

Índice

Refinamentos com mais fases. Análise quantitativa de fases

AQF simultânea de todos os conjuntos de dados

Modo Launch

Refinamentos com mais fases. Análise quantitativa de fases

Já vimos o caso do Y_2O_3 . Tanto no modo interface quanto no *modo Launch*. Agora vamos para um caso com análise quantitativa de fases.

O exemplo aqui será o CPD-1G. Veja [aqui](#) a proporção esperada de Al_2O_3 , CaF_2 e ZnO para essa análise.

Vamos fazer a mesma coisa que fizemos para o Y_2O_3 . A única diferença será na entrada dos CIFs. Iremos seleccionar 3 simultaneamente e carregá-los para a *Interface*.]Então, vamos às etapas.

1. Executar o Topas.

2. Carregar algum dos dados: CPD-1G.raw ou CPD-1G.xy ou CPD-1G.dat. Sugestão. Carregue o CPD-1G.RAW.

2.1 *Emission Profile*: Cuka5.lam

2.2 *Instrument: Point detector*
Radius: 173mm
Receiving slit: 0.3mm
Divergent slit: 1mm
Full Axial Model:

Prim. Soller: 2.5

Sec. Soller: 2.5

2.3 *Corrections: Sample displacement e LP_Factor* = 26.4

3. Entra com os CIFs do:

Al_2O_3 (corundum)

CaF_2 (fluorita)

Zincita (ZnO)

3.1 [Structures/hkl Phases].

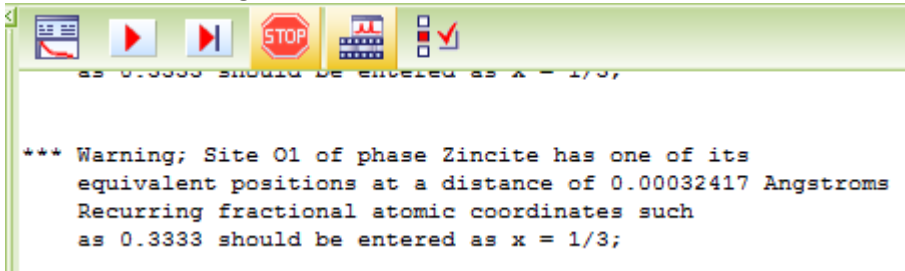
Selecione *Scale* de cada fase, mude para 0.001 e coloque todos pra refinar.

Em [Cry size L] e [Cry size G]. Seleccione de todas as fases e os coloque para refinar (use nomes diferentes para cada fase, como abaixo – em aula será discutido).

Scale	Cry size L	Cry size G	Strain L	Strain G	R	Scale	Cry size L	Cry size G	Strain L	Strain G	R
Phase Name	Use	Value	Code			Phase Name	Use	Value	Code		
1 Corundum	<input checked="" type="checkbox"/>	200.0	size_L_corundum			1 Corundum	<input checked="" type="checkbox"/>	200.0	size_G_corundum		
2 Fluorite	<input checked="" type="checkbox"/>	200.0	size_L_fluorita			2 Fluorite	<input checked="" type="checkbox"/>	200.0	size_G_fluorita		
3 Zincite	<input checked="" type="checkbox"/>	200.0	size_L_zincita			3 Zincite	<input checked="" type="checkbox"/>	200.0	size_G_zincita		

