	1.7508					6	0	0		52.202				
300	1.7508					4	4	2		52.203				
301	1.7460					0	6	2		52.359				
302	1.7425					-4	4	4		52.471				
303	1.7413					5	1	3		52.510				
304	1.7368					-1	6	2		52.656				
305	1.7320					3	5	2		52.813				
306	1.7286					6	1	0		52.927				
307	1.7228					-5	2	5		53.117				
308	1.7226					-6	1	3		53.125				
309	1.7183					-1	4	6		53.269				
310	1.7138					-5	3	4		53.418				
311	1.7129					2	6	0		53.450				
312	1.7122					-2	6	1		53.472				
313	1.7082					1	6	2		53.608				
314	1.7073					3	0	6		53.639				
315	1.7053	1.7062	0	-3	2	7C	-3	2	7	M	53.675	53.705	.030	1.0
316	1.7041					3	4	4		53.748				
317	1.6995					2	4	5		53.905				
318	1.6993					3	3	5		53.912				
319	1.6989					0	4	6		53.924				
320	1.6925					-2	4	6		54.144				
321	1.6925					-6	2	1		54.147				
322	1.6907					1	2	7		54.207				
323	1.6906					-6	2	2		54.212				
324	1.6875					-4	5	1		54.319				
325	1.6866	1.6867	0	3	1	6C	3	1	6	M	54.346	54.350	.004	1.0
326	1.6848					2	6	1		54.415				
327	1.6836					-6	0	4		54.454				
328	1.6833					-1	3	7		54.464				
329	1.6829					-2	6	2		54.480				
330	1.6827					-1	5	5		54.486				
331	1.6825					-3	5	4		54.495				
332	1.6818					-5	0	6		54.519				
333	1.6813					-5	4	1		54.537				
334	1.6804					5	3	2		54.569				
335	1.6779					5	2	3		54.655				
336	1.6758					4	1	5		54.729				
337	1.6748					-4	5	0		54.765				
338	1.6734					2	3	6		54.814				
339	1.6728					-5	4	2		54.835				
340	1.6728					6	1	1		54.835				
341	1.6728					0	6	3		54.836				
342	1.6724					-4	5	2		54.851				
343	1.6713					-1	6	3		54.891				
344	1.6711					0	5	5		54.898				
345	1.6672					4	3	4		55.037				

```
346  1.6665                            -6   2   0            55.060
347  1.6656                            -2   3   7            55.095
348  1.6638                            -6   1   4            55.158
349  1.6623                            -1   0   8            55.213
350  1.6623                             5   4   0            55.214
351  1.6620                            -5   1   6            55.223
352  1.6614                            -4   1   7            55.246
353  1.6612                            -6   2   3            55.254

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

    THEORETICAL # of LINES = 353
    THEORETICAL RESOLVABLE = 224
     UNIQUE OBSERVED LINES =  92

    TOTAL LINES INPUT=    92
     NUMBER   INDEXED=    92
     NUMBER UNINDEXED=     0
     NUMBER FLAGGED  =     0

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

    AVERAGE 2-Theta DIFFERENCE =  .000
    # with DIFF > +0.05(2-Theta) =   0
    # with DIFF < -0.05(2-Theta) =   0

     C/SIGMA (NON-RANDOM ERROR TEST) =   -.88

     M(20) =  36.5   (DLIMIT = 3.7387,    # POSSIBLE =  29)
     X(20) =  0

     F(30) =  65.8   (DELTA 2-Theta =    .0088,     # POSSIBLE =  52)
```

Entrada de datos de NBS para w-14 Dimetilsulfóxido.

```
    0    0    0    0    0    0    0         0    0    0    0    0    2    1
  10.7171  10.8768  13.2891         101.165                                M1
P21/c                   4                                                  3
 O                                                                         5
w14dmso                                                                    6
      1.54059                2                                           F
                0.05                                                       G
8.320                  10.500                                  1          I
11.603                                                         2          I
                       13.453                14.237           3          I
14.414                                       15.733           4          I
                       16.189                16.568           5          I
16.760                 17.548                                  6          I
18.256                 18.671                18.945           7          I
18.992                                       20.041           8          I
                       21.070                21.806           9          I
                                                              10          I
24.810                                       25.286          11          I
                       26.234                                 12          I
                       27.194                27.559          13          I
28.102                 28.413                                 14          I
29.172                 30.067                30.289          15          I
31.400                 31.559                                 16          I
32.028                 32.095                32.807          17          I
33.555                 33.737                34.165          18          I
34.307                                                        19          I
35.114                 36.195                                 20          I
                       36.880                                 21          I
                      37.125                                  22          I
37.879                                                        23          I
                       38.282                                 24          I
                       39.060                39.521          25          I
40.387                                       41.367          26          I
                       41.644                                 27          I
42.068                 42.238                42.420          28          I
42.936                 43.834                43.970          29          I
                       44.555                                 30          I
44.852                 45.020                45.362          31          I
                       46.884                                 32          I
                       47.799                47.999          33          I
48.261                 48.370                48.672          34          I
48.859                 49.439                                 35          I
49.631                 50.100                50.200          36          I
50.681                 50.878                51.333          37          I
51.710                 51.900                                 38          I
53.011                 53.603                                 39          I
                       54.079                55.201          40          I
55.933                 56.434                56.878          41          I
57.633                                       58.265          42          I
58.619                 58.720                58.822          43          I
                       59.662                59.814          44          I
60.118                 60.462                                 45          I
60.796                 61.302                                 46          I
62.689                 63.115                63.721          47          I
65.030                                                        48          I
                                                                          K
```

Salida de datos de NBS para w-14 Dimetilsulfóxido.

```
          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  =    2
      IDOLSQ =    1

.....................................................................

               ***  MONOCLINIC ***          ***         :5/ 5/23      8:53:29
```

```
0....:....1....:....2....:....3....:....4....:....5....:....6....:....7.
  10.7171  10.8768  13.2891         101.165                              CELL 1
                                                      4E A-               ESDS 2
P21/c       14A         4                                      1519.76    SG-I 3
P21/c       14A         4                                      1519.76    SG-F 4
 O                                                                         FLGS 5
w14dmso                                                                   NAME 6
T-2    1.00   .00   .00 /  .00  1.00   .00 /  .00   .00  1.00             MATX
1.00:   .00   .00  1.00 /  .00 -1.00   .00 / 1.00   .00   .00             MATX C
INV     .00   .00  1.00 /  .00 -1.00   .00 / 1.00   .00   .00             MATX
  10.717  10.877  13.289  90.00 101.17  90.00  1519.76                    C-IN
  10.717  10.877  13.289  90.00 101.17  90.00  1519.76           33       C-RD D
  13.289  10.877  10.717  90.00 101.17  90.00   1.2218   .9853           C-CD E
 114.856 118.305 176.600    .000 -27.578    .000                          DOTM
      1.54059              2                                             PDF1 F
               0.05                                                       PDF2 G
                        :5/ 5/23  0  0 pc 90/02/28                        HIST K
1-THETA ANGLES        THTMX =  20.0  NCYC = 2  TOLMN =  .0250  TOLMX =  .1000
 THEMX =  33.0  DMIN =  1.413757  LAMBDA =1.5405900
  2 CONDITIONS for NON-EXTINCTION requested
 H0L      L = 2n
 0K0      K = 2n
CYCLE  6   w14dmso
   2-Theta TOLERANCE =    .05000
LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT   .04697   for OBS   6
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS   .02267   with DEGREES of FREEDOM  43

     A          B          C        Alpha      Beta       Gamma      VOLUME
RECIPROCAL CELL
 .94433E-01 .91580E-01 .76212E-01    90.0000    79.0801    90.0000.647162E-03
R C STNDRD ERRS
 .20704E-04 .19744E-04 .13929E-04      .0000      .0183      .0000
R C CORRECTIONS
 .72114E-08 .62419E-08-.34979E-08      .0000      .0000      .0000.116415E-09
DIRECT CELL
  10.784830  10.919410  13.363190    90.0000   100.9199    90.00001545.209000
D C STNDRD ERRS
    .002364    .002354    .002296      .0000      .0183      .0000    .409681
D C CORRECTIONS
   -.000001    .000000    .000000      .0000      .0000      .0000   -.000244

                          <AUTHOR >    <PROGRAM>     OBS     CALC   DIFF  FINL
  N  D calc  D obs   INT   H   K   L    H   K   L    2Theta  2Theta 2Theta  WT
  1 10.5896 10.6186   0    1   0   0C   1   0   0     8.320   8.343   .023  1.0
  2  8.3932  8.4184   0    0   1   1C   0   1   1    10.500  10.532   .032  1.0
  3  7.6019  7.6205   0    1   1   0C   1   1   0    11.603  11.631   .028  1.0
  4  7.0038                            -1   1   1            12.629
  5  6.5606  6.5764   0    0   0   2C   0   0   2    13.453  13.486   .033  1.0
  6  6.2210  6.2160   0    1   1   1C   1   1   1    14.237  14.226  -.011  1.0
  7  6.1202  6.1400   0   -1   0   2C  -1   0   2    14.414  14.461   .047  1.0
  8  5.6236  5.6281   0    0   1   2C   0   1   2    15.733  15.746   .013  1.0
  9  5.4597  5.4706   0    0   2   0C   0   2   0    16.189  16.222   .033  1.0
 10  5.3388  5.3463   0   -1   1   2C  -1   1   2    16.568  16.591   .023  1.0
 11  5.2948  5.2855   0    2   0   0C   2   0   0    16.760  16.730  -.030  1.0
 12  5.1568                             1   0   2            17.181
 13  5.0407  5.0499   0    0   2   1C   0   2   1    17.548  17.580   .032  1.0
 14  4.8527  4.8556   0   -1   2   0C  -1   2   0    18.256  18.267   .011  1.0
 15  4.7642                            -2   1   0            18.609
 16  4.7452  4.7486   0   -2   1   1C  -2   1   1    18.671  18.685   .014  1.0
 17  4.6857  4.6805   0   -1   2   1C  -1   2   1 M  18.945  18.924  -.021  1.0
 18  4.6630  4.6691   0    1   1   2C   1   1   2 M  18.992  19.017   .025  1.0
 19  4.5645                            -2   0   2            19.431
 20  4.4281  4.4270   0    1   2   1C   1   2   1    20.041  20.036  -.005  1.0
 21  4.2517                             2   1   1            20.876
 22  4.2114  4.2130   0   -2   1   2C  -2   1   2    21.070  21.078   .008  1.0
 23  4.1966                             0   2   2            21.153
 24  4.0742  4.0725   0   -1   2   2C  -1   2   2    21.806  21.797  -.009  1.0
 25  4.0602                             0   1   3            21.873
 26  4.0357                            -1   1   3            22.007
 27  3.8009                             2   2   0            23.385
 28  3.7912                            -2   2   1            23.446
 29  3.7848                             2   0   2            23.486
 30  3.7489                             1   2   2            23.714
 31  3.5861  3.5858   0    1   1   3C   1   1   3    24.810  24.808  -.002  1.0
 32  3.5761                             2   1   2            24.878
 33  3.5362                            -2   1   3            25.164
 34  3.5299                             3   0   0            25.209
 35  3.5250  3.5193   0    2   2   1C   2   2   1 M  25.286  25.245  -.041  1.0
```

