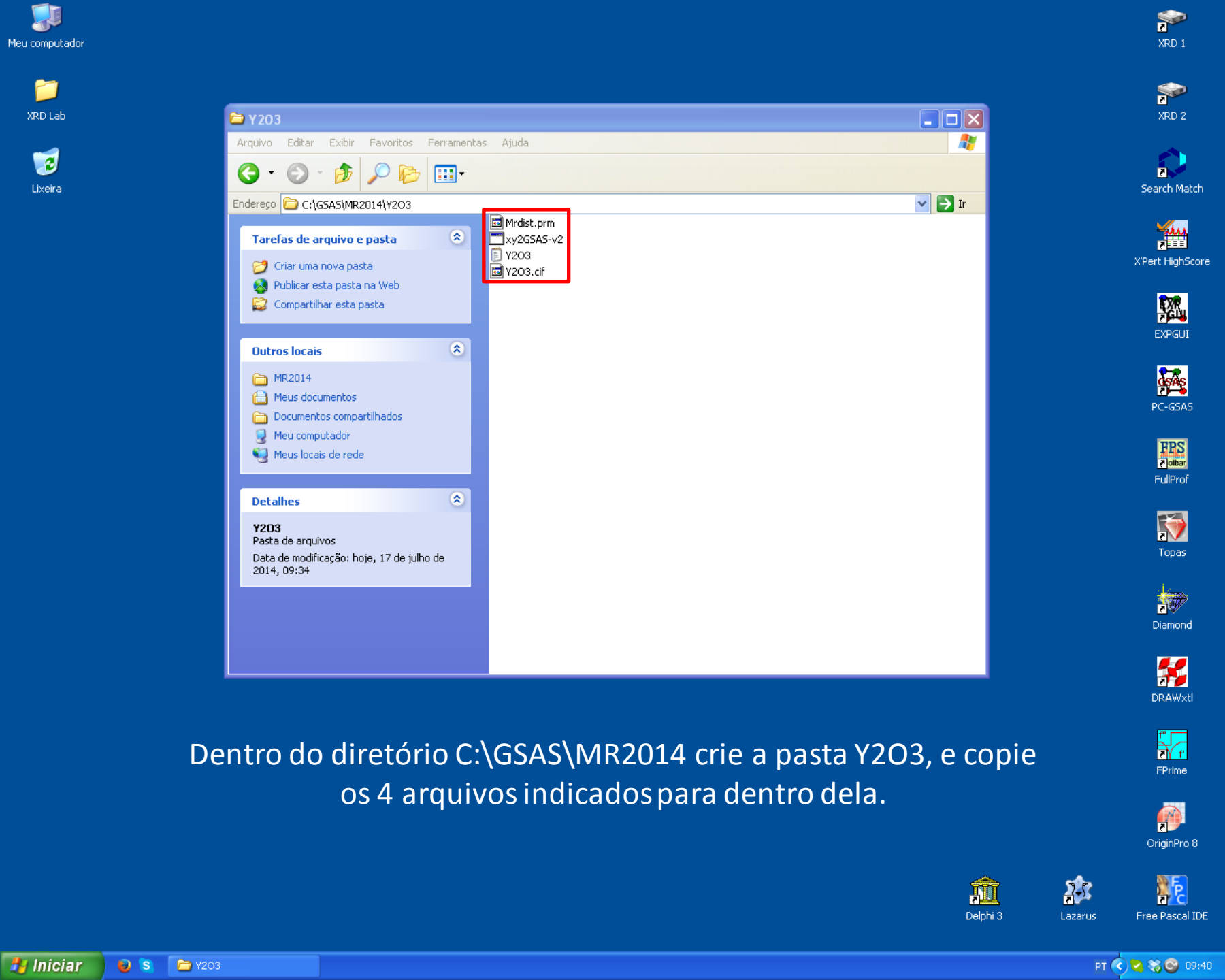
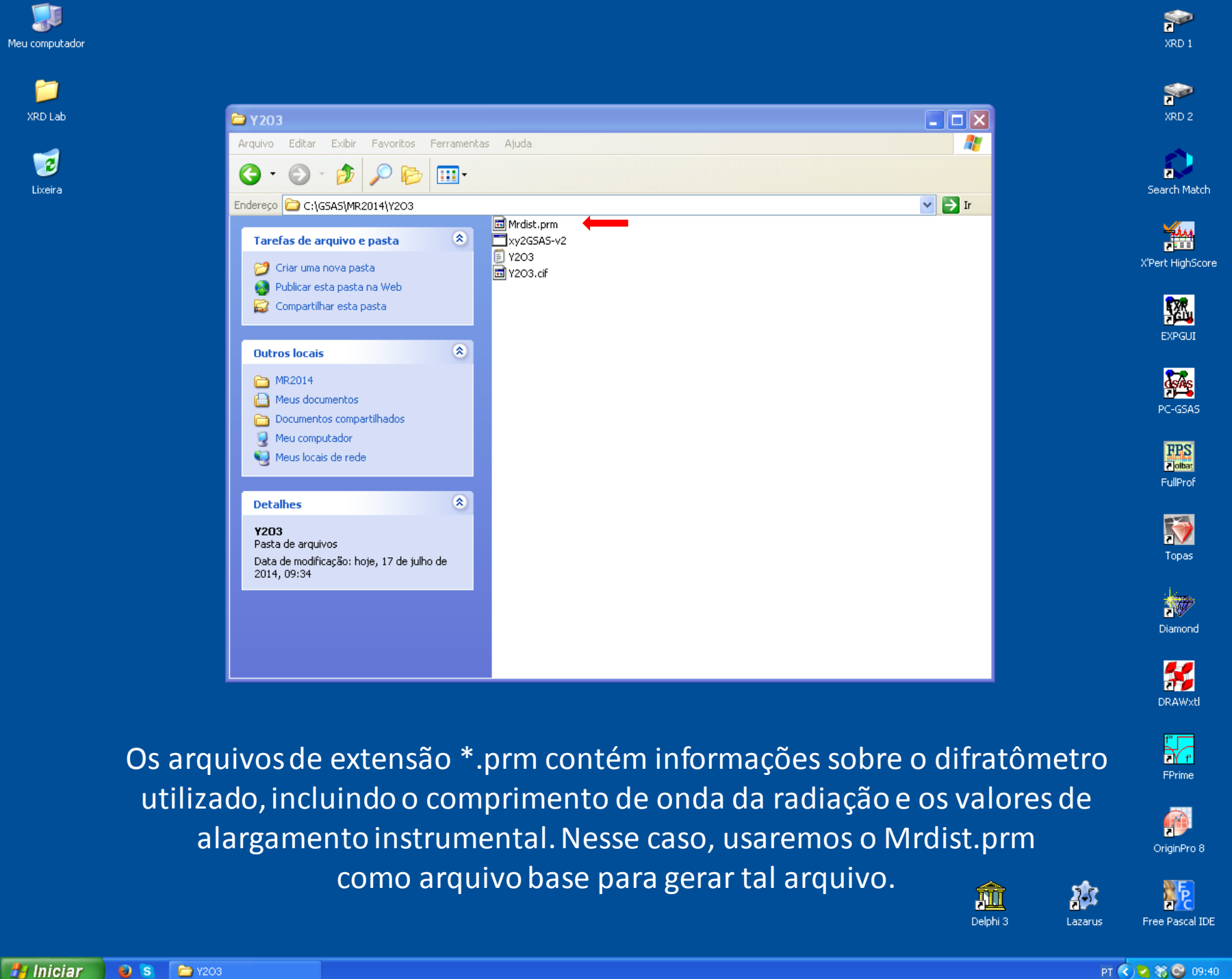


GSAS e EXPGUI - TUTORIAL 02

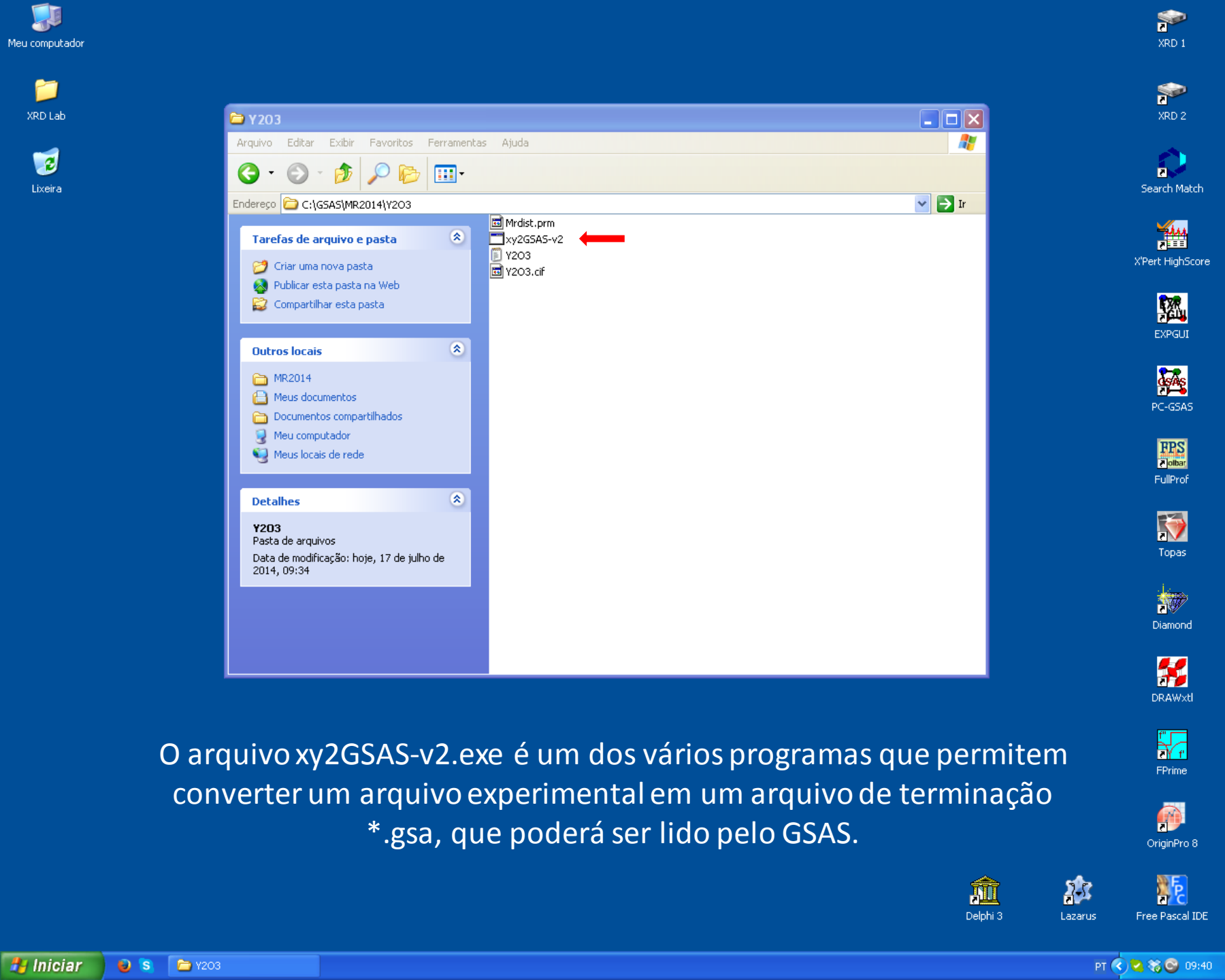
- Conversão de um arquivo de texto para o arquivo do GSAS (*.gsa).
- Refinamento de uma amostra padrão de Y_2O_3 .
- Criação de um arquivo contendo os dados instrumentais (*.prm).



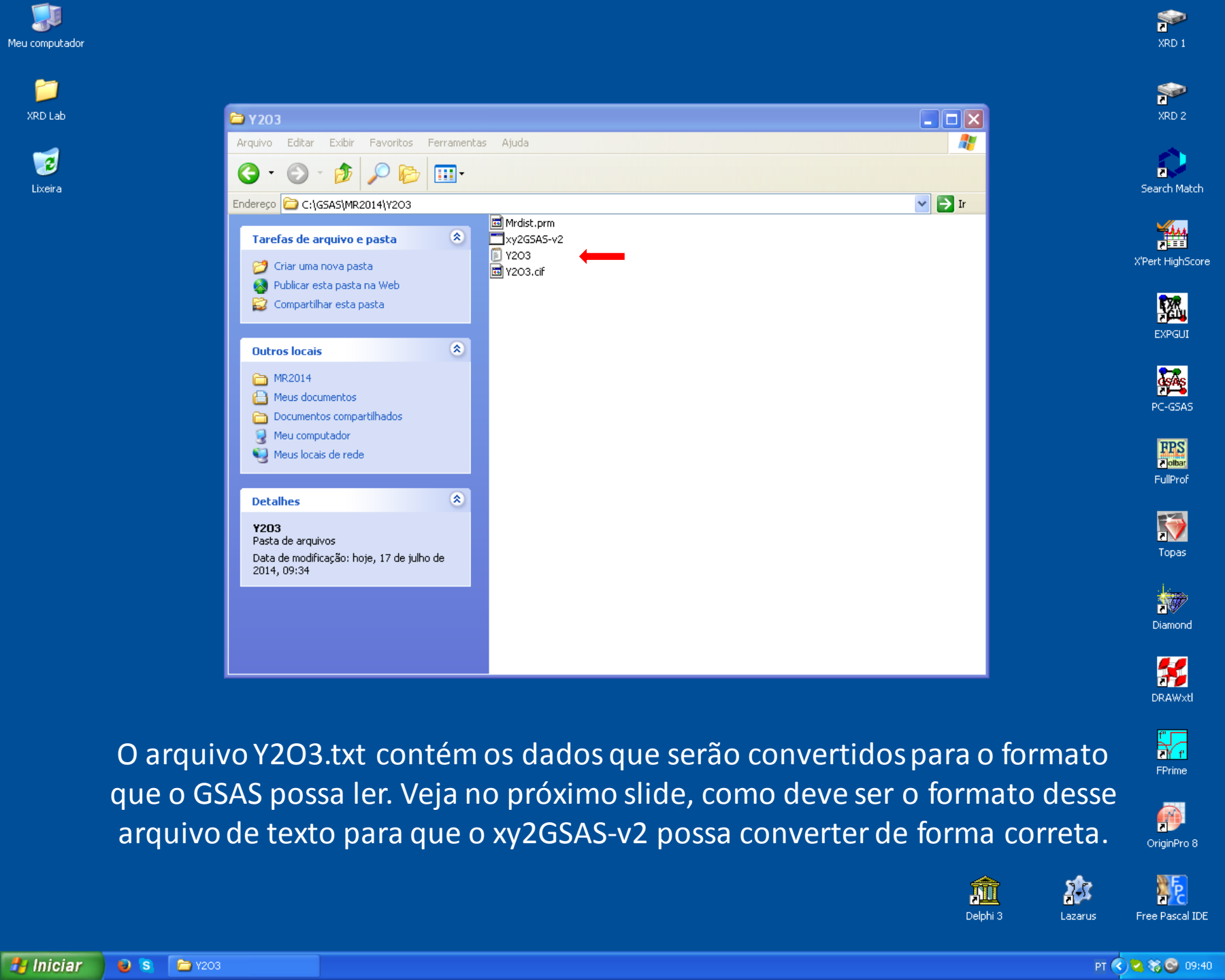
Dentro do diretório C:\GSAS\MR2014 crie a pasta Y203, e copie os 4 arquivos indicados para dentro dela.



Os arquivos de extensão *.prm contém informações sobre o difratômetro utilizado, incluindo o comprimento de onda da radiação e os valores de alargamento instrumental. Nesse caso, usaremos o Mrdist.prm como arquivo base para gerar tal arquivo.



O arquivo xy2GSAS-v2.exe é um dos vários programas que permitem converter um arquivo experimental em um arquivo de terminação *.gsa, que poderá ser lido pelo GSAS.



O arquivo Y2O3.txt contém os dados que serão convertidos para o formato que o GSAS possa ler. Veja no próximo slide, como deve ser o formato desse arquivo de texto para que o xy2GSAS-v2 possa converter de forma correta.

Y203 - Bloco de notas

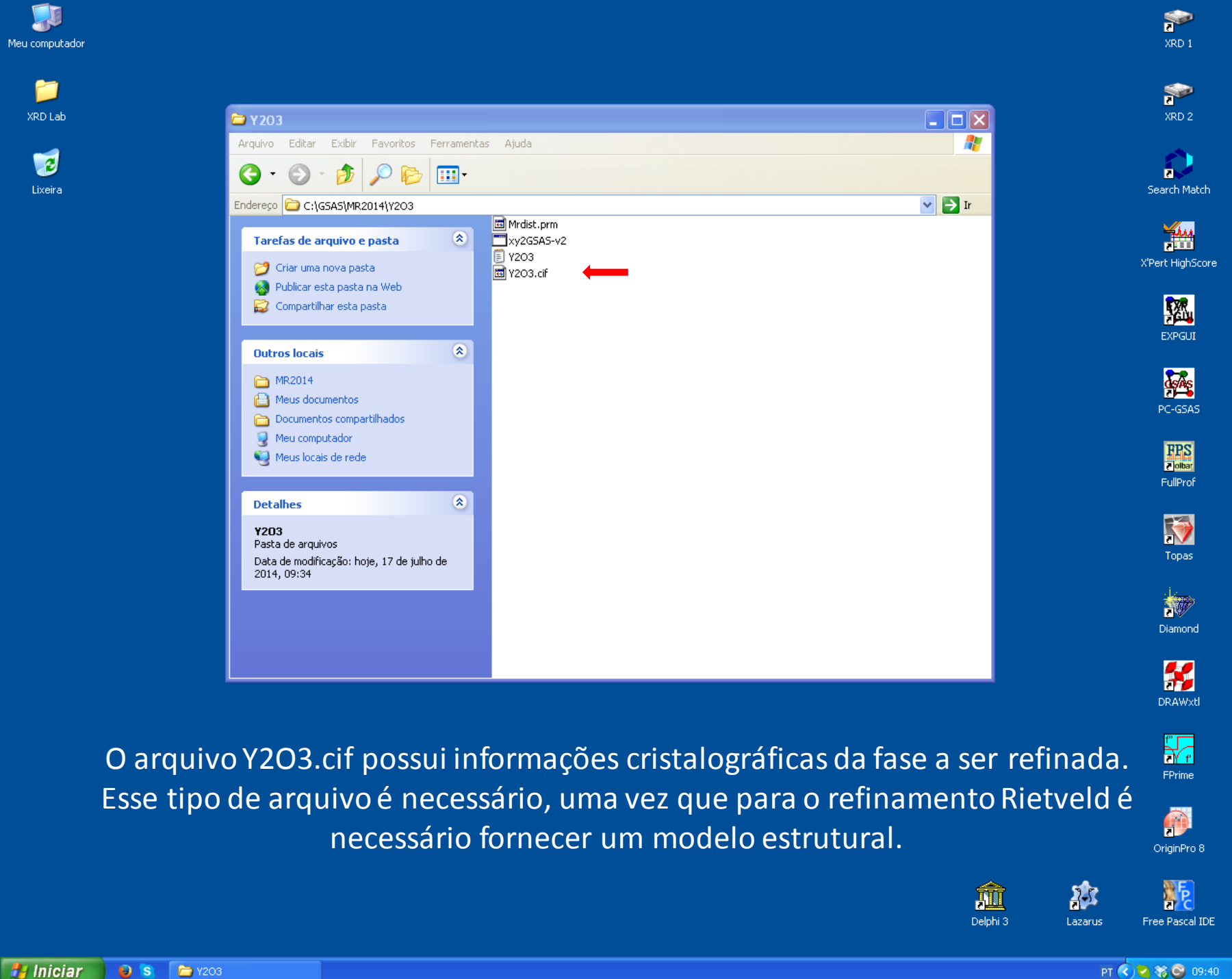
Arquivo Editar Formatar Exibir Ajuda

10	114
10.02	116
10.04	97
10.06	120
10.08	130
10.1	105
10.12	108
10.14	118
10.16	103
10.18	101
10.2	125
10.22	121
10.24	103
10.26	117
10.28	89
10.3	124
10.32	113
10.34	123
10.36	108
10.38	112
10.4	118
10.42	108
10.44	104
10.46	132
10.48	127
10.5	123
10.52	134
10.54	120
10.56	131
10.58	108
10.6	128
10.62	111
10.64	128
10.66	100
10.68	82
10.7	99
10.72	104
10.74	97
10.76	103
10.78	126
10.8	116
10.82	98
10.84	105
10.86	121
10.88	123
10.9	104
10.92	101
10.94	112
10.96	103

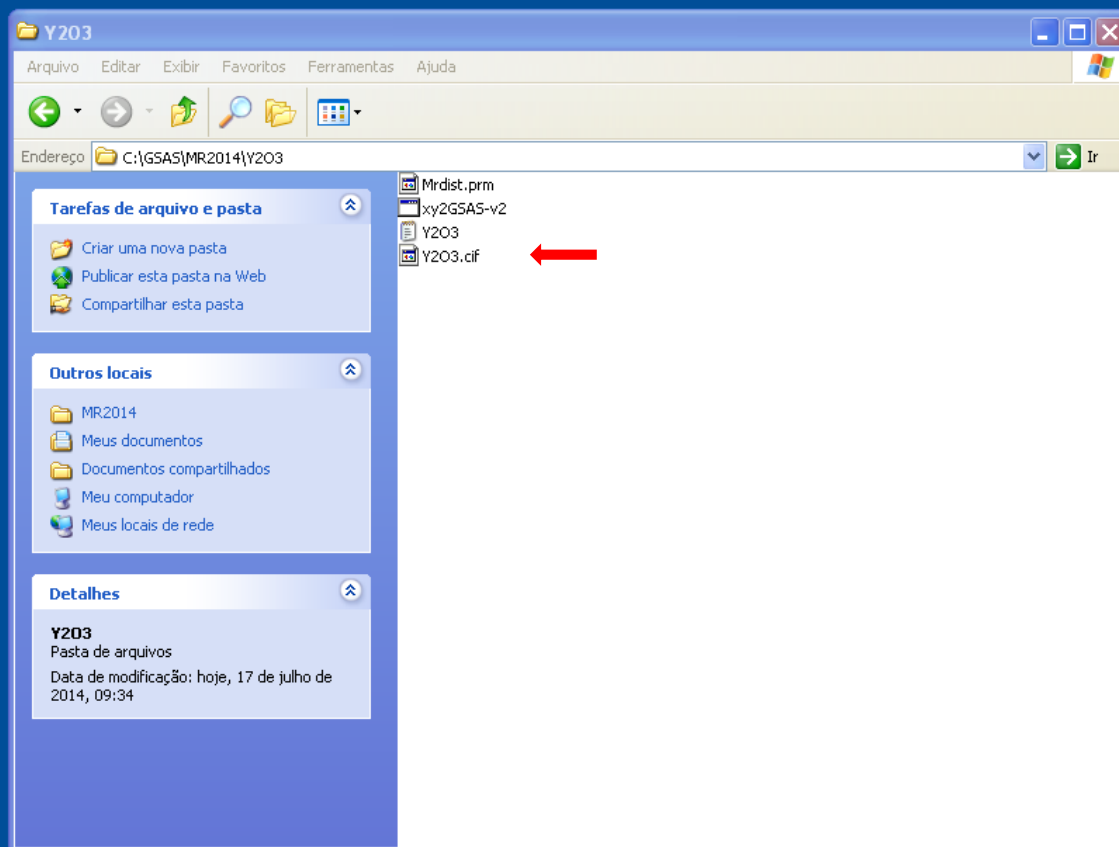
O formato do arquivo de texto deve conter somente duas colunas, 2θ e Intensidade. Além disso, para a utilização do xy2GSAS-v2, o separador decimal deverá ser o ponto e não a vírgula.

Um detalhe importante é que o passo em 2θ deverá ser constante. Nesse exemplo o mesmo é de 0.02 graus.

Para outros formatos de arquivos experimentais, deve-se procurar qual o melhor programa para realizar a conversão.



O arquivo Y2O3.cif possui informações cristalográficas da fase a ser refinada. Esse tipo de arquivo é necessário, uma vez que para o refinamento Rietveld é necessário fornecer um modelo estrutural.