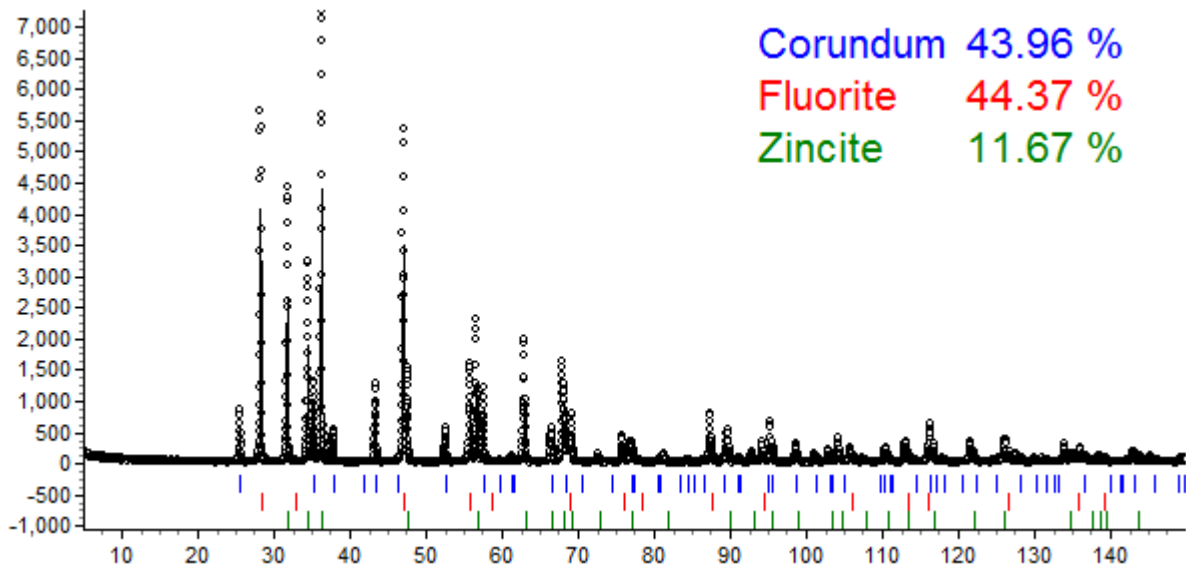
[Structures/hkl Phases]-> SG, Lattice parameters. Por enquanto deixa como está aí. Note apenas que nessa “aba” podemos, rapidamente, colocar para refinar todos os parâmetros de rede.

ATENÇÃO: Agora irá refinar passo a passo, com o F7 ou com . No primeiro clique ou pressionada do F7 verá a mensagem:



Mesmo com essa mensagem mande o refinamento ir até o fim.

Veja também o resultado da AQF. Deve estar aproximadamente como o da figura abaixo:



Vamos corrigir isso. Clique em Stop . E veja em sites da Zincita que as posições estão como abaixo:

Site	Np	x	y	z	Atom	Occ.	Beq.	
1	Zn1	6	0.33330	0.66670	0.00000	Zn+2	1	1
2	O1	6	0.33330	0.66670	0.38190	O-2	1	1

Site	Np	x	y	z	Atom	Occ.	Beq.	
1	Zn1	6	Fix	Fix	Fix	Zn+2	Fix	Fix
2	O1	6	Fix	Fix	Fix	O-2	Fix	Fix

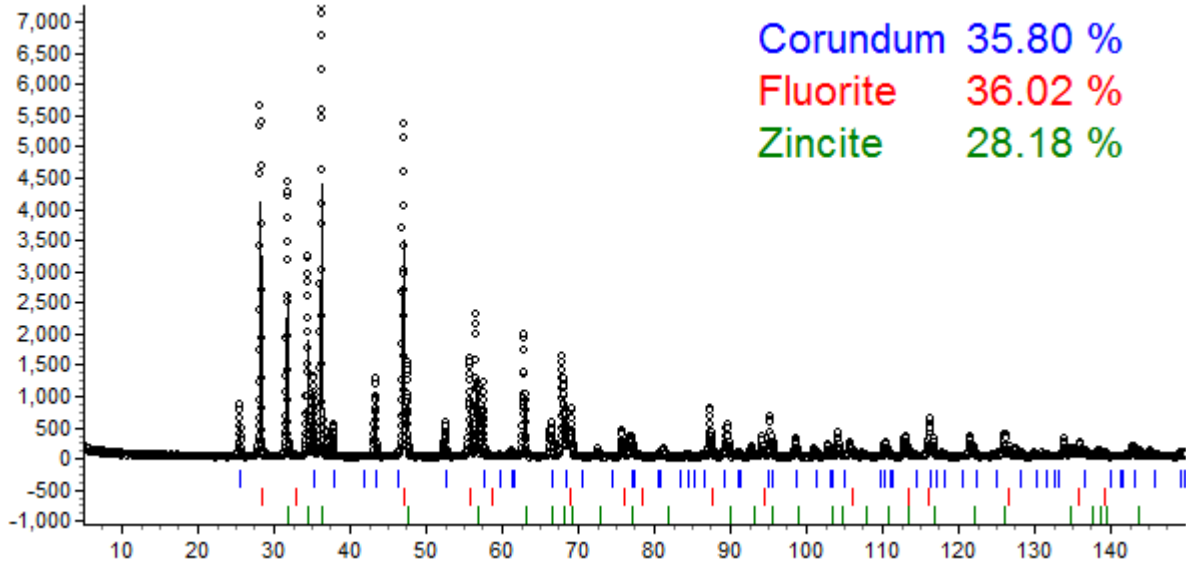
Altere em [Codes] e escreva como está na figura. Para isso, selecione a coluna “x”, clique no campo de “x” do Zn e troque o “Fix” para “=1/3”. Clique fora desse campo e veja que o x do oxigênio também mudou para “=1/3”. Agora selecione a coluna “y” e troque para “=2/3”.