36	3.5074						0	3	1			25.374		
37	3.5019						-2	2	2			25.414		
38	3.4422						1	3	0			25.863		
39	3.4135						0	2	3			26.084		
40	3.4046						-3	1	1			26.153		
41	3.3989	3.3943	0	-1	2	3C	-1	2	3	M	26.234	26.197	-.037	1.0
42	3.3878						-3	0	2			26.285		
43	3.3810						-1	3	1			26.339		
44	3.3587						3	1	0			26.517		
45	3.3160						-1	0	4			26.865		
46	3.2803						0	0	4			27.163		
47	3.2803	3.2766	0	1	3	1C	1	3	1	M	27.194	27.163	-.031	1.0
48	3.2356	3.2340	0	-3	1	2C	-3	1	2		27.559	27.545	-.014	1.0
49	3.1828						0	3	2			28.011		
50	3.1729	3.1727	0	-1	1	4C	-1	1	4		28.102	28.100	-.002	1.0
51	3.1416	3.1387	0	0	1	4C	0	1	4		28.413	28.386	-.027	1.0
52	3.1284						-1	3	2			28.509		
53	3.1214						3	1	1			28.573		
54	3.1171						1	2	3			28.614		
55	3.1105						2	2	2			28.676		
56	3.0841						-2	2	3			28.927		
57	3.0601	3.0588	0	-2	0	4C	-2	0	4		29.172	29.159	-.013	1.0
58	2.9994						2	3	0			29.762		
59	2.9957						-3	2	1			29.801		
60	2.9947						-2	3	1			29.811		
61	2.9789						2	1	3			29.972		
62	2.9780						1	0	4			29.981		
63	2.9737	2.9697	0	1	3	2C	1	3	2	M	30.067	30.026	-.041	1.0
64	2.9643						-3	2	0			30.123		
65	2.9466	2.9484	0	-2	1	4C	-2	1	4		30.289	30.309	.020	1.0
66	2.9313						-3	1	3			30.470		
67	2.8885						3	0	2			30.933		
68	2.8786						-3	2	2			31.042		
69	2.8731						1	1	4			31.103		
70	2.8581						2	3	1			31.270		
71	2.8458	2.8466	0	-2	3	2C	-2	3	2		31.400	31.409	.009	1.0
72	2.8342	2.8326	0	-1	2	4C	-1	2	4		31.559	31.541	-.018	1.0
73	2.8118						0	2	4			31.799		
74	2.7977						0	3	3			31.963		
75	2.7973						3	2	1			31.968		
76	2.7925	2.7922	0	3	1	2C	3	1	2	M	32.028	32.025	-.003	1.0
77	2.7897	2.7865	0	-1	3	3C	-1	3	3	M	32.095	32.058	-.037	1.0
78	2.7299	2.7277	0	0	4	0C	0	4	0		32.807	32.780	-.027	1.0
79	2.6933						2	2	3			33.237		
80	2.6726						0	4	1			33.502		
81	2.6694						-2	2	4			33.544		
82	2.6681	2.6686	0	-3	0	4C	-3	0	4	M	33.555	33.560	.005	1.0
83	2.6580	2.6546	0	-3	2	3C	-3	2	3		33.737	33.692	-.045	1.0
84	2.6474						4	0	0			33.831		
85	2.6434						-1	4	0			33.884		
86	2.6343						-4	0	2			34.004		
87	2.6274						1	3	3			34.096		
88	2.6235	2.6223	0	2	3	2C	2	3	2		34.165	34.149	-.016	1.0
89	2.6174						-4	1	1			34.231		
90	2.6154						-1	4	1			34.258		
91	2.6144	2.6118	0	1	2	4C	1	2	4	M	34.307	34.272	-.035	1.0
92	2.6076						-2	3	3			34.363		
93	2.5919						-3	1	4			34.578		
94	2.5917						-1	1	5			34.581		
95	2.5784						2	0	4			34.765		
96	2.5729						4	1	0			34.842		
97	2.5680						1	4	1			34.911		
98	2.5608						-4	1	2			35.011		
99	2.5535	2.5536	0	-3	3	1C	-3	3	1	M	35.114	35.115	.001	1.0
100	2.5532						3	2	2			35.119		
101	2.5516						0	1	5			35.142		
102	2.5340						-3	3	0			35.395		
103	2.5204						0	4	2			35.592		
104	2.5094						2	1	4			35.753		
105	2.4931						-1	4	2			35.995		
106	2.4845						-2	1	5			36.123		
107	2.4798	2.4797	0	-3	3	2C	-3	3	2		36.195	36.194	-.001	1.0
108	2.4584						3	1	3			36.520		
109	2.4513						-1	3	4			36.630		
110	2.4413						4	1	1			36.785		
111	2.4367	2.4352	0	0	3	4C	0	3	4		36.880	36.857	-.023	1.0
112	2.4273						3	3	1			37.005		
113	2.4264						-2	4	0			37.020		

114	2.4238					-2	4	1			37.060			
115	2.4209	2.4197	0	-4	1	3C	-4	1	3	M	37.125	37.106	-.019	1.0
116	2.4173					-4	2	1				37.163		
117	2.4127					1	4	2				37.238		
118	2.3972					-3	2	4				37.487		
119	2.3970					-1	2	5				37.489		
120	2.3827					1	1	5				37.724		
121	2.3821					-4	2	0				37.733		
122	2.3726	2.3733	0	-4	2	2C	-4	2	2		37.879	37.891	.012	1.0
123	2.3652					0	2	5				38.013		
124	2.3584					2	3	3				38.127		
125	2.3497	2.3492	0	2	4	1C	2	4	1		38.282	38.274	-.008	1.0
126	2.3428					-2	4	2				38.390		
127	2.3423					-2	3	4				38.400		
128	2.3346					-3	3	3				38.531		
129	2.3315					2	2	4				38.585		
130	2.3158					0	4	3				38.856		
131	2.3115					-2	2	5				38.932		
132	2.3112					-1	4	3				38.936		
133	2.3080					4	0	2				38.993		
134	2.3049	2.3042	0	1	3	4C	1	3	4		39.060	39.048	-.012	1.0
135	2.2904					3	2	3				39.305		
136	2.2823					-4	0	4				39.451		
137	2.2766	2.2784	0	4	2	1C	4	2	1	M	39.521	39.553	.032	1.0
138	2.2765					-3	1	5				39.554		
139	2.2626					3	3	2				39.808		
140	2.2600					-4	2	3				39.855		
141	2.2581					4	1	2				39.891		
142	2.2340	2.2315	0	-4	1	4C	-4	1	4		40.387	40.340	-.047	1.0
143	2.2288					1	2	5				40.438		
144	2.2269					-1	0	6				40.475		
145	2.2164					1	4	3				40.674		
146	2.2140					2	4	2				40.720		
147	2.2045					-2	4	3				40.904		
148	2.2037					3	0	4				40.918		
149	2.1869					0	0	6				41.248		
150	2.1820	2.1809	0	-1	1	6C	-1	1	6		41.367	41.346	-.021	1.0
151	2.1716					-2	0	6				41.552		
152	2.1715					-3	4	1				41.554		
153	2.1664	2.1670	0	-4	3	1C	-4	3	1		41.644	41.655	.011	1.0
154	2.1602					3	1	4				41.782		
155	2.1594					-3	4	0				41.797		
156	2.1542					0	5	1				41.902		
157	2.1519					-3	3	4				41.950		
158	2.1518					-1	3	5				41.952		
159	2.1490					2	1	5				42.009		
160	2.1443	2.1461	0	0	1	6C	0	1	6		42.068	42.106	.038	1.0
161	2.1412					-3	2	5				42.169		
162	2.1410					4	3	0				42.174		
163	2.1389					-1	5	0				42.218		
164	2.1373	2.1379	0	-5	0	2C	-5	0	2	M	42.238	42.249	.011	1.0
165	2.1340					-4	3	2				42.318		
166	2.1299					-2	1	6				42.404		
167	2.1287	2.1291	0	0	3	5C	0	3	5	M	42.420	42.430	.010	1.0
168	2.1259					4	2	2				42.489		
169	2.1256					-3	4	2				42.493		
170	2.1240					-1	5	1				42.529		
171	2.1179					5	0	0				42.656		
172	2.1152					-5	1	1				42.712		
173	2.1076					-1	4	4				42.876		
174	2.1057					-4	2	4				42.916		
175	2.1040	2.1047	0	2	3	4C	2	3	4	M	42.936	42.952	.016	1.0
176	2.0983					0	4	4				43.074		
177	2.0983					1	5	1				43.074		
178	2.0975					-5	1	2				43.091		
179	2.0923					3	4	1				43.205		
180	2.0893					-2	3	5				43.270		
181	2.0792					5	1	0				43.491		
182	2.0737					3	3	3				43.612		
183	2.0721					0	5	2				43.647		
184	2.0656					1	0	6				43.792		
185	2.0634	2.0637	0	4	3	1C	4	3	1	M	43.834	43.841	.007	1.0
186	2.0619					-1	2	6				43.873		
187	2.0582	2.0576	0	4	1	3C	4	1	3	M	43.970	43.957	-.013	1.0
188	2.0569					-1	5	2				43.987		
189	2.0510					-4	3	3				44.119		
190	2.0477					2	4	3				44.195		
191	2.0435					3	2	4				44.289		

192	2.0401						-3	0	6			44.368			
193	2.0371						-2	4	4			44.436			
194	2.0341						2	2	5			44.506			
195	2.0339						-4	1	5			44.510			
196	2.0320	2.0319	0	-3	4	3C	-3	4	3	M	44.555	44.553	-.002	1.0	
197	2.0301						0	2	6			44.598			
198	2.0299						-5	1	3			44.603			
199	2.0296						1	1	6			44.610			
200	2.0276						1	3	5			44.656			
201	2.0189	2.0192	0	2	5	0C	2	5	0	M	44.852	44.859	.007	1.0	
202	2.0178						-2	2	6			44.883			
203	2.0174						-2	5	1			44.893			
204	2.0123	2.0120	0	1	4	4C	1	4	4	M	45.020	45.013	-.007	1.0	
205	2.0110						1	5	2			45.045			
206	2.0054						-5	2	1			45.178			
207	2.0054						-3	1	6			45.178			
208	1.9969	1.9977	0	5	1	1C	5	1	1		45.362	45.379	.017	1.0	
209	1.9903						-5	2	2			45.540			
210	1.9840						3	4	2			45.691			
211	1.9746						-5	2	0			45.923			
212	1.9741						2	5	1			45.934			
213	1.9700						-2	5	2			46.035			
214	1.9610						-3	3	5			46.259			
215	1.9566						4	2	3			46.370			
216	1.9561						-5	0	4			46.380			
217	1.9539						0	5	3			46.438			
218	1.9511						-1	5	3			46.507			
219	1.9492						4	3	2			46.556			
220	1.9356	1.9363	0	-4	2	5C	-4	2	5		46.884	46.901	.017	1.0	
221	1.9336						-4	3	4			46.953			
222	1.9322						-5	2	3			46.990			
223	1.9319						1	2	6			46.996			
224	1.9255						-5	1	4			47.163			
225	1.9182						-4	4	1			47.353			
226	1.9124						5	0	2			47.506			
227	1.9110						-3	2	6			47.542			
228	1.9081						-3	4	4			47.619			
229	1.9080						-1	4	5			47.621			
230	1.9078						3	1	5			47.628			
231	1.9037						5	2	1			47.736			
232	1.9005	1.9013	0	4	4	0C	4	4	0	M	47.799	47.822	.023	1.0	
233	1.8996						-1	3	6			47.847			
234	1.8983						2	0	6			47.879			
235	1.8956						-4	4	2			47.952			
236	1.8931	1.8939	0	1	5	3C	1	5	3	M	47.999	48.021	.022	1.0	
237	1.8924						4	0	4			48.039			
238	1.8919						0	4	5			48.054			
239	1.8916						2	5	2			48.061			
240	1.8856						-2	5	3			48.223			
241	1.8851						3	3	4			48.236			
242	1.8837	1.8842	0	5	1	2C	5	1	2	M	48.261	48.275	.014	1.0	
243	1.8804	1.8802	0	-1	1	7C	-1	1	7		48.370	48.366	-.004	1.0	
244	1.8777						2	3	5			48.439			
245	1.8745						0	3	6			48.526			
246	1.8745						2	4	4			48.528			
247	1.8703						2	1	6			48.643			
248	1.8688	1.8693	0	-4	0	6C	-4	0	6	M	48.672	48.685	.013	1.0	
249	1.8649						-2	3	6			48.793			
250	1.8648						-3	5	1			48.795			
251	1.8646						4	1	4			48.802			
252	1.8640	1.8625	0	-2	4	5C	-2	4	5	M	48.859	48.817	-.042	1.0	
253	1.8572						-3	5	0			49.009			
254	1.8554						-2	1	7			49.060			
255	1.8551						-5	3	1			49.069			
256	1.8529						3	4	3			49.129			
257	1.8474						0	1	7			49.285			
258	1.8456						4	4	1			49.338			
259	1.8431						-5	3	2			49.409			
260	1.8420	1.8420	0	-4	1	6C	-4	1	6	M	49.439	49.440	.001	1.0	
261	1.8415						-5	2	4			49.454			
262	1.8367						-4	4	3			49.592			
263	1.8355	1.8354	0	-3	5	2C	-3	5	2	M	49.631	49.625	-.006	1.0	
264	1.8306						5	3	0			49.770			
265	1.8260						3	2	5			49.903			
266	1.8239						-1	5	4			49.965			
267	1.8199						0	6	0			50.081			
268	1.8198	1.8193	0	1	4	5C	1	4	5	M	50.100	50.083	-.017	1.0	
269	1.8179						0	5	4			50.141			

