

Programa Científico

Workshop para operadores DRX de polvo:

Preparación de muestras, medición y procesamiento de datos.

Lunes 8 de Abril

9:00 a 10:45 hs (Teoría): Introducción a la cristalografía y a los métodos de difracción de polvo: propiedades de los rayos X, producción de rayos X, detectores. Introducción a la difracción de rayos X de polvo. Instrumentación: geometrías, filtros y monocromadores, fuentes de error instrumental. Difracción de rayos X y su utilidad como técnica analítica.

Docentes: D. Lamas

11:00 a 12:45 hs (Teoría): Simetría cristalográfica: introducción a las redes, vectores translación, parámetros de red, celdas elementales, coordenadas atómicas. Planos cristalinos, índices de Miller, direcciones, familias de planos y espaciado interplanar. Elementos de simetría. Redes de Bravais, sistemas cristalinos, grupos espaciales, tablas cristalográficas, unidad asimétrica

Docentes: S. Suarez, F. Di Salvo

14:00 a 15:30 hs (Teoría): Generación RX, tipos de tubos. Difracción y Red recíproca

Docentes: S. Suarez, F. Di Salvo

15:45 a 17:00 hs (Práctica): Tipos de muestra, preparación de muestra, portamuestras, técnicas (polvos (bulk) transmisión (capilares) y reflexión (flat-plate), spinners.

Docentes: G. Cozzi, S. Conconi

Martes 9 de Abril

11:00 a 12:45 hs (Práctica): Fuentes de errores, cantidad de cristallitos contribuyendo al proceso de difracción, orientación aleatoria y preferencial. Preparación de muestras en el laboratorio.

Docentes: G. Cozzi

14:00 a 15:30 hs (Teoría): Factor de forma atómico, factor de estructura. El problema de las fases: relación entre factor de estructura e intensidad, relación entre fases y coordenadas atómicas, cálculo de densidad electrónica. Factores que afectan la intensidad.

Docentes: D. Lamas

14 a 17 hs (Práctica): Colección de datos: estrategias, barrido continuo, y por pasos (tiempo de conteo y ancho de paso), observaciones independientes. Ejemplos de condiciones experimentales. Análisis de difractogramas, modelado del perfil, determinación de sus características más relevantes: radiación de fondo, posición de los máximos de difracción, intensidades relativas y anchura de los máximos. Factores que afectan las determinaciones: alineación, divergencia axial, transparencia de la muestra. Extracción de distancias interplanares a partir de los datos.

Docentes: D. Lamas, S. Pagola

17:15 a 20 hs (Teoría): Curso Radiofísica Sanitaria Parte 1. Capacitar en lo referente a los conceptos básicos de Radioprotección. Conocer los fenómenos físicos y biológicos de las Radiaciones ionizantes. Comprender las características de los rayos x, los blindajes y la dosimetría. Cumplir los requisitos previstos en la Ley 17557.

Docentes: Lic. Alejandro La Pasta – Secretaría de Salud de la Nación.

Miércoles 10 de Abril

11:00 a 12:45 hs (Teoría): Indexación de patrones de difracción de polvo. Relaciones básicas, formas cuadráticas. El problema de indexar, figuras de mérito, indexado manual. Errores en las mediciones. Alternativas de uso de diversos programas. Cuadrados mínimos aplicados al refinamiento de los parámetros de celda. Ejemplos de indexado.

Docentes: S. Pagola

14:00 a 15:30 hs (Práctica): División en 3 grupos: **1)** Colección de datos. Geometría de Bragg-Brentano. Parámetros de la colección de datos. Precauciones para evitar aberraciones y datos típicos. Práctica de laboratorio (equipos PANalytical Empyrean y Siemens D5000). Concepto de huella digital. Identificación de fases cristalinas. Uso de base de datos. **2)** Ejercicios de simetría, índices de miller e indexación. **3)** Libre

Docentes: G. Cozzi, S. Conconi (parte 1); Suarez, Di Salvo (parte 2)

14:00 a 15:30 hs (Práctica): División en 3 grupos: **Rotación por practicas**

Docentes: G. Cozzi, S. Conconi (parte 1); Suarez, Di Salvo (parte 2)

17:15 a 20 hs (Teoría): Curso Radiofísica Sanitaria Parte 2, continuación del día anterior. Al finalizar se rinde un examen escrito y se entrega certificado de asistencia el cual permite obtener la Autorización Individual de uso de fuentes de rayos X (primer paso para la habilitación de los nuevos equipos).

Docente: Lic. Alejandro La Pasta – Secretaría de Salud de la Nación.

Jueves 11 de Abril

9:00 a 10:45 hs (Teoría): División en 3 grupos: **Rotación por practicas**

Docentes: S. Conconi, D. Lamas (parte 1); Suarez, Di Salvo (parte 2)

11:00 a 12:45 hs (Teoría): Cuadrados mínimos en el refinamiento de estructuras cristalinas: factores de acuerdo. El método de Rietveld. Interpretación de los factores de acuerdo. Criterios de ajuste. Problemas comunes. Posibilidades y limitaciones de la aplicación del método de Rietveld. Indicaciones para la colección de datos en el laboratorio: selección de parámetros instrumentales y preparación de la muestra.