Site	Np	x	y	z	Atom	Occ.	Beq.	
1	Zn1	6	=1/3	=2/3	Fix	Zn+2	Fix	Fix
2	O1	6	=1/3	=2/3	Fix	O-2	Fix	Fix

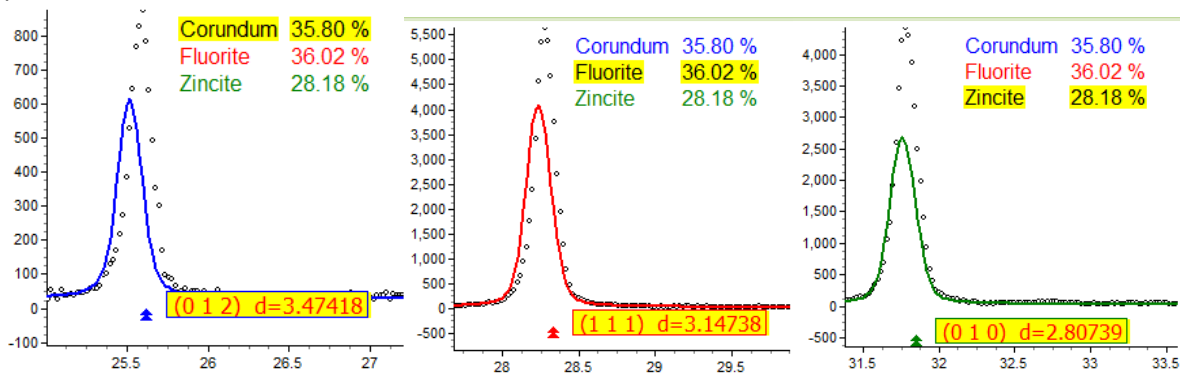
Agora clique em [Rpt/Text] -> [Text] e veja como esses números ficam

```
site Zn1 num_posns 2 x =1/3; : 0.3333333333 y =2/3; : 0.6666666667 z 0 occ Zn+2 1 beq 1
site O1 num_posns 2 x =1/3; : 0.3333333333 y =2/3; : 0.6666666667 z 0.3803960044 occ O-2 1 beq 1
```

F7 de novo e não verá mais essa mensagem. Continue com F6 para que o refinamento vá até o fim.