270	1.8162	1.8159	0	4	3	3C	4	3	3	M	50.200	50.190	-.010	1.0
271	1.8139						3	5	1			50.258		
272	1.8048						5	2	2			50.528		
273	1.8026						0	6	1			50.594		
274	1.8019						-1	2	7			50.616		
275	1.8008						-5	1	5			50.650		
276	1.7994	1.7998	0	-4	3	5C	-4	3	5	M	50.681	50.691	.010	1.0
277	1.7966						-5	3	3			50.775		
278	1.7965						1	3	6			50.781		
279	1.7936						-1	6	0			50.867		
280	1.7931	1.7933	0	2	2	6C	2	2	6	M	50.878	50.884	.006	1.0
281	1.7916						-6	0	2			50.929		
282	1.7880						4	2	4			51.038		
283	1.7848						-1	6	1			51.137		
284	1.7846						2	5	3			51.141		
285	1.7799						-2	2	7			51.287		
286	1.7796						-3	3	6			51.297		
287	1.7789	1.7784	0	-3	1	7C	-3	1	7	M	51.333	51.317	-.016	1.0
288	1.7776						-2	5	4			51.358		
289	1.7743						-3	5	3			51.463		
290	1.7737						5	3	1			51.480		
291	1.7729						0	2	7			51.505		
292	1.7712						-3	4	5			51.557		
293	1.7709						-6	1	1			51.567		
294	1.7695						1	6	1			51.612		
295	1.7681						-4	2	6			51.656		
296	1.7680						-6	1	2			51.659		
297	1.7650	1.7663	0	1	1	7C	1	1	7	M	51.710	51.752	.042	1.0
298	1.7649						6	0	0			51.755		
299	1.7625						4	4	2			51.831		
300	1.7611	1.7603	0	1	5	4C	1	5	4	M	51.900	51.876	-.024	1.0
301	1.7555						5	1	3			52.054		
302	1.7537						0	6	2			52.111		
303	1.7509						-4	4	4			52.199		
304	1.7444						-1	6	2			52.409		
305	1.7423						-6	1	0			52.477		
306	1.7420						3	5	2			52.486		
307	1.7339						-6	1	3			52.751		
308	1.7316						-5	2	5			52.829		
309	1.7256	1.7260	0	-1	4	6C	-1	4	6		53.011	53.026	.015	1.0
310	1.7231						-5	3	4			53.109		
311	1.7211						2	6	0			53.175		
312	1.7202						-2	6	1			53.205		
313	1.7189						3	0	6			53.247		
314	1.7162						1	6	2			53.339		
315	1.7147						3	4	4			53.388		
316	1.7121						-3	2	7			53.477		
317	1.7103						3	3	5			53.535		
318	1.7091	1.7083	0	2	4	5C	2	4	5	M	53.603	53.577	-.026	1.0
319	1.7067						0	4	6			53.657		
320	1.7049						-6	2	1			53.719		
321	1.7023						-6	2	2			53.809		
322	1.6997						1	2	7			53.899		
323	1.6995						-2	4	6			53.906		
324	1.6980						3	1	6			53.955		
325	1.6970						-4	5	1			53.991		
326	1.6939	1.6944	0	-6	0	4C	-6	0	4	M	54.079	54.098	.019	1.0
327	1.6931						2	6	1			54.126		
328	1.6929						5	3	2			54.131		
329	1.6920						-5	4	1			54.163		
330	1.6911						5	2	3			54.193		
331	1.6905						-1	3	7			54.215		
332	1.6905						-2	6	2			54.215		
333	1.6900						-3	5	4			54.234		
334	1.6899						-1	5	5			54.235		
335	1.6897						-5	0	6			54.241		
336	1.6884						4	1	5			54.289		
337	1.6865						6	1	1			54.354		
338	1.6847						-4	5	0			54.419		
339	1.6832						2	3	6			54.470		
340	1.6829						-5	4	2			54.481		
341	1.6813						-4	5	2			54.537		
342	1.6802						0	6	3			54.573		
343	1.6794						6	2	0			54.604		
344	1.6790						4	3	4			54.616		
345	1.6786						0	5	5			54.630		
346	1.6785						-1	6	3			54.635		
347	1.6739						-6	1	4			54.799		

348	1.6734						-5	4	0			54.817		
349	1.6723						-2	3	7			54.855		
350	1.6718						-6	2	3			54.870		
351	1.6699						-5	1	6			54.941		
352	1.6694						-1	0	8			54.959		
353	1.6682						-4	1	7			55.000		
354	1.6665						2	5	4			55.063		
355	1.6665						0	3	7			55.063		
356	1.6625	1.6626	0	-4	3	6C	-4	3	6	M	55.201	55.206	.005	1.0
357	1.6624						4	4	3			55.210		
358	1.6591						-2	5	5			55.327		
359	1.6580						-2	0	8			55.368		
360	1.6513						3	5	3			55.613		
361	1.6511						2	1	7			55.621		
362	1.6502						-1	1	8			55.652		
363	1.6495						-4	4	5			55.679		
364	1.6473						-5	4	3			55.758		
365	1.6472						1	4	6			55.763		
366	1.6461						4	5	1			55.804		
367	1.6431	1.6426	0	5	0	4C	5	0	4		55.933	55.914	-.019	1.0
368	1.6411						1	6	3			55.987		
369	1.6402						0	0	8			56.023		
370	1.6401						2	6	2			56.023		
371	1.6398						-4	5	3			56.037		
372	1.6396						3	2	6			56.044		
373	1.6392						-2	1	8			56.058		
374	1.6362						-2	6	3			56.169		
375	1.6342						-3	4	6			56.247		
376	1.6320						-5	3	5			56.328		
377	1.6309						4	2	5			56.370		
378	1.6296						5	4	1			56.419		
379	1.6292	1.6292	0	6	2	1C	6	2	1	M	56.434	56.433	-.001	1.0
380	1.6287						6	0	2			56.452		
381	1.6277						1	5	5			56.489		
382	1.6248						5	1	4			56.600		
383	1.6226						-3	6	1			56.683		
384	1.6220						0	1	8			56.708		
385	1.6178						-6	2	4			56.866		
386	1.6176	1.6175	0	-3	6	0C	-3	6	0	M	56.878	56.876	-.002	1.0
387	1.6157						-3	3	7			56.949		
388	1.6142						-5	2	6			57.005		
389	1.6127						-4	2	7			57.062		
390	1.6109						6	1	2			57.134		
391	1.6096						-6	3	1			57.182		
392	1.6084						-3	0	8			57.229		
393	1.6074						-6	3	2			57.268		
394	1.6052						1	3	7			57.354		
395	1.6032						-3	6	2			57.432		
396	1.5980	1.5981	0	5	3	3C	5	3	3	M	57.633	57.636	.003	1.0
397	1.5972						2	2	7			57.669		
398	1.5964						-1	2	8			57.700		
399	1.5955						-6	1	5			57.735		
400	1.5954						-1	6	4			57.739		
401	1.5927						-3	5	5			57.849		
402	1.5914						0	6	4			57.899		
403	1.5912						-3	1	8			57.905		
404	1.5901						-5	4	4			57.952		
405	1.5888						3	6	1			58.004		
406	1.5881						-6	3	0			58.031		
407	1.5865						-2	2	8			58.096		
408	1.5863						4	5	2			58.102		
409	1.5817	1.5823	0	-6	3	3C	-6	3	3		58.265	58.287	.022	1.0
410	1.5800						3	4	5			58.355		
411	1.5779						-4	5	4			58.443		
412	1.5763						1	0	8			58.507		
413	1.5734	1.5735	0	5	2	4C	5	2	4		58.619	58.626	.007	1.0
414	1.5708	1.5711	0	0	2	8C	0	2	8		58.720	58.731	.011	1.0
415	1.5690	1.5686	0	2	6	3C	2	6	3		58.822	58.807	-.015	1.0
416	1.5663						5	4	2			58.918		
417	1.5644						-1	4	7			58.997		
418	1.5642						-2	6	4			59.004		
419	1.5619						-3	6	3			59.100		
420	1.5607						6	2	2			59.148		
421	1.5601						1	1	8			59.174		
422	1.5592						-1	5	6			59.211		
423	1.5585						2	4	6			59.239		
424	1.5552						4	4	4			59.378		
425	1.5543						3	3	6			59.416		

426	1.5529					1	6	4			59.477			
427	1.5512					3	5	4			59.548			
428	1.5499					-2	4	7			59.604			
429	1.5490					0	7	1			59.641			
430	1.5482	1.5485	0	4	0	6C	4	0	6	M	59.662	59.677	.015	1.0
431	1.5471					2	5	5				59.724		
432	1.5469					4	3	5				59.730		
433	1.5467					-6	2	5				59.737		
434	1.5455					6	3	1				59.792		
435	1.5453					0	5	6				59.799		
436	1.5452	1.5449	0	0	4	7C	0	4	7	M	59.814	59.801	-.013	1.0
437	1.5433					1	7	0				59.885		
438	1.5429					-3	2	8				59.903		
439	1.5421					-5	1	7				59.934		
440	1.5421					-4	4	6				59.937		
441	1.5399					-2	5	6				60.030		
442	1.5398					3	6	2				60.035		
443	1.5393					-7	0	2				60.054		
444	1.5376	1.5378	0	-1	7	1C	-1	7	1		60.118	60.127	.009	1.0
445	1.5357					-6	3	4				60.210		
446	1.5343					-5	5	1				60.271		
447	1.5328					4	1	6				60.335		
448	1.5326					-5	3	6				60.344		
449	1.5314					-4	3	7				60.399		
450	1.5301	1.5299	0	-4	0	8C	-4	0	8		60.462	60.456	-.006	1.0
451	1.5278					1	7	1				60.554		
452	1.5275					-5	5	2				60.567		
453	1.5243					-7	1	2				60.710		
454	1.5241					3	1	7				60.718		
455	1.5236					6	1	3				60.738		
456	1.5215	1.5223	0	-6	0	6C	-6	0	6	M	60.796	60.832	.036	1.0
457	1.5213					-7	1	1				60.839		
458	1.5204					5	5	0				60.882		
459	1.5181					2	3	7				60.985		
460	1.5176					-5	4	5				61.003		
461	1.5176					0	7	2				61.004		
462	1.5174					-1	3	8				61.014		
463	1.5152					-4	1	8				61.110		
464	1.5144					1	2	8				61.146		
465	1.5128					7	0	0				61.219		
466	1.5121					4	5	3				61.250		
467	1.5116	1.5110	0	-1	7	2C	-1	7	2	M	61.302	61.273	-.029	1.0
468	1.5088					-2	3	8				61.398		
469	1.5084					-4	6	1				61.417		
470	1.5069					-6	1	6				61.483		
471	1.5069					-7	1	3				61.483		
472	1.5045					-3	4	7				61.594		
473	1.5035					-3	6	4				61.641		
474	1.5034					-1	6	5				61.642		
475	1.5024					-4	5	5				61.689		
476	1.5008					-5	5	3				61.763		
477	1.5007					1	5	6				61.768		
478	1.4997					4	6	0				61.811		
479	1.4996					-6	4	1				61.816		
480	1.4996					5	1	5				61.818		
481	1.4985					7	1	0				61.868		
482	1.4980					-5	2	7				61.892		
483	1.4978					-6	4	2				61.898		
484	1.4976					5	3	4				61.910		
485	1.4973					-4	6	2				61.921		
486	1.4963					2	7	0				61.967		
487	1.4960					1	4	7				61.980		
488	1.4957					-2	7	1				61.994		
489	1.4955					0	6	5				62.006		
490	1.4953					0	3	8				62.012		
491	1.4931					1	7	2				62.116		
492	1.4908					-3	5	6				62.222		
493	1.4902					5	4	3				62.250		
494	1.4894					4	2	6				62.285		
495	1.4890					2	0	8				62.305		
496	1.4873					5	5	1				62.384		
497	1.4868					2	6	4				62.406		
498	1.4866					6	3	2				62.416		
499	1.4849					-7	0	4				62.498		
500	1.4821					-6	4	0				62.627		
501	1.4816					-2	6	5				62.651		
502	1.4816					-7	2	2				62.653		
503	1.4814					3	2	7				62.661		

```
504  1.4810  1.4808   0    6   2   3C   6   2   3 M  62.689  62.681  -.008  1.0
505  1.4789                            -7   2   1            62.780
506  1.4778                             2   7   1            62.831
507  1.4770                            -6   4   3            62.871
508  1.4761                            -2   7   2            62.912
509  1.4760                             3   6   3            62.916
510  1.4754                             2   1   8            62.948
511  1.4745                            -6   3   5            62.986
512  1.4733                            -4   2   8            63.046
513  1.4723  1.4718   0    4   6   1C   4   6   1 M  63.115  63.093  -.022  1.0
514  1.4713                            -7   1   4            63.139
515  1.4712                            -3   3   8            63.147
516  1.4693                             0   7   3            63.239
517  1.4693                            -1   1   9            63.239
518  1.4681                            -1   7   3            63.295
519  1.4678                            -4   6   3            63.309
520  1.4658                            -2   1   9            63.407
521  1.4657                            -6   2   6            63.412
522  1.4657                            -7   2   3            63.413
523  1.4591  1.4593   0    1   6   5C   1   6   5 M  63.721  63.729   .008  1.0
524  1.4589                             5   2   5            63.742
525  1.4583                             7   1   1            63.771
526  1.4579                             7   2   0            63.791
527  1.4571                            -5   5   4            63.829
528  1.4546                             3   4   6            63.952
529  1.4494                             3   5   5            64.210
530  1.4485                             4   4   5            64.253
531  1.4473                             6   4   1            64.312
532  1.4465                             1   3   8            64.354
533  1.4451                             0   1   9            64.423
534  1.4443                             6   0   4            64.464
535  1.4429                             1   7   3            64.533
536  1.4422                             2   7   2            64.566
537  1.4396                            -2   7   3            64.700
538  1.4393                            -6   4   4            64.713
539  1.4387                             5   5   2            64.742
540  1.4372                            -1   5   7            64.818
541  1.4368                            -5   4   6            64.841
542  1.4365                             2   2   8            64.853
543  1.4357                            -4   4   7            64.894
544  1.4352                            -3   1   9            64.922
545  1.4350                            -5   0   8            64.930
546  1.4337                            -3   6   5            64.996
547  1.4328  1.4331   0   -7   2   4C  -7   2   4 M  65.030  65.041   .011  1.0
548  1.4327                             2   5   6            65.047
549  1.4321                            -5   3   7            65.079
550  1.4318                             6   1   4            65.094
551  1.4309                            -1   2   9            65.139
552  1.4303                            -3   7   1            65.173
553  1.4302                             4   5   4            65.178
554  1.4291                             4   6   2            65.234
555  1.4277                            -2   2   9            65.305
556  1.4268                            -3   7   0            65.350
557  1.4260                            -2   5   7            65.392
558  1.4247                             2   4   7            65.457
559  1.4242                            -1   4   8            65.486
560  1.4229                            -4   6   4            65.552
561  1.4228                            -5   1   8            65.558
562  1.4224                             0   5   7            65.579
563  1.4212                            -7   1   5            65.642
564  1.4199                            -4   5   6            65.709

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

    THEORETICAL # of LINES = 564
    THEORETICAL RESOLVABLE = 302
     UNIQUE OBSERVED LINES =  96

    TOTAL LINES INPUT=    96
     NUMBER   INDEXED=    96
     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) =     .58

 M(20) =  22.4   (DLIMIT = 3.5057,    # POSSIBLE =  36)
 X(20) =  0

 F(30) =  29.2   (DELTA 2-Theta =    .0217,     # POSSIBLE =  72)
```

