

Universidade Federal do Ceará
Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação
PIBIC 2020/2021 - Edital Nº 1/2020

Estudo das propriedades estruturais e vibracionais de materiais inorgânicos sob diversas condições termodinâmicas

Resumo

O estudo das propriedades físicas e aplicações dos materiais mono e/ou policristalinos tem sido de grande interesse para diversas áreas do conhecimento científico. Uma das motivações é a sua importância comercial, decorrente do potencial de aplicações, devido as propriedades mecânicas, elétricas, entre outras. O trabalho consistirá na síntese e caracterização de cristais do tipo A_2BO_4 ($A = \text{Zn, Mn, Li, Bi, La e Gd}$; $B = \text{Mo, W}$). A preparação destes cristais será realizada através da reação de estado sólido ou do tratamento hidrotérmico. Enquanto que a caracterização consistirá na determinação da fase/estrutura por difração de raios-X, as propriedades vibracionais poderá ser determinada por FTIR e Espectroscopia Raman. Além disso, a modificação da estrutura cristalina do material será analisada sob condições extremas de pressão e temperatura através da Espectroscopia Raman. Este projeto possibilitará a elucidação das propriedades espectroscópicas dos cristais de interesse na literatura especializada. Nesta perspectiva, o estudo de processos físico-químicos sob altas pressões hidrostática constituirá uma abordagem multidisciplinar envolvendo áreas como a física, a química, a geologia e a computação.

1. Introdução

A caracterização de materiais é amplamente estudada pelas ciências dos materiais. Dessa forma, é possível criar grupos de classificação da matéria distinguindo, quando possível, características semelhantes como, por exemplo, rigidez, fluidez, maleabilidade, vibracionais, magnéticas, elétricas, entre outros. Tal informação é essencial para a possível aplicabilidade do material, seja ela científica ou comercial. A proposta deste projeto consiste no estudo das propriedades estruturais e vibracionais de materiais inorgânicos sob diversas condições termodinâmicas. O processo de síntese de cristais inorgânicos é concebível pela utilização de uma tecnologia tradicional, onde podemos utilizar equipamentos básicos para o desenvolvimento de síntese.

Em relação às rotas de sínteses, estes materiais podem ser produzidos por reação no estado sólido, síntese de combustão, precipitação, sonoquímica, método baseado em microemulsão e tratamento hidrotérmico (TH) [1-3]. Com relação ao TH, apresenta ser uma metodologia de preparação de materiais de fácil manuseio, capaz de obter diferentes tipos de materiais desde de cristais monofásicos a pontos quânticos. Esta tecnologia faz uso de fenômenos de solubilização/precipitação, que permite a avaliação de novos compostos híbridos inorgânicos/orgânicos. Por exemplo, em comparação com a síntese em estado sólido, que são regidas pela natureza do produto, os métodos baseados em solução permitem abordagens diferentes para a produção de materiais relevantes. As principais vantagens do tratamento hidrotérmico incluem a baixa temperatura de reação, pressão autogerada e solventes que não agredem a natureza. Além disso, o tratamento hidrotérmico trabalha com reatores fechados, o que facilita qualquer separação, carregamento e ciclagem/reciclagem; apresenta altas taxas de deposição; e representa o menor consumo total de energia entre os métodos baseados em química

verde.

Uma das metas desse projeto é a síntese e caracterização de cristais e nanoestruturas cristalinas de molibdatos e tungstatos. Em seguida, os materiais sintetizados serão estudados tendo em vista os efeitos de condições extremas de pressão hidrostática e temperatura nas suas propriedades estruturais e vibracionais. Estes materiais quando submetido a altas pressões hidrostática irá fornecer elementos fundamentais para a compreensão dos processos físico-químicos tais como: Amorfização, irreversibilidade, estabilidade estrutural, identificação de novas fases estruturais, bem como uma comparação e uma análise rigorosa das fases de altas pressões em relação às transições ocorridas em baixas e altas temperaturas na família dos molibdatos.

O molibdato é capaz de formar óxidos estáveis em combinação com muitos metais de transição (composto $AMoO_4$: A = Mg, Pb, Mn, Fe, Co, Ni, Zn). Esses molibdatos são ideais para estudar o comportamento de óxidos de metais mistos e constituem um grupo interessante, devido às suas propriedades estruturais, eletrônicas e catalíticas [4-6]. Uma enorme diversidade de propriedades físicas e químicas pode ser obtida dependendo da escolha do metal de transição. Por exemplo, os molibdatos de manganês ($MnMoO_4$), apresentam um conjunto de propriedades que visão ampliar as aplicações industriais. Atualmente, o uso de $MnMoO_4$ como supercapacitores em dispositivos químicos e eletroquímicos surge como um desafio em comparação com materiais padrão em novas aplicações tecnológicas. Outras investigações relatam o uso de molibdatos de manganês para fins catalíticos, incluindo geração de hidrogênio e processos oxidativos. Por outro lado, o molibdato de zinco ($ZnMoO_4$) é um material inorgânico encontrado na natureza com duas fases cristalinas: alfa-triclínica e beta-monoclínica. Nos últimos anos, os cristais de molibdato de zinco têm sido amplamente estudados devido à sua relevância para aplicações tecnológicas no campo da fotoluminescência (PL), fósforos vermelho/verde para o diodo emissor de luz, detectores cintilantes criogênicos/bolométricos, tintas anticorrosivas, eletrodos catódicos em baterias recarregáveis de lítio e sensores de umidade [6-8].