Com esse arquivo, informamos ao programa o tamanho da cela unitária, o grupo espacial, os átomos presentes, suas posições atômicas e seus parâmetros de deslocamento atômicos, etc.




```
C:\GSAS\MR2014\Y203\xy2GSAS-v2.exe
XY File is: Y203.txt
To GSAS file named: Y203.gsa
ID or <return>:
4501 points read
THANKS FOR USING http://labcacc.iq.unesp.br PROGRAMS
Press any key... _
```

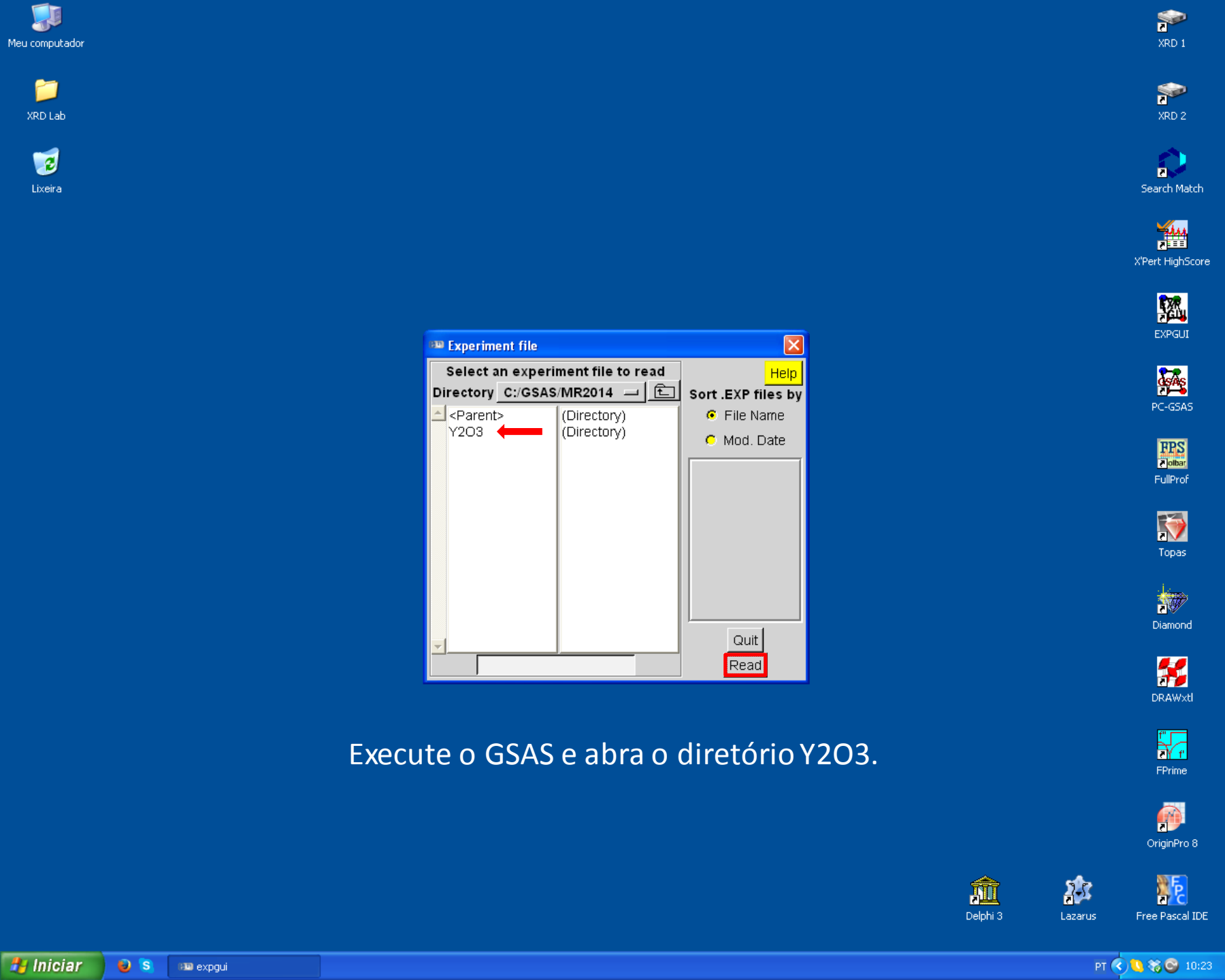
Outros locais

- MR2014
- Meus documentos
- Documentos compartilhados
- Meu computador
- Meus locais de rede

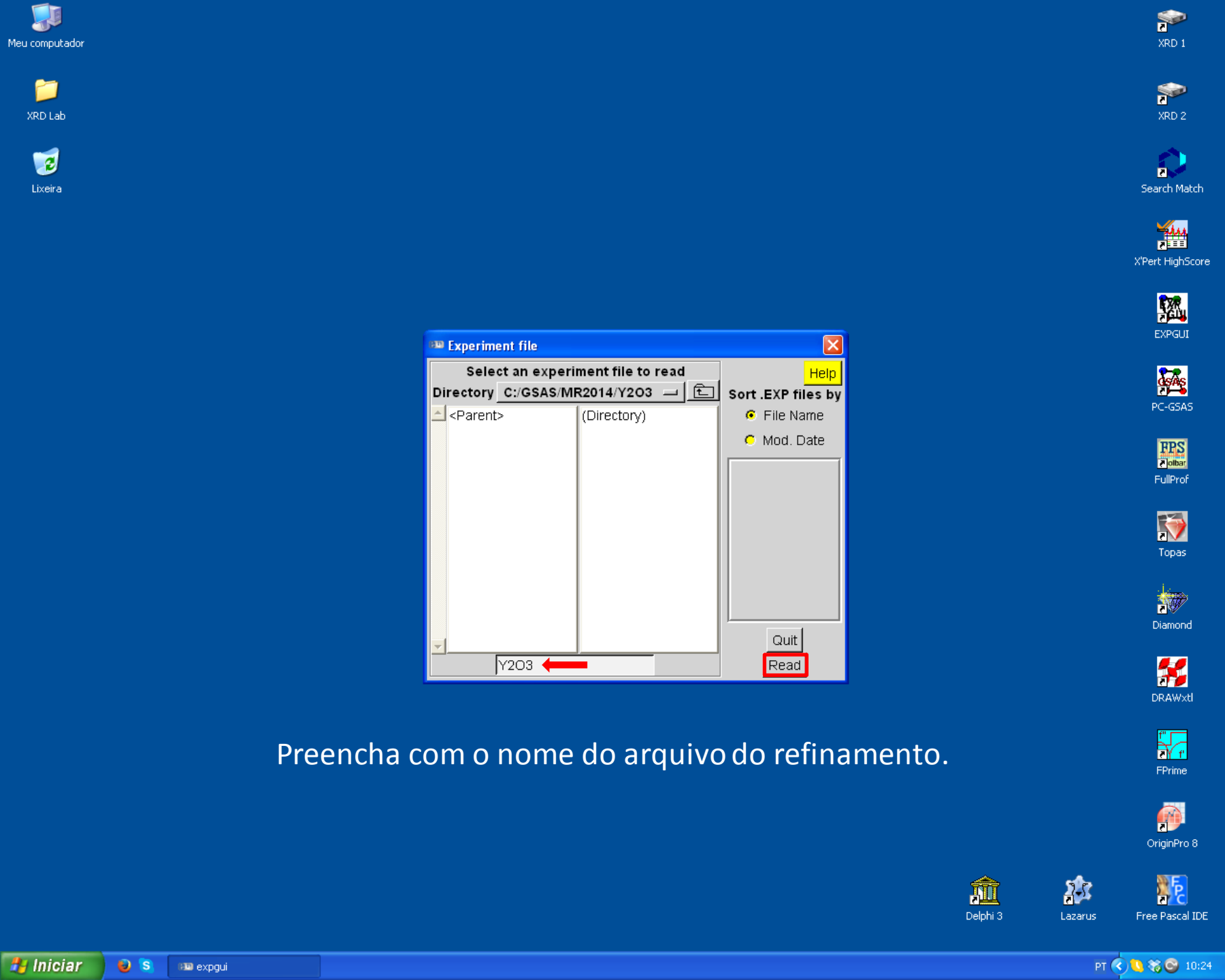
Detalhes

Y203
Pasta de arquivos
Data de modificação: hoje, 17 de julho de 2014, 09:40

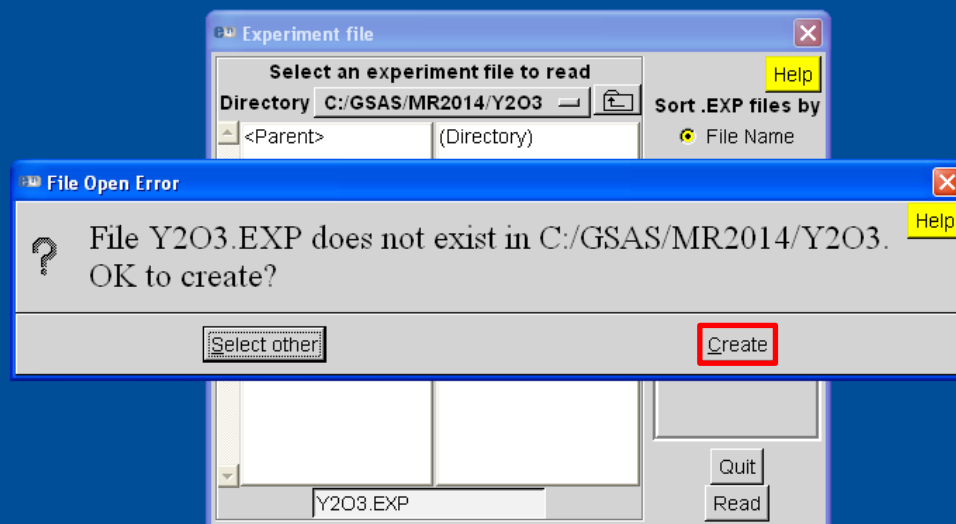
Execute o programa xy2GSAS-v2, informe o nome do arquivo a ser convertido (Y203.txt) e o nome do arquivo GSA (Y203.gsa). Dessa forma, o programa irá gerar o arquivo experimental que o GSAS possa ler.



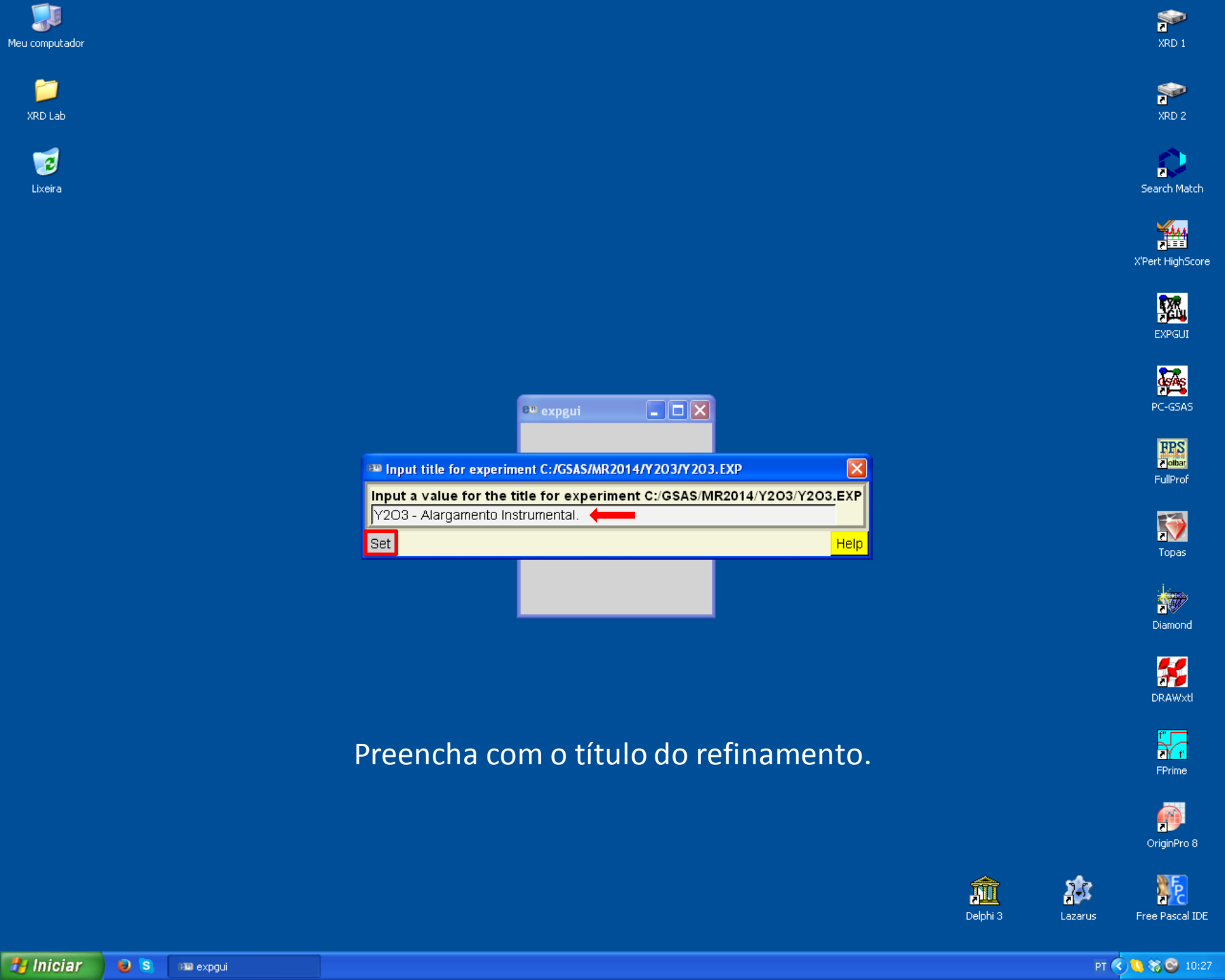
Execute o GSAS e abra o diretório Y2O3.



Preencha com o nome do arquivo do refinamento.

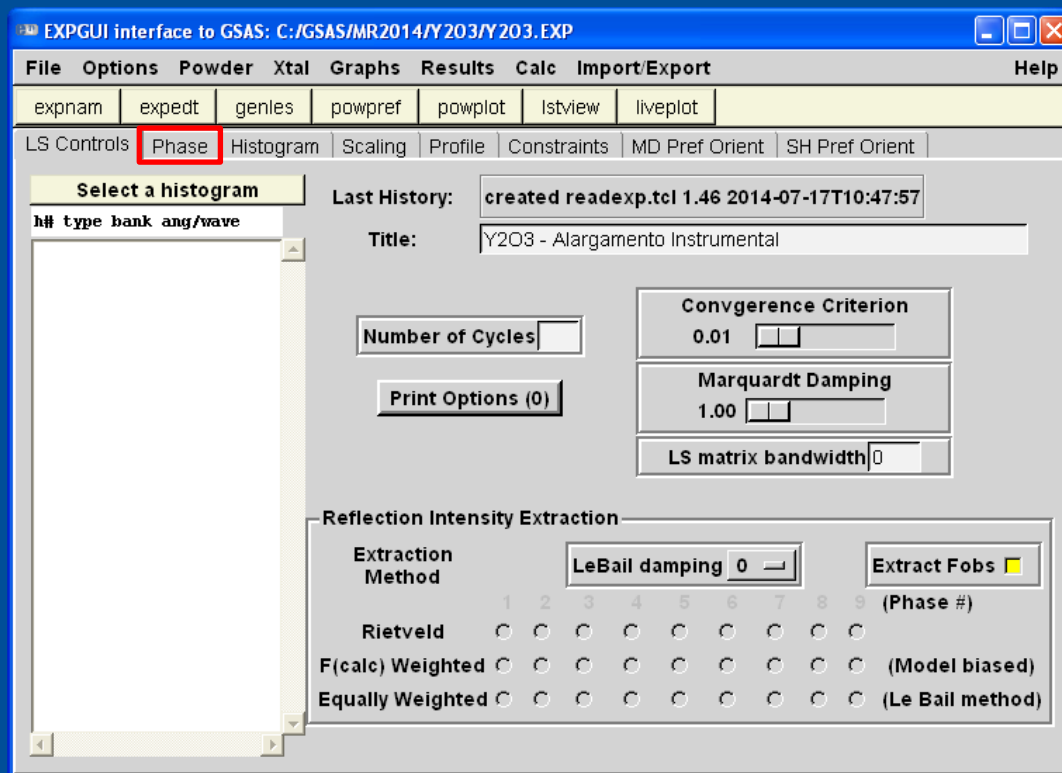


Confirme a criação do arquivo de refinamento.

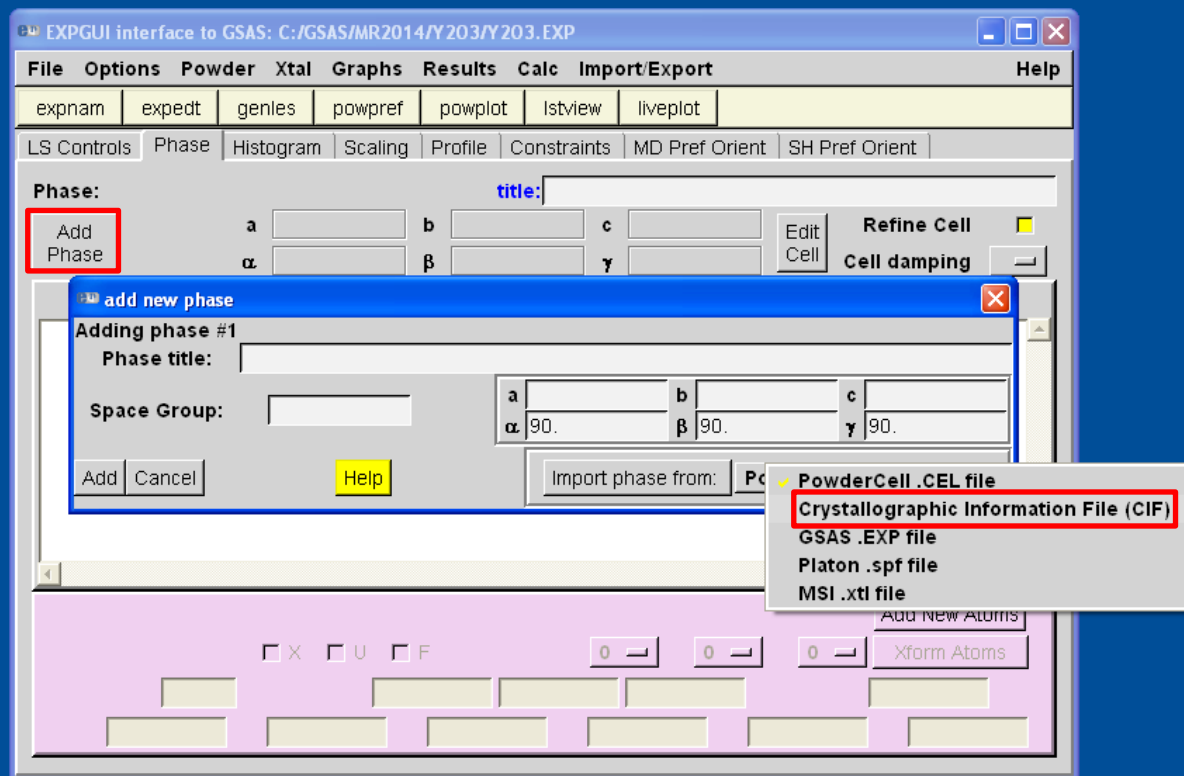


Preencha com o título do refinamento.

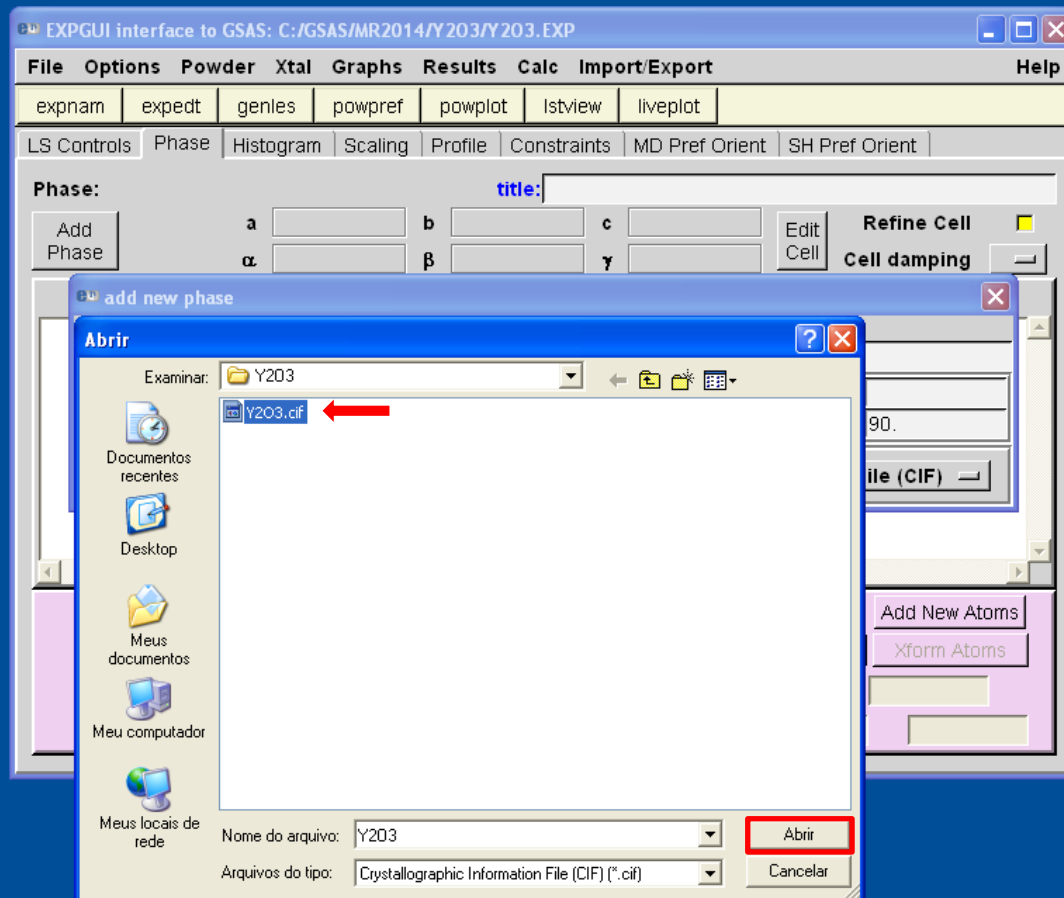
Essa é a tela inicial da interface do EXPGUI. Durante o refinamento, explicaremos os comandos e os detalhes principais que serão utilizados no refinamento da amostra padrão Y2O3. Clique na aba Phase.



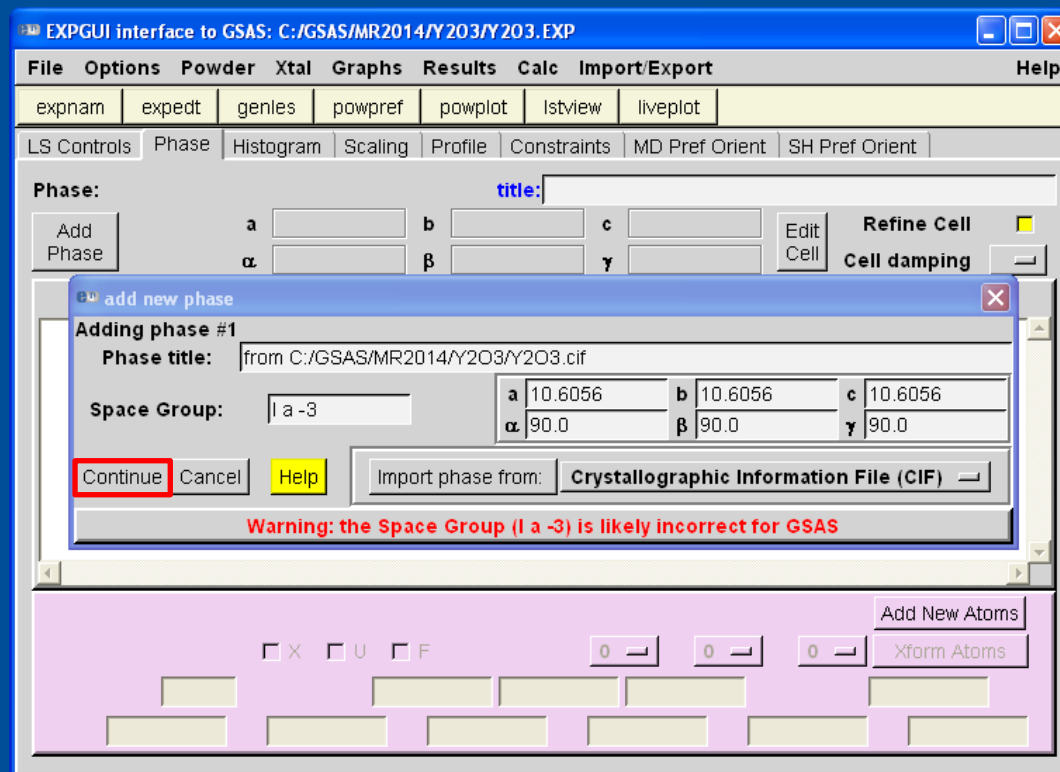
Clique em Add Phase, e selecione a opção para abrir o arquivo contendo as informações cristalográficas (arquivo *.CIF) da fase a ser refinada.



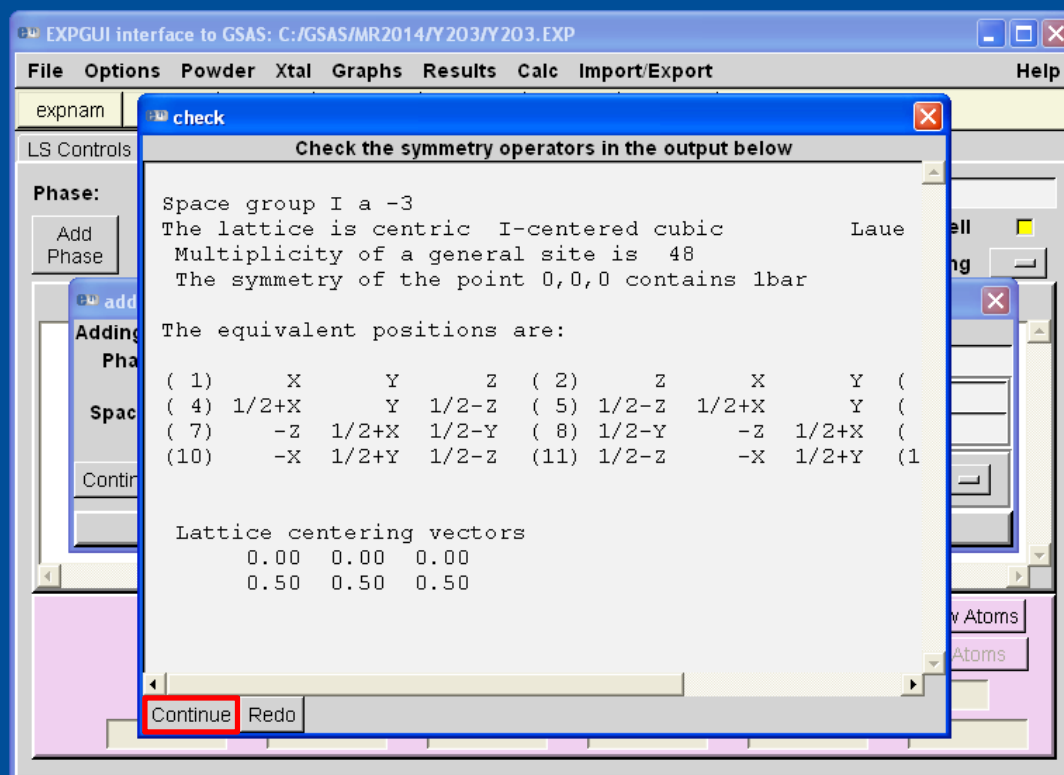
Abra o arquivo Y2O3.cif.



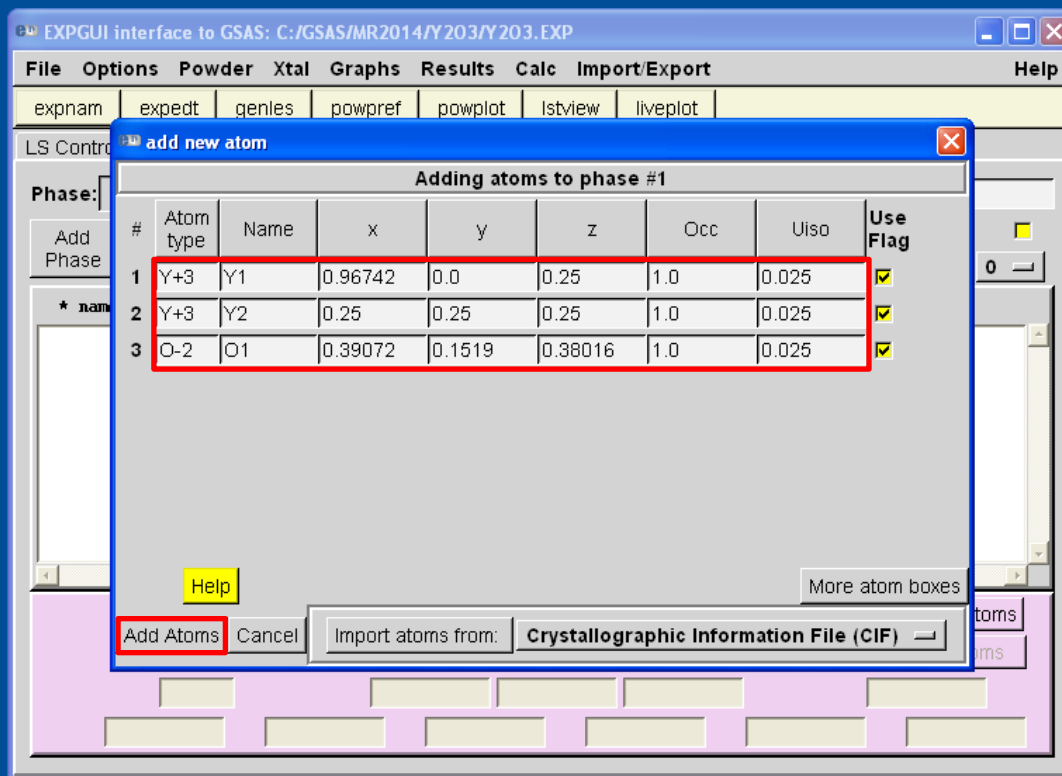
Aparecerão as informações do grupo espacial e dos parâmetros de cela unitária, e ...



... as informações sobre a simetria de Laue e as posições equivalentes.



Após conferir os átomos, suas posições cristalográficas, sua ocupação e seus parâmetros de deslocamento atômicos (UIISO), adicione os átomos. Nesse exemplo o valor do UIISO está com o valor padrão. Isso não será um problema pois refinaremos esse parâmetro posteriormente.