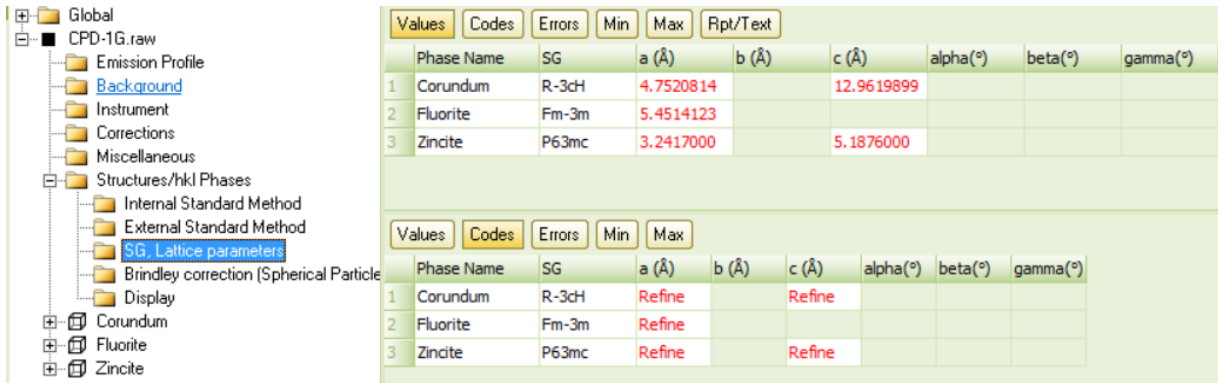


Amplie o primeiro pico. Depois, com a roda do mouse, gire até chegar no segundo pico. Depois no 3º pico.



Veja que os picos calculados não estão adequadamente sobrepostos aos observados. O deslocamento da amostra já está sendo refinado. Agora vamos refinar os parâmetros de rede de todas as fases simultaneamente.

Mude como na figura abaixo e refine. No campo [Codes], coloque os nomes como estão na figura. No final do refinamento iremos salvar cada fase no formato STR e eles ficarão salvos com os códigos, o que será útil em refinamentos futuros.

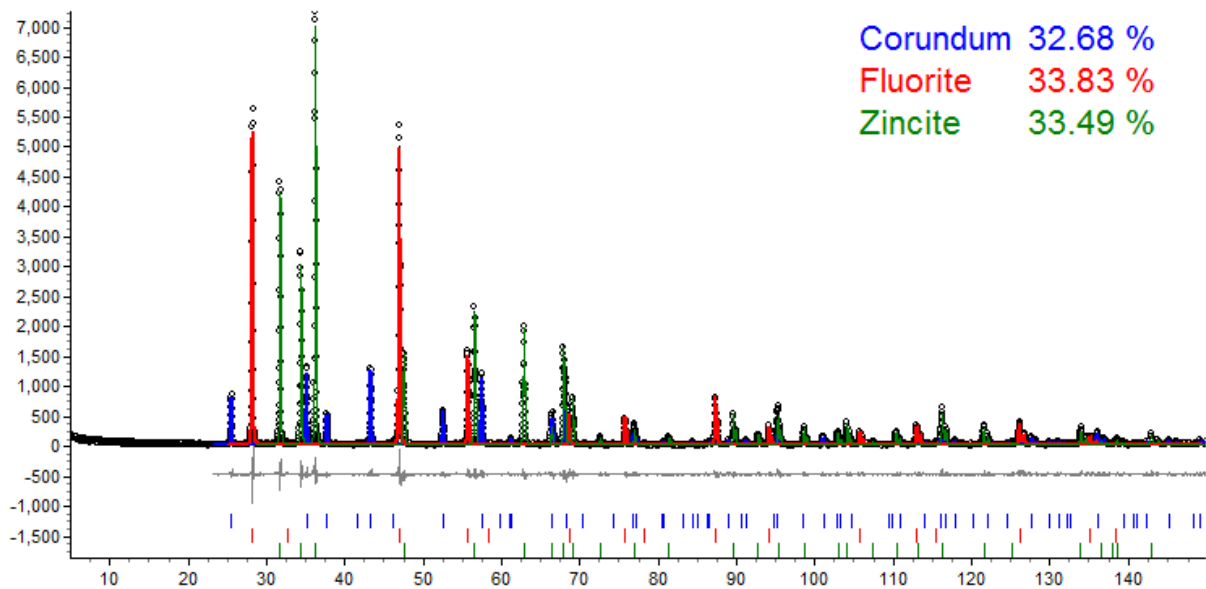


Refine e veja que os picos agora se sobrepõem adequadamente.

Amplie regiões a baixo e alto ângulo e veja que os picos calculados nas regiões a alto ângulo estão ligeiramente menores que os observados. Para corrigir isso vamos refinar os Beq de todas as fases.

Nesse caso, como já estamos percebendo, temos praticamente 1/3 de cada fase presente e os picos estão bem definidos tanto a baixo quanto a alto ângulo. Isso nos permite refinar o Beq de todos. Se alguma das fases estivesse presente em quantidade que não permitem observar picos bem definidos a alto ângulo, se tentarmos refinar o Beq podemos ter problemas.