Entrada de datos de NBS para w-14 Acetonitrilo.

```
    0    0    0    0    0    0    0         0    0    0    0    0    2    1
  10.7313  10.8872  13.3492         101.164                                M1
P21/c                   4                                                  3
 O                                                                         5
w14aceto                                                                   6
      1.54059               2                                            F
                0.05                                                       G
8.361                  10.561                                   1         I
11.680                 12.650                 13.539            2         I
14.293                 14.470                                   3         I
15.792                 16.263                 16.824            4         I
17.224                 17.632                                   5         I
18.338                 18.753                 19.101            6         I
20.120                 21.043                                   7         I
21.140                 21.997                                   8         I
23.639                 23.862                                   9         I
25.008                 25.357                                  10         I
26.280                 26.675                                  11         I
27.270                 28.453                                  12         I
28.823                 29.177                                  13         I
30.145                 31.271                 31.501           14         I
32.148                 32.904                 33.661           15         I
34.128                 34.434                 35.035           16         I
35.228                 35.372                 35.980           17         I
36.318                 36.784                 37.003           18         I
37.221                 37.820                 37.939           19         I
                       38.524                 40.046           20         I
40.518                 41.041                                  21         I
41.837                 42.031                                  22         I
42.482                 42.980                 43.301           23         I
43.920                 44.857                 45.039           24         I
45.219                 45.756                 46.209           25         I
                       47.082                 47.165           26         I
47.680                 47.851                 48.214           27         I
48.462                 48.917                 49.361           28         I
49.465                 49.720                 50.894           29         I
51.778                                        53.655           30         I
                       54.453                 55.185           31         I
55.955                 58.184                 62.939           32         I
                                                                           K
```

Salida de datos de NBS para w-14 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  =    2
     IDOLSQ =    1

.....................................................................

              ***  MONOCLINIC ***          ***         :5/ 5/17     15:46:53

 0....:....1....:....2....:....3....:....4....:....5....:....6....:....7.
   10.7313  10.8872  13.3492         101.164                          CELL 1
                                                  4E A-                ESDS 2
 P21/c       14A         4                                1530.13     SG-I 3
 P21/c       14A         4                                1530.13     SG-F 4
  O                                                                    FLGS 5
 w14aceto                                                              NAME 6
 T-2    1.00   .00   .00 /  .00  1.00   .00 /  .00   .00  1.00         MATX
 1.00:   .00   .00  1.00 /  .00 -1.00   .00 / 1.00   .00   .00         MATX C
 INV     .00   .00  1.00 /  .00 -1.00   .00 / 1.00   .00   .00         MATX
   10.731  10.887  13.349  90.00 101.16  90.00  1530.13                C-IN
   10.731  10.887  13.349  90.00 101.16  90.00  1530.13          33    C-RD D
   13.349  10.887  10.731  90.00 101.16  90.00   1.2261   .9857       C-CD E
  115.161 118.531 178.201    .000 -27.737    .000                      DOTM
       1.54059               2                                        PDF1 F
                 0.05                                                  PDF2 G
```

```
                      :5/ 5/17  0  0 pc 90/02/28                        HIST K
1-THETA ANGLES        THTMX =  20.0  NCYC = 2  TOLMN =  .0250  TOLMX =  .1000
 THEMX =  32.0  DMIN =  1.454853  LAMBDA =1.5405900
  2 CONDITIONS for NON-EXTINCTION requested
 H0L      L = 2n
 0K0      K = 2n
NOT CONVERGENT in 10 CYCLES,
****  FINAL LIST USES CELL PARAMETERS from CYCLE 9
CYCLE 10   w14aceto
   2-Theta TOLERANCE =    .05000
LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT  -.04732   for OBS  27
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS   .02222   with DEGREES of FREEDOM  45

     A          B          C        Alpha      Beta       Gamma      VOLUME
RECIPROCAL CELL
 .95011E-01 .91903E-01 .76374E-01    90.0000    78.7810    90.0000.654145E-03
R C STNDRD ERRS
 .20546E-04 .28520E-04 .16958E-04      .0000      .0190      .0000
R C CORRECTIONS
 .29198E-05-.64506E-05 .10225E-04      .0000     -.0102      .0000.386499E-07
DIRECT CELL
  10.730090  10.881030  13.348480    90.0000   101.2190    90.00001528.712000
D C STNDRD ERRS
    .002422    .003377    .003076      .0000      .0190      .0000    .458289
D C CORRECTIONS
    .000050    .000764   -.001316      .0000      .0102      .0000   -.090332