XRD 1



XRD 2



Search Match



X'Pert HighScore



EXPGUI



PC-GSAS



FullProf



Topas



Diamond



DRAWxtl



FPrime



OriginPro 8



Delphi 3



Lazarus



Free Pascal IDE

Agora, clique em Histogram para inserir os dados experimentais e as informações instrumentais.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expdet genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase **Histogram** Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Phase: 1 Replace title: from C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.cif

Add Phase

a 10.605600 b 10.605600 c 10.605600 Edit Refine Cell

α 90.0000 β 90.0000 γ 90.0000 Cell damping 0

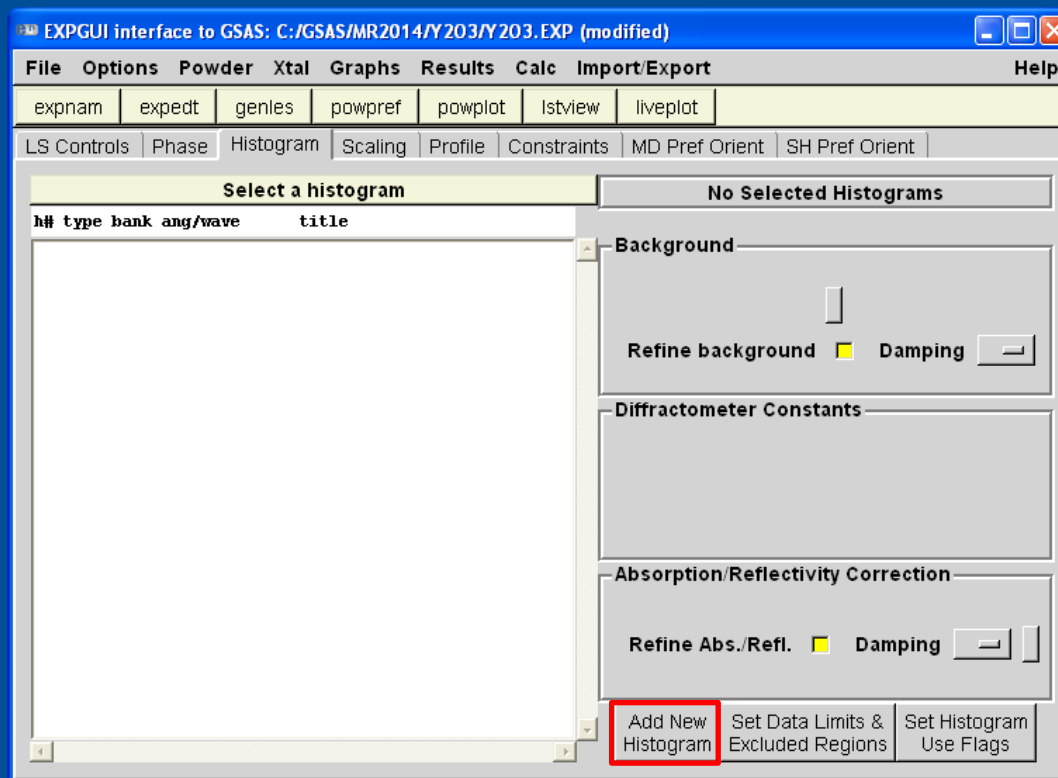
* name	type	ref/damp	fractional coordinates			Mult	Occupancy	Uiso
1 Y1	Y+3	0 0 0	0.967420	0.000000	0.250000	24	1.0000	0.02500
2 Y2	Y+3	0 0 0	0.250000	0.250000	0.250000	8	1.0000	0.02500
3 O1	O-2	0 0 0	0.390720	0.151900	0.380160	48	1.0000	0.02500

Add New Atoms

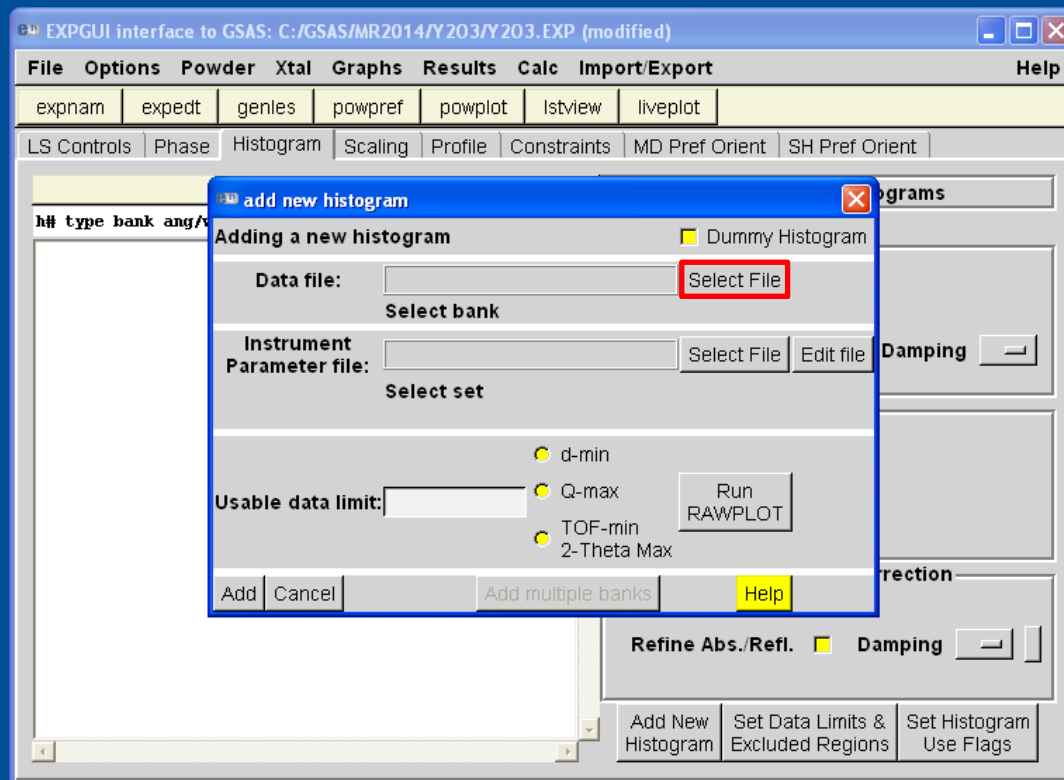
X U F 0 0 0 Xform Atoms



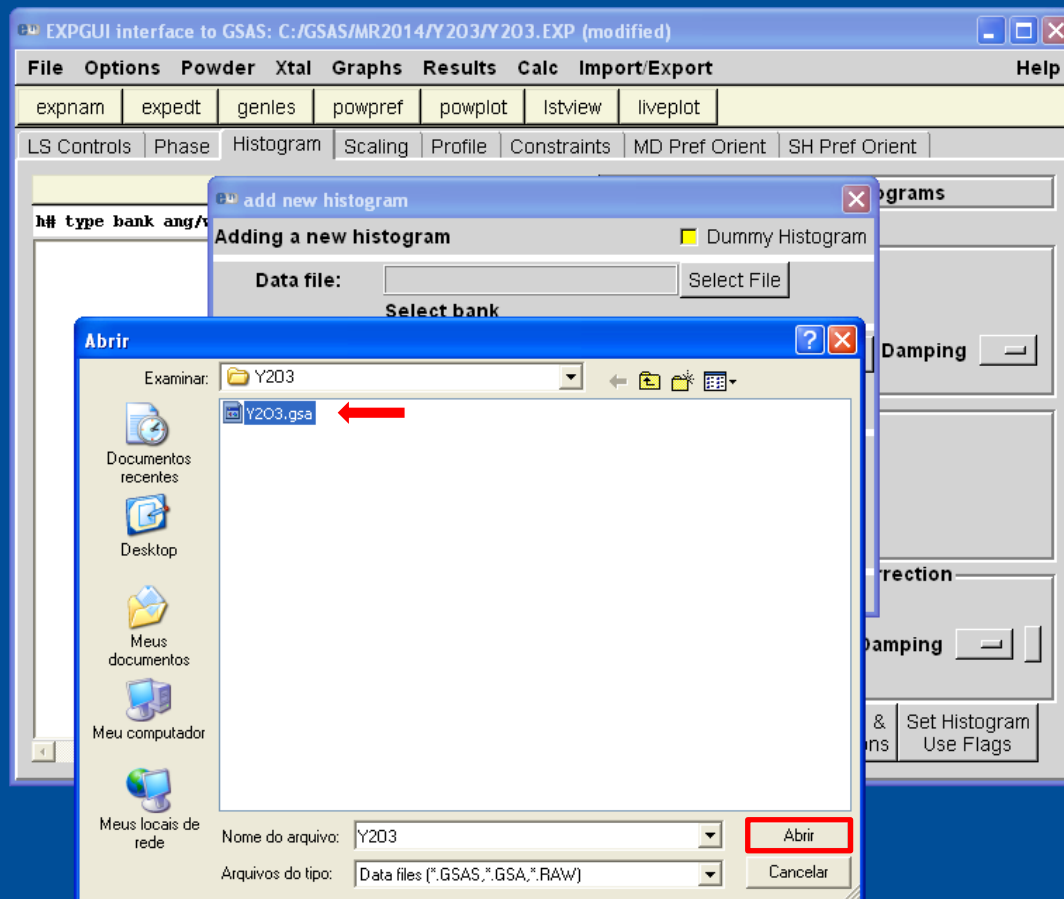
Clique em Add New Histogram.



Em data file selecione Select File ...



... e adicione os dados experimentais.



XRD 1



XRD 2



Search Match



XPert HighScore



EXPGUI



PC-GSAS



FullProf



Topas



Diamond



DRAWxtl



FPrime



OriginPro 8



Delphi 3

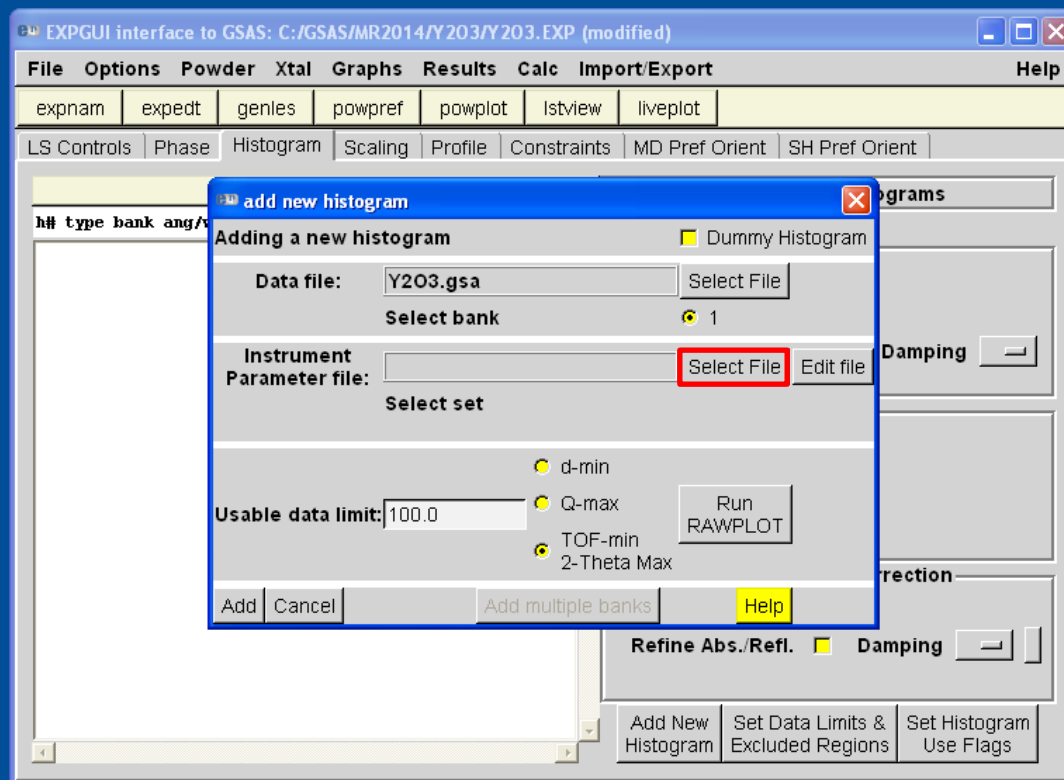


Lazarus

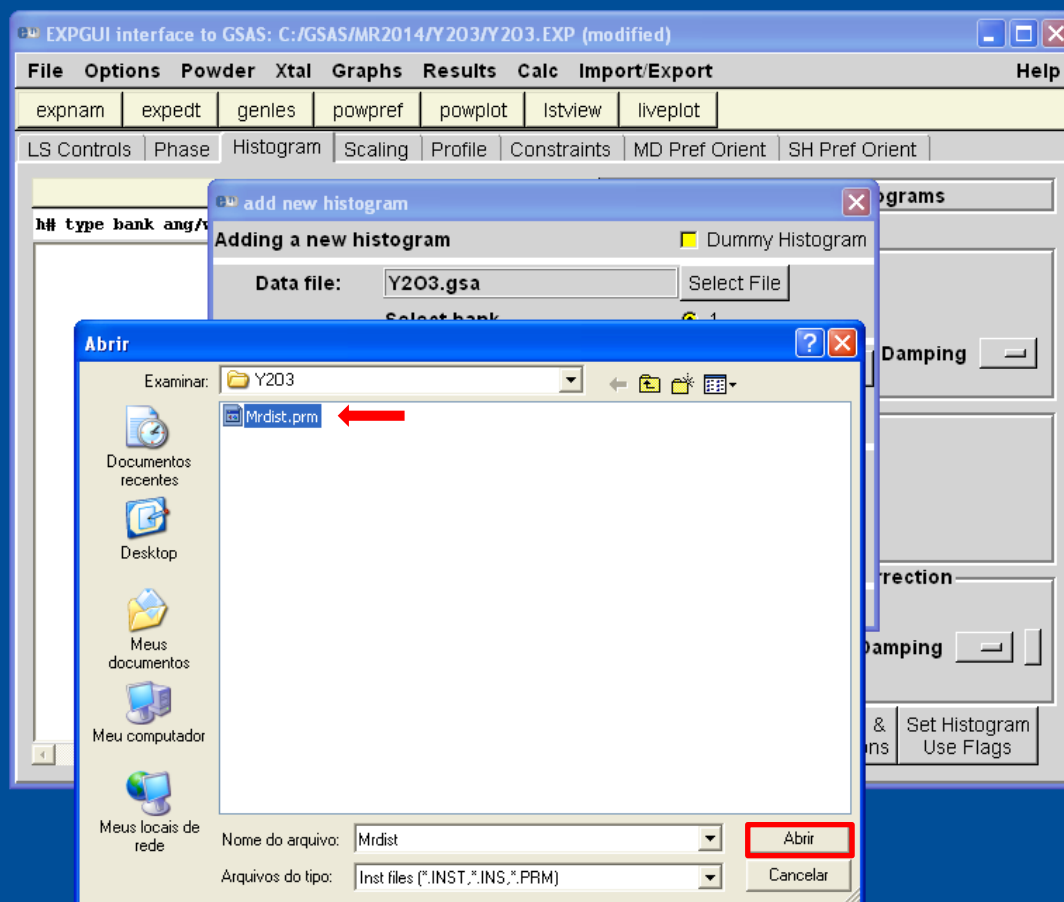


Free Pascal IDE

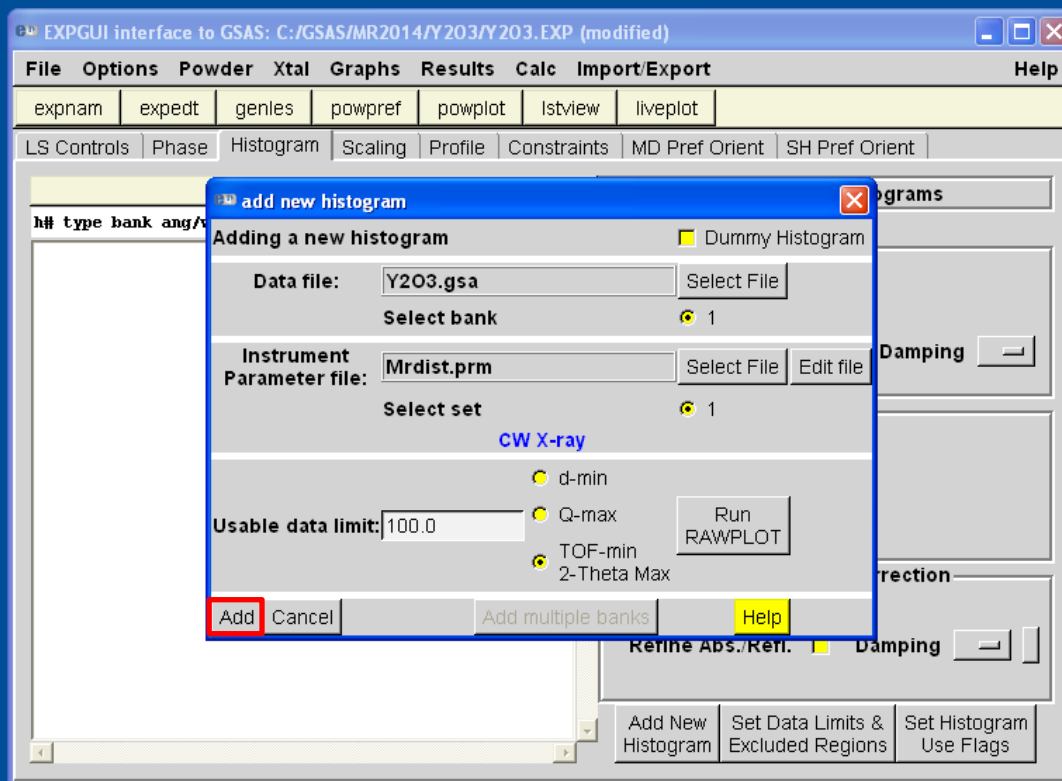
Em Instrument Parameter File selecione Select File ...



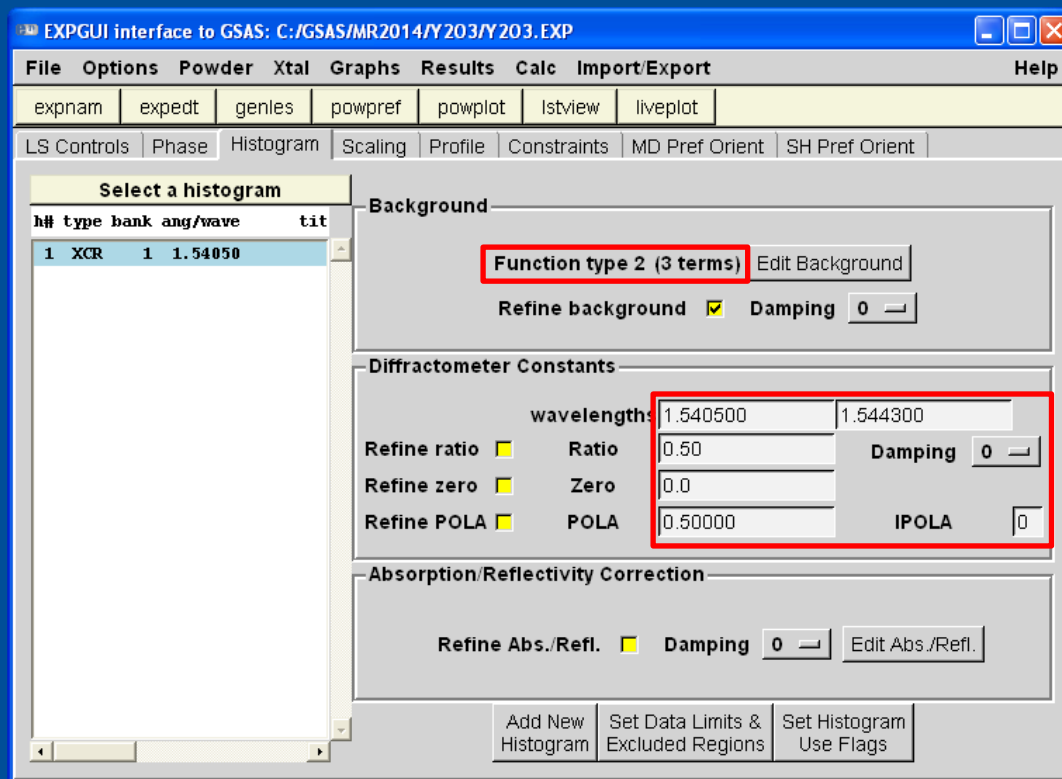
... e adicione o arquivo contendo as informações instrumentais. Nessa etapa estamos somente adicionando um arquivo base, para criar um arquivo contendo as informações instrumentais do difratômetro utilizado.



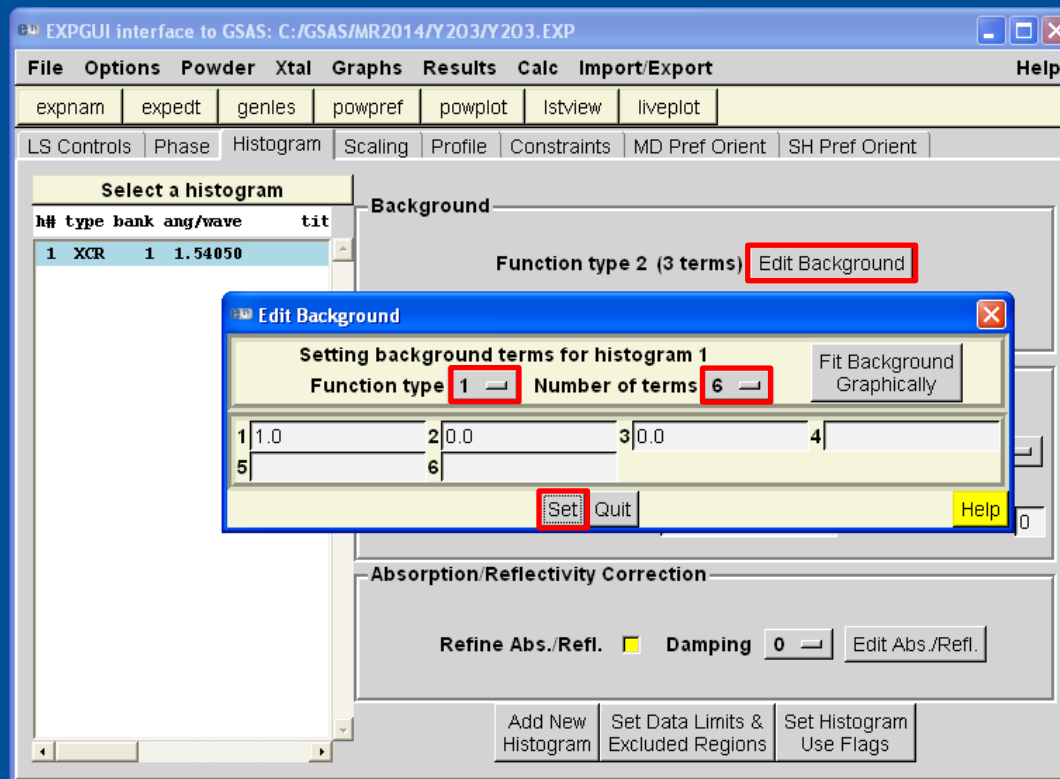
Adicione as informações ...



... e observe que aparecerão informações sobre a função de background, o comprimento de onda da radiação utilizada e as constantes instrumentais.



Clique em Edit Background. Em Function Type escolha a função polinomial número 1 (Shifted Chebyshev), e em Number of Term escolha 6 termos para a função. Dependendo do background observado, o número de termos poderá ser maior ou menor.



XRD 1



XRD 2



Search Match



X'Pert HighScore



EXPGUI



PC-GSAS



FullProf



Topas



Diamond



DRAWxtl



FPrime



OriginPro 8



Delphi 3

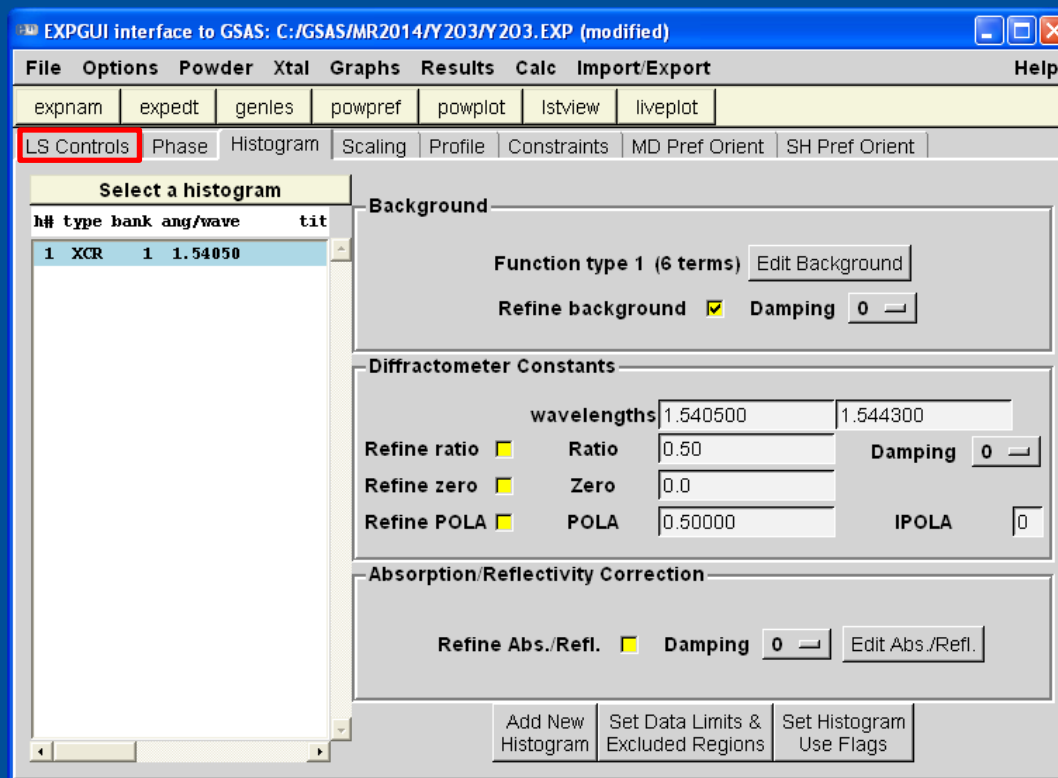


Lazarus



Free Pascal IDE

Clique em LS Controls (Least Squares Controls) para conferir algumas informações do refinamento.



Altere o número de ciclos para 5. Esse valor irá determinar quantas vezes o GSAS irá aplicar o método dos mínimos quadrados a cada vez que o refinamento for rodado.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP (modified)

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

explan expdt genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

h#	type	bank	ang/wave
1	XCR	1	1.54050

Last History: EXPTOOL Win32 Jul 18 09:37:14 2014 P H

Title: Y203 - Alargamento Instrumental.