Agora, com esse refinamento, chegamos à AQF final:



Se desejar ainda pode refinar posições atômicas de átomos com alguma coordenada não especial. São elas: Al₂O₃: z(Al) e x(Oxig); ZnO: z(Oxig).

Compare o resultado da análise quantitativa de fases com o resultado dos organizadores do round Robin de 1997/1998 clicando [aqui](#).

Atenção. Nas aulas iremos mostrar como salvar no formato STR. Nesse formato eles os códigos são salvos e facilitam para a entrada de dados para os próximos refinamentos.

Agora faça você mesmo as análises do CPD-1a, CPD-1b e CPD-1c. Recomendamos que para as fases minoritárias o Beq fique fixo.

Uma forma muito fácil para realizar cada refinamento. Na interface selecione o nome do arquivo de dados e clique com o botão da direita e escolha “Replace Scan Data” e troque pelo que está na pasta CPD-1ª (CPD-1a.raw). Agora salve o **projeto** e o **INP** dentro da pasta CPD-1a. Refine e compare o resultado.

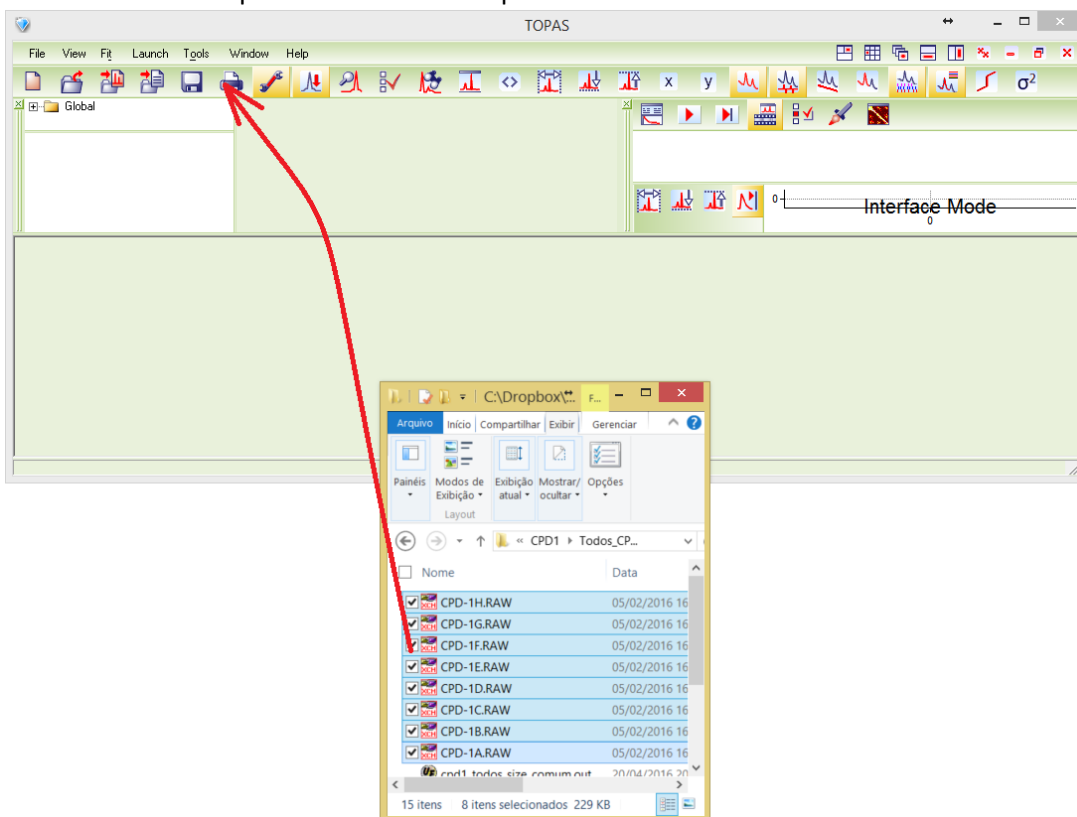
Mais será discutido em aula.