                         <AUTHOR >    <PROGRAM>     OBS     CALC   DIFF  FINL
  N  D calc  D obs   INT   H   K   L    H   K   L    2Theta  2Theta 2Theta  WT
  1 10.5254 10.5666   0    1   0   0C   1   0   0     8.361   8.394   .033  1.0
  2  8.3686  8.3699   0    0   1   1C   0   1   1    10.561  10.563   .002  1.0
  3  7.5649  7.5704   0   -1   1   0C  -1   1   0    11.680  11.689   .009  1.0
  4  6.9869  6.9920   0   -1   1   1C  -1   1   1    12.650  12.659   .009  1.0
  5  6.5476  6.5348   0    0   0   2C   0   0   2    13.539  13.513  -.026  1.0
  6  6.1868  6.1917   0    1   1   1C   1   1   1    14.293  14.305   .012  1.0
  7  6.1186  6.1164   0   -1   0   2C  -1   0   2    14.470  14.465  -.005  1.0
  8  5.6101  5.6072   0    0   1   2C   0   1   2    15.792  15.784  -.008  1.0
  9  5.4401  5.4459   0    0   2   0C   0   2   0    16.263  16.280   .017  1.0
 10  5.3332                               -1   1   2            16.609
 11  5.2627  5.2655   0    2   0   0C   2   0   0    16.824  16.833   .009  1.0
 12  5.1303  5.1441   0    1   0   2C   1   0   2    17.224  17.271   .047  1.0
 13  5.0239  5.0260   0    0   2   1C   0   2   1    17.632  17.640   .008  1.0
 14  4.8328  4.8341   0    1   2   0C   1   2   0    18.338  18.343   .005  1.0
 15  4.7376                               -2   1   0            18.715
 16  4.7275  4.7280   0   -2   1   1C  -2   1   1 M  18.753  18.755   .002  1.0
 17  4.6713                               -1   2   1            18.983
 18  4.6403  4.6427   0    1   1   2C   1   1   2    19.101  19.111   .010  1.0
 19  4.5572                               -2   0   2            19.462
 20  4.4079  4.4098   0    1   2   1C   1   2   1    20.120  20.129   .009  1.0
 21  4.2248  4.2184   0    2   1   1C   2   1   1    21.043  21.011  -.032  1.0
 22  4.2034  4.1992   0   -2   1   2C  -2   1   2    21.140  21.119  -.021  1.0
 23  4.1843                                0   2   2            21.216
 24  4.0656                               -1   2   2            21.844
 25  4.0512                                0   1   3            21.922
 26  4.0325  4.0375   0   -1   1   3C  -1   1   3    21.997  22.025   .028  1.0
 27  3.7825                               -2   2   0            23.501
 28  3.7773                               -2   2   1            23.533
 29  3.7605  3.7607   0    2   0   2C   2   0   2    23.639  23.640   .001  1.0
 30  3.7324  3.7260   0    1   2   2C   1   2   2    23.862  23.821  -.041  1.0
 31  3.5710                                1   1   3            24.914
 32  3.5542  3.5578   0    2   1   2C   2   1   2    25.008  25.034   .026  1.0
 33  3.5330                               -2   1   3            25.186
 34  3.5085  3.5096   0    3   0   0C   3   0   0 M  25.357  25.366   .009  1.0
 35  3.5057                                2   2   1            25.386
 36  3.4952                                0   3   1            25.464
 37  3.4934                               -2   2   2            25.476
 38  3.4289                                1   3   0            25.964
 39  3.4046                                0   2   3            26.153
 40  3.3935                               -1   2   3            26.240
 41  3.3892  3.3884   0   -3   1   1C  -3   1   1 M  26.280  26.274  -.006  1.0
 42  3.3779                               -3   0   2            26.364
 43  3.3698                               -1   3   1            26.428
 44  3.3391  3.3391   0   -3   1   0C  -3   1   0    26.675  26.675   .000  1.0
 45  3.3141                               -1   0   4            26.880
 46  3.2738                                0   0   4            27.218
 47  3.2668  3.2676   0    1   3   1C   1   3   1    27.270  27.277   .007  1.0
 48  3.2260                               -3   1   2            27.629
 49  3.1726                                0   3   2            28.104
```

50	3.1703						-1	1	4			28.124		
51	3.1349	3.1344	0	0	1	4C	0	1	4		28.453	28.448	-.005	1.0
52	3.1199						-1	3	2			28.588		
53	3.1044						1	2	3			28.733		
54	3.1012						3	1	1			28.764		
55	3.0934	3.0950	0	2	2	2C	2	2	2		28.823	28.838	.015	1.0
56	3.0794						-2	2	3			28.972		
57	3.0593	3.0582	0	-2	0	4C	-2	0	4		29.177	29.167	-.010	1.0
58	2.9863						-2	3	0			29.896		
59	2.9838						-2	3	1			29.922		
60	2.9828						-3	2	1			29.932		
61	2.9668						1	0	4			30.097		
62	2.9623	2.9622	0	2	1	3C	2	1	3	M	30.145	30.145	.000	1.0
63	2.9615						1	3	2			30.153		
64	2.9485						-3	2	0			30.289		
65	2.9451						-2	1	4			30.324		
66	2.9262						-3	1	3			30.525		
67	2.8697						-3	2	2			31.141		
68	2.8690						3	0	2			31.149		
69	2.8623	2.8581	0	1	1	4C	1	1	4		31.271	31.224	-.047	1.0
70	2.8443						2	3	1			31.426		
71	2.8378	2.8377	0	-2	3	2C	-2	3	2		31.501	31.500	-.001	1.0
72	2.8303						-1	2	4			31.586		
73	2.8050						0	2	4			31.878		
74	2.7895						0	3	3			32.060		
75	2.7834						-1	3	3			32.132		
76	2.7808	2.7821	0	3	2	1C	3	2	1	M	32.148	32.164	.016	1.0
77	2.7742						3	1	2			32.242		
78	2.7201	2.7199	0	0	4	0C	0	4	0		32.904	32.901	-.003	1.0
79	2.6793						2	2	3			33.417		
80	2.6666						-2	2	4			33.581		
81	2.6660						-3	0	4			33.588		
82	2.6632	2.6604	0	0	4	1C	0	4	1	M	33.661	33.624	-.037	1.0
83	2.6525						-3	2	3			33.764		
84	2.6335						1	4	0			34.015		
85	2.6313						4	0	0			34.044		
86	2.6244	2.6251	0	-4	0	2C	-4	0	2		34.128	34.136	.008	1.0
87	2.6171						1	3	3			34.234		
88	2.6105						2	3	2			34.324		
89	2.6065						-1	4	1			34.379		
90	2.6046						1	2	4			34.404		
91	2.6045						-4	1	1			34.406		
92	2.6021	2.6024	0	-2	3	3C	-2	3	3	M	34.434	34.439	.005	1.0
93	2.5894						-3	1	4			34.613		
94	2.5893						-1	1	5			34.614		
95	2.5652						2	0	4			34.950		
96	2.5579	2.5591	0	1	4	1C	1	4	1	M	35.035	35.052	.017	1.0
97	2.5576						4	1	0			35.057		
98	2.5513						-4	1	2			35.147		
99	2.5463	2.5456	0	0	1	5C	0	1	5	M	35.228	35.218	-.010	1.0
100	2.5430						-3	3	1			35.265		
101	2.5377	2.5355	0	3	2	2C	3	2	2		35.372	35.340	-.032	1.0
102	2.5216						3	3	0			35.573		
103	2.5119						0	4	2			35.715		
104	2.4967	2.4941	0	2	1	4C	2	1	4		35.980	35.941	-.039	1.0
105	2.4855						-1	4	2			36.108		
106	2.4835						-2	1	5			36.139		
107	2.4718	2.4716	0	-3	3	2C	-3	3	2		36.318	36.315	-.003	1.0
108	2.4465						-1	3	4			36.704		
109	2.4430	2.4414	0	3	1	3C	3	1	3		36.784	36.759	-.025	1.0
110	2.4302						0	3	4			36.960		
111	2.4254	2.4274	0	4	1	1C	4	1	1	M	37.003	37.034	.031	1.0
112	2.4164						2	4	0			37.178		
113	2.4150						-2	4	1			37.200		
114	2.4147						-4	1	3			37.206		
115	2.4143	2.4137	0	3	3	1C	3	3	1	M	37.221	37.211	-.010	1.0
116	2.4059						-4	2	1			37.347		
117	2.4032						1	4	2			37.390		
118	2.3940						-3	2	4			37.539		
119	2.3939						-1	2	5			37.541		
120	2.3745	2.3768	0	1	1	5C	1	1	5		37.820	37.859	.039	1.0
121	2.3688	2.3697	0	-4	2	0C	-4	2	0		37.939	37.954	.015	1.0
122	2.3638						-4	2	2			38.038		
123	2.3598						0	2	5			38.104		
124	2.3470						2	3	3			38.320		
125	2.3393						2	4	1			38.451		
126	2.3384						-2	3	4			38.465		
127	2.3357	2.3350	0	-2	4	2C	-2	4	2	M	38.524	38.513	-.011	1.0

128	2.3290						-3	3	3			38.628		
129	2.3202						2	2	4			38.780		
130	2.3095						-2	2	5			38.966		
131	2.3085						0	4	3			38.984		
132	2.3051						-1	4	3			39.045		
133	2.2963						1	3	4			39.199		
134	2.2922						4	0	2			39.272		
135	2.2786						-4	0	4			39.517		
136	2.2769						3	2	3			39.548		
137	2.2753						-3	1	5			39.577		
138	2.2626						4	2	1			39.807		
139	2.2539						-4	2	3			39.969		
140	2.2501	2.2497	0	3	3	2C	3	3	2		40.046	40.039	-.007	1.0
141	2.2430						4	1	2			40.171		
142	2.2302						-4	1	4			40.411		
143	2.2248	2.2246	0	-1	0	6C	-1	0	6		40.518	40.514	-.004	1.0
144	2.2211						1	2	5			40.585		
145	2.2079						1	4	3			40.837		
146	2.2039						2	4	2			40.914		
147	2.1989	2.1974	0	-2	4	3C	-2	4	3		41.041	41.013	-.028	1.0
148	2.1906						3	0	4			41.175		
149	2.1825						0	0	6			41.334		
150	2.1797						-1	1	6			41.391		
151	2.1709						-2	0	6			41.566		
152	2.1629						-3	4	1			41.727		
153	2.1566	2.1574	0	-4	3	1C	-4	3	1		41.837	41.853	.016	1.0
154	2.1497						3	4	0			41.995		
155	2.1481						-3	3	4			42.028		
156	2.1480	2.1479	0	-1	3	5C	-1	3	5	M	42.031	42.030	-.001	1.0
157	2.1475						3	1	4			42.040		
158	2.1466						0	5	1			42.058		
159	2.1399						0	1	6			42.196		
160	2.1393						-3	2	5			42.209		
161	2.1391						2	1	5			42.213		
162	2.1310						1	5	0			42.381		
163	2.1298						4	3	0			42.406		
164	2.1289						-2	1	6			42.425		
165	2.1282						-5	0	2			42.439		
166	2.1262	2.1262	0	-4	3	2C	-4	3	2	M	42.482	42.482	.000	1.0
167	2.1233						0	3	5			42.543		
168	2.1186						-3	4	2			42.642		
169	2.1166						-1	5	1			42.684		
170	2.1124						4	2	2			42.773		
171	2.1051						5	0	0			42.929		
172	2.1043						-5	1	1			42.946		
173	2.1026	2.1027	0	-1	4	4C	-1	4	4	M	42.980	42.983	.003	1.0
174	2.1017						-4	2	4			43.001		
175	2.0943						2	3	4			43.161		
176	2.0922						0	4	4			43.207		
177	2.0903						1	5	1			43.247		
178	2.0886	2.0878	0	-5	1	2C	-5	1	2	M	43.301	43.284	-.017	1.0
179	2.0864						-2	3	5			43.331		
180	2.0820						3	4	1			43.428		
181	2.0667						5	1	0			43.766		
182	2.0650						0	5	2			43.805		
183	2.0623						3	3	3			43.866		
184	2.0592	2.0598	0	-1	2	6C	-1	2	6	M	43.920	43.934	.014	1.0
185	2.0590						1	0	6			43.939		
186	2.0517						4	3	1			44.104		
187	2.0503						-1	5	2			44.136		
188	2.0451						-4	3	3			44.252		
189	2.0446						4	1	3			44.264		
190	2.0395						-3	0	6			44.380		
191	2.0384						2	4	3			44.407		
192	2.0328						-2	4	4			44.536		
193	2.0320						3	2	4			44.553		
194	2.0317						-4	1	5			44.559		
195	2.0265						-3	4	3			44.680		
196	2.0256						0	2	6			44.702		
197	2.0249						2	2	5			44.718		
198	2.0233						-5	1	3			44.757		
199	2.0231						1	1	6			44.761		
200	2.0205	2.0190	0	1	3	5C	1	3	5		44.857	44.820	-.037	1.0
201	2.0163						-2	2	6			44.920		
202	2.0109	2.0112	0	2	5	0C	2	5	0	M	45.039	45.046	.007	1.0
203	2.0102						-2	5	1			45.064		
204	2.0049						1	4	4			45.188		
205	2.0046						-3	1	6			45.196		

206	2.0033	2.0036	0	1	5	2C	1	5	2	M	45.219	45.227	.008	1.0
207	1.9953						-5	2	1			45.419		
208	1.9840						5	1	1			45.692		
209	1.9819	1.9814	0	-5	2	2C	-5	2	2		45.756	45.742	-.014	1.0
210	1.9739						3	4	2			45.938		
211	1.9658						2	5	1			46.138		
212	1.9637						-2	5	2			46.192		
213	1.9632	1.9630	0	5	2	0C	5	2	0	M	46.209	46.203	-.006	1.0
214	1.9584						-3	3	5			46.324		
215	1.9516						-5	0	4			46.495		
216	1.9475						0	5	3			46.599		
217	1.9454						-1	5	3			46.652		
218	1.9442						4	2	3			46.681		
219	1.9377						4	3	2			46.849		
