

Curso

“El Método de Rietveld para Refinamiento de Estructura Cristalina”

CCT-CONICET Bahía Blanca, Septiembre de 2014

Profesores:

Dr. Diego G. Lamas (CONICET-Universidad Nacional del Comahue, Argentina)

Dr. Federico Napolitano (CONICET-Centro Atómico Bariloche)

Coordinador:

CONICET – UAT: Ing. Marta Dailoff

Duración: 1 semana - 40 horas

Fecha: 15 a 19 de septiembre de 2014

Lugar: CCT CONOCET Bahia Blanca, Con La Carrindanga km 7.

Introducción y Propósito:

Se espera que los alumnos que realicen el curso adquieran conocimientos sobre:

- Los fundamentos de la Difracción de Rayos X. Teoría cinemática de la difracción de rayos X (XRD). La técnica de difracción de rayos X de polvos (XPD): teoría básica y aspectos experimentales. Difractómetros convencionales de laboratorio. Configuraciones experimentales habituales de colección de datos Aplicaciones más importantes y ejemplos.
- Fundamentos matemáticos del método de Rietveld. Parámetros estructurales y parámetros globales. Factores de acuerdo. Estrategias de “encendido” de parámetros.
- Programas para refinamiento de estructura por el método de Rietveld. Utilización y ventajas/desventajas de los dos programas más conocidos: *FullProf* y *GSAS*.

- Aplicaciones básicas: Ejemplos de aplicaciones habituales: (i) Determinación de parámetros estructurales en compuestos inorgánicos. (ii) Análisis cuantitativo en muestras polifásicas. (iii) Análisis del perfil de los picos de Bragg: tamaño medio de cristalita y microdeformaciones.
- Aplicaciones avanzadas: Ejemplos de aplicaciones avanzadas de la técnica (i) Análisis secuencial de datos de difracción de rayos X en función de la temperatura. (ii) Análisis combinado de difracción de rayos X y de neutrones.

Objetivos:

El curso permitirá a alumnos adquirir los conocimientos avanzados de análisis de datos de difracción de rayos X de polvos mediante el método de Rietveld. Se verán los fundamentos matemáticos, ejemplos concretos de su empleo y aplicaciones más importantes.

Programa:

1. Difracción de rayos X de polvos

Fundamentos de la Difracción de Rayos X. Teoría cinemática de la difracción de rayos X (XRD). La técnica de difracción de rayos X de polvos (XPD): teoría básica y aspectos experimentales. Difractómetros convencionales de laboratorio: la geometría de haz divergente o Bragg-Brentano. XPD con luz sincrotrón: la geometría de haz paralelo. Configuraciones experimentales habituales de colección de datos de XPD con luz sincrotrón a temperatura y presión ambiente y condiciones no ambientes de: temperatura, presión, tiempo de reacción, etc. Aplicaciones más importantes y ejemplos.

2. Fundamentos del Método de Rietveld

Introducción al método de Rietveld. Fundamentos matemáticos del método. Parámetros estructurales y parámetros globales. Factores de acuerdo. Estrategias de “encendido” de parámetros.

3. Programas para refinamiento de estructura por el método de Rietveld

Utilización de los dos programas más conocidos, *FullProf* y *GSAS*. Archivos de entrada y de salida de cada programa. Ejemplos con distintas geometrías o condiciones experimentales. Ventajas y desventajas de cada uno.

4. Aplicaciones básicas

Ejemplos de aplicaciones habituales: (i) Determinación de parámetros estructurales en compuestos inorgánicos. (ii) Análisis cuantitativo en muestras polifásicas. (iii) Análisis del perfil de los picos de Bragg: tamaño medio de cristalita y microdeformaciones.

5. Aplicaciones avanzadas

Ejemplos de aplicaciones avanzadas de la técnica (i) Análisis secuencial de datos de difracción de rayos X en función de la temperatura. (ii) Análisis combinado de difracción de rayos X y de neutrones.

Aprobación del curso:

Para la aprobación del curso, a la finalización del mismo se tomará un examen escrito.

Bibliografía:

- H.P. Klug and L.E. Alexander, X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials, 2nd ed., John Wiley, New York and London (1974).
- R.A. Young, The Rietveld Method, International Union of Crystallography, Oxford University Press, Oxford (1993).
- "Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials" de V.K. Pecharsky y P.Y. Zavalij., Springer (2005).
- Giacovazzo C. Editor, "Fundamentals of crystallography", International Union of Crystallography-Oxford Science (2002) (2nd Edition). IUCr Text in Crystallography #7.