Number of Cycles 5

Print Options (0)

Convergence Criterion 0.01

Marquardt Damping 1.00

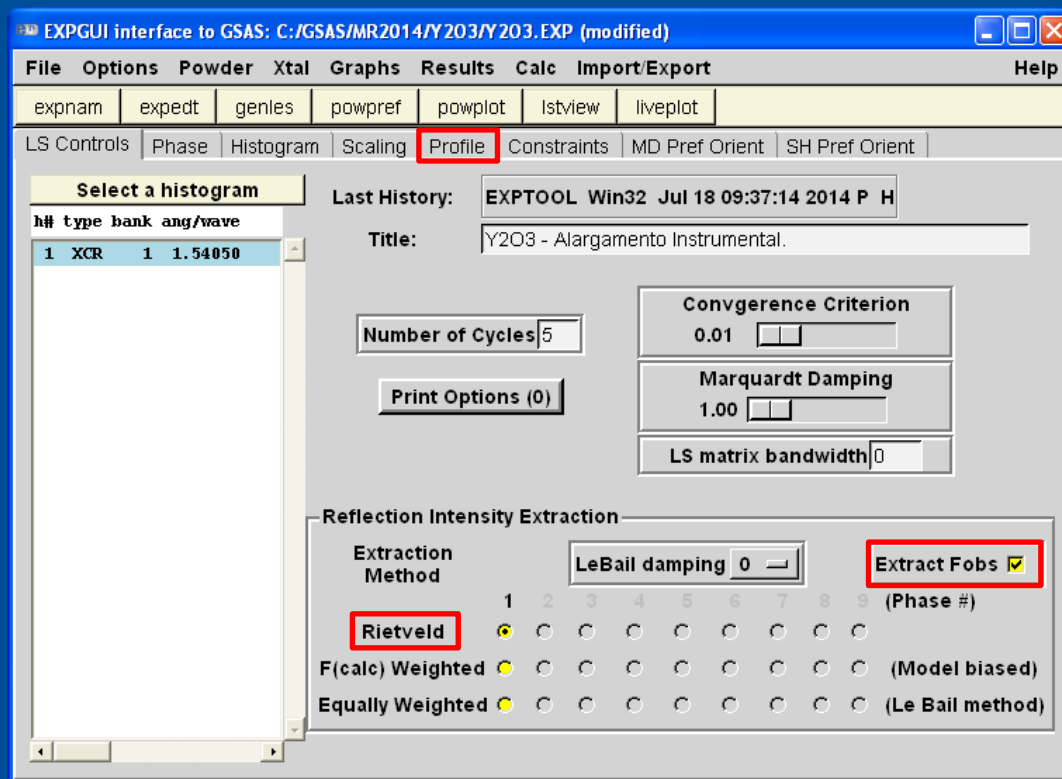
LS matrix bandwidth 0

Reflection Intensity Extraction

Extraction Method LeBail damping 0 Extract Fobs ☒

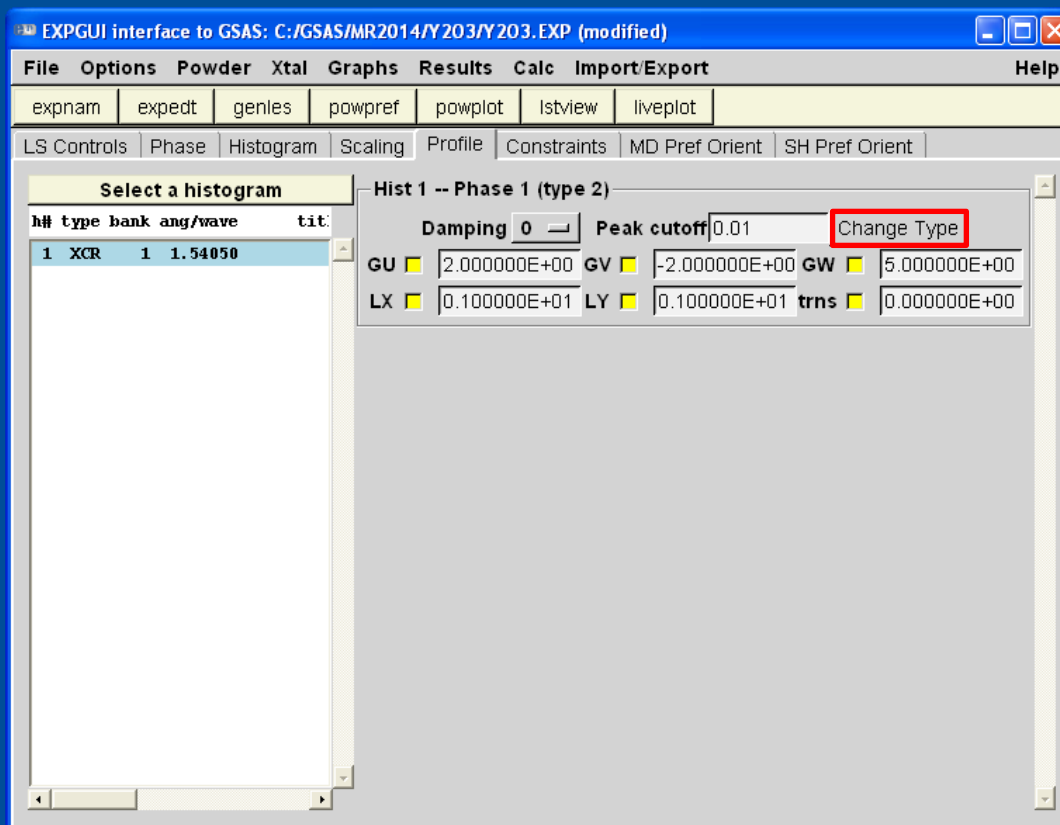
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	(Phase #)
Rietveld	<input checked="" type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	
F(calc) Weighted	<input checked="" type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	(Model biased)
Equally Weighted	<input checked="" type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	<input type="radio"/>	(Le Bail method)

Observe que o método de Rietveld já está selecionado. E que Extract Fobs, que informa ao programa para extrair os fatores de estrutura observados também está selecionado.

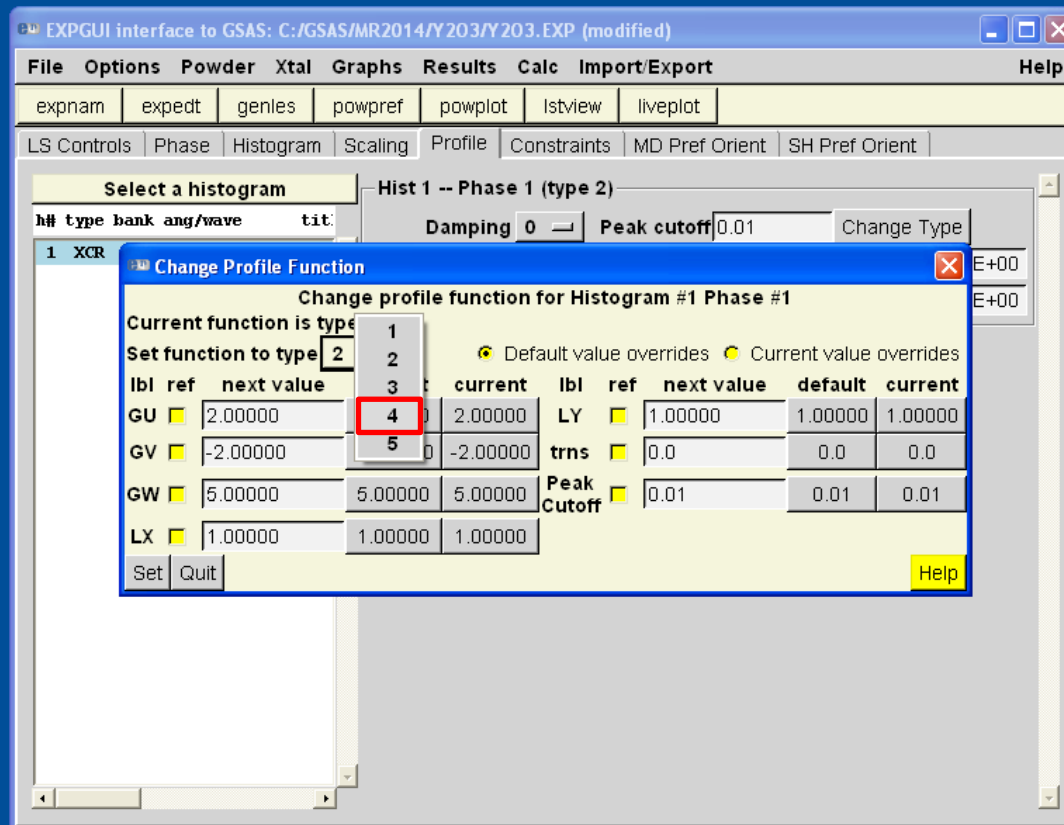


Clique em profile para alterar as informações da função de perfil dos picos de difração.

Observe que por padrão, a função que irá modelar os picos de difração estará como a número 2. Selecione Change Type ...



... e escolha a função número 4. Usaremos essa função porque ela permite uma análise anisotrópica da microestrutura (tamanho de cristalito e microdeformação).



O refinamento está pronto para ser iniciado, mas antes vamos conhecer alguns detalhes dos parâmetros de perfil.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP (modified)

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expedt genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

h#	type	bank	ang/wave
1	XCR	1	1.54050

Hist 1 -- Phase 1 (type 4)

Damping 0 Peak cutoff 0.01000 Change Type

GU	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	GV	<input type="checkbox"/>	13.810000	GW	<input type="checkbox"/>	1.376200
GP	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	LX	<input type="checkbox"/>	3.414960	ptec	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0
trns	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	shft	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	sfec	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0
S/L	<input type="checkbox"/>	0.030920	H/L	<input type="checkbox"/>	0.035670	eta	<input type="checkbox"/>	0.750000
S400	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	S220	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0			



XRD 1



XRD 2



Search Match



X'Pert HighScore



EXPGUI



PC-GSAS



FullProf



Topas



Diamond



DRAWxtl



FPrime



OriginPro 8



Delphi 3



Lazarus



Free Pascal IDE

GV e GW são parâmetros relacionados ao alargamento instrumental (Contribuições de Gauss). É justamente o valor desses parâmetros que desejamos determinar para salvar no arquivo instrumental.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP (modified)

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expedt genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

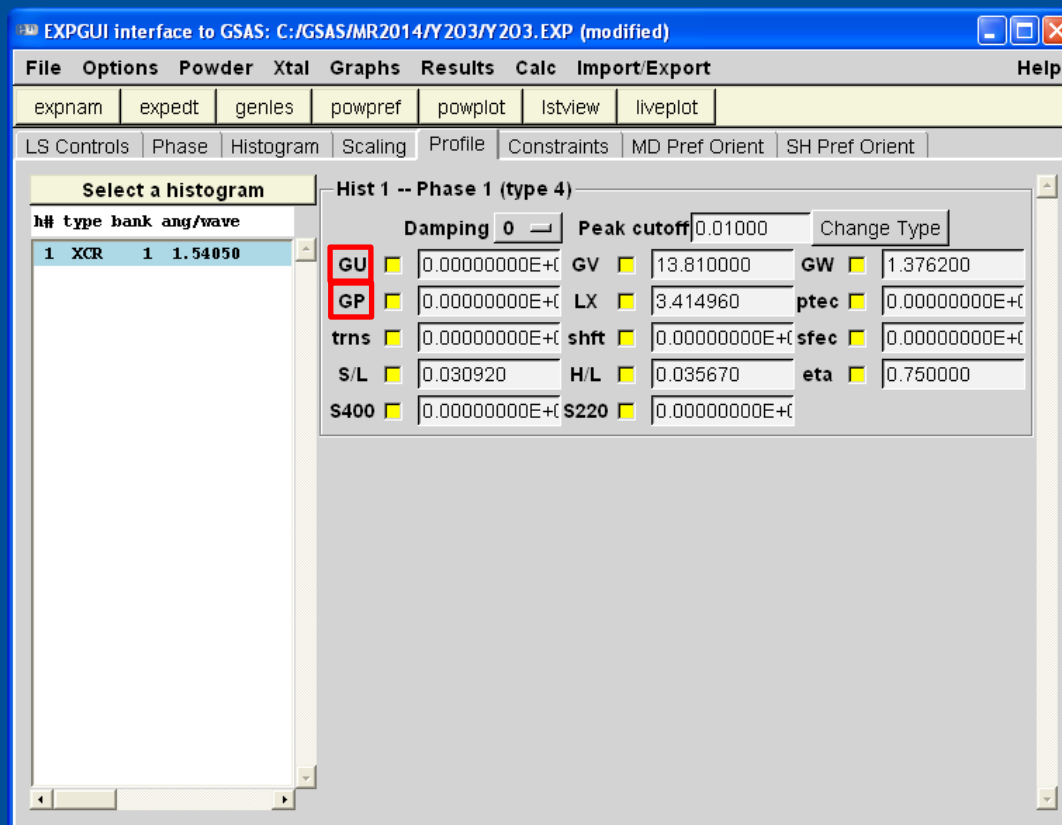
h#	type	bank	ang/wave
1	XCR	1	1.54050

Hist 1 -- Phase 1 (type 4)

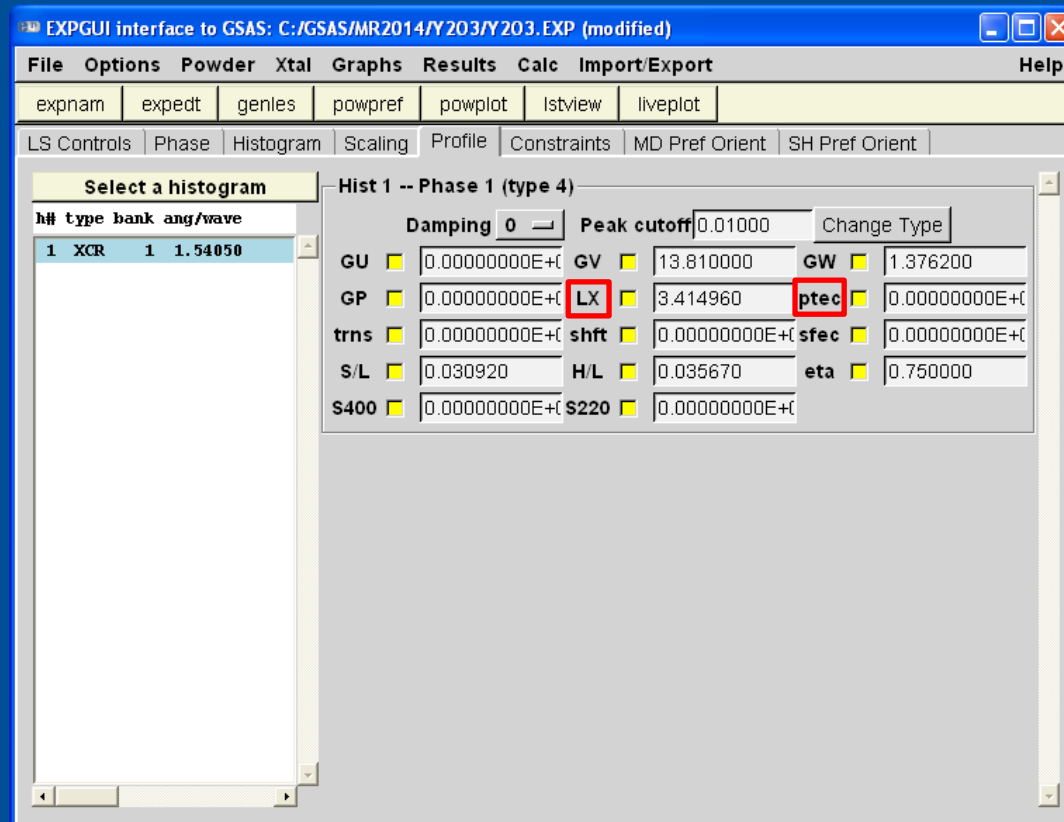
Damping 0 Peak cutoff 0.01000 Change Type

GU	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	GV	<input type="checkbox"/>	13.810000	GW	<input type="checkbox"/>	1.376200
GP	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	LX	<input type="checkbox"/>	3.414960	ptec	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0
trns	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	shft	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	sfec	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0
S/L	<input type="checkbox"/>	0.030920	H/L	<input type="checkbox"/>	0.035670	eta	<input type="checkbox"/>	0.750000
S400	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	S220	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0			

GU é o parâmetro relacionado com a microdeformação e
GP é o parâmetro relacionado ao tamanho de cristalito
(Contribuições de Gauss).



LX e PTEC são os parâmetros relacionado ao tamanho de cristalito anisotrópico (Contribuições de Lorentz).



XRD 1



XRD 2



Search Match



X'Pert HighScore



EXPGUI



PC-GSAS



FullProf



Topas



Diamond



DRAWxtl



FPrime



OriginPro 8



Delphi 3



Lazarus



Free Pascal IDE

Shift é o deslocamento na amostra. Contribuição experimental que é influenciada pela posição da amostra no porta-amostra.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP (modified)

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expedt genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

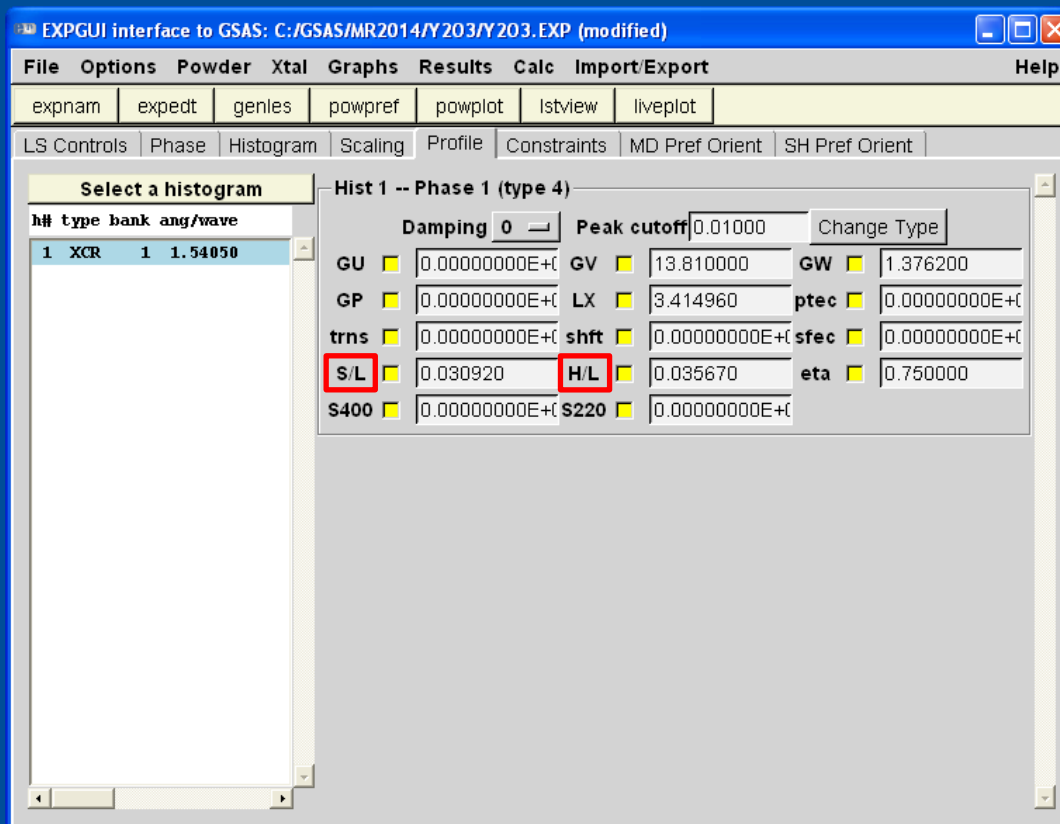
h#	type	bank	ang/wave
1	XCR	1	1.54050

Hist 1 -- Phase 1 (type 4)

Damping 0 Peak cutoff 0.01000 Change Type

GU	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	GV	<input type="checkbox"/>	13.810000	GW	<input type="checkbox"/>	1.376200
GP	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	LX	<input type="checkbox"/>	3.414960	ptec	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0
trns	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	shft	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	sfec	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0
S/L	<input type="checkbox"/>	0.030920	H/L	<input type="checkbox"/>	0.035670	eta	<input type="checkbox"/>	0.750000
S400	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	S220	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0			

S/L e H/L são parâmetros instrumentais, relacionados à divergência do feixe incidente e do feixe difratado.



Eta é o termo de mistura, que estima as contribuições de Gauss e de Lorentz no perfil dos picos de difração.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP (modified)

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expedt genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

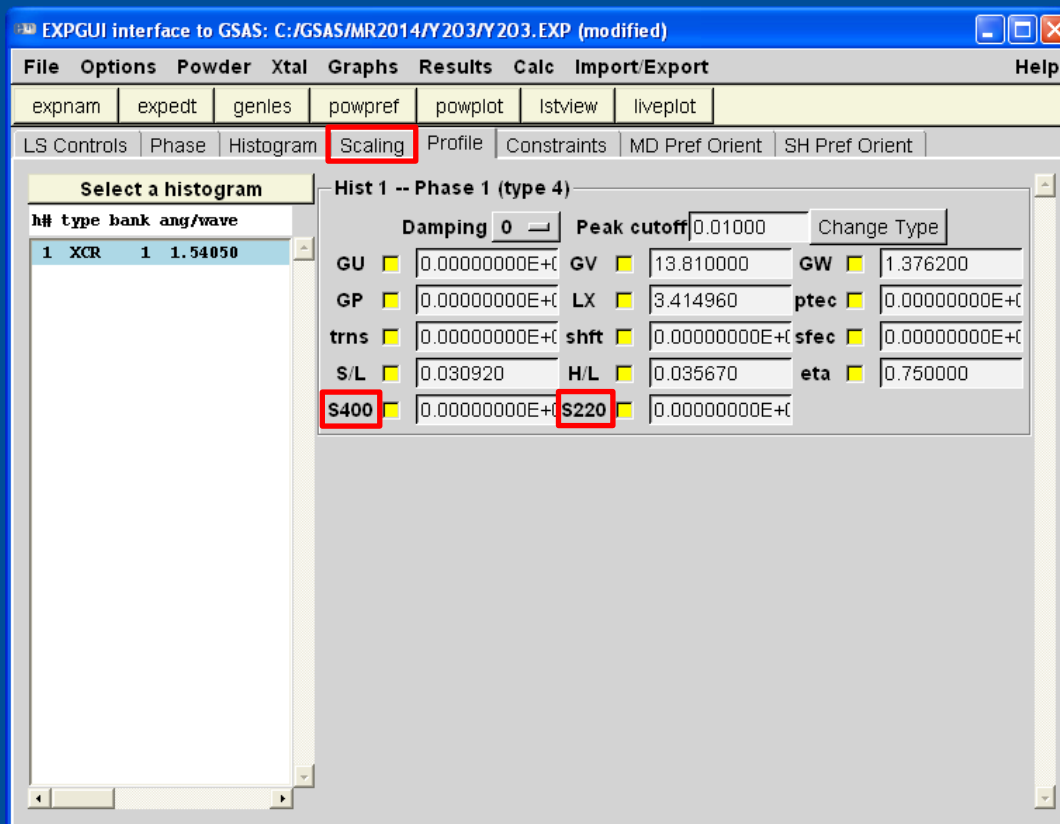
h#	type	bank	ang/wave
1	XCR	1	1.54050

Hist 1 -- Phase 1 (type 4)

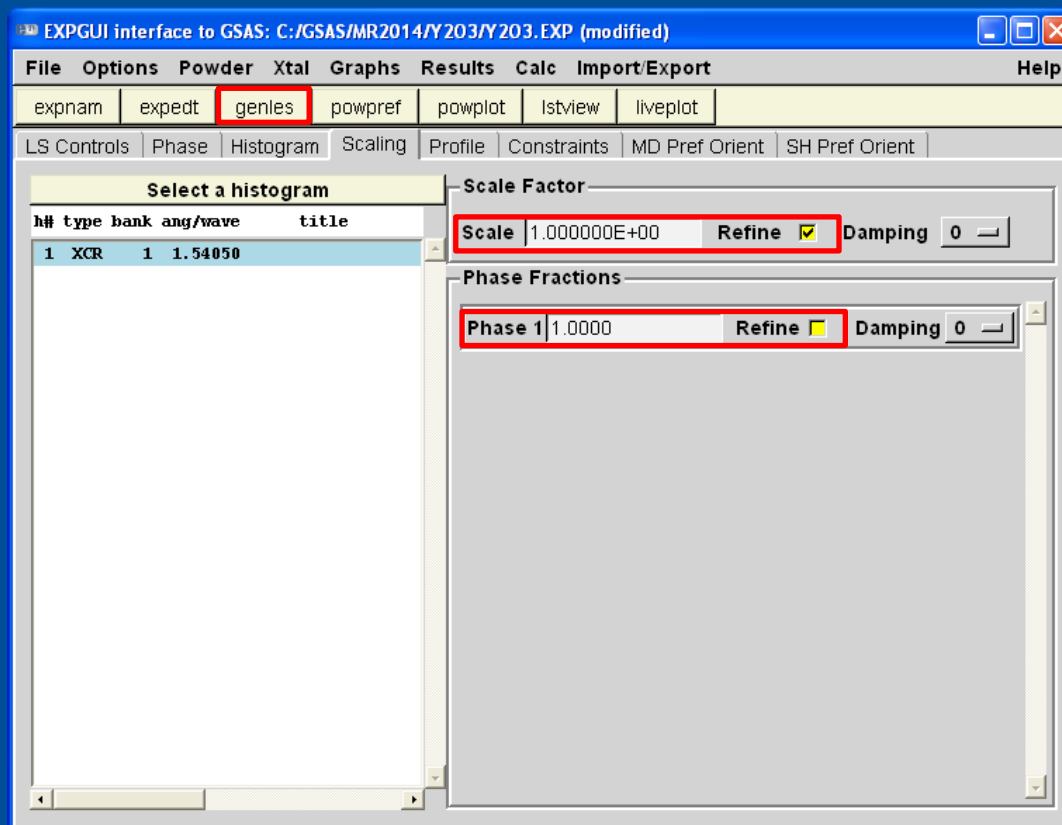
Damping 0 Peak cutoff 0.01000 Change Type

GU	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	GV	<input type="checkbox"/>	13.810000	GW	<input type="checkbox"/>	1.376200
GP	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	LX	<input type="checkbox"/>	3.414960	ptec	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0
trns	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	shft	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	sfec	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0
S/L	<input type="checkbox"/>	0.030920	H/L	<input type="checkbox"/>	0.035670	eta	<input type="checkbox"/>	0.750000
S400	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0	S220	<input type="checkbox"/>	0.00000000E+0			

Shkl são os parâmetros relacionados à microdeformação da amostra, e seu número de termos depende da simetria de Laue. Clique em Scaling.