220	1.9331						-4	2	5			46.965		
221	1.9294	1.9286	0	-4	3	4C	-4	3	4		47.082	47.061	-.021	1.0
222	1.9258						-5	2	3			47.154		
223	1.9257	1.9254	0	1	2	6C	1	2	6	M	47.165	47.158	-.007	1.0
224	1.9209						-5	1	4			47.282		
225	1.9099						-4	4	1			47.570		
226	1.9097						-3	2	6			47.576		
227	1.9040	1.9058	0	-3	4	4C	-3	4	4	M	47.680	47.729	.049	1.0
228	1.9039						-1	4	5			47.730		
229	1.8993	1.8994	0	5	0	2C	5	0	2		47.851	47.852	.001	1.0
230	1.8973						3	1	5			47.906		
231	1.8964						-1	3	6			47.931		
232	1.8919						5	2	1			48.053		
233	1.8912						-4	4	0			48.071		
234	1.8902						2	0	6			48.098		
235	1.8887						-4	4	2			48.140		
236	1.8866						0	4	5			48.195		
237	1.8859	1.8859	0	1	5	3C	1	5	3	M	48.214	48.214	.000	1.0
238	1.8834						2	5	2			48.282		
239	1.8803						-2	5	3			48.368		
240	1.8802						4	0	4			48.369		
241	1.8782	1.8769	0	-1	1	7C	-1	1	7	M	48.462	48.425	-.037	1.0
242	1.8751						3	3	4			48.511		
243	1.8711						5	1	2			48.622		
244	1.8700						0	3	6			48.651		
245	1.8695						2	3	5			48.666		
246	1.8677						-4	0	6			48.714		
247	1.8662						2	4	4			48.757		
248	1.8627						-2	3	6			48.855		
249	1.8623						2	1	6			48.865		
250	1.8607	1.8605	0	-2	4	5C	-2	4	5	M	48.917	48.911	-.006	1.0
251	1.8576						-3	5	1			48.997		
252	1.8544						-2	1	7			49.088		
253	1.8528						4	1	4			49.133		
254	1.8492						-3	5	0			49.233		
255	1.8461						-5	3	1			49.323		
256	1.8437	1.8448	0	0	1	7C	0	1	7	M	49.361	49.392	.031	1.0
257	1.8434						3	4	3			49.399		
258	1.8408	1.8411	0	-4	1	6C	-4	1	6		49.465	49.474	.009	1.0
259	1.8370						-5	2	4			49.585		
260	1.8359						4	4	1			49.616		
261	1.8355						-5	3	2			49.626		
262	1.8312	1.8323	0	-4	4	3C	-4	4	3		49.720	49.752	.032	1.0
263	1.8293						-3	5	2			49.806		
264	1.8206						-5	3	0			50.060		
265	1.8190						-1	5	4			50.108		
266	1.8163						3	2	5			50.187		
267	1.8135						1	4	5			50.271		
268	1.8134						0	6	0			50.274		
269	1.8122						0	5	4			50.308		
270	1.8056						3	5	1			50.505		
271	1.8054						4	3	3			50.510		
272	1.7995						-1	2	7			50.689		
273	1.7978						-5	1	5			50.739		
274	1.7966						-4	3	5			50.778		
275	1.7962						0	6	1			50.788		
276	1.7932	1.7927	0	5	2	2C	5	2	2		50.894	50.880	-.014	1.0
277	1.7907						-5	3	3			50.957		
278	1.7905						1	3	6			50.961		
279	1.7870						1	6	0			51.068		
280	1.7855						2	2	6			51.115		
281	1.7833						-6	0	2			51.182		
282	1.7785						-1	6	1			51.330		
283	1.7785						-2	2	7			51.331		

284	1.7784					-3	1	7			51.335			
285	1.7777					-3	3	6			51.355			
286	1.7771					4	2	4			51.374			
287	1.7770					2	5	3			51.379			
288	1.7732					-2	5	4			51.494			
289	1.7691					-3	5	3			51.624			
290	1.7691					0	2	7			51.625			
291	1.7681					-3	4	5			51.655			
292	1.7665					-4	2	6			51.705			
293	1.7633	1.7642	0	5	3	1C	5	3	1	M	51.778	51.806	.028	1.0
294	1.7629						1	6	1			51.820		
295	1.7614						-6	1	1			51.866		
296	1.7599						-6	1	2			51.915		
297	1.7596						1	1	7			51.922		
298	1.7547						1	5	4			52.080		
299	1.7542						6	0	0			52.094		
300	1.7528						4	4	2			52.138		
301	1.7476						0	6	2			52.307		
302	1.7467						-4	4	4			52.335		
303	1.7437						5	1	3			52.433		
304	1.7386						-1	6	2			52.597		
305	1.7338						3	5	2			52.756		
306	1.7319						-6	1	0			52.818		
307	1.7284						-5	2	5			52.931		
308	1.7274						-6	1	3			52.964		
309	1.7221						-1	4	6			53.141		
310	1.7186						-5	3	4			53.259		
311	1.7145						2	6	0			53.397		
312	1.7140						-2	6	1			53.413		
313	1.7111						-3	2	7			53.509		
314	1.7101						3	0	6			53.544		
315	1.7097						1	6	2			53.557		
316	1.7061	1.7068	0	3	4	4C	3	4	4		53.655	53.679	.024	1.0
317	1.7023						0	4	6			53.809		
318	1.7019						2	4	5			53.823		
319	1.7016						3	3	5			53.832		
320	1.6967						-2	4	6			53.999		
321	1.6960						-6	2	1			54.025		
322	1.6946						-6	2	2			54.073		
323	1.6944						1	2	7			54.079		
324	1.6899						-4	5	1			54.235		
325	1.6894						3	1	6			54.254		
326	1.6889						-6	0	4			54.269		
327	1.6879						-5	0	6			54.304		
328	1.6878						-1	3	7			54.310		
329	1.6863						2	6	1			54.363		
330	1.6858						-3	5	4			54.379		
331	1.6858						-1	5	5			54.380		
332	1.6849						-2	6	2			54.410		
333	1.6842	1.6837	0	-5	4	1C	-5	4	1	M	54.453	54.435	-.018	1.0
334	1.6826						5	3	2			54.491		
335	1.6801						5	2	3			54.577		
336	1.6782						4	1	5			54.646		
337	1.6769						-4	5	0			54.690		
338	1.6762						2	3	6			54.716		
339	1.6761						-5	4	2			54.718		
340	1.6756						6	1	1			54.736		
341	1.6751						-4	5	2			54.754		
342	1.6746						0	6	3			54.772		
343	1.6737						0	5	5			54.804		
344	1.6733						-1	6	3			54.819		
345	1.6704						-2	3	7			54.921		
346	1.6696						-6	2	0			54.951		
347	1.6693						4	3	4			54.963		
348	1.6690						-6	1	4			54.974		
349	1.6680						-5	1	6			55.008		
350	1.6675						-4	1	7			55.025		
351	1.6674						-1	0	8			55.029		
352	1.6656						-6	2	3			55.094		
353	1.6648						-5	4	0			55.124		
354	1.6626	1.6631	0	0	3	7C	0	3	7		55.185	55.202	.017	1.0
355	1.6605						-4	3	6			55.278		
356	1.6594						2	5	4			55.317		
357	1.6570						-2	0	8			55.402		
358	1.6555						-2	5	5			55.458		
359	1.6531						4	4	3			55.545		
360	1.6482						-1	1	8			55.726		
361	1.6463						-4	4	5			55.795		

362	1.6445					2	1	7			55.863			
363	1.6433					3	5	3			55.905			
364	1.6418	1.6420	0	-5	4	3C	-5	4	3	M	55.955	55.963	.008	1.0
365	1.6417						1	4	6			55.966		
366	1.6382						-2	1	8			56.097		
367	1.6380						4	5	1			56.104		
368	1.6369						0	0	8			56.144		
369	1.6350						1	6	3			56.215		
370	1.6346						-4	5	3			56.229		
371	1.6334						2	6	2			56.276		
372	1.6322						5	0	4			56.322		
373	1.6318						-3	4	6			56.336		
374	1.6314						3	2	6			56.350		
375	1.6313						-2	6	3			56.353		
376	1.6287						-5	3	5			56.451		
377	1.6220						1	5	5			56.706		
378	1.6213						4	2	5			56.732		
379	1.6206						5	4	1			56.760		
380	1.6190						6	2	1			56.820		
381	1.6187						0	1	8			56.833		
382	1.6177						6	0	2			56.871		
383	1.6165						-3	6	1			56.919		
384	1.6142						-3	3	7			57.005		
385	1.6141						5	1	4			57.009		
386	1.6130						-6	2	4			57.052		
387	1.6121						-5	2	6			57.085		
388	1.6117						-4	2	7			57.102		
389	1.6109						-3	6	0			57.132		
390	1.6080						-3	0	8			57.246		
391	1.6015						-6	3	1			57.499		
392	1.6003						-6	3	2			57.545		
393	1.6002						1	3	7			57.551		
394	1.6001						6	1	2			57.555		
395	1.5977						-3	6	2			57.649		
396	1.5942						-1	2	8			57.787		
397	1.5920						-6	1	5			57.876		
398	1.5909						2	2	7			57.920		
399	1.5908						-1	6	4			57.922		
400	1.5907						-3	1	8			57.927		
401	1.5893						-3	5	5			57.982		
402	1.5881						5	3	3			58.029		
403	1.5863						0	6	4			58.103		
404	1.5857						-5	4	4			58.128		
405	1.5851	1.5843	0	-2	2	8C	-2	2	8	M	58.184	58.149	-.035	1.0
406	1.5819						3	6	1			58.282		
407	1.5792						-6	3	0			58.389		
408	1.5782						4	5	2			58.430		
409	1.5758						-6	3	3			58.526		
410	1.5737						-4	5	4			58.612		
411	1.5723						3	4	5			58.669		
412	1.5717						1	0	8			58.694		
413	1.5675						0	2	8			58.868		
414	1.5633						5	2	4			59.040		
415	1.5625						2	6	3			59.076		
416	1.5614						-1	4	7			59.121		
417	1.5599						-2	6	4			59.181		
418	1.5573						5	4	2			59.293		
419	1.5571						-3	6	3			59.299		
420	1.5556						-1	5	6			59.361		
421	1.5556						1	1	8			59.364		
422	1.5522						2	4	6			59.505		
423	1.5506						6	2	2			59.574		
424	1.5476						-2	4	7			59.700		
425	1.5472						1	6	4			59.716		
426	1.5468						3	3	6			59.736		
427	1.5467						4	4	4			59.739		
428	1.5438						3	5	4			59.862		
429	1.5435						0	7	1			59.876		
430	1.5432						-6	2	5			59.889		
431	1.5420						-3	2	8			59.938		
432	1.5414						0	4	7			59.966		
433	1.5410						0	5	6			59.983		
434	1.5410						-5	1	7			59.984		
435	1.5407						2	5	5			59.996		
436	1.5397						-4	4	6			60.038		
437	1.5393						4	0	6			60.057		
438	1.5382						4	3	5			60.103		
439	1.5376						-1	7	0			60.127		

440	1.5369					-2	5	6		60.160				
441	1.5362					6	3	1		60.189				
442	1.5329					3	6	2		60.334				
443	1.5322					-1	7	1		60.362				
444	1.5319					-7	0	2		60.377				
445	1.5311					-6	3	4		60.412				
446	1.5303					-5	3	6		60.444				
447	1.5299					-4	3	7		60.461				
448	1.5297					-4	0	8		60.474				
449	1.5275					-5	5	1		60.567				
450	1.5241					4	1	6		60.717				
451	1.5222					1	7	1		60.803				
452	1.5215					-5	5	2		60.832				
453	1.5191					-6	0	6		60.939				
454	1.5169					-7	1	2		61.035				
455	1.5168					3	1	7		61.041				
456	1.5150					-1	3	8		61.122				
457	1.5148					-4	1	8		61.132				
458	1.5143					-5	4	5		61.152				
459	1.5133					6	1	3		61.196				
460	1.5130					-7	1	1		61.210				
461	1.5130					-5	5	0		61.211				
462	1.5123					0	7	2		61.242				
463	1.5121					2	3	7		61.251				
464	1.5100					1	2	8		61.346				
465	1.5072					-2	3	8		61.472				
466	1.5065					-1	7	2		61.504				
467	1.5045					-6	1	6		61.594				
468	1.5042					4	5	3		61.605				
469	1.5036					7	0	0		61.633				
470	1.5026					-3	4	7		61.680				
471	1.5023					-4	6	1		61.693				
472	1.5007					-7	1	3		61.764				
473	1.4994					-3	6	4		61.826				
474	1.4994					-1	6	5		61.827				
475	1.4991					-4	5	5		61.840				
476	1.4966					-5	2	7		61.955				
477	1.4957					-5	5	3		61.997				
478	1.4956					1	5	6		62.001				
479	1.4932					-4	6	0		62.113				
480	1.4923					-6	4	1		62.151				
481	1.4920					0	3	8		62.168				
482	1.4919					-4	6	2		62.172				
483	1.4914					-6	4	2		62.195				
484	1.4913					1	4	7		62.201				
485	1.4909					0	6	5		62.218				
486	1.4907					2	7	0		62.228				
487	1.4904					-2	7	1		62.243				
488	1.4900					5	1	5		62.258				
489	1.4895					7	1	0		62.284				
490	1.4884					5	3	4		62.334				
491	1.4881					-3	5	6		62.348				
492	1.4876					1	7	2		62.373				
493	1.4834					2	0	8		62.568				
494	1.4815					5	4	3		62.657				
495	1.4811					4	2	6		62.674				
496	1.4807					2	6	4		62.693				
497	1.4798					-7	0	4		62.735				
498	1.4796					5	5	1		62.746				
499	1.4780					-2	6	5		62.823				
500	1.4774					6	3	2		62.851				
501	1.4745	1.4755	0	-7	2	2C	-7	2	2	M	62.939	62.987	.048	1.0
502	1.4744					3	2	7		62.992				
503	1.4742					-6	4	0		63.001				
504	1.4725					-4	2	8		63.081				
505	1.4720					2	7	1		63.106				
506	1.4715					-6	4	3		63.132				
507	1.4712					6	2	3		63.145				
508	1.4711					-2	7	2		63.150				
509	1.4710					-6	3	5		63.156				
510	1.4709					-7	2	1		63.158				
511	1.4700					-3	3	8		63.204				
512	1.4698					2	1	8		63.213				
513	1.4693					3	6	3		63.237				
514	1.4674					-1	1	9		63.330				
515	1.4663					-7	1	4		63.379				
516	1.4655					4	6	1		63.422				
517	1.4647					-2	1	9		63.459				

