

Determinación de los efectos microestructurales a través del análisis del perfil de línea de los patrones de difracción de rayos X para nanoestructuras.



Dr. Guillermo Manuel Herrera Pérez
Centro de investigación en Materiales Avanzados

Motivación

El análisis de un patrón de difracción de rayos X se complementa con el método de Rietveld usando el programa de FullProf. Normalmente se reporta el refinamiento del patrón de difracción de rayos X gráficamente acompañado de una tabla con los parámetros de celda unitaria y parámetros de refinamiento. Este análisis se puede enriquecer al considerar los efectos microestructurales (tamaño promedio de la cristalita y microdeformaciones) muy pocas veces reportados usando FullProf. Por lo que en este curso ofrecemos completar el análisis de refinamiento para óxidos en la escala nanométrica en combinación con el análisis obtenido por microscopía electrónica de transmisión.

Martes

Sesión 1, 40 minutos

Programa de Fullprof 1, programa WinPlot

Refinamiento de los parámetros de celda unitaria y posiciones atómicas a través de un patrón de difracción por rayos X por el método de Rietveld2. En esta etapa se considera una función de tipo pseudo-Voigt. Se presenta como ejemplo, el patrón de difracción es de una muestra de $\text{Ba}_0.9\text{Ca}_0.1\text{Ti}_0.9\text{Zr}_0.1\text{O}_3$ (BCZT) preparada por el método de Pechini.

Sesión 2, 40 minutos

Estrategias de refinamiento3 Parámetros de refinamiento a reportar. Respuesta a preguntas.

Miércoles

Sesión 3 80 minutos

Refinamiento de un patrón de difracción de rayos X considerando una función Thomson-Cox-Hasting pseudo-Voigt4. Parámetro microestructural (tamaño promedio aparente de la cristalita). Tratamiento de los efectos de tamaño anisotrópico. Método de armónicos esféricos.

Programa GFourier5. Se presentarán algunos ejemplos tomados de diferentes tipos de materiales (ZnO , CuO y BCZT) en diferentes condiciones de síntesis.

Condensed Matter and Nanotechnology Division

XII NANOTECH CONGRESS

May 28-31, 2024, GUADALAJARA, MEXICO

Jueves

Sesión 4 80 minutos

Se continua con el refinamiento de los ejemplos propuestos en la sesión anterior (ZnO, CuO y BCZT). Respuesta a preguntas.

Viernes

Sesión 6 80 minutos

Método de Williamson and Hall6. Conteos de partículas a través del análisis de las micrografías obtenidas por microscopía electrónica de transmisión usando Image J7.

Referencias

1. J. Rodríguez-Carvajal. Recent advances in magnetic structure determination by neutron powder diffraction. *Physica B*. 192, (1993), 55-69.
2. H. M. Rietveld, Line profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement. *Acta Cryst.* 22, (1967), 151-152
3. L. B. McCusker, R. B. Von Dreele, D. E. Cox, D. Louër, P. Scardi. Rietveld refinement guidelines. *J. Appl. Crystallogr.* 32, (1999), 36-50.
4. J. Rodríguez-Carvajal. Study of Micro-Structural Effects by Powder Diffraction Using the Program FULLPROF. Manual en línea <https://www.ill.eu/sites/fullprof/php/tutorials.html>
5. J. Rodríguez-Carvajal, T. Roisnel. Line Broadening Analysis Using FullProf*: Determination of Microstructural Properties. *Materials Science Forum*. 443-444, (2004), 123-126.
6. G. K. Williamson, W. H. Hall. **X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram** L'elargissement des raies de rayons x obtenues des lamelles d'aluminium et de tungstene Die verbreiterung der roentgeninterferenzlinien von aluminium- und wolframspaenen. *Acta Metall.* 1(1) (1953), 22-31.
7. Schneider, C.A., Rasband, W.S., Eliceiri, K.W. NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. *Nature Methods* 9, (2012), 671-675.