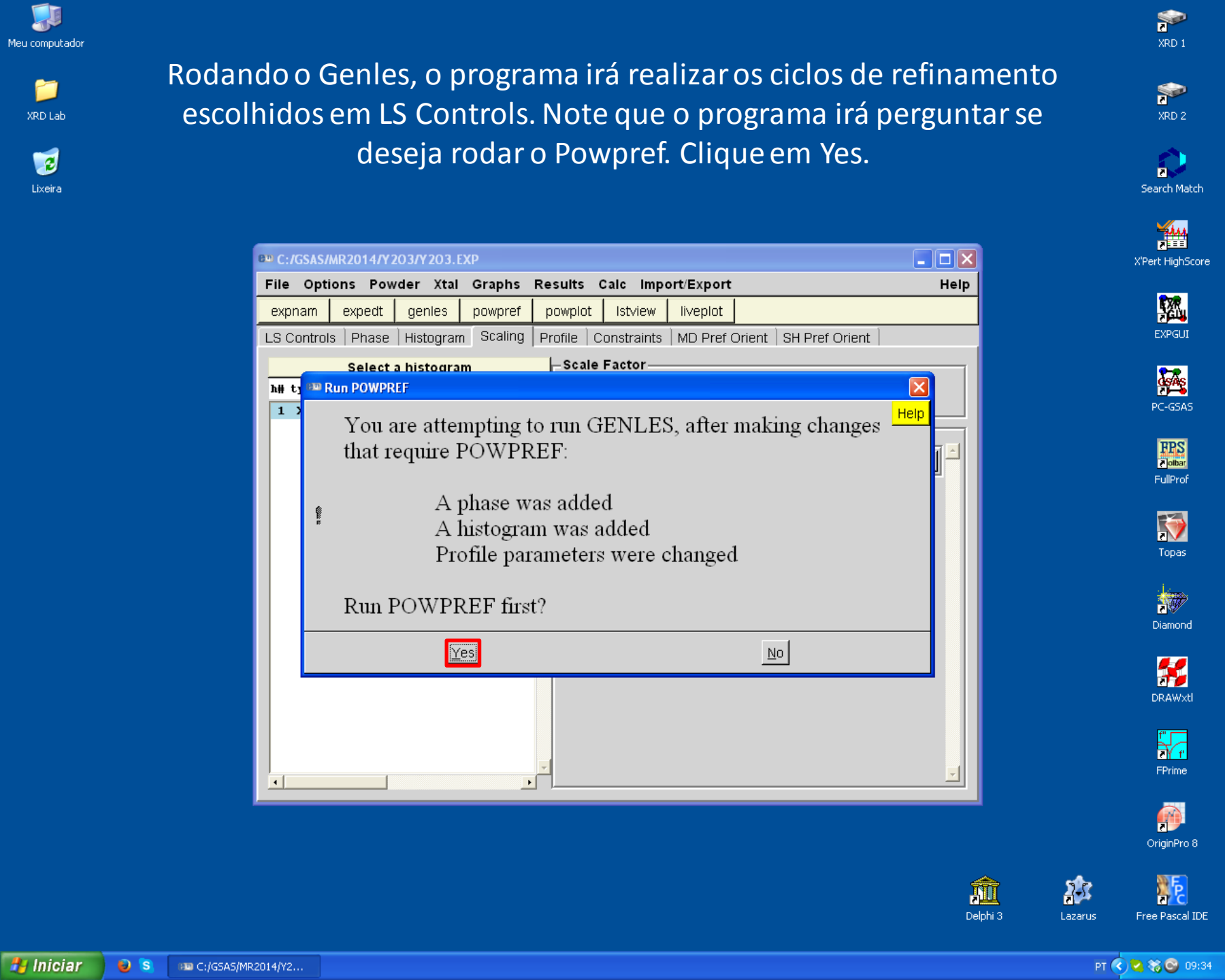
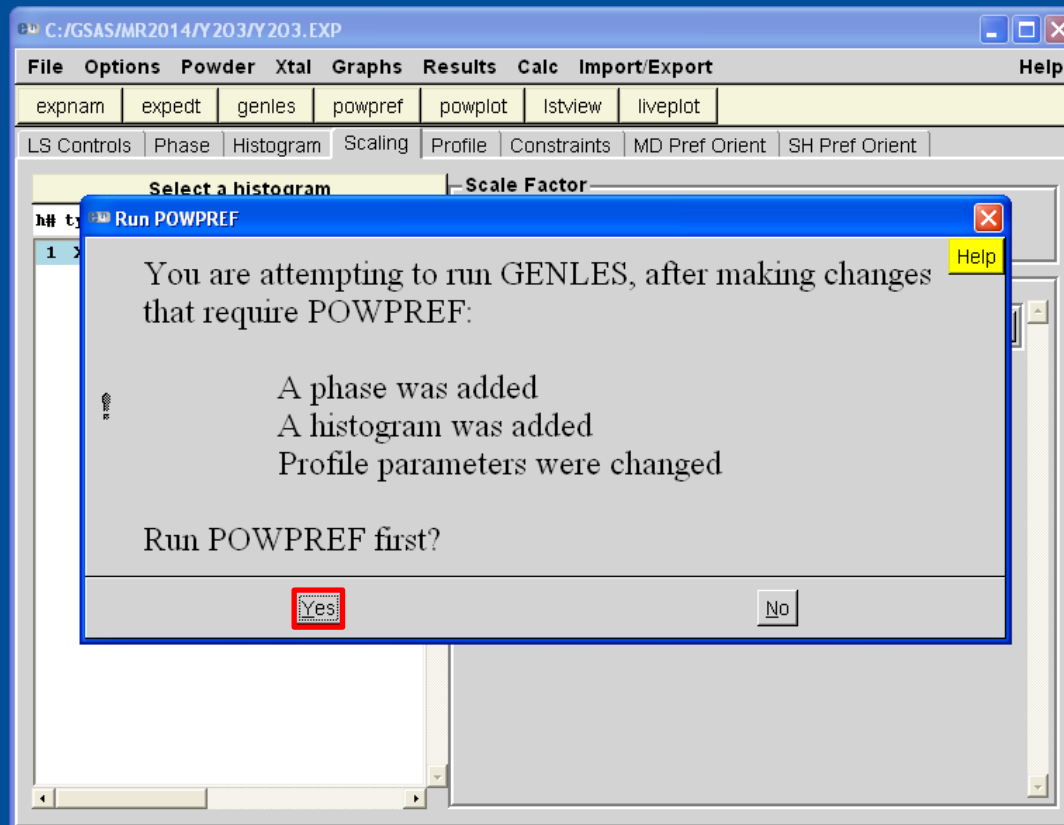


O fator de escala será o primeiro parâmetro que iremos refinar. Note que ele já está selecionado. Normalmente, o Phase Fractions é utilizado quando tem-se mais e uma fase sendo refinada. E desse modo pode-se refinar o fator de escala de cada fase individualmente.



Clique em Genles.

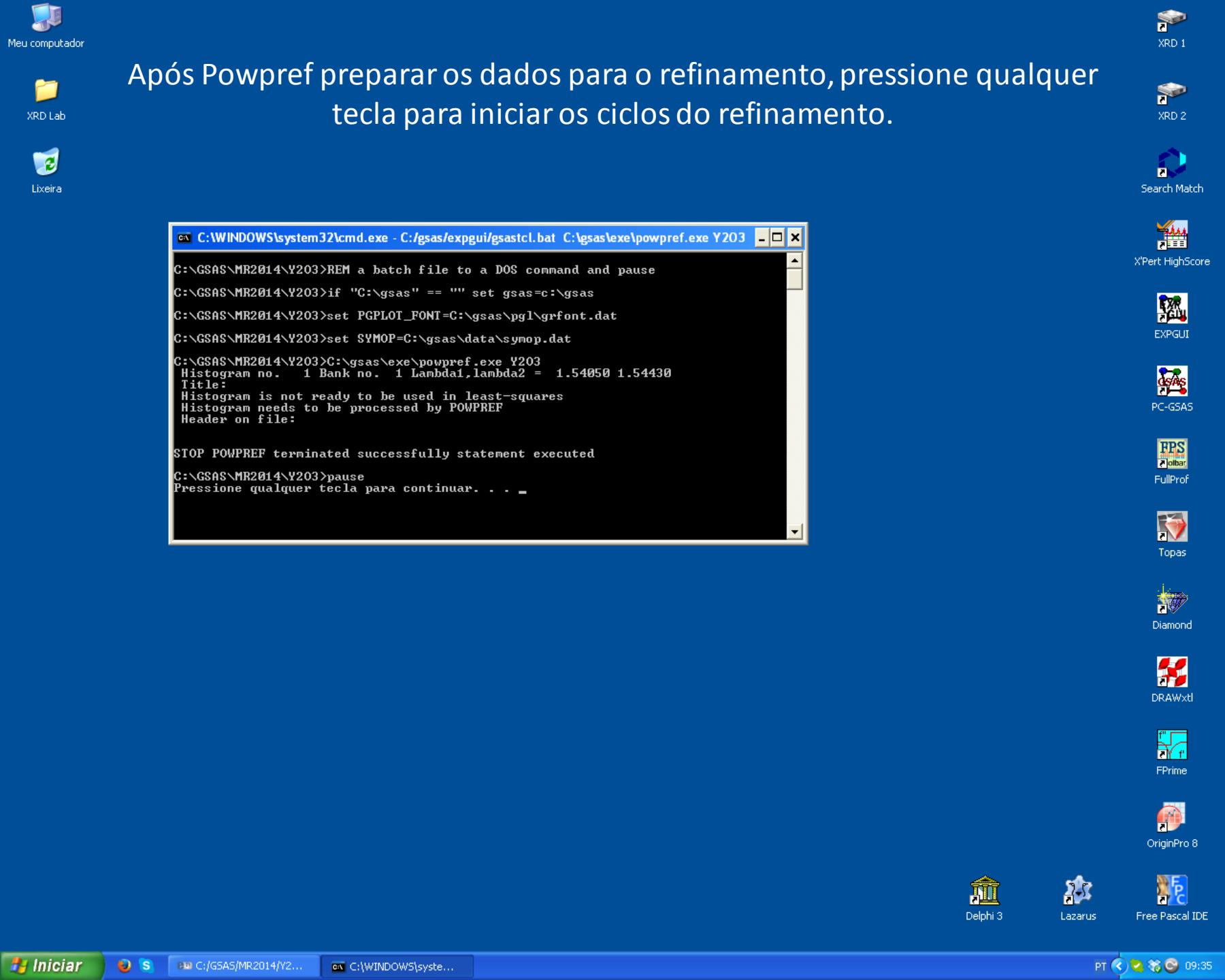
Rodando o Genles, o programa irá realizar os ciclos de refinamento escolhidos em LS Controls. Note que o programa irá perguntar se deseja rodar o Powpref. Clique em Yes.



Após Powpref preparar os dados para o refinamento, pressione qualquer tecla para iniciar os ciclos do refinamento.

```
C:\WINDOWS\system32\cmd.exe - C:/gsas/expgui/gstcl.bat C:/gsas/exe/powpref.exe Y203
C:\GSAS\MR2014\Y203>REM a batch file to a DOS command and pause
C:\GSAS\MR2014\Y203>if "C:\gsas" == "" set gsas=c:\gsas
C:\GSAS\MR2014\Y203>set PGLOT_FONT=C:\gsas\pgl\grfont.dat
C:\GSAS\MR2014\Y203>set SYMOP=C:\gsas\data\synop.dat
C:\GSAS\MR2014\Y203>C:\gsas\exe\powpref.exe Y203
Histogram no. 1 Bank no. 1 Lambda1,lambda2 = 1.54050 1.54430
Title:
Histogram is not ready to be used in least-squares
Histogram needs to be processed by POWPREF
Header on file:

STOP POWPREF terminated successfully statement executed
C:\GSAS\MR2014\Y203>pause
Pressione qualquer tecla para continuar. . . _
```



```
C:\WINDOWS\system32\cmd.exe - C:/gsas/expgui/gsastcl.bat C:/gsas/lexe/genles.exe Y203

CPU times for matrix build 0.11 sec; matrix inversion 0.00 sec
Final variable sum((shift/esd)**2) for cycle 1: 1321.02 Time: 0.11 sec

Restraint data statistics:
No restraints used

Powder data statistics
Bank Ndata Sum(w*d**2) Fitted Rp -Bknd Rp Dwd Average
Powder totals 4500 4.84752E+05 0.6900 0.6153 0.8029 0.7351 0.067 0.960
Cycle 2 There were 4500 observations.
Total before-cycle CHI**2 (offset/sig) = 4.8475E+05 < 5.0663E+03

Reduced CHI**2 = 107.9 for 7 variables
Histogram 1 Type: POC Nobs = 214 R(F**2) = 0.7984

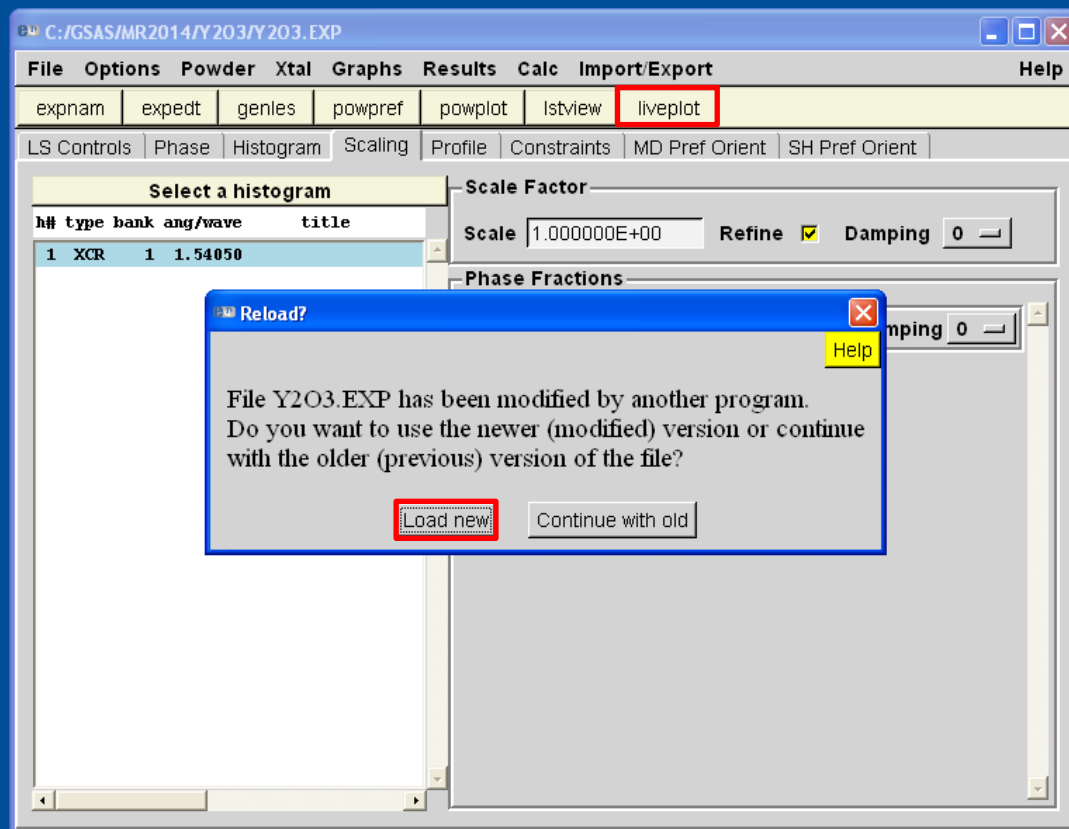
CPU times for matrix build 0.13 sec; matrix inversion 0.00 sec
Final variable sum((shift/esd)**2) for cycle 2: 0.00 Time: 0.13 sec
Convergence was achieved and
STOP GENLES terminated successfully statement executed

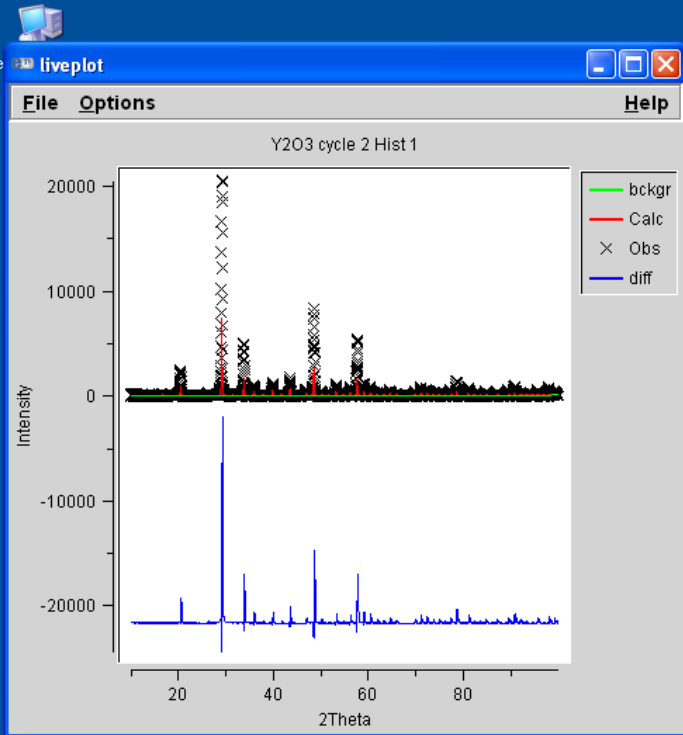
C:\GSAS\MR2014\Y203>pause
Pressione qualquer tecla para continuar. . .
```

Após o Genles ter sido executado aparecerão os indicadores estatísticos. Evidenciamos aqui o χ^2 , que deve se aproximar do valor 1, e o RF^2 , que indica o quanto o modelo cristalográfico concorda com os dados experimentais. Nesse momento, seu valor está muito alto, da ordem de 79,84 %.

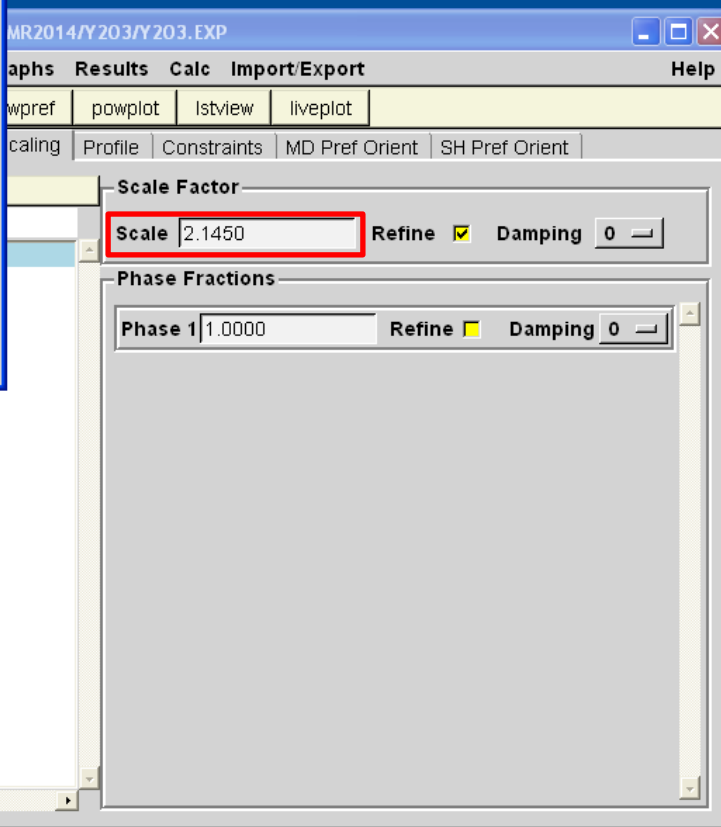
Pressione qualquer tecla para retornar ao EXPGUI.

Se você deseja aceitar os dados do refinamento clique em Load New. Caso ocorra uma divergência, continue com os dados antigos, desmarque o parâmetro que havia sido selecionado e rode o refinamento novamente. Para ver o gráfico do refinamento clique em Liveplot.



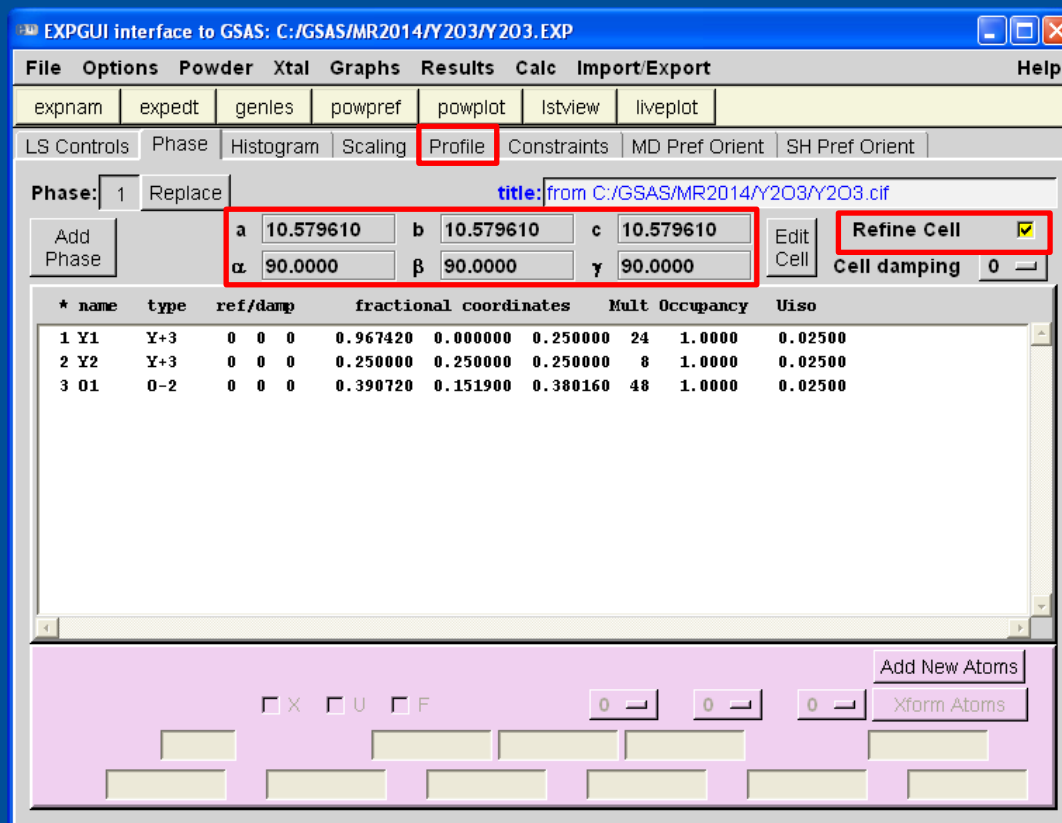


Em preto tem-se os dados experimentais, em vermelho os dados calculados, em verde o background e em azul a diferença entre o experimental e o calculado.



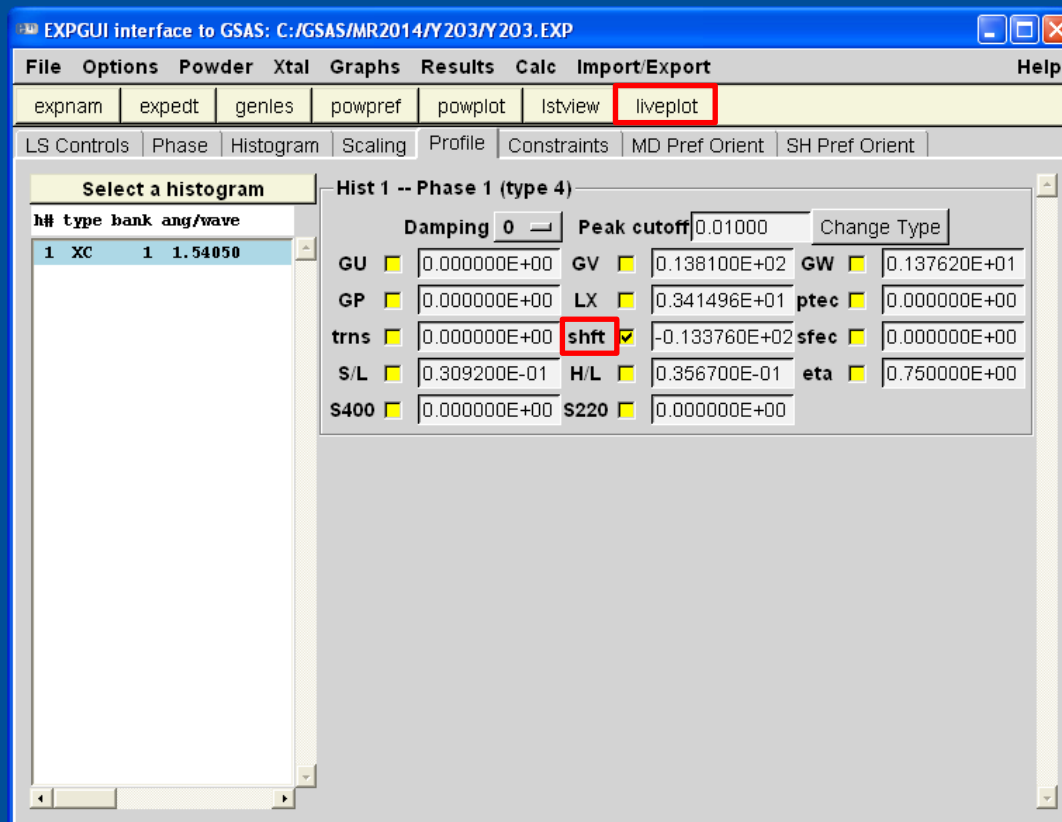
Até aqui refinamos somente os 6 termos de perfil e o fator de escala.
Clique na aba Phase.

Selecione Refine Cell para refinar os parâmetros de cela unitária e rode o refinamento.

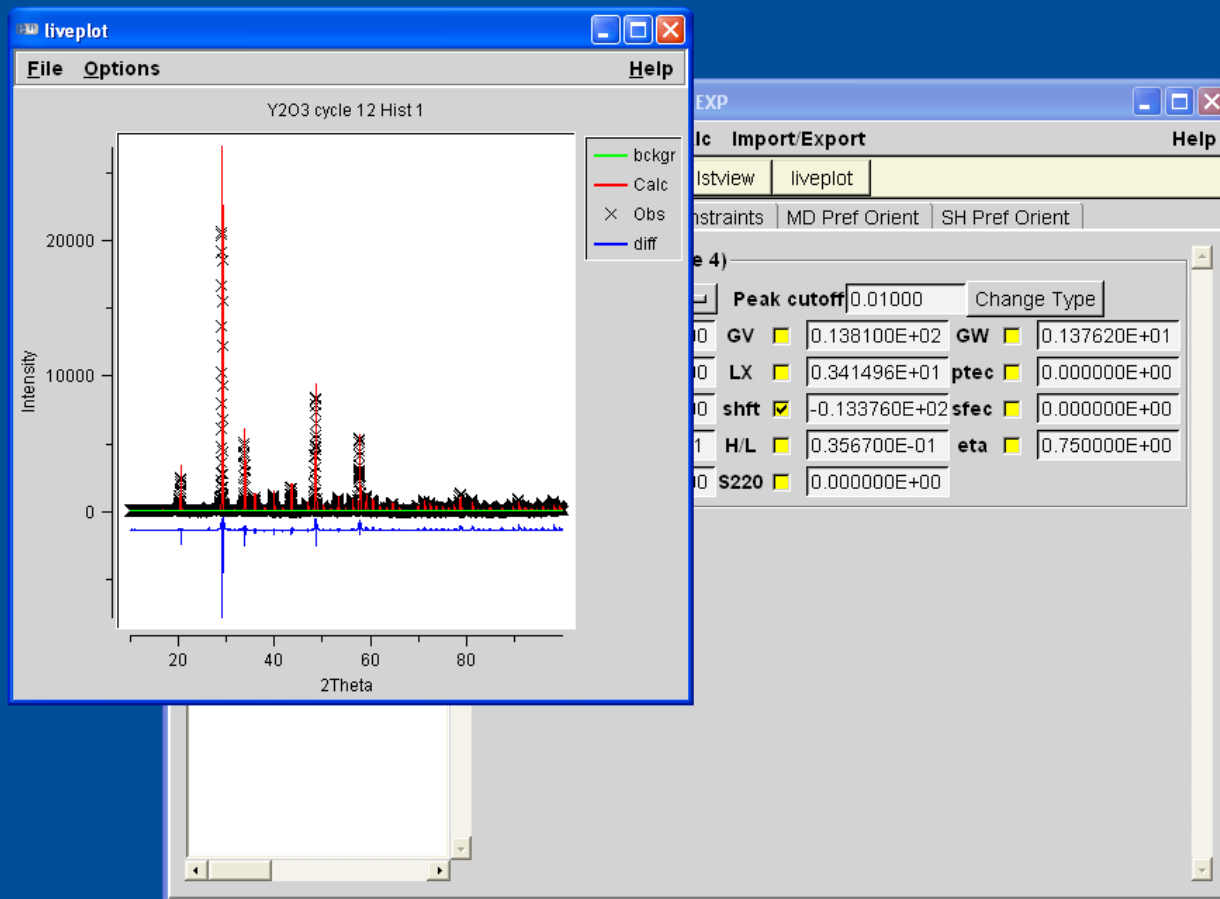


Clique na aba Profile.