```
518  1.4643                              0   7   3           63.480
519  1.4634                             -1   7   3           63.523
520  1.4631                             -6   2   6           63.536
521  1.4631                             -4   6   3           63.538
522  1.4597                             -7   2   3           63.703

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

    THEORETICAL # of LINES = 522
    THEORETICAL RESOLVABLE = 270
     UNIQUE OBSERVED LINES =  80

    TOTAL LINES INPUT=    80
     NUMBER   INDEXED=    80
     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) =   -.93

     M(20) =  20.0   (DLIMIT = 3.7451,    # POSSIBLE =  29)
     X(20) =  0

     F(30) =  34.6   (DELTA 2-Theta =    .0138,     # POSSIBLE =  63)
```

Entrada de datos de NBS para w-14 Metanol.

```
     0    0    0    0    0    0    0         0    0    0    0    0    2    1
  13.6905  6.36326  16.4937          97.234                                   M1
P21/a                   4                                                     3
 O                                                                            5
w14metanol                                                                    6
      1.54059               2                                               F
              0.05                                                            G
5.399                                                          1              I
10.822                 13.026                 13.442                        2  I
14.926                 15.894                 16.218                        3  I
16.565                 17.695                                               4  I
18.360                 19.089                                               5  I
19.449                 20.321                 21.200                        6  I
21.469                                                                       7  I
22.146                 22.823                                               8  I
23.035                 24.071                 25.268                        9  I
25.432                 26.018                 26.219                       10  I
26.807                 27.202                                              11  I
27.474                 28.804                 29.208                       12  I
29.719                 30.156                 30.331                       13  I
30.653                 30.926                 31.150                       14  I
31.796                                                                      15  I
32.048                 32.457                 32.819                       16  I
                       32.914                 33.482                       17  I
33.622                 33.810                                              18  I
                       34.357                                              19  I
34.487                 34.690                 34.820                       20  I
35.391                 35.658                 35.762                       21  I
35.912                 36.767                 36.945                       22  I
37.124                                                                      23  I
38.466                 38.841                 39.143                       24  I
39.459                 39.619                 39.779                       25  I
39.976                 40.642                 40.842                       26  I
41.220                 41.447                                              27  I
42.731                 43.165                                              28  I
43.715                 44.274                                              29  I
44.468                 44.765                 45.242                       30  I
                       46.616                 47.060                       31  I
47.259                 47.439                 47.999                       32  I
48.273                 49.001                 49.362                       33  I
49.841                 50.077                 50.492                       34  I
50.725                 51.104                 51.219                       35  I
51.441                 51.829                                              36  I
52.273                 52.462                                              37  I
                                                                               K
```

Salida de datos de NBS para w-14 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  =    2
      IDOLSQ =    1

.....................................................................

              ***  MONOCLINIC ***          ***         :5/ 5/17     20:50:38

 0....:....1....:....2....:....3....:....4....:....5....:....6....:....7.
   13.6905  6.36326  16.4937          97.234                            CELL 1
                                                 2E A-                   ESDS 2
 P21/a       14B         4                              1425.43          SG-I 3
 P21/a       14B         4                              1425.43          SG-F 4
  O                                                                      FLGS 5
 w14metanol                                                             NAME 6
 T-2     .00 -1.00   .00 /-1.00   .00   .00 /  .00   .00 -1.00          MATX
 1.00:   .00   .00  1.00 /  .00 -1.00   .00 / 1.00   .00   .00          MATX C
 INV     .00   .00  1.00 /  .00 -1.00   .00 / 1.00   .00   .00          MATX
```

```
  13.691   6.363  16.494  90.00  97.23  90.00  1425.43                    C-IN
   6.363  13.691  16.494  97.23  90.00  90.00  1425.43           35       C-RD D
  16.494   6.363  13.691  90.00  97.23  90.00   2.5920  2.1515            C-CD E
  40.491 187.430 272.042 -28.434    .000    .000                          DOTM
      1.54059                2                                          PDF1 F
                0.05                                                     PDF2 G
                     :5/ 5/17  0  0 pc 90/02/28                          HIST K
1-THETA ANGLES        THTMX =  20.0  NCYC = 2  TOLMN =  .0250  TOLMX =  .1000
 THEMX =  26.7  DMIN =  1.712525  LAMBDA =1.5405900
 2 CONDITIONS for NON-EXTINCTION requested
 H0L      H = 2n
 0K0      K = 2n
CYCLE  9   w14metanol
   2-Theta TOLERANCE =    .05000
LARGEST RESIDUAL reduced to UNIT WEIGHT  -.04856   for OBS   9
STANDARD ERROR UNIT WT for OBS   .02199   with DEGREES of FREEDOM  50

     A          B          C        Alpha      Beta       Gamma      VOLUME
RECIPROCAL CELL
 .73639E-01 .15720E+00 .61114E-01    90.0000    82.8001    90.0000.701876E-03
R C STNDRD ERRS
 .14517E-04 .38024E-04 .12895E-04      .0000      .0189      .0000
R C CORRECTIONS
 .27316E-09 .55339E-08 .18207E-08      .0000      .0000      .0000.000000E+00
DIRECT CELL
  13.687780   6.361355  16.492830    90.0000    97.1999    90.00001424.754000
D C STNDRD ERRS
    .002706    .001539    .003530      .0000      .0189      .0000    .375498
D C CORRECTIONS
    .000000    .000000    .000000      .0000      .0000      .0000    .000000

                          <AUTHOR >    <PROGRAM>     OBS     CALC   DIFF  FINL
  N  D calc  D obs   INT   H   K   L    H   K   L    2Theta  2Theta 2Theta  WT
  1 16.3628 16.3552   0    0   0   1C   0   0   1     5.399   5.397  -.002  1.0
  2  8.1814  8.1686   0    0   0   2C   0   0   2    10.822  10.805  -.017  1.0
  3  6.7899  6.7910   0    2   0   0C   2   0   0    13.026  13.028   .002  1.0
  4  6.5697  6.5818   0   -2   0   1C  -2   0   1    13.442  13.467   .025  1.0
  5  6.0104                              2   0   1            14.727
  6  5.9291  5.9306   0    0   1   1C   0   1   1    14.926  14.930   .004  1.0
  7  5.7606                             -1   1   0            15.369
  8  5.5799  5.5715   0   -2   0   2C  -2   0   2    15.894  15.870  -.024  1.0
  9  5.5265                             -1   1   1            16.024
 10  5.4543  5.4609   0    0   0   3C   0   0   3    16.218  16.238   .020  1.0
 11  5.3454  5.3473   0    1   1   1C   1   1   1    16.565  16.571   .006  1.0
 12  5.0219  5.0083   0    0   1   2C   0   1   2    17.695  17.646  -.049  1.0
 13  4.9301                              2   0   2            17.978
 14  4.8327  4.8283   0   -1   1   2C  -1   1   2    18.360  18.343  -.017  1.0
 15  4.6423  4.6455   0   -2   1   0C  -2   1   0    19.089  19.103   .014  1.0
 16  4.5965                              1   1   2            19.294
 17  4.5700  4.5604   0   -2   1   1C  -2   1   1    19.449  19.407  -.042  1.0
 18  4.5391                             -2   0   3            19.541
 19  4.3688  4.3666   0    2   1   1C   2   1   1    20.321  20.311  -.010  1.0
 20  4.1948  4.1875   0   -2   1   2C  -2   1   2    21.200  21.163  -.037  1.0
 21  4.1406  4.1356   0    0   1   3C   0   1   3    21.469  21.443  -.026  1.0
 22  4.0907                              0   0   4            21.708
 23  4.0701                             -1   1   3            21.819
 24  4.0137  4.0107   0    2   0   3C   2   0   3    22.146  22.129  -.017  1.0
 25  3.8968  3.8932   0    2   1   2C   2   1   2    22.823  22.802  -.021  1.0
 26  3.8595  3.8579   0    1   1   3C   1   1   3    23.035  23.025  -.010  1.0
 27  3.7158                             -2   0   4            23.928
 28  3.6949  3.6941   0   -2   1   3C  -2   1   3 M  24.071  24.066  -.005  1.0
 29  3.6882                              3   1   0            24.111
 30  3.6794                             -3   1   1            24.169
 31  3.5216  3.5218   0    3   1   1C   3   1   1    25.268  25.269   .001  1.0
 32  3.4988  3.4995   0   -3   1   2C  -3   1   2    25.432  25.437   .005  1.0
 33  3.4407                              0   1   4            25.874
 34  3.4223  3.4220   0   -1   1   4C  -1   1   4    26.018  26.015  -.003  1.0
 35  3.4103                             -4   0   1            26.109
 36  3.3950  3.3962   0    4   0   0C   4   0   0 M  26.219  26.229   .010  1.0
 37  3.3945                              2   1   3            26.232
 38  3.3246  3.3230   0    2   0   4C   2   0   4    26.807  26.794  -.013  1.0
 39  3.2848                             -4   0   2            27.124
 40  3.2726  3.2756   0    0   0   5C   0   0   5    27.202  27.228   .026  1.0
 41  3.2546                              1   1   4            27.381
 42  3.2443  3.2438   0    4   0   1C   4   0   1 M  27.474  27.470  -.004  1.0
 43  3.2406                              3   1   2            27.502
 44  3.2112                             -3   1   3            27.759
 45  3.2085                             -2   1   4            27.782
```

46	3.1807						0	2	0			28.030			
47	3.1222						0	2	1			28.566			
48	3.1041						-2	0	5			28.737			
49	3.0969	3.0970	0	1	2	0C	1	2	0		28.804	28.805	.001	1.0	
50	3.0594						-4	0	3			29.166			
51	3.0589	3.0551	0	-1	2	1C	-1	2	1	M	29.208	29.171	-.037	1.0	
52	3.0271						1	2	1			29.484			
53	3.0056						-4	1	1			29.700			
54	3.0052	3.0037	0	4	0	2C	4	0	2	M	29.719	29.704	-.015	1.0	
55	2.9951						4	1	0			29.806			
56	2.9645	2.9611	0	0	2	2C	0	2	2		30.156	30.121	-.035	1.0	
57	2.9465	2.9445	0	2	1	4C	2	1	4		30.331	30.310	-.021	1.0	
58	2.9241						-1	2	2			30.547			
59	2.9200						3	1	3			30.591			
60	2.9187						-4	1	2			30.605			
61	2.9127	2.9143	0	-1	1	5C	-1	1	5	M	30.653	30.669	.016	1.0	
62	2.9101						0	1	5			30.698			
63	2.8901						4	1	1			30.915			
64	2.8899	2.8892	0	-3	1	4C	-3	1	4	M	30.926	30.918	-.008	1.0	
65	2.8803						-2	2	0			31.023			
66	2.8693	2.8689	0	1	2	2C	1	2	2		31.150	31.146	-.004	1.0	
67	2.8628						-2	2	1			31.218			
68	2.8133						2	0	5			31.781			
69	2.8113	2.8121	0	2	2	1C	2	2	1	M	31.796	31.805	.009	1.0	
70	2.7899	2.7905	0	-4	0	4C	-4	0	4	M	32.048	32.055	.007	1.0	
71	2.7897						-2	1	5			32.058			
72	2.7826						1	1	5			32.141			
73	2.7633						-2	2	2			32.373			
74	2.7571	2.7563	0	-4	1	3C	-4	1	3		32.457	32.447	-.010	1.0	
75	2.7476						0	2	3			32.562			
76	2.7327						4	0	3			32.745			
77	2.7271						0	0	6			32.814			
78	2.7267	2.7267	0	-1	2	3C	-1	2	3	M	32.819	32.819	.000	1.0	
79	2.7172	2.7190	0	4	1	2C	4	1	2		32.914	32.936	.022	1.0	
80	2.6727	2.6742	0	2	2	2C	2	2	2		33.482	33.501	.019	1.0	
81	2.6606	2.6634	0	1	2	3C	1	2	3		33.622	33.658	.036	1.0	
82	2.6480	2.6490	0	-2	0	6C	-2	0	6		33.810	33.823	.013	1.0	
83	2.6099	2.6081	0	3	1	4C	3	1	4	M	34.357	34.333	-.024	1.0	
84	2.6048						-2	2	3			34.401			
85	2.6025						-3	2	0			34.434			
86	2.5994	2.5985	0	-3	2	1C	-3	2	1	M	34.487	34.476	-.011	1.0	
87	2.5823	2.5838	0	-3	1	5C	-3	1	5		34.690	34.711	.021	1.0	
88	2.5729	2.5745	0	2	1	5C	2	1	5		34.820	34.841	.021	1.0	
89	2.5550						-4	1	4			35.093			
90	2.5419						3	2	1			35.281			
91	2.5333	2.5342	0	-3	2	2C	-3	2	2		35.391	35.404	.013	1.0	
92	2.5192						-4	0	5			35.609			
93	2.5172	2.5158	0	-1	1	6C	-1	1	6	M	35.658	35.639	-.019	1.0	
94	2.5128						-5	1	1			35.702			
95	2.5110						0	2	4			35.730			
96	2.5108	2.5088	0	4	1	3C	4	1	3	M	35.762	35.732	-.030	1.0	
97	2.5065						0	1	6			35.795			
98	2.5038						-1	2	4			35.836			
99	2.4978	2.4986	0	5	1	0C	5	1	0		35.912	35.924	.012	1.0	
100	2.4928						2	2	3			35.998			
101	2.4698						-5	1	2			36.346			
102	2.4650						4	0	4			36.418			
103	2.4447	2.4425	0	-2	1	6C	-2	1	6		36.767	36.733	-.034	1.0	
104	2.4358						1	2	4			36.871			
105	2.4299	2.4311	0	3	2	2C	3	2	2	M	36.945	36.963	.018	1.0	
106	2.4278						5	1	1			36.997			
107	2.4276						2	0	6			37.000			
108	2.4175	2.4198	0	-3	2	3C	-3	2	3	M	37.124	37.161	.037	1.0	
109	2.4163						-2	2	4			37.179			
110	2.4157						1	1	6			37.189			
111	2.3771						-5	1	3			37.816			
112	2.3422						-4	1	5			38.401			
113	2.3375	2.3384	0	0	0	7C	0	0	7		38.466	38.481	.015	1.0	
114	2.3325						3	1	5			38.568			
115	2.3260						-4	2	1			38.679			
116	2.3211						-4	2	0			38.764			
117	2.3156	2.3167	0	5	1	2C	5	1	2		38.841	38.860	.019	1.0	
118	2.3084						-3	1	6			38.987			
119	2.3008						-2	0	7			39.121			
120	2.2985	2.2995	0	4	1	4C	4	1	4	M	39.143	39.161	.018	1.0	
121	2.2983						2	2	4			39.165			
122	2.2856						3	2	3			39.390			
123	2.2850						-4	2	2			39.401			