Exporte o INP para [cpd1g_final.inp](#). Iremos usá-lo na próxima etapa.

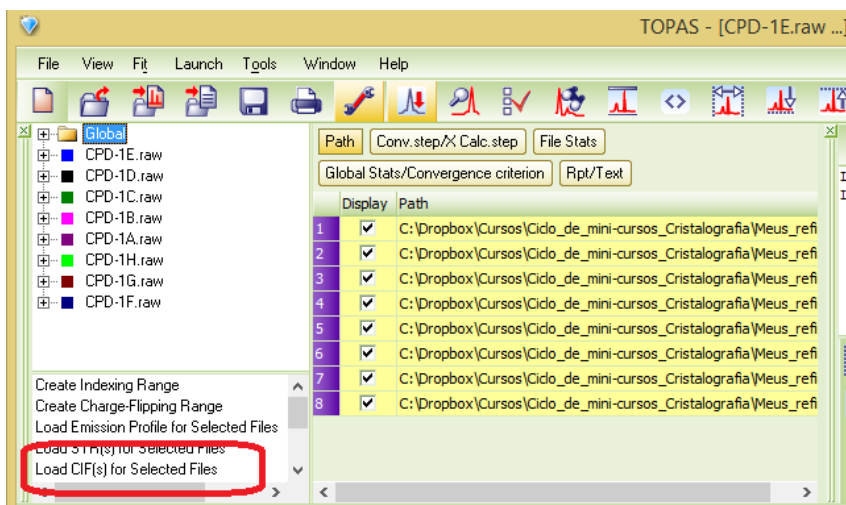
AQF simultânea de todos os conjuntos de dados

Modo Interface.

Selecione e arraste para a interface do Topas todos os dados do CPD1.



Agora em [Global], e selecione todos os difratogramas na área ao lado, e clique depois clique em [Load STR(s) for Selected Files]. Navegue no explorer do Windows e encontre os CIFs para corundum, fluorita e zircita. Selecione os 3 e carregue-os para a interface.



Em [Global]
Background: ordem 5

[Instrument]: Raios = 173mm, fenda de divergência = 1mm, fenda de recepção = 0.3mm
[Point detector, Flat sample surface]: Assinale "Use"
[Full Axial Model]: Soller primária e secundária (Prim. Soll, Scnd. Sol) = 4.6°

[Corrections]: [Absorption] assinale "Use" e coloque para refinar. Isso irá ajudar o ajuste do perfil.
[2Th corrections]: "Zero error" e "Sample displacement": Assinale "Use" e refine.
[Intensity corrections]: LP-Factor: "Use" e 26.4.


[Miscellaneous] -> [Start/Finish...]. Start em 22 e Finish em 150.