Refine o deslocamento da amostra e depois clique em Liveplot.

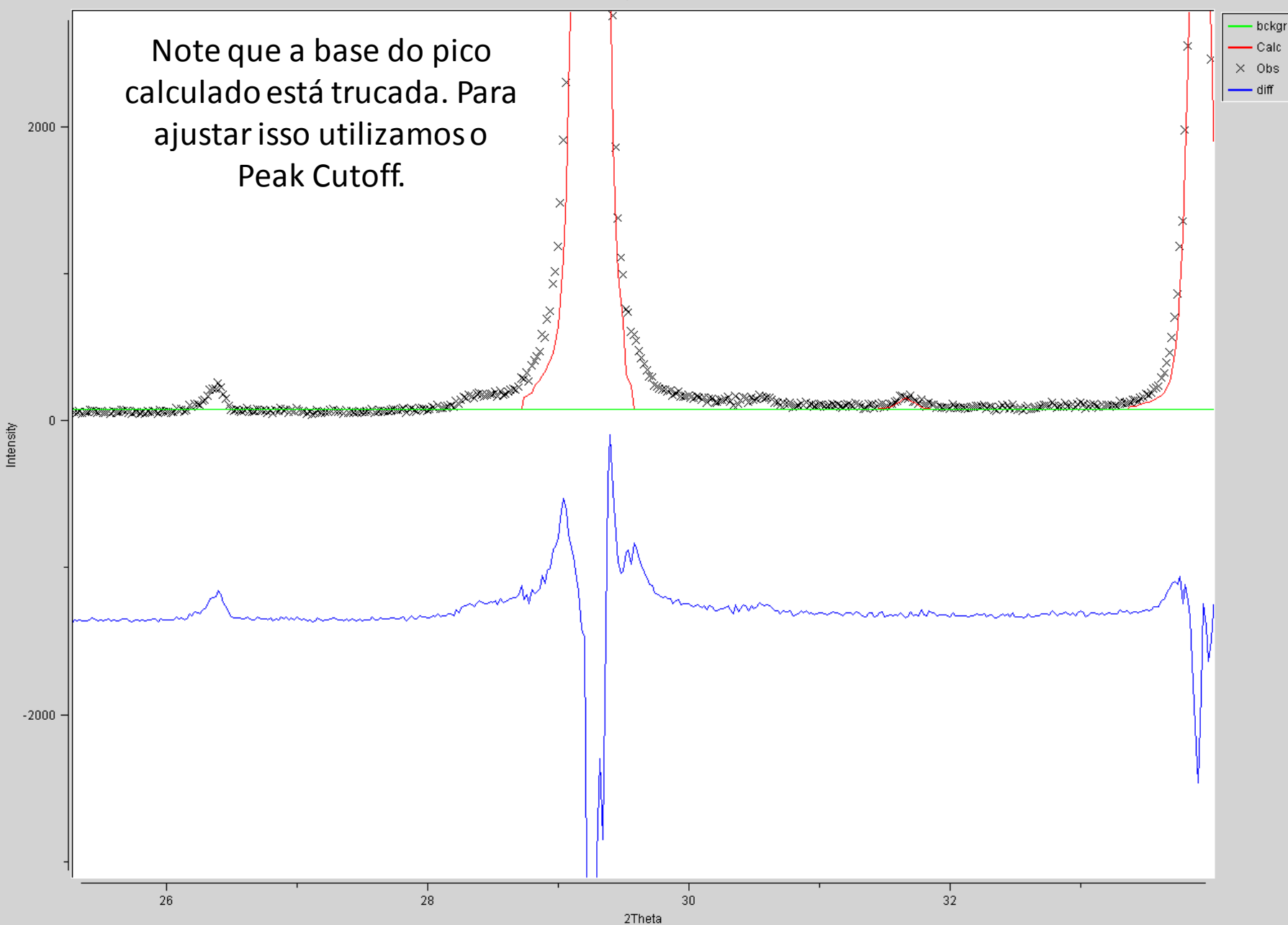


Note que houve uma melhora no ajuste dos dados calculados aos dados experimentais. Mas sempre confira os indicadores estatísticos.

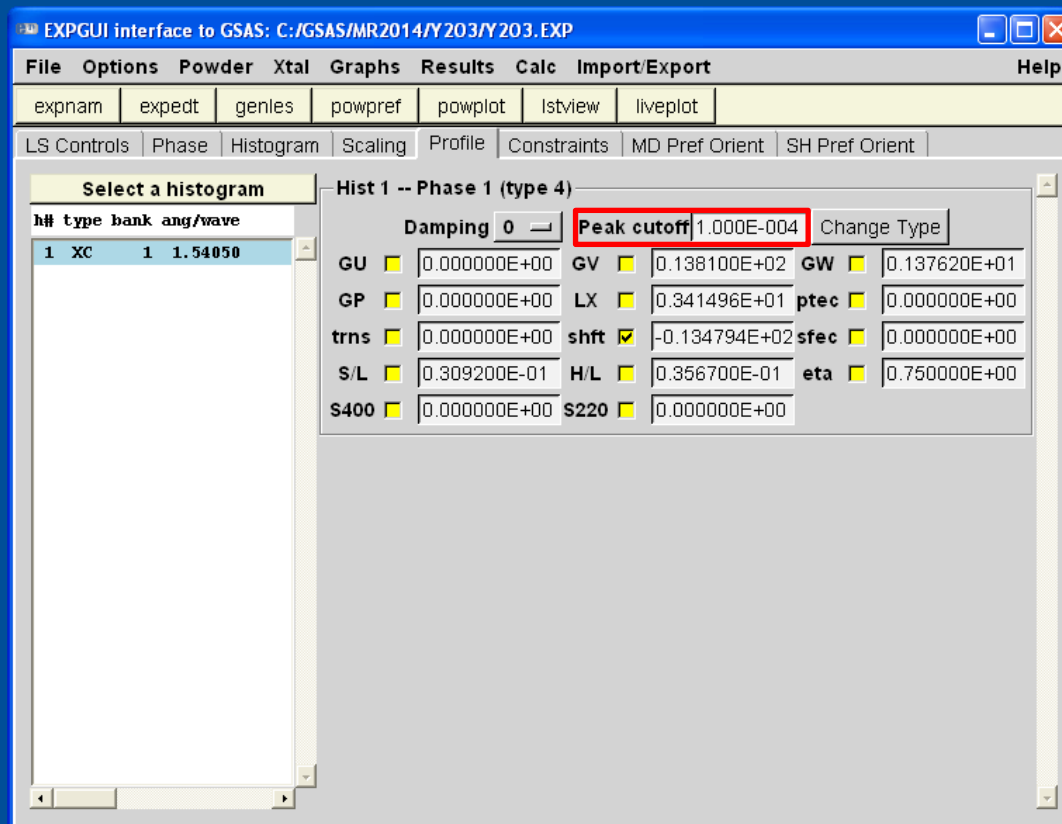


Dê um zoom na base do pico principal.

Y203 cycle 12 Hist 1

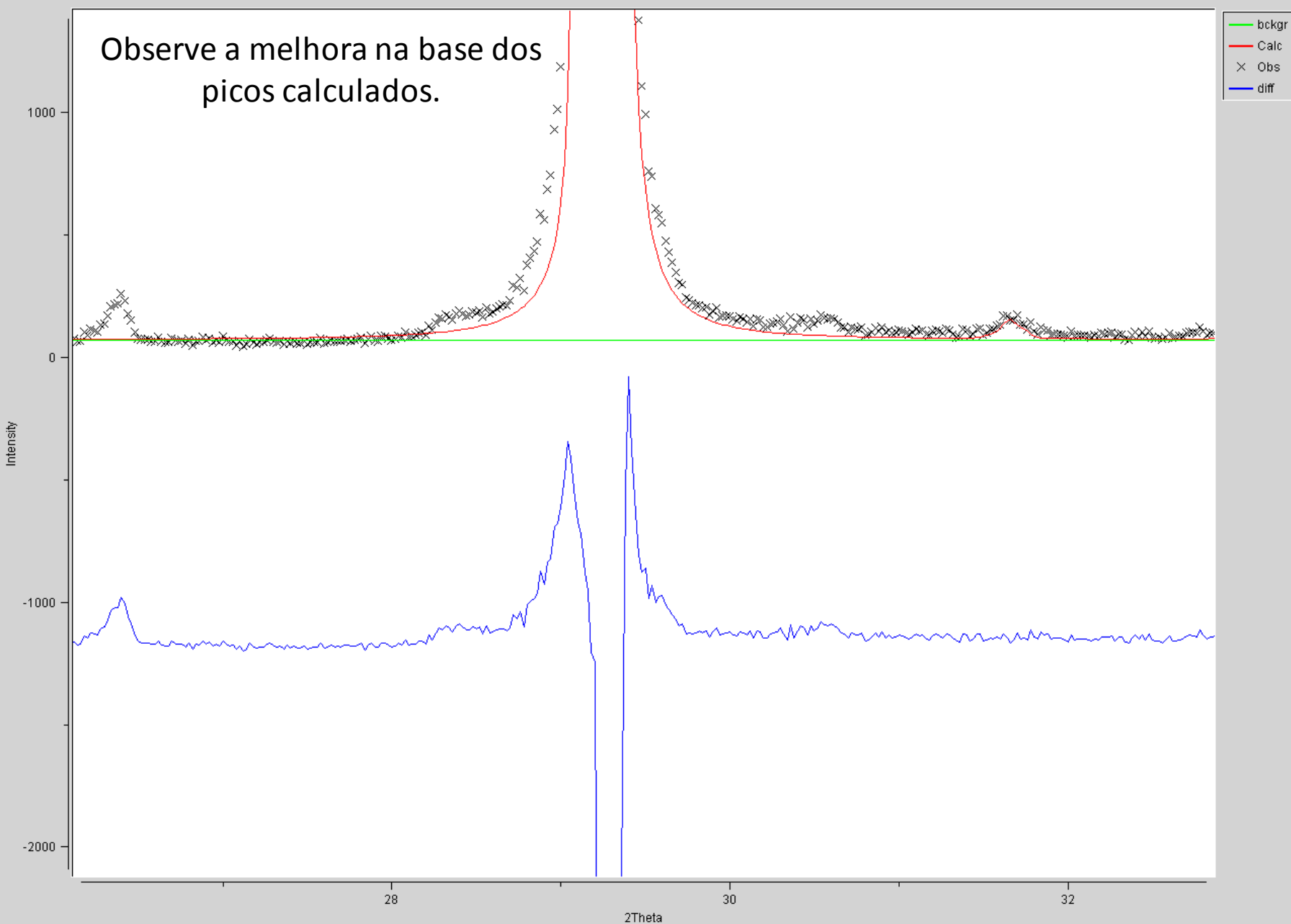


Altere o valor do Peak Cutoff para o indicado e rode o refinamento.

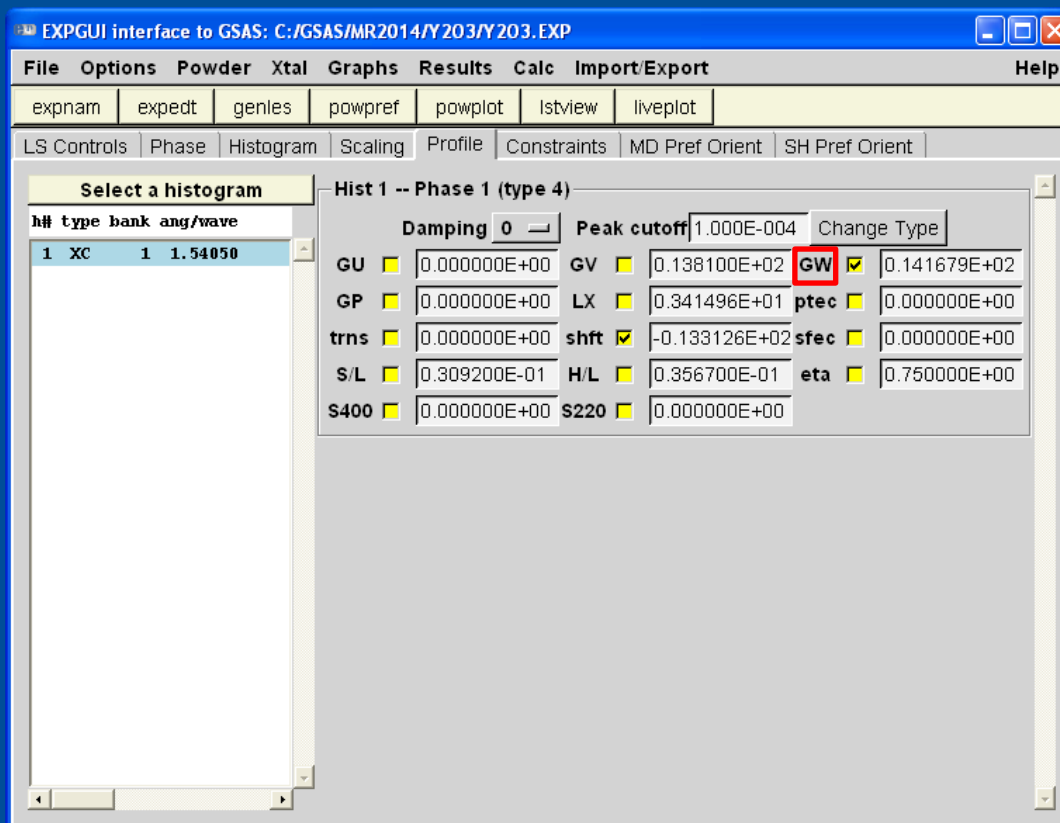


Y203 cycle 15 Hist 1

Observe a melhora na base dos
picos calculados.



Refine o parâmetro instrumental GW. Note que pela função de Cagliotti, seu valor não poderá ser negativo ao final do refinamento. Tome cuidado em analisar os valores obtidos no refinamento para verificar se os mesmos possuem sentido físico e/ou coerência.



Por isso, deve-se observar também a qualidade dos dados refinados.

Refine o parâmetro instrumental GV.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expedt genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

h#	type	bank	ang/wave
1	XC	1	1.54050

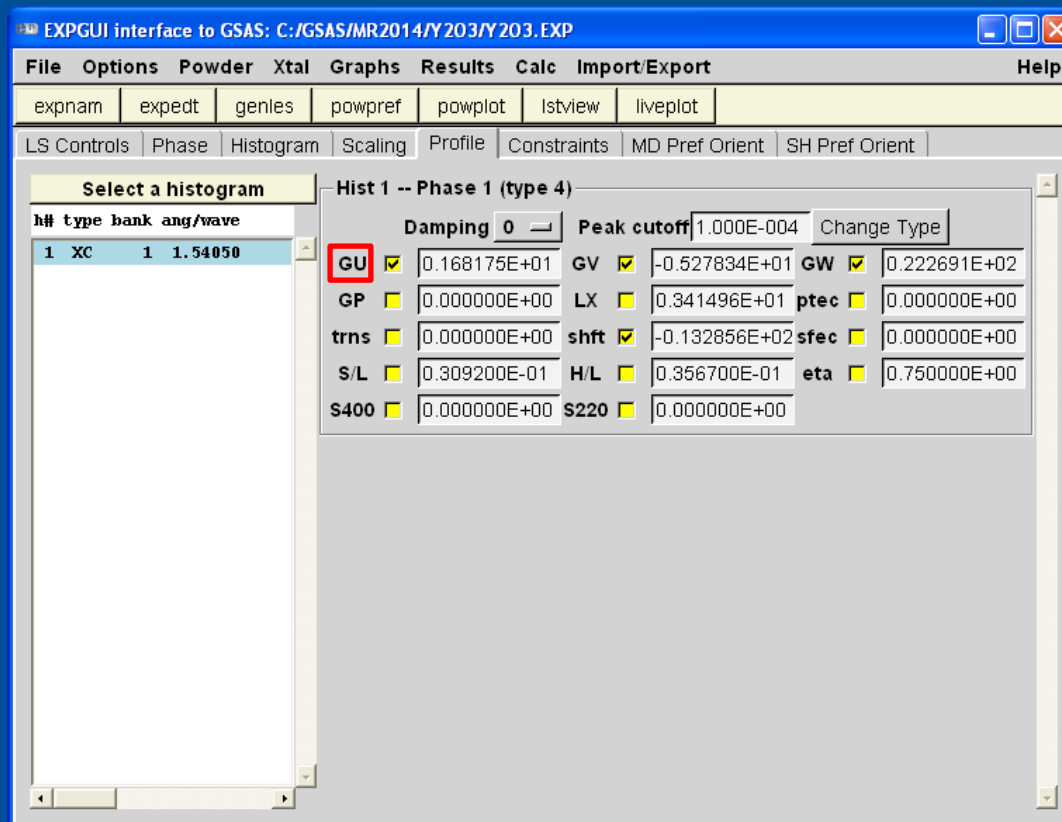
Hist 1 -- Phase 1 (type 4)

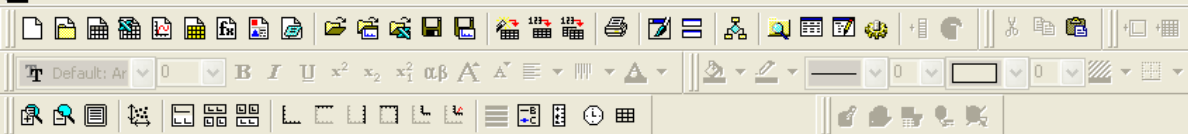
Damping 0 Peak cutoff 1.000E-004 Change Type

GU	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	GV <input checked="" type="checkbox"/>	-0.325296E+01	GW <input checked="" type="checkbox"/>	0.217836E+02
GP	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	LX <input type="checkbox"/>	0.341496E+01	ptec <input type="checkbox"/>	0.000000E+00
trns	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	shft <input checked="" type="checkbox"/>	-0.132876E+02	sfec <input type="checkbox"/>	0.000000E+00
S/L	<input type="checkbox"/>	0.309200E-01	H/L <input type="checkbox"/>	0.356700E-01	eta <input type="checkbox"/>	0.750000E+00
S400	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	S220 <input type="checkbox"/>	0.000000E+00		

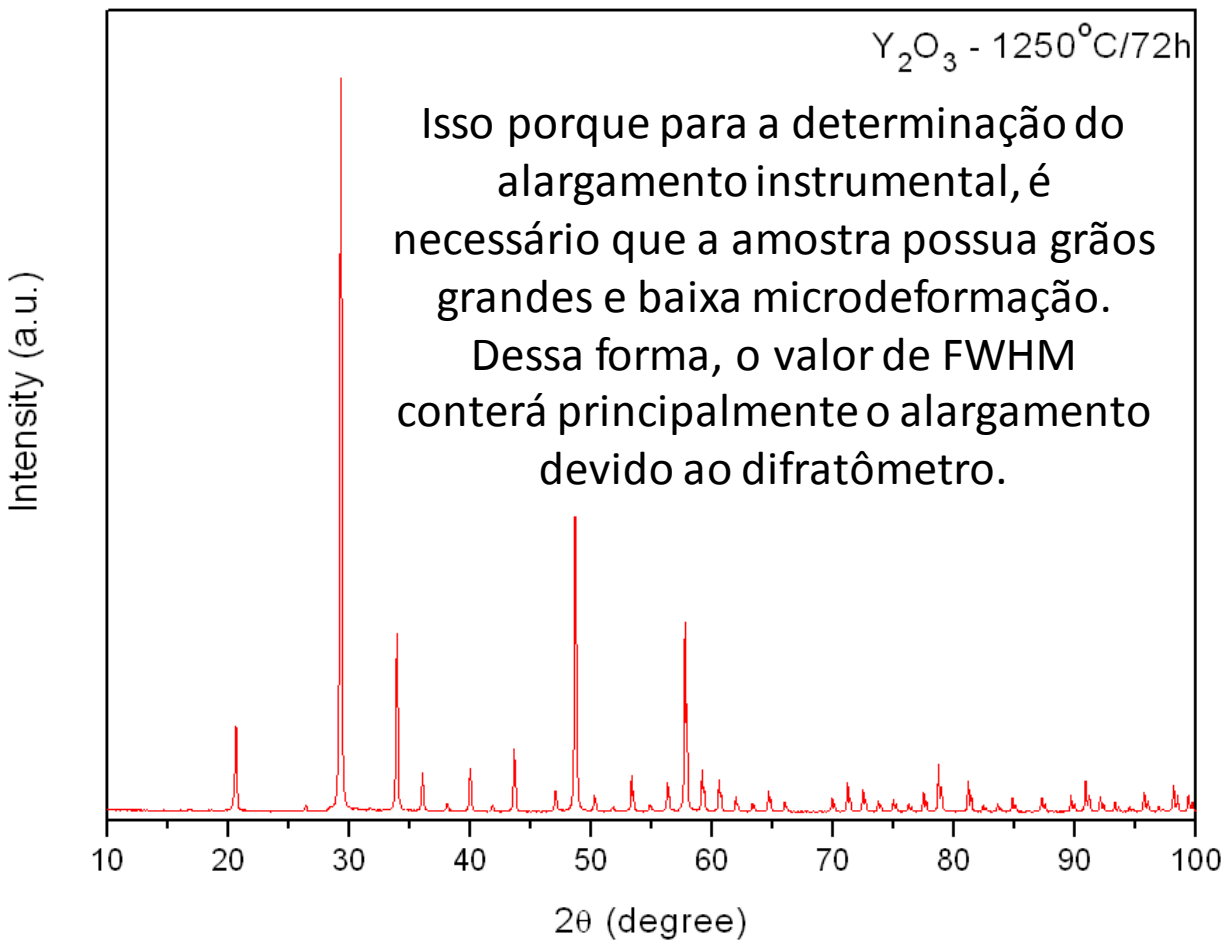


Refine o parâmetro de microdeformação GU.





Para ser um padrão, a amostra Y_2O_3 foi tratada em um forno tubular em 1250 °C por 72 horas.



E dessa forma não refinaremos os termos Shkl.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expedt genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

h#	type	bank	ang/wave
1	XC	1	1.54050

Hist 1 -- Phase 1 (type 4)

Damping 0 Peak cutoff 1.000E-004 Change Type

GU	<input checked="" type="checkbox"/>	0.168175E+01	GV	<input checked="" type="checkbox"/>	-0.527834E+01	GW	<input checked="" type="checkbox"/>	0.222691E+02
GP	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	LX	<input type="checkbox"/>	0.341496E+01	ptec	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00
trns	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	shft	<input checked="" type="checkbox"/>	-0.132856E+02	sfec	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00
S/L	<input type="checkbox"/>	0.309200E-01	H/L	<input type="checkbox"/>	0.356700E-01	eta	<input type="checkbox"/>	0.750000E+00
S400	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	S220	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00			



XRD 1



XRD 2



Search Match



X'Pert HighScore



EXPGUI



PC-GSAS



FullProf



Topas



Diamond



DRAWxtl



FPrime



OriginPro 8



Delphi 3

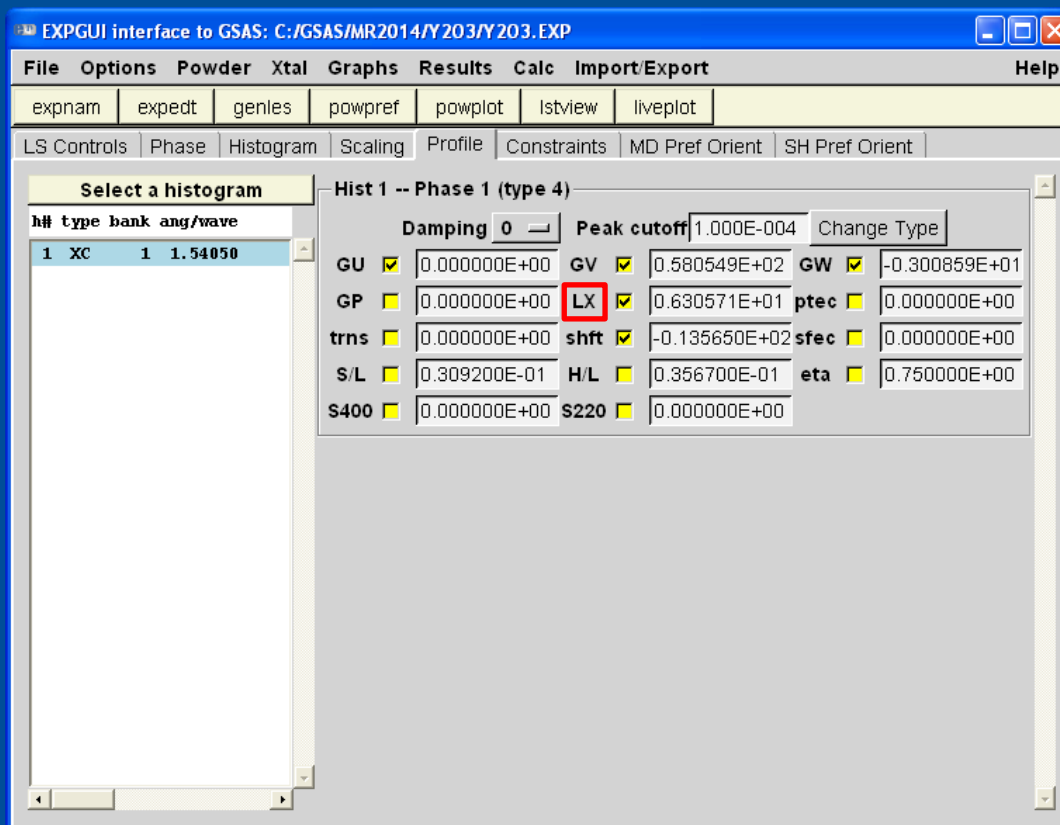


Lazarus

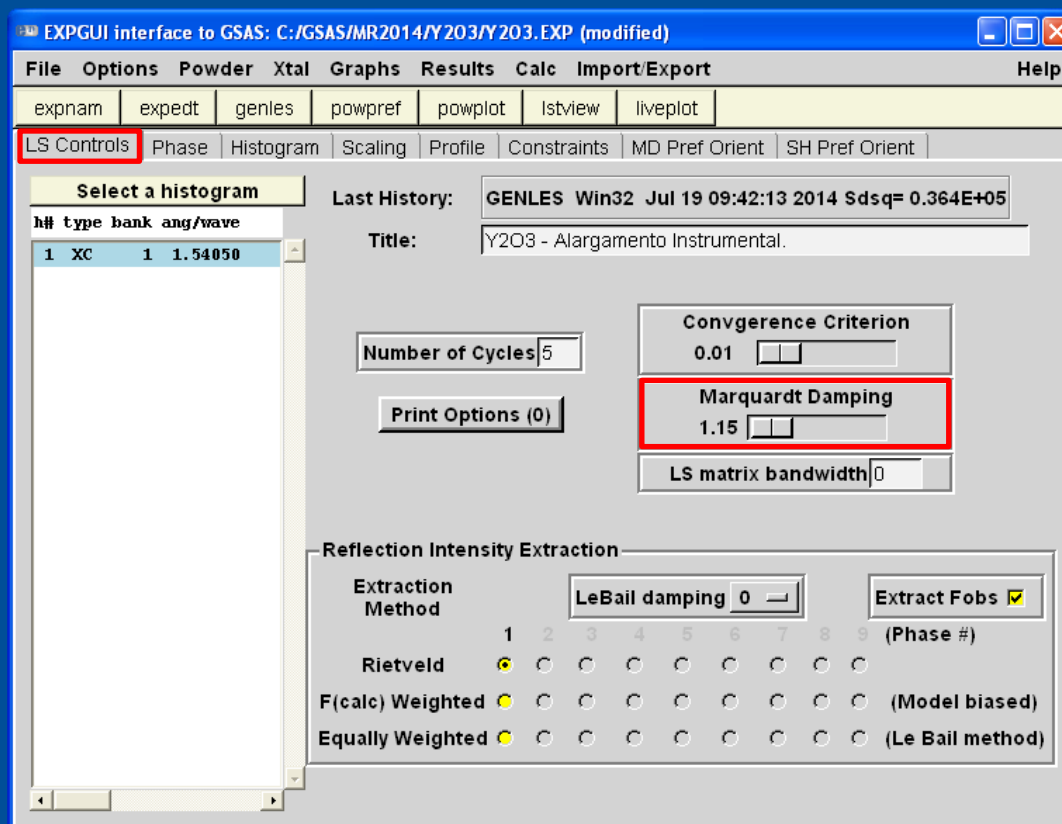


Free Pascal IDE

Refine o tamanho de cristalito isotrópico. Em seguida vamos refinar S/L e H/L.
Esses parâmetros podem divergir, e dessa forma vamos refinar um por vez.
Mas antes, clique em LS Controls.