124	2.2822	2.2818	0	-1	2	5C	-1	2	5	M	39.459	39.453	-.006	1.0
125	2.2811						-6	0	1			39.472		
126	2.2809						0	2	5			39.476		
127	2.2712	2.2730	0	4	2	1C	4	2	1	M	39.619	39.651	.032	1.0
128	2.2711						-3	2	4			39.652		
129	2.2695						-4	0	6			39.682		
130	2.2681						2	1	6			39.708		
131	2.2633	2.2642	0	6	0	0C	6	0	0		39.779	39.795	.016	1.0
132	2.2552	2.2535	0	-6	0	2C	-6	0	2		39.976	39.944	-.032	1.0
133	2.2503						-5	1	4			40.035		
134	2.2215						-2	2	5			40.577		
135	2.2211						4	0	5			40.584		
136	2.2179	2.2181	0	1	2	5C	1	2	5		40.642	40.645	.003	1.0
137	2.2073	2.2077	0	-1	1	7C	-1	1	7	M	40.842	40.850	.008	1.0
138	2.2049						-4	2	3			40.895		
139	2.2048						6	0	1			40.898		
140	2.1941						0	1	7			41.106		
141	2.1899	2.1883	0	-6	0	3C	-6	0	3		41.220	41.189	-.031	1.0
142	2.1844						4	2	2			41.297		
143	2.1780	2.1768	0	5	1	3C	5	1	3		41.447	41.425	-.022	1.0
144	2.1636						-2	1	7			41.713		
145	2.1472						-6	1	1			42.046		
146	2.1376						-4	1	6			42.245		
147	2.1324						6	1	0			42.353		
148	2.1296						2	0	7			42.410		
149	2.1274						3	2	4			42.456		
150	2.1270						1	1	7			42.465		
151	2.1256						-6	1	2			42.494		
152	2.1143	2.1144	0	6	0	2C	6	0	2	M	42.731	42.731	.000	1.0
153	2.1124						-3	2	5			42.773		
154	2.1073						2	2	5			42.881		
155	2.1061						-5	1	5			42.907		
156	2.1029						0	3	1			42.976		
157	2.0974						-4	2	4			43.094		
158	2.0970						4	1	5			43.103		
159	2.0951						1	3	0			43.144		
160	2.0947	2.0941	0	-6	0	4C	-6	0	4	M	43.165	43.151	-.014	1.0
161	2.0930						3	1	6			43.189		
162	2.0832						6	1	1			43.402		
163	2.0832						-1	3	1			43.403		
164	2.0763						-1	2	6			43.553		
165	2.0739						-5	2	1			43.607		
166	2.0731						1	3	1			43.626		
167	2.0727						4	2	3			43.632		
168	2.0724						-3	1	7			43.640		
169	2.0706						-6	1	3			43.679		
170	2.0703	2.0690	0	0	2	6C	0	2	6	M	43.715	43.686	-.029	1.0
171	2.0654						-5	2	0			43.795		
172	2.0526						0	3	2			44.082		
173	2.0495						-5	2	2			44.153		
174	2.0490						-4	0	7			44.165		
175	2.0453	2.0442	0	0	0	8C	0	0	8		44.274	44.248	-.026	1.0
176	2.0391						-1	3	2			44.391		
177	2.0351	2.0357	0	-2	2	6C	-2	2	6		44.468	44.483	.015	1.0
178	2.0303						5	1	4			44.593		
179	2.0299						-2	0	8			44.601		
180	2.0253						5	2	1			44.708		
181	2.0240	2.0229	0	2	3	0C	2	3	0	M	44.765	44.738	-.027	1.0
182	2.0202						1	3	2			44.828		
183	2.0194						2	1	7			44.846		
184	2.0183						1	2	6			44.873		
185	2.0179						-2	3	1			44.881		
186	2.0069						4	0	6			45.142		
187	2.0064						6	1	2			45.153		
188	2.0035	2.0027	0	6	0	3C	6	0	3		45.242	45.223	-.019	1.0
189	1.9997						2	3	1			45.314		
190	1.9956						-5	2	3			45.411		
191	1.9896						-6	1	4			45.555		
192	1.9822						-2	3	2			45.737		
193	1.9813						-6	0	5			45.758		
194	1.9764						0	3	3			45.879		
195	1.9748						-4	2	5			45.917		
196	1.9690						3	2	5			46.061		
197	1.9685						-1	3	3			46.071		
198	1.9606						-1	1	8			46.268		
199	1.9588						5	2	2			46.314		
200	1.9578						-5	1	6			46.339		
201	1.9544						-3	2	6			46.424		

202	1.9503						-4	1	7			46.527			
203	1.9484						4	2	4			46.575			
204	1.9479						2	3	2			46.587			
205	1.9472	1.9468	0	0	1	8C	0	1	8	M	46.616	46.606	-.010	1.0	
206	1.9432						1	3	3			46.707			
207	1.9339						-2	1	8			46.946			
208	1.9298	1.9295	0	2	2	6C	2	2	6		47.060	47.052	-.008	1.0	
209	1.9212	1.9218	0	-2	3	3C	-2	3	3	M	47.259	47.276	.017	1.0	
210	1.9202						-3	3	0			47.300			
211	1.9190						-3	3	1			47.333			
212	1.9188						-5	2	4			47.338			
213	1.9139	1.9149	0	4	1	6C	4	1	6		47.439	47.466	.027	1.0	
214	1.9109						6	1	3			47.544			
215	1.8959						1	1	8			47.944			
216	1.8955						3	3	1			47.956			
217	1.8940	1.8939	0	2	0	8C	2	0	8	M	47.999	47.997	-.002	1.0	
218	1.8919						-3	3	2			48.052			
219	1.8919						-1	2	7			48.052			
220	1.8917						-6	1	5			48.059			
221	1.8891						3	1	7			48.128			
222	1.8836	1.8838	0	5	1	5C	5	1	5	M	48.273	48.278	.005	1.0	
223	1.8836						0	2	7			48.278			
224	1.8829						6	0	4			48.295			
225	1.8826						0	3	4			48.306			
226	1.8795						-1	3	4			48.389			
227	1.8749						2	3	3			48.516			
228	1.8733						5	2	3			48.559			
229	1.8716						-3	1	8			48.607			
230	1.8690						-7	1	1			48.678			
231	1.8642						-2	2	7			48.813			
232	1.8600						-6	0	6			48.931			
233	1.8583						-7	1	2			48.977			
234	1.8579	1.8575	0	-4	0	8C	-4	0	8	M	49.001	48.989	-.012	1.0	
235	1.8556						7	1	0			49.053			
236	1.8537						-6	2	1			49.108			
237	1.8503						1	3	4			49.204			
238	1.8477						3	3	2			49.278			
239	1.8474						-4	2	6			49.285			
240	1.8441	1.8447	0	6	2	0C	6	2	0		49.362	49.380	.018	1.0	
241	1.8422						-3	3	3			49.435			
242	1.8417						-2	3	4			49.449			
243	1.8406						1	2	7			49.480			
244	1.8397						-6	2	2			49.506			
245	1.8270	1.8281	0	-5	2	5C	-5	2	5		49.841	49.873	.032	1.0	
246	1.8247						-7	1	3			49.941			
247	1.8216						4	0	7			50.031			
248	1.8211						4	2	5			50.047			
249	1.8195	1.8201	0	7	1	1C	7	1	1	M	50.077	50.092	.015	1.0	
250	1.8184						3	2	6			50.124			
251	1.8181						0	0	9			50.135			
252	1.8152						2	1	8			50.220			
253	1.8143						-5	1	7			50.248			
254	1.8139						-2	0	9			50.257			
255	1.8120						6	2	1			50.315			
256	1.8055	1.8061	0	6	1	4C	6	1	4	M	50.492	50.508	.016	1.0	
257	1.8049						-3	2	7			50.527			
258	1.8037						-6	2	3			50.562			
259	1.8007						-4	3	1			50.652			
260	1.7985	1.7983	0	4	3	0C	4	3	0		50.725	50.720	-.005	1.0	
261	1.7878						2	3	4			51.045			
262	1.7852	1.7859	0	-6	1	6C	-6	1	6		51.104	51.124	.020	1.0	
263	1.7834						-4	1	8			51.179			
264	1.7818	1.7821	0	3	3	3C	3	3	3	M	51.219	51.229	.010	1.0	
265	1.7815						-4	3	2			51.238			
266	1.7802						-1	3	5			51.280			
267	1.7795						0	3	5			51.299			
268	1.7769						5	2	4			51.382			
269	1.7750	1.7749	0	4	3	1C	4	3	1	M	51.441	51.441	.000	1.0	
270	1.7749						-3	3	4			51.442			
271	1.7717						-7	1	4			51.543			
272	1.7696						2	2	7			51.608			
273	1.7646						7	1	2			51.765			
274	1.7611	1.7626	0	6	0	5C	6	0	5	M	51.829	51.876	.047	1.0	
275	1.7609						-1	1	9			51.883			
276	1.7608						6	2	2			51.885			
277	1.7512						4	1	7			52.190			
278	1.7509						-2	3	5			52.200			
279	1.7494						-6	2	4			52.248			

```
280  1.7492  1.7486   0    1   3   5C   1   3   5 M  52.273  52.256  -.017  1.0
281  1.7481                             0   1   9            52.291
282  1.7445                             5   1   6            52.405
283  1.7444                            -2   1   9            52.409
284  1.7428  1.7428   0   -4   3   3C  -4   3   3    52.462  52.462   .000  1.0
285  1.7385                            -6   0   7            52.600
286  1.7326                             4   3   2            52.795
287  1.7296                            -1   2   8            52.893
288  1.7277                            -5   2   6            52.957
289  1.7225                            -4   2   7            53.127
290  1.7203                             0   2   8            53.200
291  1.7159                             3   1   8            53.347

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

    THEORETICAL # of LINES = 291
    THEORETICAL RESOLVABLE = 189
     UNIQUE OBSERVED LINES =  89

    TOTAL LINES INPUT=    89
     NUMBER   INDEXED=    89
     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) =   .32

     M(20) =  18.2   (DLIMIT = 3.5081,    # POSSIBLE =  31)
     X(20) =  0

     F(30) =  31.7   (DELTA 2-Theta =    .0141,     # POSSIBLE =  56)
```