Docentes: S. Conconi, D. Lamas

14:00 a 17:00 hs (Práctica): Refinamiento de una estructura cristalina sencilla utilizando el método de Rietveld y datos de laboratorio. Se usarán los diferentes programas disponibles GSAS y Fullprof bajo plataforma WinPlotr. Introducción a GSAS-II.

Docentes: S. Conconi, S. Pagola

Viernes 12 de Abril

9 a 13 hs (Práctica): Utilización del programa HighScore Plus (adquisición de datos, procesado, Rietveld, base de datos) de Malvern-Panalytical

Docentes: Enviados de Malvern-Panalytical

14:00 a 15:30 hs (Teoría): Resolución de estructuras cristalinas por difracción de polvos utilizando los diferentes programas disponibles. Ejemplos según tipos de muestra: compuestos orgánicos (con PSSP y winPSSP), estructuras inorgánicas de óxidos de metales de transición y MOF (métodos directos y EXPO).

Docente: S. Pagola

15:30 hs a 17 hs (Práctica): Utilización del programa EXPO (2004, 2009 y 2013) para resolver estructuras, indexar y determinar grupo espacial. Alternativamente, Checkcel, Celref y Truecel para determinar grupos espaciales y evaluar posibles celdas unidad. Finalmente, WinPLOTTR (TREOR, McMAILLE, DICVOL) para indexado y background. XFIT para el ajuste de picos de difracción.

Docente: S. Pagola

Desde las 17:00 hs: Agape cierre de curso

Workshop para operadores DRX de polvo: Preparación de muestras, medición y procesamiento de datos

Cronograma – Abril 2019

	Lunes 8	Martes 9	Miércoles 10	Jueves 10	Viernes 12
9:00 – 10:45	Teórica 1: Introducción a la cristalografía y a los métodos de difracción de polvo	Libre	Libre	Teórico-Practica 3 Teórico-Practica 4 (rotación de grupos)	Teórico-Practica 6A: HighScore Plus (adquisición de datos, procesado, Rietveld, base de datos)
10:45 – 11:00	Coffee Break			Coffee Break	Coffee Break
11:00 – 12:45	Teórica 2: Simetría cristalográfica, Planos cristalinos, índices de Miller. Elementos de simetría. Redes de Bravais.	Teórico-Practica 2: Fuentes de errores, cantidad de cristalitas contribuyendo al proceso de difracción, orientación aleatoria y preferencial. Preparación de muestras en el laboratorio.	Teórica 7: Indexación de patrones de difracción de polvo. Relaciones básicas, formas cuadráticas. El problema de indexar, figuras de mérito, indexado manual. Errores en las mediciones.	Teórica 8: Cuadrados mínimos en el refinamiento de estructuras cristalinas: factores de acuerdo. El método de Rietveld. Interpretación de los factores de acuerdo	Teórico-Practica 6B: HighScore Plus (adquisición de datos, procesado, Rietveld, base de datos)
12:45 – 14:00	Almuerzo				
14:00 – 15:30	Teórica 3: Generación RX, tipos de tubos. Difracción y Red recíproca	Teórica 5: Factor de forma atómico, factor de estructura. Relación entre factor de estructura e intensidad.	Teórico-Practica 3: Colección de datos. Práctica de laboratorio equipos PANalytical Empyrean y Siemens D5000 Teórico-Practica 4: Ejercicios de simetría, índices de miller e indexacion	Teórico-Practica 5A: Refinamiento de una estructura cristalina sencilla utilizando el método de Rietveld y datos de laboratorio.	Teórica 9: Resolución de estructuras cristalinas por difracción de polvos. Ejemplos según tipos de muestra.
15:30 – 15:45	Coffee Break				
15:45 – 17:00	Teórico-Practica 1: Tipos de muestra, preparación de muestra, portamuestras, técnicas transmisión y reflexión, spinners.	Teórica 6: Colección de datos: estrategias, barrido continuo, y por pasos, observaciones independientes. Ejemplos de condiciones experimentales. Análisis de difractogramas, modelado del perfil, determinación de sus características más relevantes	Teórico-Practica 3 Teórico-Practica 4 (rotación de grupos)	Teórico-Practica 5B: Refinamiento de una estructura cristalina sencilla utilizando el método de Rietveld y datos de laboratorio.	Teórico-Practica 7: Resolución de estructuras cristalinas por difracción de polvos utilizando los diferentes programas disponibles
17:00 – 17:15	Libre	Intervalo	Intervalo	Libre	Agape de fin de curso
17:15 – 18:30		Curso Radiofísica Sanitaria Parte 1A. – A confirmar	Curso Radiofísica Sanitaria Parte 2A. - A confirmar		
18:30 – 18:45		Coffee Break	Coffee Break		
18:45 – 20:00		Curso Radiofísica Sanitaria Parte 1B. - A confirmar	Curso Radiofísica Sanitaria Parte 2B y evaluación. - A confirmar		

- **Aula:** Roberto Fernandez Prini - FCEN - Pabellón 2 - 3er Piso – INQUIMAE
- **Laboratorios:** Mediciones: T32 - FCEN - Pabellón 2 - 3er Piso – INQUIMAE ; Preparación de muestras: a definir