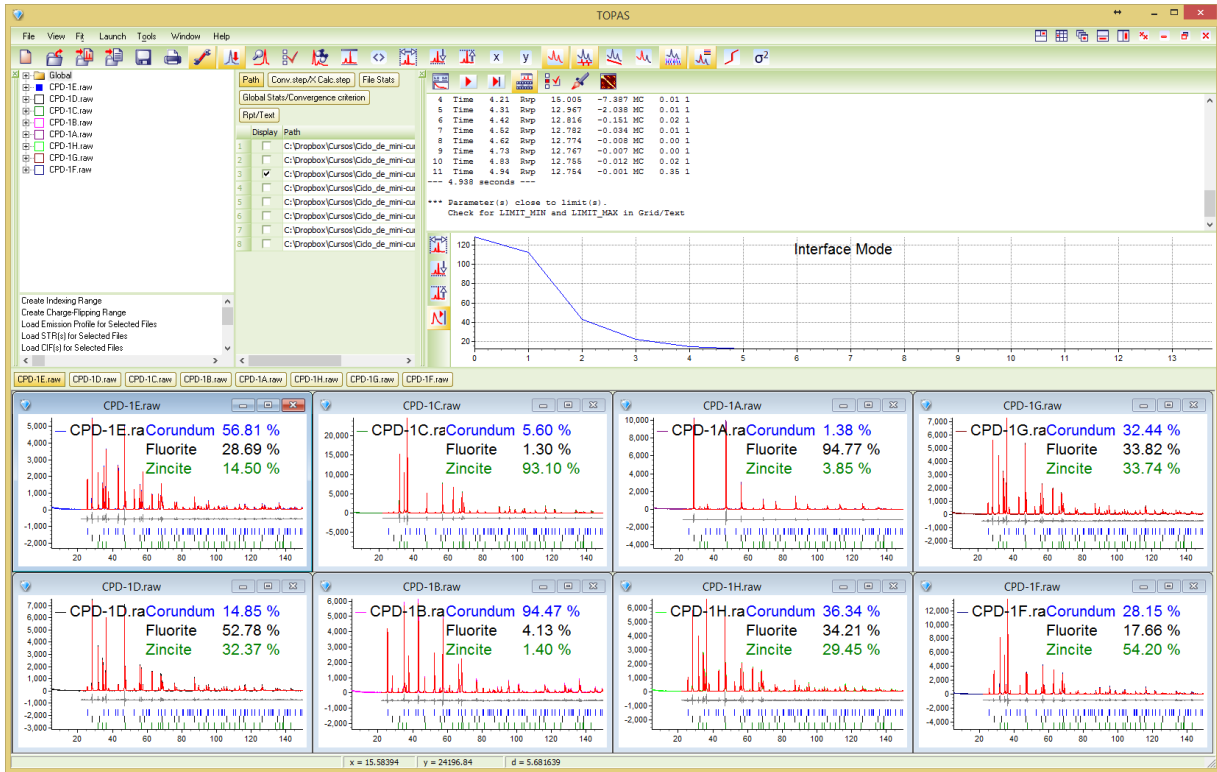
The screenshot shows the 'Start/Finish X, Use|Neutron|SLs' dialog box. It has tabs for 'Excluded regions' and 'Rpt/Text'. Below is a table with columns for 'Use', 'Value', 'Use', 'Value', and 'Use Neutron SLs'.

	Use	Value	Use	Value	Use Neutron SLs
1	<input checked="" type="checkbox"/>	22	<input checked="" type="checkbox"/>	150	<input type="checkbox"/>
2	<input checked="" type="checkbox"/>	22	<input checked="" type="checkbox"/>	150	<input type="checkbox"/>
3	<input checked="" type="checkbox"/>	22	<input checked="" type="checkbox"/>	150	<input type="checkbox"/>
4	<input checked="" type="checkbox"/>	22	<input checked="" type="checkbox"/>	150	<input type="checkbox"/>
5	<input checked="" type="checkbox"/>	22	<input checked="" type="checkbox"/>	150	<input type="checkbox"/>
6	<input checked="" type="checkbox"/>	22	<input checked="" type="checkbox"/>	150	<input type="checkbox"/>
7	<input checked="" type="checkbox"/>	22	<input checked="" type="checkbox"/>	150	<input type="checkbox"/>
8	<input checked="" type="checkbox"/>	22	<input checked="" type="checkbox"/>	150	<input type="checkbox"/>

Em [All Structures...]

Note que todos os parâmetros já estão marcados para refinar com os respectivos nomes que receberam quando foram salvos no formato STR.

Se ainda não está em tela cheia, expanda a interface agora. Clique em  no lado direito e acima na interface. Isso irá abrir cada difratograma em uma janela separada. Agora F7 ou F6, como desejar. Eu cheguei em:



Compare os seus resultados com o do RR-1997/1998.

Modo Launch

Agora iremos usar o modo launch para realizar a AQF para os 8 conjuntos de dados simultaneamente. Certamente esse modo será mais complexo que o usado anteriormente, mas iremos mostrar aqui para que tenham experiência para aplicações mais sofisticadas no futuro.

Vamos partir desse que acabamos de refinar e editá-lo com o jEdit ou algum outro editor. Pode ser o do próprio Topas.

Antes, copie o [cpd1g_final.inp](#) para a pasta "...\\QPA_rr_1998\\AQF\\CPD1\\Todos_CPD1".

Agora edite o [cpd1g_final.inp com o editor de texto](#). Ele deve ficar como o anexo [aqui](#). Ele pode ser melhor visualizado com o jEdit.

Na aula iremos "desenvolver" um **INP** como esse, com calma.