UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO

INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E BIOLÓGICAS

DEPARTAMENTO DE FÍSICA

OGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS – FÍSICA DOS MATERIAIS

I - IDENTIFICAÇÃO

Nome da disciplina:	Cristalografia e difração de raios X: avançando na pesquisa de materiais, fármacos e minerais com difração de raios X (ELETIVA)
Carga horária semestral:	60 horas
Carga horária semanal:	3 horas teóricas/1 hora prática

II - OBJETIVOS

O objetivo desta disciplina é apresentar os fundamentos da cristalografia básica aplicada a ciência dos materiais, fundamentos da difração de raios X e métodos de caracterização com dados de difração como o método de Rietveld de refinamento de estruturas cristalinas e o método *Pair Distribution Function* (PDF). Serão apresentadas aplicações da técnica em ciência dos materiais e exercícios práticos serão realizados. Cada grupo de alunos realizará um estudo de caso, envolvendo identificação, refinamento utilizando o método de Rietveld e quantificação das fases presentes na amostra analisada, além de atividades para a caracterização de amostras nanocristalinas/amorfas.

III - EMENTA

Ementa: Fundamentos de difração de raios X. Difratômetros de raios X de pó e monocristal, determinação de estruturas. Refinamento estrutural pelo método de Rietveld para policristais e pelo método de mínimos quadrados para monocristais. Recentes avanços na caracterização estrutural de materiais, com enfoque em fármacos e minerais.

Introdução à cristalografia: - Radiação eletromagnética e suas propriedades; - Estrutura dos materiais;

Propriedades estruturais dos cristais: - Elementos de simetria; - O estado cristalino; - Definição de cela unitária; - Posições, direções e panos cristalográficos; - densidade linear e planar; - sistemas cristalinos; - Redes de *Bravais*; - grupos espaciais; - transformação de coordenadas

Raios X e sua interação com a matéria: - Propriedades, fontes e detectores de radiação

Difração por monocristais: - Padrão de difração; - difratometria de monocristais

Difração por policristais: - Padrão de difração por policristais; - difratometria de policristais

Instrumentação: - Condicionamento do feixe; - Principais geometrias;

Aspectos a serem considerados durante a coleta de dados: - Preparação de amostra; - Aquisição de dados; - qualidade dos dados

Processamento de dados e análise de fases: - Processamento preliminar de dados; - bases de dados cristalográficos; - identificação e indexação de fases;

Determinação de estruturas cristalinas;

Método de Rietveld: - Fundamentos; - refinamento com uma fase; - análise quantitativa de fases; - Quantificação de material amorfo.

Método PDF: - Fundamentos; - obtenção de padrões por PDF; - Análise de materiais pelo método *PDF*.

IV - BIBLIOGRAFIA

Básica

- Cullity, B. D. *Elements of X-ray diffraction*.
- Pecharsky, V. K.; Zavalij, P. Y. *Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials*. 2a. Ed. New York, USA: 2009.
- Young, R. A. *The Rietveld Method*. 1. New York: International Union of Crystallography, monographs on crystallography - OXFORD University Press, 1993.
- GIACOVAZZO C. editor "*Fundamentals of Crystallography*", OUP, Oxford (1992).
- MÜLLER, P. "*Crystal Structure Refinement*". 1st ed. New York, NY: Oxford University Press, (2006).
- BLOSS F.D. "*Crystallography and Crystal Chemistry; and Introduction*", Holt, Rinehart and Winston Inc, New York (1971).
- R. E. DINNEBIER AND S. J. L. BILLINGE, "*Powder Diffraction: Theory and Practice*," Royal Society of Chemistry, (2008).

Complementar

- "*International Tables for Crystallography*" ISBN: 978-0-470-68575-4 https://doi.org/10.1107/97809553602060000001. https://it.iucr.org/
- SCHORR, SUSAN AND WEIDENTHALER, CLAUDIA. "*Crystallography in Materials Science: From Structure-Property Relationships to Engineering*", Berlin, Boston: De Gruyter, (2021). https://doi.org/10.1515/9783110674910
- BLAKE, ALEXANDER J. ET AL. "*Crystal structure analysis: principles and practice*" (2nd ed.). OUP Oxford, (2009). https://doi.org/10.1093/acprof:oso/9780199219469.001.0001
- MARCOS, CELIA. "*Crystallography: Introduction to the Study of Minerals*". Springer Nature, (2022).
- Rietveld, H. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. **Journal of Applied Crystallography**, v. 2, n. 2, p. 65-71, 1969.
- Hill, R. J.; Madsen, I. C. The effect of profile-step counting time on the determination of crystal structure parameters by X-ray Rietveld analysis. **Journal of Applied Crystallography**, v. 17, n. 5, p. 297-306, 1984.
- Hill, R. J.; Madsen, I. C. The effect of profile step width on the determination of crystal structure parameters and estimated standard deviations by X-ray Rietveld analysis. **Journal of Applied Crystallography**, v. 19, n. 1, p. 10-18, 1986.
- Mccusker, L. B. *et al.* Rietveld refinement guidelines. *Journal of Applied Crystallography*, v. 32, p. 36-50, 1999.

Toby, B. H. R factors in Rietveld analysis: How good is good enough? **Powder Diffraction**, v. 21, n. 1, p. 67-70, 2006.