Em todas as abas será encontrado o termo Damping. O mesmo poderá ser utilizado para evitar que o refinamento de um certo parâmetro cause a divergência. No caso de S/L e H/L podemos utilizar o Marquardt Damping.



Refine o S/L.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expdt genles powpref powplot lsviwe liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

h#	type	bank	ang/wave
1	XC	1	1.54050

Hist 1 -- Phase 1 (type 4)

Damping 0 Peak cutoff 1.000E-004 Change Type

GU	<input checked="" type="checkbox"/>	0.000000E+00	GV	<input checked="" type="checkbox"/>	0.181533E+02	GW	<input checked="" type="checkbox"/>	0.323786E+01
GP	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	LX	<input checked="" type="checkbox"/>	0.577033E+01	ptec	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00
trns	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	shft	<input checked="" type="checkbox"/>	-0.138466E+02	sfec	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00
S/L	<input checked="" type="checkbox"/>	0.344523E-01	H/L	<input type="checkbox"/>	0.356700E-01	eta	<input type="checkbox"/>	0.750000E+00
S400	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	S220	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00			



XRD 1



XRD 2



Search Match



X'Pert HighScore



EXPGUI



PC-GSAS



FullProf



Topas



Diamond



DRAWxtl



FPrime



OriginPro 8



Delphi 3



Lazarus



Free Pascal IDE

Refine o H/L.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expedt genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

h#	type	bank	ang/wave
1	XC	1	1.54050

Hist 1 -- Phase 1 (type 4)

Damping 0 Peak cutoff 1.000E-004 Change Type

GU	<input checked="" type="checkbox"/>	0.000000E+00	GV	<input checked="" type="checkbox"/>	0.109873E+02	GW	<input checked="" type="checkbox"/>	0.532829E+01
GP	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	LX	<input checked="" type="checkbox"/>	0.568125E+01	ptec	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00
trns	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	shft	<input checked="" type="checkbox"/>	-0.138582E+02	sfec	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00
S/L	<input type="checkbox"/>	0.344523E-01	H/L	<input checked="" type="checkbox"/>	0.356357E-01	eta	<input type="checkbox"/>	0.750000E+00
S400	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	S220	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00			



XRD 1



XRD 2



Search Match



X'Pert HighScore



EXPGUI



PC-GSAS



FullProf



Topas



Diamond



DRAWxtl



FPrime



OriginPro 8



Delphi 3

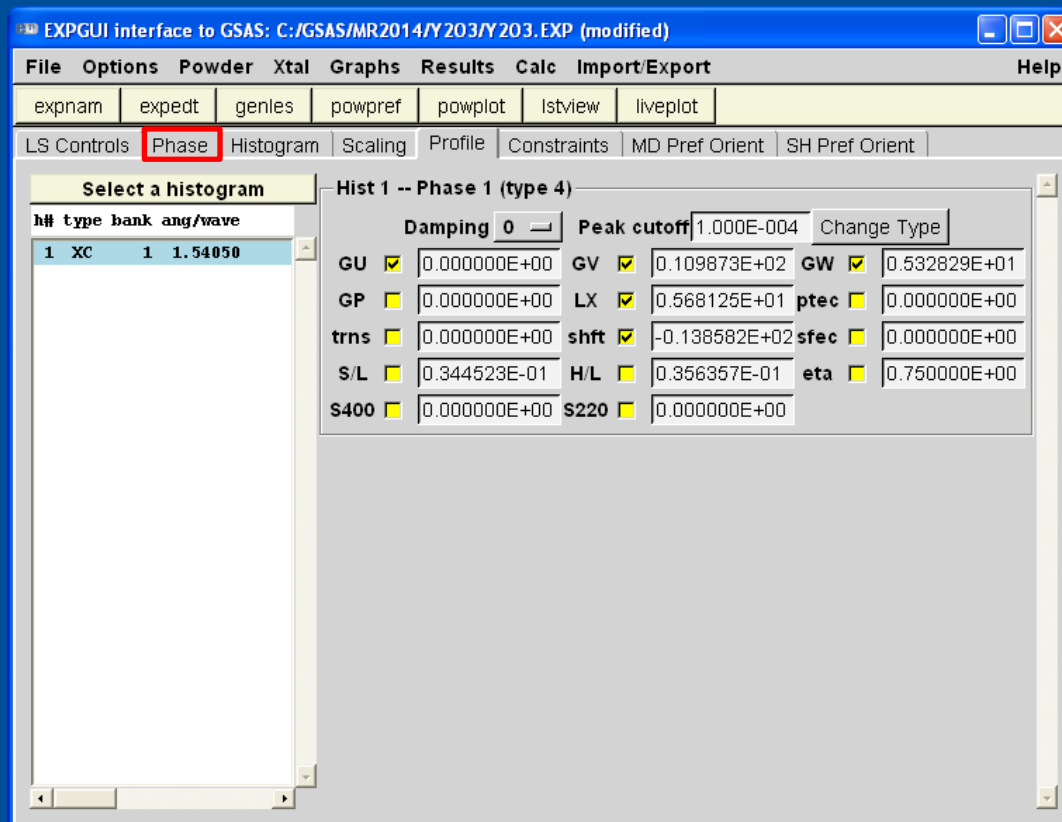


Lazarus



Free Pascal IDE

Clique na aba Phase.



XRD 1



XRD 2



Search Match



X'Pert HighScore



EXPGUI



PC-GSAS



FullProf



Topas



Diamond



DRAWxtl



FPrime



OriginPro 8



Delphi 3



Lazarus



Free Pascal IDE

Selecione os 3 átomos e marque X para refinar as posições cristalográficas.
 Note que o átomo Y2 está em posição preferencial, e dessa forma seus valores
 não serão alterados.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expedt genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Phase: 1 Replace title: from C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.cif

Add Phase

a 10.604196 b 10.604196 c 10.604196 Edit Refine Cell ☒

α 90.0000 β 90.0000 γ 90.0000 Cell damping 0

* name	type	ref/damp	fractional coordinates			Mult	Occupancy	Uiso
1 Y1	Y+3	X0 0 0	0.968130	0.000000	0.250000	24	1.0000	0.02500
2 Y2	Y+3	X0 0 0	0.250000	0.250000	0.250000	8	1.0000	0.02500
3 O1	O-2	X0 0 0	0.392740	0.152035	0.379817	48	1.0000	0.02500

Add New Atoms

☒ ☐ U ☐ F

Y1 0.967420 0.000000 0.250000 1.000000

0.025000

Xform Atoms



Selecione os 3 átomos e marque U para refinar os parâmetros de deslocamento atômicos. Utilize Damping 5 e fique e observe os valores apresentados. Note que é possível que sejam obtidos valores negativos, o que nesse caso, não haveria sentido físico. Sempre confira os valores calculados.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

explan expedit genles powpref powplot lview liveplot

LS Controls Phase **Histogram** Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Phase: 1 Replace title: from C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.cif

Add Phase a 10.604494 b 10.604494 c 10.604494 Edit Refine Cell ☒
 α 90.0000 β 90.0000 γ 90.0000 Cell damping 0

* name	type	ref/damp	fractional coordinates	Mult	Occupancy	Uiso
1 Y1	Y+3	X0 U5 0	0.967506 0.000000 0.250000	24	1.0000	0.00468
2 Y2	Y+3	X0 U5 0	0.250000 0.250000 0.250000	8	1.0000	0.00554
3 O1	O-2	X0 U5 0	0.391466 0.150668 0.381377	48	1.0000	0.01297

☐ X ☒ U ☐ F 0 5 0 Xform Atoms

Y1 0.967420 0.000000 0.250000 1.000000
 0.025000

Clique em Histogram.

Refine a razão $K_{\alpha 1}/K_{\alpha 2}$.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

exnam expdt genles powpref powplot lsviw liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

h#	type	bank	ang/wave	tit
1	XC	1	1.54050	

Background

Function type 1 (6 terms) Edit Background

Refine background ☒ Damping 0

Diffractometer Constants

wavelengths 1.5405000 1.5443000

Refine ratio ☒ Ratio 0.48860 Damping 0

Refine zero ☐ Zero 0.00000

Refine POLA ☐ POLA 0.50000 IPOLA 0

Absorption/Reflectivity Correction

Refine Abs./Refl. ☐ Damping 0 Edit Abs./Refl.

Add New Histogram Set Data Limits & Excluded Regions Set Histogram Use Flags



Refine o fator de polarização.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expdet genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Select a histogram

h#	type	bank	ang/wave	tit
1	XC	1	1.54050	

Background

Function type 1 (6 terms) Edit Background

Refine background ☒ Damping 0

Diffractometer Constants

wavelengths 1.5405000 1.5443000

Refine ratio ☒ Ratio 0.49592 Damping 0

Refine zero ☐ Zero 0.00000

Refine POLA ☒ POLA 0.48848 IPOLA 0

Absorption/Reflectivity Correction

Refine Abs./Refl. ☐ Damping 0 Edit Abs./Refl.

Add New Histogram Set Data Limits & Excluded Regions Set Histogram Use Flags



Confira os dados da fase.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expedt genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

Phase: 1 Replace title: from C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.cif

Add Phase

a 10.604523 b 10.604523 c 10.604523 Edit Cell Refine Cell ☒

α 90.0000 β 90.0000 γ 90.0000 Cell damping 0

* name	type	ref/damp	fractional coordinates			Mult	Occupancy	Uiso
1 Y1	Y+3	X0 U5 0	0.967507	0.000000	0.250000	24	1.0000	0.00324
2 Y2	Y+3	X0 U5 0	0.250000	0.250000	0.250000	8	1.0000	0.00435
3 O1	O-2	X0 U5 0	0.391469	0.150660	0.381378	48	1.0000	0.01178

Add New Atoms

☐ X ☐ U ☐ F 0 5 0 Xform Atoms

Y1 0.967420 0.000000 0.250000 1.000000

0.025000



XRD 1



XRD 2



Search Match



X'Pert HighScore



EXPGUI



PC-GSAS



FullProf



Topas



Diamond



DRAWxtl



FPrime



OriginPro 8



Delphi 3



Lazarus



Free Pascal IDE

Confira os dados de perfil.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expedt genles powpref powplot lstview liveplot

LS Controls Phase Histogram Scaling Profile Constraints MD Pref Orient SH Pref Orient

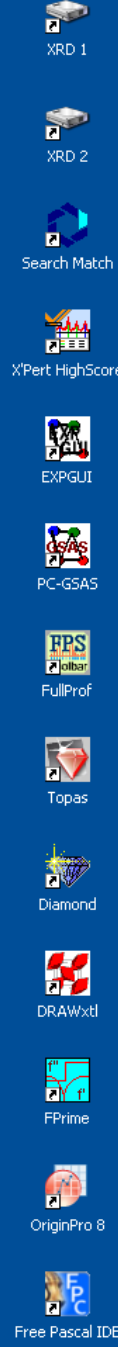
Select a histogram

h#	type	bank	ang/wave
1	XC	1	1.54050

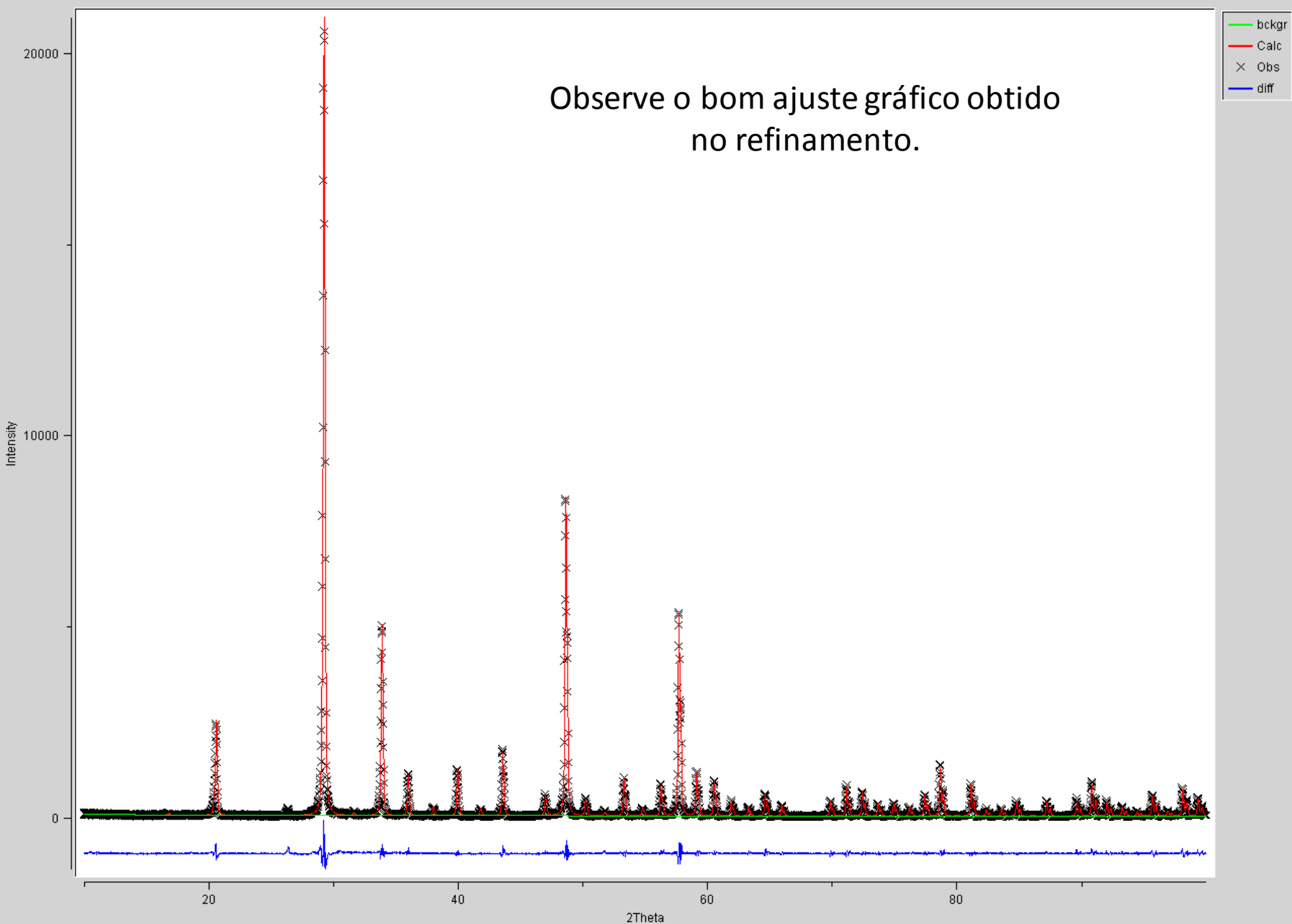
Hist 1 -- Phase 1 (type 4)

Damping 0 Peak cutoff 1.000E-004 Change Type

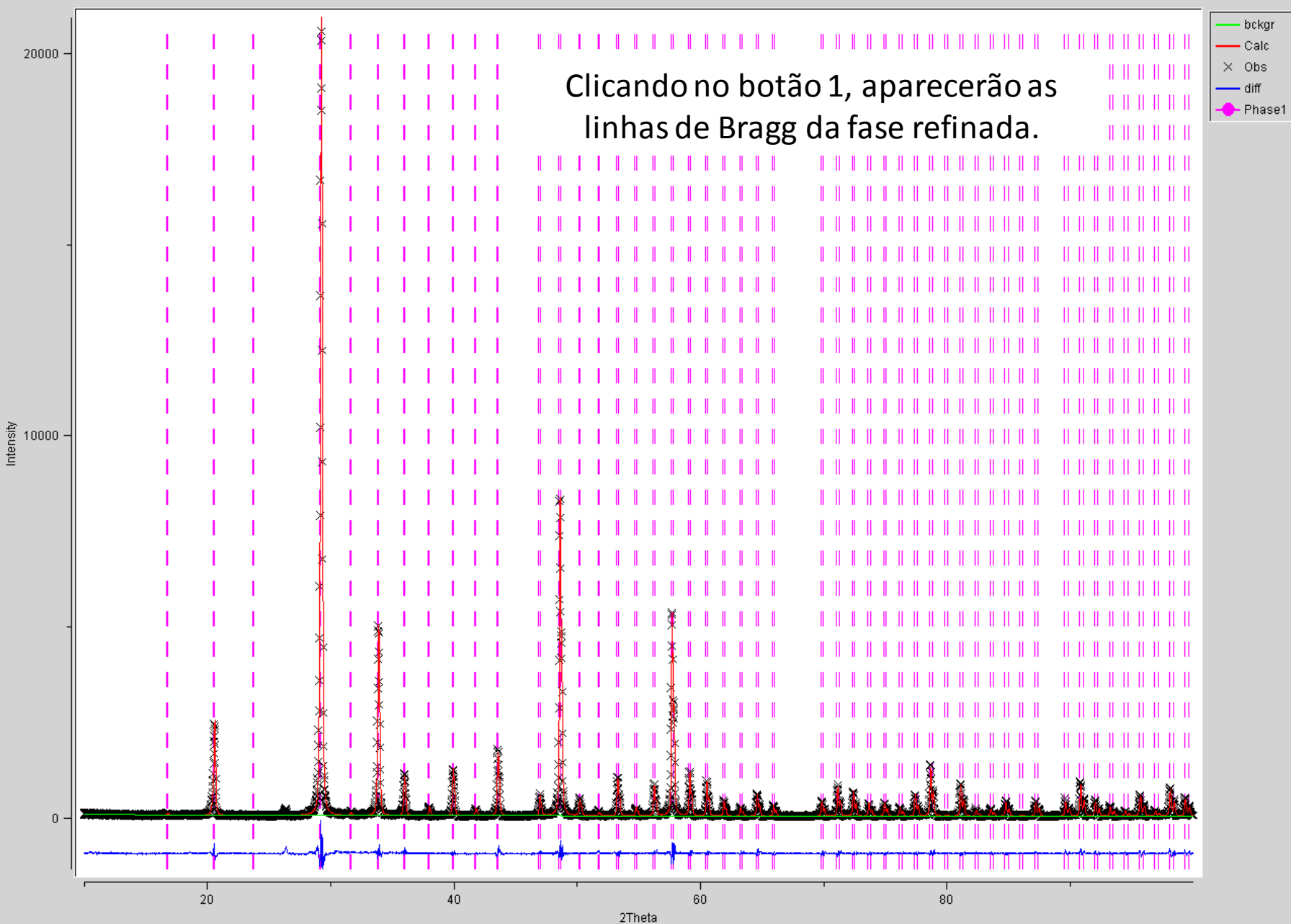
GU	<input checked="" type="checkbox"/>	0.000000E+00	GV	<input checked="" type="checkbox"/>	0.162719E+02	GW	<input checked="" type="checkbox"/>	0.879980E+00
GP	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	LX	<input checked="" type="checkbox"/>	0.620661E+01	ptec	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00
trns	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	shft	<input checked="" type="checkbox"/>	-0.140851E+02	sfec	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00
S/L	<input type="checkbox"/>	0.344523E-01	H/L	<input type="checkbox"/>	0.356357E-01	eta	<input type="checkbox"/>	0.750000E+00
S400	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00	S220	<input type="checkbox"/>	0.000000E+00			



Y203 cycle 61 Hist 1



Y203 cycle 61 Hist 1



Liveplot HKL Labels

Phase	hkl	Position
1	222	29.1458454
1	222	29.2193375

Y203 cycle 61 Hist 1

Intensity

10000

0

20

40

2Theta

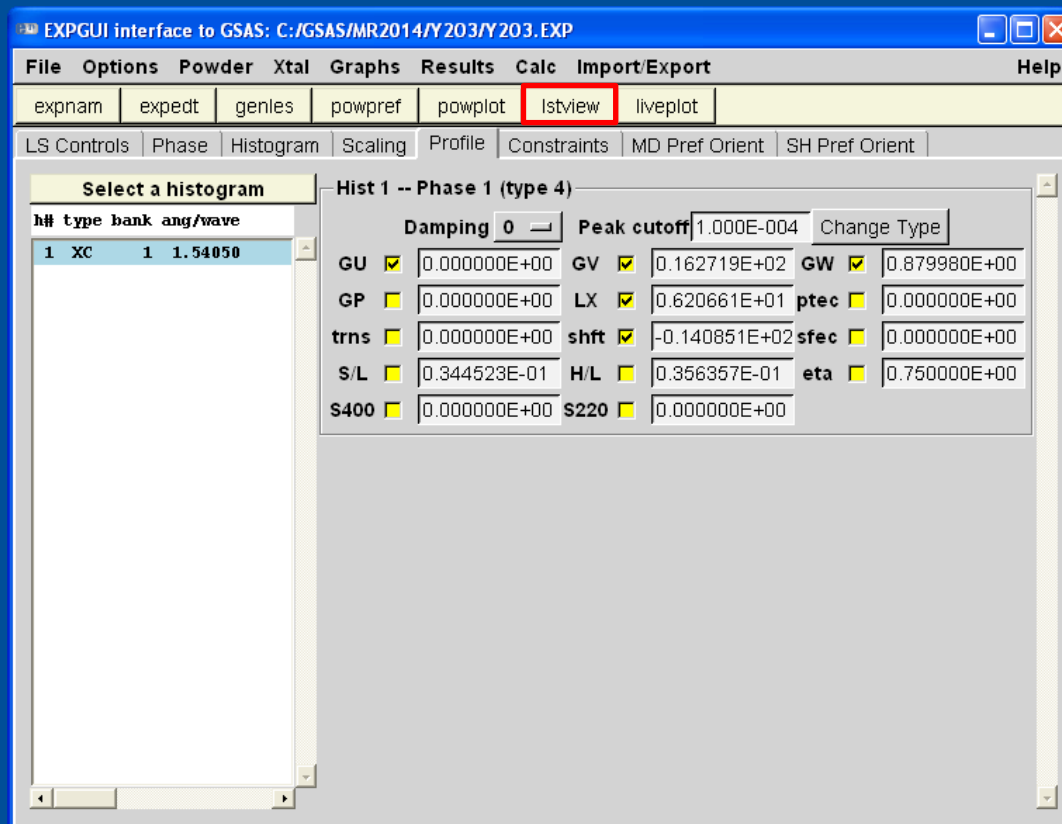
60

80

Segurando o botão Shift e clicando com o mouse sobre uma das linhas de Bragg irá aparecer o plano responsável pela reflexão e sua posição.

— bckgr
— Calc
× Obs
— diff
● Phase1

Clique em Lstview para conferir os indicadores estatísticos...



