

1º Ciclo de Mini-cursos de Cristalografia

Método de Rietveld.

Data: 2 a 5 de maio de 2016.

Local: Uniara, Araraquara-SP.

Público alvo: Alunos de programas de pós-graduação, professores universitários, colaboradores de indústria.

Carga horária: O curso será realizado em 4 dias (32 horas), sendo que 8 horas serão dedicadas à teoria básica sobre difração de raios X e cristalografia.

Informações Gerais: A Bruker-Brasil irá fornecer licenças temporárias do Topas para os participantes. As licenças irão valer apenas para os dias de aula, e no local das aulas. Quem tem o Topas ou o Topas-Academic poderá vir com ele.

Instrutores e palestrantes:

Universidade Federal de Juiz de Fora.
Alexandre Cuin (AC)

Instituto de Química - Unesp. Araraquara-SP.
Carlos O. Paiva Santos (COPS), Diego Luis Tita (DLT), Jorge Manuel Vieira Capela (JMVC), Julia Sawaki Tanaka (JST), Marisa Veiga Capela (MVC), Selma Gutierrez Antonio (SGA).

Análises estatísticas: MVC

Método de mínimos-quadrados: JST

Modelos cinéticos: JMVC

Método de Rietveld: COPS, DLT, SGA

Determinação de estruturas cristalinas: AC, COPS, SGA

1º dia, 1ª hora: Abertura. Apresentação dos instrutores e da filosofia do curso.

Teoria

✓ Lei de Bragg.

- ✓ Cella unitária e índice de Miller.
- ✓ Rede cristalina e tipos de celas unitárias.
- ✓ Elementos de simetria e grupos espaciais. Interpretação do símbolo do grupo espacial.
- ✓ Multiplicidade de um sítio e fator de ocupação.
- ✓ Fator de estrutura, intensidade de uma reflexão e o problemas das fases em cristalografia.
- ✓ Função de perfil. Alargamento instrumental, tamanho de cristalito e microdeformação. Parâmetros fundamentais.
- ✓ O método de mínimos-quadrados.
- ✓ Análises estatísticas.
- ✓ Apresentação da Bruker-Brasil pelo Engenheiro João Fiori.

Tutoriais e seminários

- T: Instalação dos softwares.
- S: Identificação de fases (programas search-match e bancos de dados ICDD, ICSD, COD)
- S: Formalismos matemáticos do método de Rietveld.
- S: Como realizar coleta e conversão de dados. Cuidados necessários com fendas, "faca", porta-amostras, etc.
- ✓ Orgânicos
 - ✓ Inorgânicos
- T: JEdit e o programa Topas.
- T: Refinamento para obter o alargamento instrumental com amostra padrão e usando parâmetros fundamentais.
- T: Refinamentos com uma fase.
- S: Estatística- d de Durbin-Watson e sua relação com os desvios-padrão.
- S/T: Gerar um arquivo CIF (Crystallographic Information Framework)
- T: Refinamentos com 3 fases e análise quantitativa de fases (AQF).
- S/T: Determinação da porcentagem de amorfo.
- T: Casos com alta sobreposição de picos.
- T: Orientação preferencial. March-Dollase e Harmônicos esféricos.
- S: Diferença entre raios X e nêutrons. Exemplos de difratogramas.
- T: Refinamentos com dados de difração de nêutrons e raios X.
- T: Refinamentos com dados de luz Síncrotron fazendo uso do espalhamento ressonante (anômalo).
- S: Método de Rietveld na análise de fármacos. Análise qualitativa e quantitativa de polimorfos e excipientes.
- T: Um caso simples de um fármaco. Anisotropia e orientação preferencial.
- T: Cuidados com background: Comprimido de carbamazepina + amorfo.

- T: AQF. Matéria-prima da carbamazepina. Dados de alta resolução - LNLS.
- S: Outros programas: Rietveld: GSAS, GSAS II. Visualização de moléculas: Diamond, Mercury. Auxiliares: Pate, JST-XRD.

Os dados usados no curso serão:

Refinamento para casos com uma fase. Dados do QPA round robin:

<http://www.iucr.org/data/iucr/powder/QARR/intro.htm>

Casos simples. Al₂O₃, CaF₂, ZnO, Y₂O₃, nizatidine
Orientação preferencial. Mg(OH)₂.

Refinamentos simultâneos com dados de DRX e DN: PbSO₄. Dados do
PbSO₄ Round robin.

<http://scripts.iucr.org/cgi-bin/paper?S0021889892003649>

Casos complexos com dados locais (IQ-Unesp e LNLS):

PbTiO₃. Anisotropia e flutuação composicional.

Espinélio NiFe₂O₄. Espalhamento ressonante (anômalo) para
determinar a distribuição de cátions nos
sítios tetraédrico e octaédrico.

Background e fármacos: Comprimido de carbamazepina + amorfo.

AQF com fármacos. Matéria prima da carbamazepina. Dados de
alta resolução - LNLS/Campinas.

Análise quantitativa de fases, incluindo a determinação de
porcentagem de material amorfo. Dados do QPA-RR data:

<http://www.iucr.org/data/iucr/powder/QARR/intro.htm>