... e veja que o refinamento foi bem sucedido.

```
View Y203.LST

File Edit Go To Options Font: Courier Help

Restraint data statistics:
No restraints used

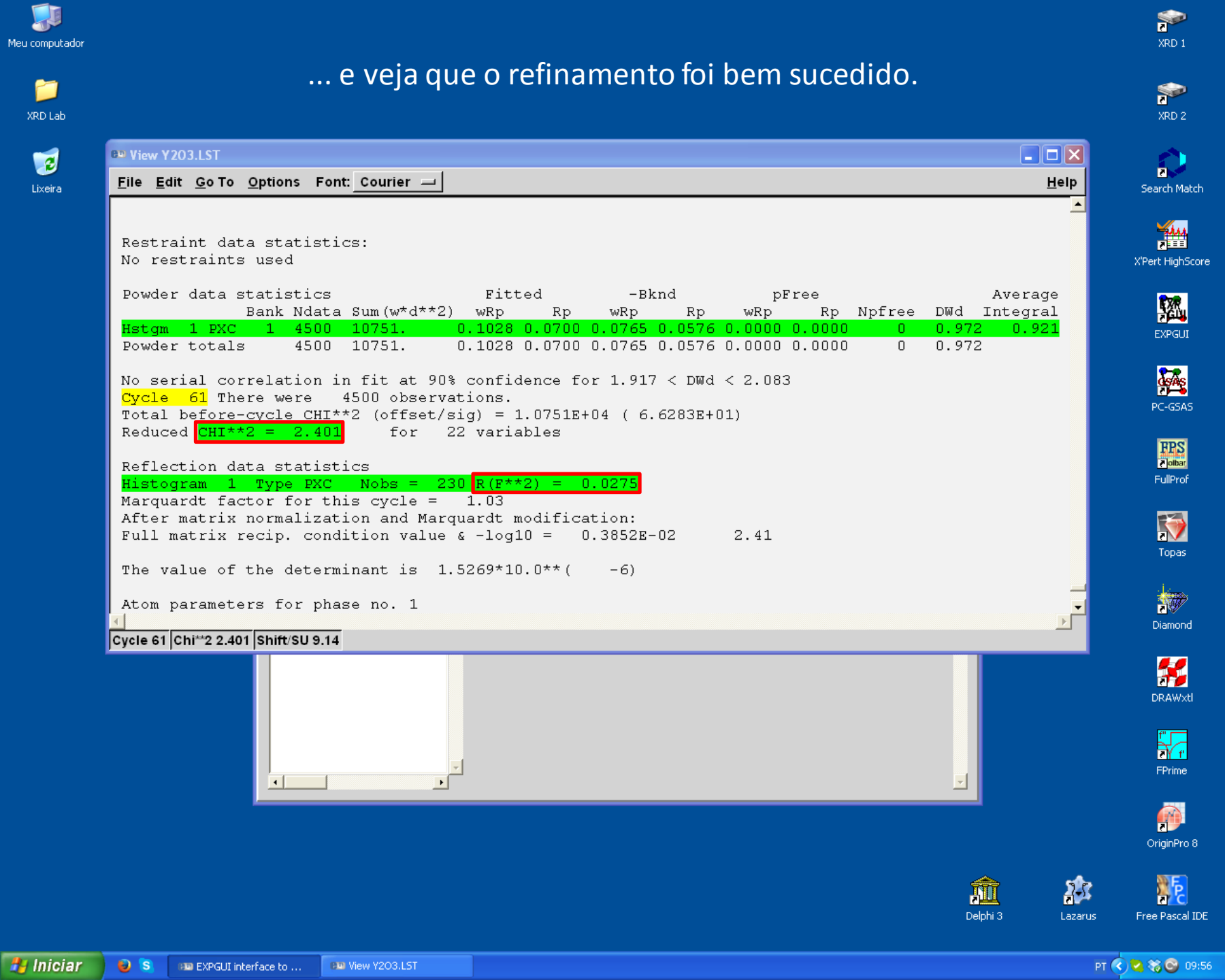
Powder data statistics
Bank Ndata Sum(w*d**2) Fitted -Bknd pFree Average
wRp Rp wRp Rp wRp Rp Npfree Dwd Integral
Hstgm 1 PXC 1 4500 10751. 0.1028 0.0700 0.0765 0.0576 0.0000 0.0000 0 0.972 0.921
Powder totals 4500 10751. 0.1028 0.0700 0.0765 0.0576 0.0000 0.0000 0 0.972

No serial correlation in fit at 90% confidence for 1.917 < Dwd < 2.083
Cycle 61 There were 4500 observations.
Total before-cycle CHI**2 (offset/sig) = 1.0751E+04 ( 6.6283E+01)
Reduced CHI**2 = 2.401 for 22 variables

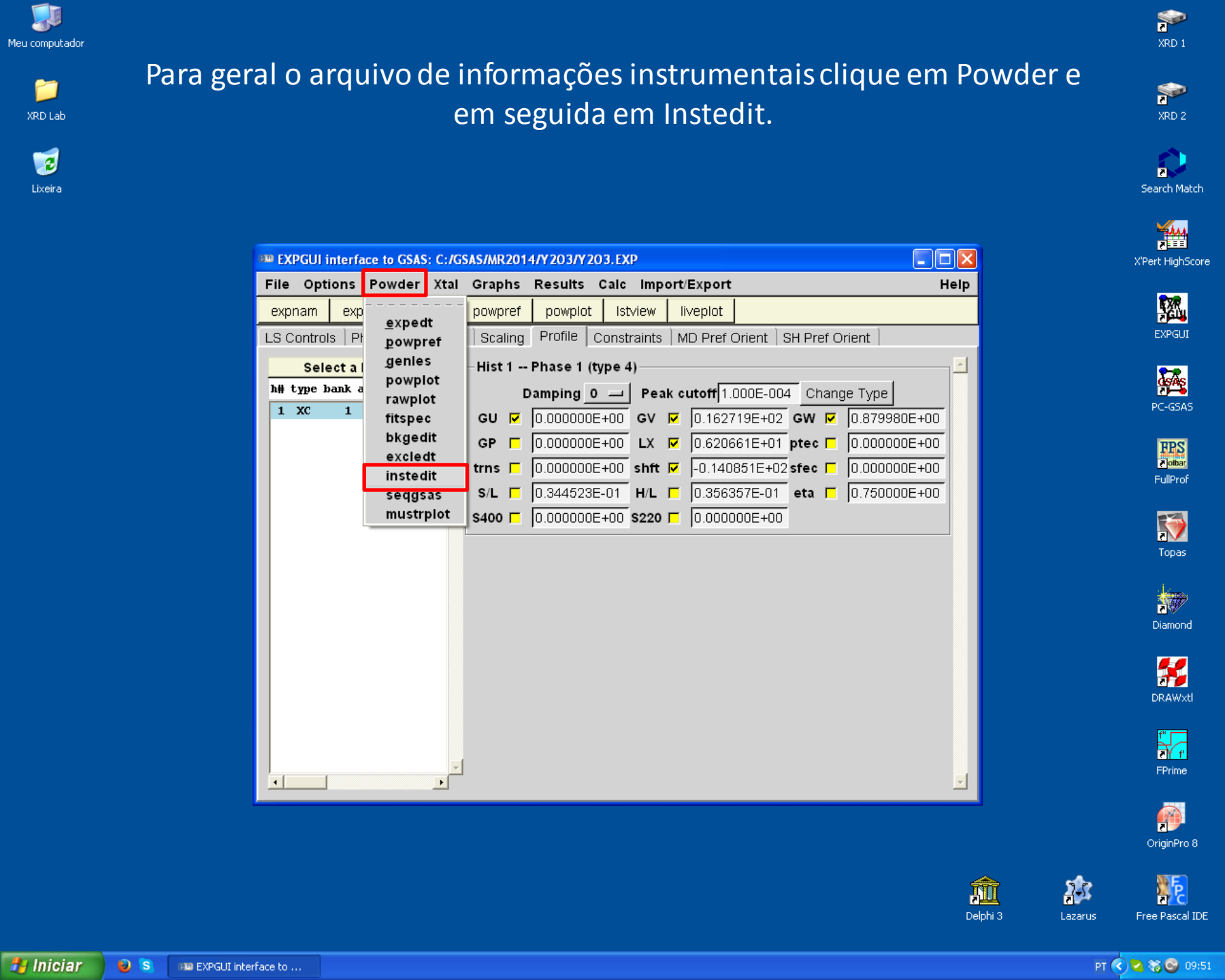
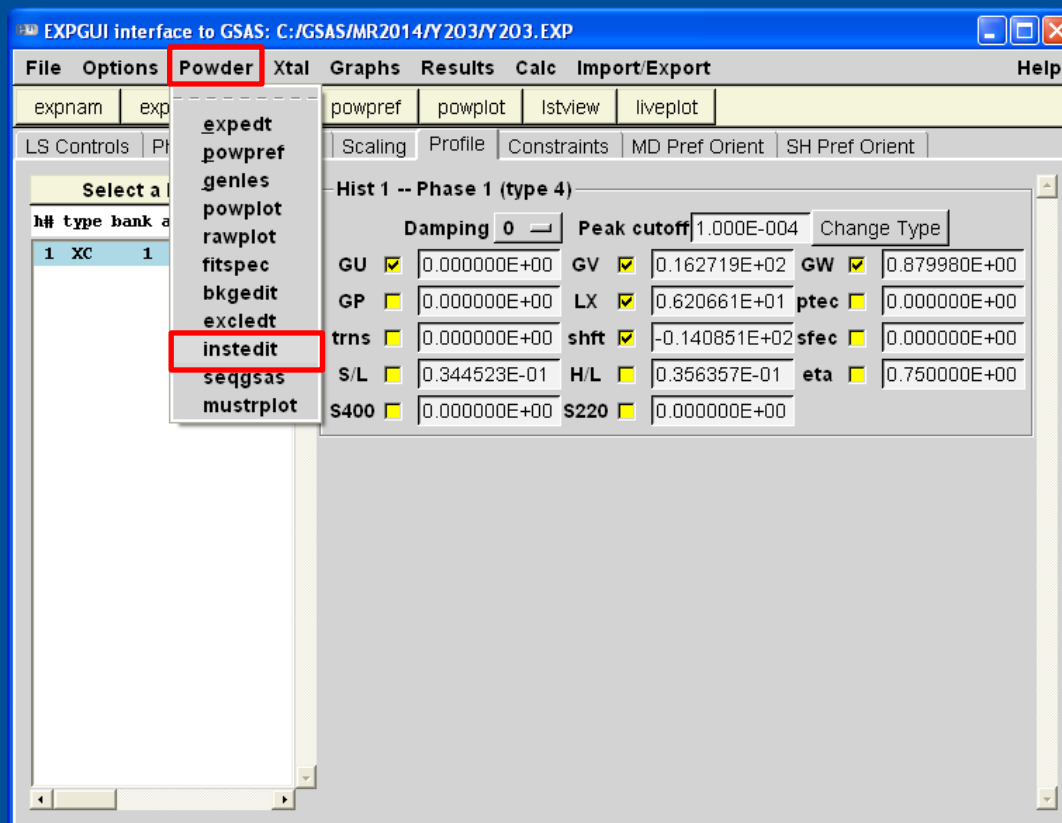
Reflection data statistics
Histogram 1 Type PXC Nobs = 230 R(F**2) = 0.0275
Marquardt factor for this cycle = 1.03
After matrix normalization and Marquardt modification:
Full matrix recip. condition value & -log10 = 0.3852E-02 2.41

The value of the determinant is 1.5269*10.0**( -6)

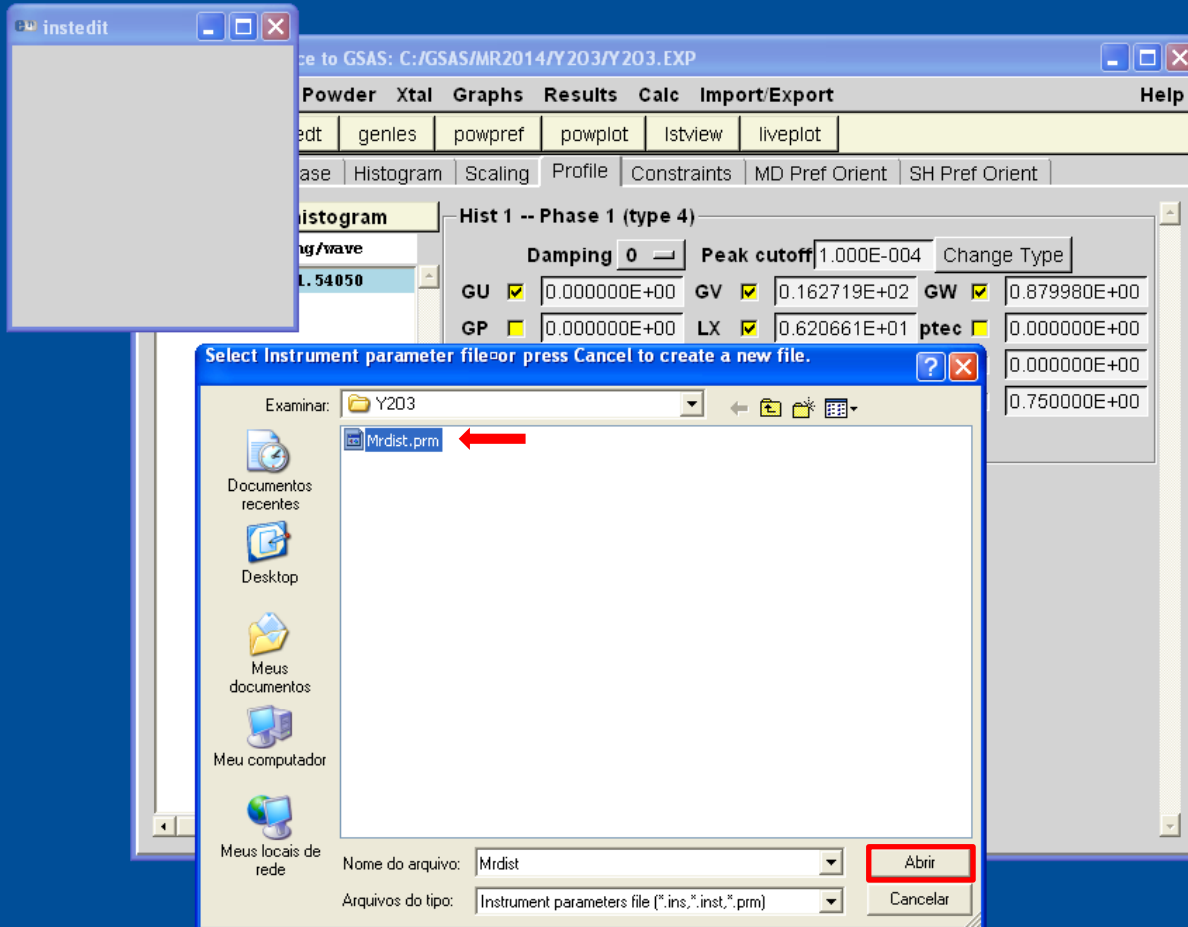
Atom parameters for phase no. 1
Cycle 61 | Chi**2 2.401 | Shift/SU 9.14
```



Para geral o arquivo de informações instrumentais clique em Powder e em seguida em Instedit.



Abra o arquivo base Mrdist.prm.



Clique em Import Profile.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

exonam expedit genles poworef powplot lview liveplot

Editing instrument parameter file C:/GSAS/MR2014/Y203/Mrdist.prm

Select bank: 1 Add bank Data type: CW X-ray Save Save as Close

Bank #1

Title: DUMMY INCIDENT SPECTRUM FOR X-RAY DIFFRACTOMETER

Instrument name:

Radiation type: Cu Monochromatic Dual Wavelength: Primary Secondary ratio
1.54056 1.54439 0.50000

Zero Correction: 0.0

Polarization Correction: ☒ Diffracted Beam ☐ Incident Beam ☐ None Polarization Fraction: 0.50000

Select profile: 1 2 3 Add profile Import profile

Profile type	2	Peak cutoff	0.01				
GU	2.000000E+00	GV	-2.000000E+00	GW	5.000000E+00	LX	0.100000E+01
LY	0.100000E+01	trns	0.000000E+00	asym	0.0	shft	0.0
GP	0.0	stec	0.0	ptec	0.0	sfec	0.0
L11	0.0	L22	0.0	L33	0.0	L12	0.0
L13	0.0	L23	0.0				



XRD 1



XRD 2



Search Match



X'Pert HighScore



EXPGUI



PC-GSAS



FullProf



Topas



Diamond



DRAWxtl



FPrime



OriginPro 8



Delphi 3

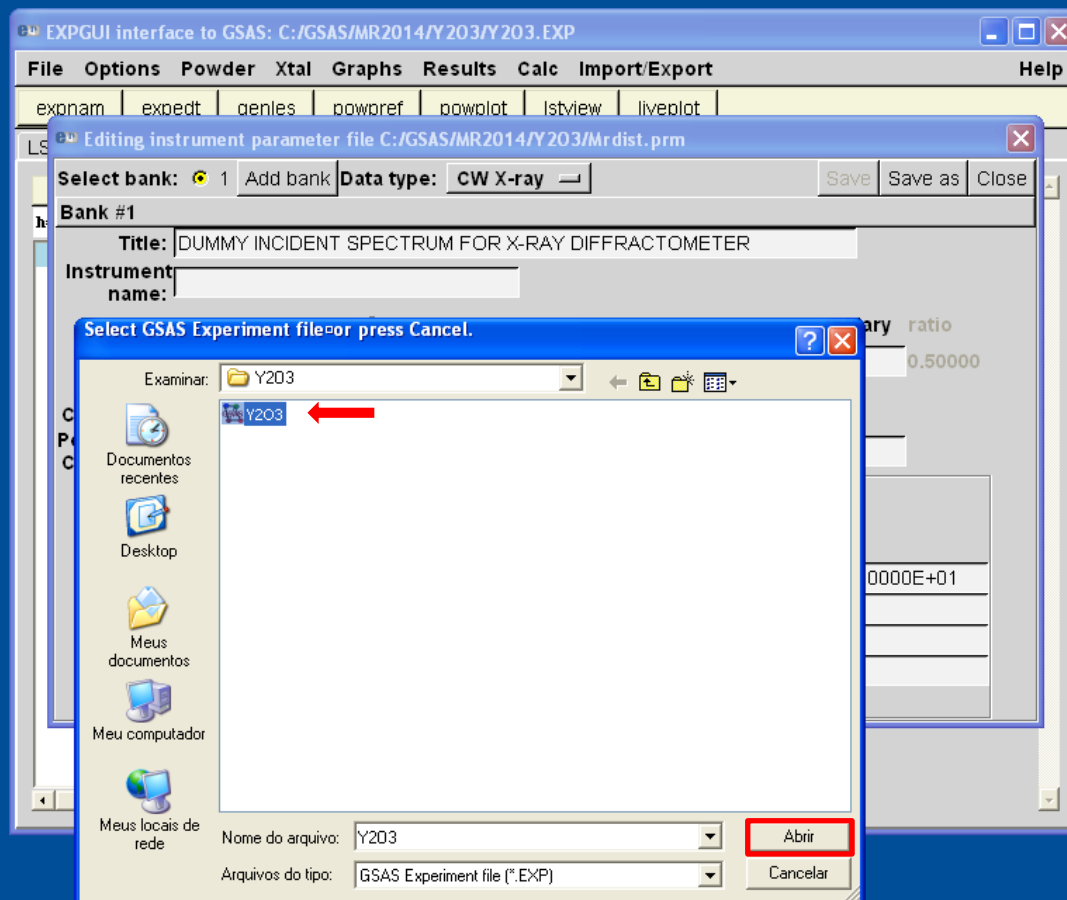


Lazarus

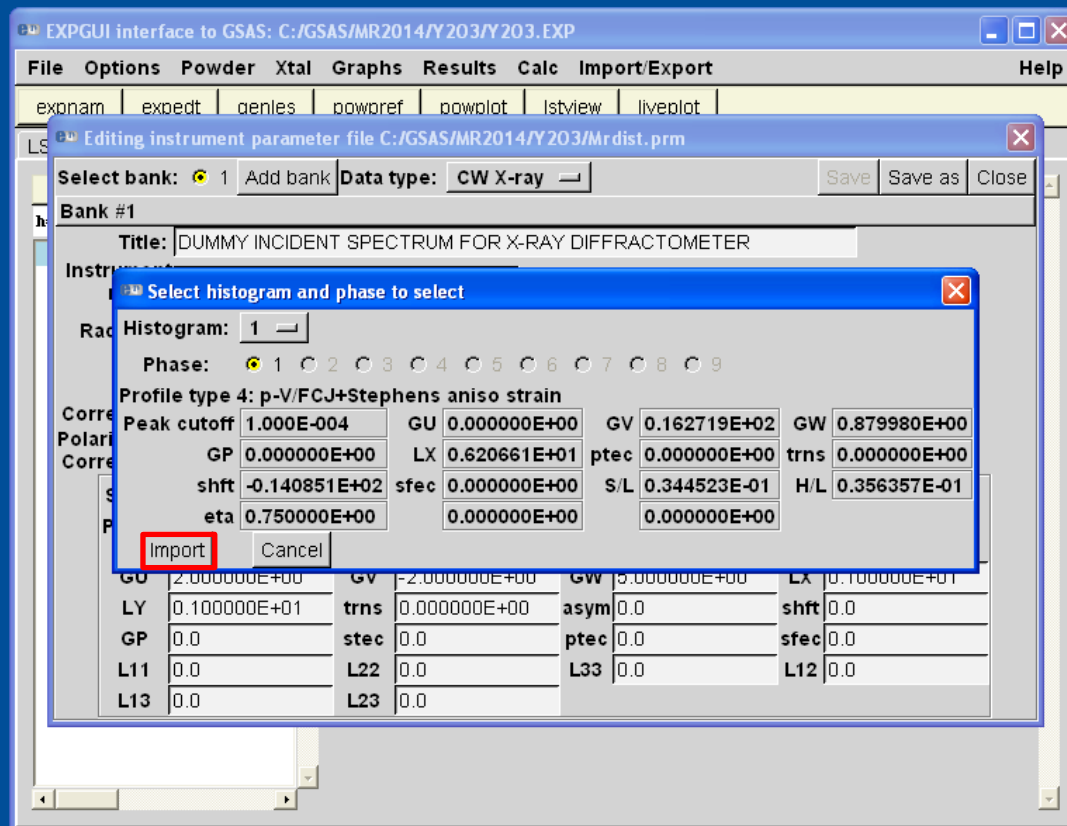


Free Pascal IDE

Carregue o arquivo contendo os dados do refinamento.



Importe os dados de perfil.



Preencha com o nome do difratômetro utilizado, e zere o valor de Shft uma
uma vez que o mesmo é dependente do preparo da amostra para a análise.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y203/Y203.EXP

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

expnam expedt genles powref powplot lview liveplot

Editing instrument parameter file C:/GSAS/MR2014/Y203/Mrdist.prm

Select bank: 1 Add bank Data type: CW X-ray Save Save as Close

Bank #1

Title: DUMMY INCIDENT SPECTRUM FOR X-RAY DIFFRACTOMETER

Instrument name: Rigaku

Radiation type: Cu Monochromatic Dual Wavelength: Primary Secondary ratio
1.54056 1.54439 0.50000

Zero Correction: 0.0

Polarization Correction: Diffracted Beam Incident Beam None Polarization Fraction: 0.50000

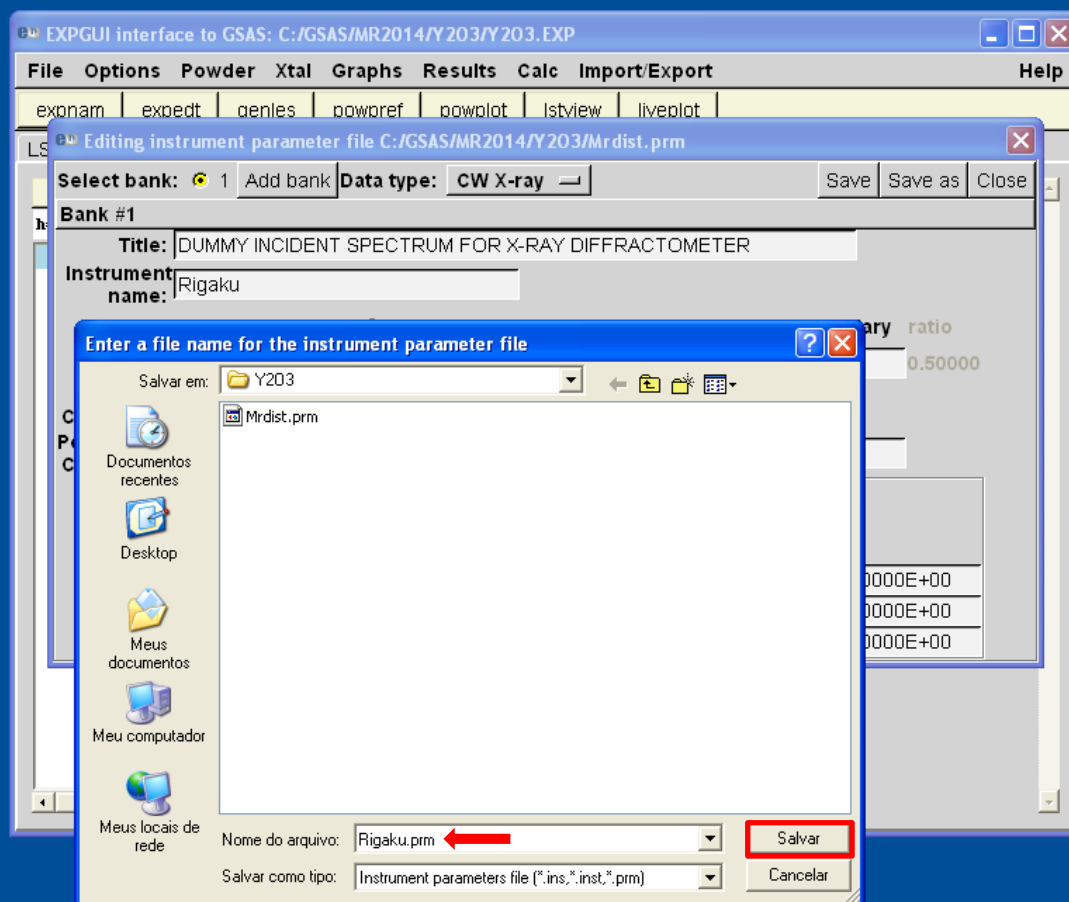
Select profile: 1 2 3 Add profile Import profile

Profile type: 4 Peak cutoff: 1.000E-004

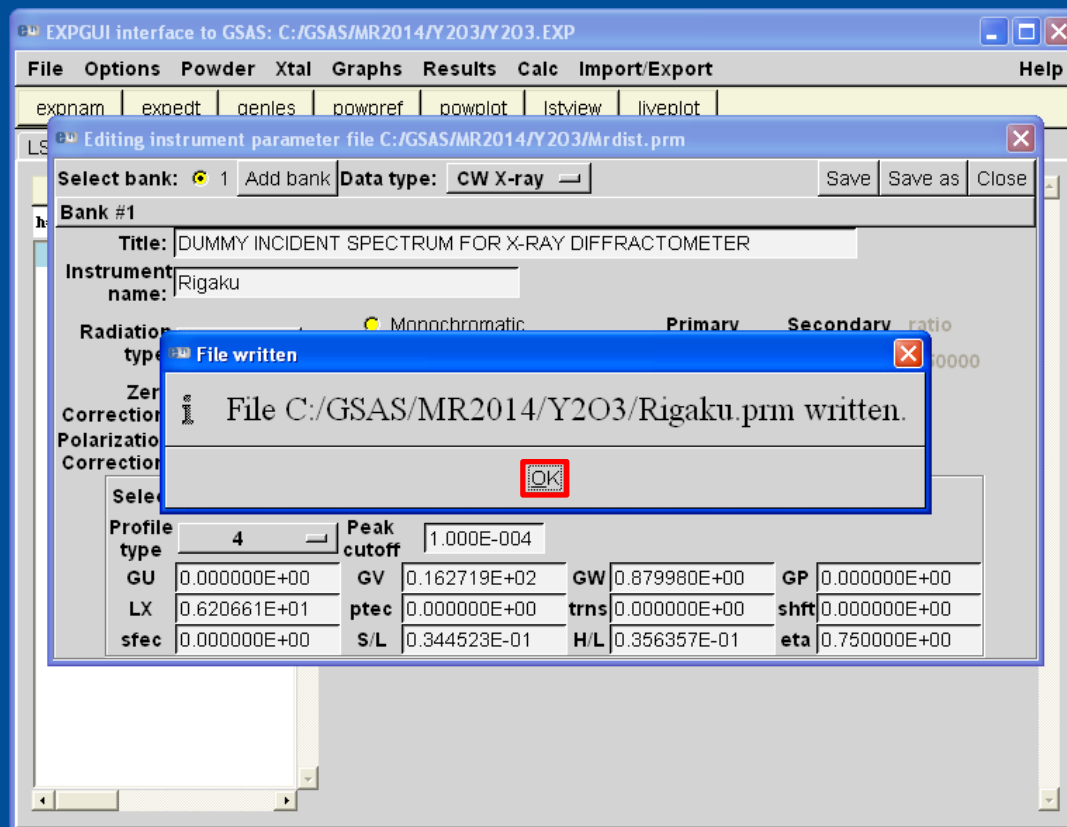
GU	0.000000E+00	GV	0.162719E+02	GW	0.879980E+00	GP	0.000000E+00
LX	0.620661E+01	ptec	0.000000E+00	trns	0.000000E+00	shft	0.000000E+00
sfec	0.000000E+00	S/L	0.344523E-01	H/L	0.356357E-01	eta	0.750000E+00

Clique em Save as.

Salve o novo arquivo contendo os dados de alargamento instrumentais para o difratômetro utilizado. Não esqueça de adicionar ao nome do arquivo a extensão .prm.



Clique em OK.



Feche a caixa de edição dos parâmetros de perfil e o procedimento estará acabado.

EXPGUI interface to GSAS: C:/GSAS/MR2014/Y 203/Y 203.EXP

File Options Powder Xtal Graphs Results Calc Import/Export Help

exonam expedit genles powref powplot lview liveplot

Editing instrument parameter file C:/GSAS/MR2014/Y 203/Rigaku.prm

Select bank: 1 Add bank Data type: CW X-ray Save Save as Close

Bank #1

Title: DUMMY INCIDENT SPECTRUM FOR X-RAY DIFFRACTOMETER

Instrument name: Rigaku

Radiation type: Cu Monochromatic Dual Wavelength: Primary Secondary ratio
1.54056 1.54439 0.50000

Zero Correction: 0.0

Polarization Correction: ☒ Diffracted Beam ☐ Incident Beam ☐ None Polarization Fraction: 0.50000

Select profile: 1 2 3 Add profile Import profile

Profile type: 4 Peak cutoff: 1.000E-004

GU	0.000000E+00	GV	0.162719E+02	GW	0.879980E+00	GP	0.000000E+00
LX	0.620661E+01	ptec	0.000000E+00	trns	0.000000E+00	shft	0.000000E+00
sfec	0.000000E+00	S/L	0.344523E-01	H/L	0.356357E-01	eta	0.750000E+00