Os cristais de molibdatos e tungstatos pertencem a uma grande classe de compostos inorgânicos que apresentam interessantes propriedades físicas e químicas com aplicações tecnológicas no campo da agricultura, catálise [9,10] e na eletrônica quântica [11]. Alguns desses compostos exibem o fenômeno de amorfização quando submetidos a altas pressões hidrostáticas. O estudo dos processos físicos induzidos por altas pressões hidrostáticas é um tema bastante ativo na pesquisa científica. A importância dessas investigações, dentre outros aspectos, se deve ao fato de que o conhecimento adquirido neste tipo de estudo é fundamental para o entendimento da formação dos minerais constituintes do interior do planeta onde as condições de pressão são bastante hostis. Nesta perspectiva, o estudo de processos físico-químicos sob altas pressões hidrostática constitui uma abordagem multidisciplinar envolvendo a física, a química e a geologia. Do ponto de vista de física dos materiais, a pressão hidrostática pode ser considerada como uma ferramenta limpa e a mais eficiente para estudar o delicado balanço entre as forças de longo e curto alcance. Esse balanço de forças é o mecanismo responsável pela estabilização estrutural dos materiais.

Os molibdatos e tungstatos de uma forma geral têm sido estudados por diferentes técnicas experimentais tais como; absorção no infravermelho [15-18], difração de raios-X [12,13,19-21], espectroscopia Raman [14,19,22,23], espalhamento Brillouin [24,25], entre outras. Alguns compostos dessa classe de materiais apresentam fenômenos de amorfização, quando submetidos à altas pressões hidrostática, como é o caso do composto cristalino $Sc_2(MoO_4)_3$ recentemente estudado no nosso grupo de espectroscopia Raman [26]. Uma característica comum dos molibdatos é a riqueza de fenômenos apresentados, tais como, amorfização e pré-amorfização, deformação, decomposição química e transformações cristalográficas [22] quando estes são submetidos à variação de temperatura e pressão.

Particularmente, o molibdato de potássio escândio, $\text{KSc}(\text{MoO}_4)_2$, apresenta (temperatura ambiente) estrutura trigonal com grupo espacial $D_{3d} (P3m1)$, e uma molécula por célula unitária ($Z = 1$). Em $T = 260\text{K}$ ocorre uma transição de fase para uma estrutura monoclinica, sendo esta fase ferroelástica [27]. Outra transição de fase ocorre em 240K , do tipo monoclinica-monoclinica e em temperaturas mais baixas o material estabiliza-se em uma estrutura de menor simetria (triclinica). As mudanças estruturais observadas no $\text{KSc}(\text{MoO}_4)_2$ entre 240K e 260K tem sido atribuída a uma transição de fase ferroelástica incomensurável [28,29]. Devido a essa riqueza em transições de fase, este material tem sido bastante estudado e propicia uma excelente oportunidade para o estudo e a elaboração de modelos fenomenológicos que descrevem não somente o $\text{KSc}(\text{MoO}_4)_2$ mas também os outros membros da família.

O estudo do cristal molibdato de Escândio e Potássio $\text{KSc}(\text{MoO}_4)_2$ sob altas pressões hidrostáticas usando a técnica de espalhamento Raman, mostrou uma mudança próxima de $2,0\text{ GPa}$. Levando o material a sofrer uma drástica mudança nos espectros Raman que estão associadas a transição de fase estrutural no material. A fase de alta pressão é caracterizada pela presença de um grande número de modos Raman, indicando que ela tem uma simetria menor do que a fase inicial. Realizando cálculos da dinâmica de rede baseados num modelo parcialmente iônico é possível realizar a identificação de dos modos Raman observados na fase trigonal. Estudos deste calibre fornece subsídios essenciais para o entendimento do mecanismo responsável pelas modificações estruturais dos cristais de molibdatos ou tungstatos. Verificou-se que a transição de fase é associada com a repulsão eletrostática entre os átomos de oxigênio dos tetraedros $(\text{MoO}_4)_2$ que passam a interagir um com o outro à medida que a pressão aumenta. Essa interação é observada no espectro através da diminuição da frequência (em torno de 20 cm^{-1}) do modo de estiramento Mo-O. Além disso, foi observado que o modo de largura anômala (muito estreito), localizado em 926 cm^{-1} interage muito fracamente com os átomos de potássio. Esse resultado, obtido através do cálculo de dinâmica vibracional, explica porque esse modo (largura de linha e frequência) não é afetado pela variação de temperatura e pressão e não apresenta anomalias durante as transições de fase. Após o processo de descompressão, observamos que a fase trigonal do cristal $\text{KSc}(\text{MoO}_4)_2$ não é recuperada, indicando que a transição de fase induzida por pressão é irreversível.

2. Perguntas de Partida

A modificação dos parâmetros de síntese (temperatura, tempo, velocidade de aquecimento ou resfriamento, massa inicial dos óxidos), leva a formação de qual estrutura cristalina?

Quais as condições ideais de síntese para a formação de nanoestruturas cristalinas de molibdatos ou tungstatos?

Qual a diferença entre os métodos de síntese na obtenção dessas estruturas?

Quais as modificações estruturais e vibracionais desses cristais submetidos a condições extremas?

Do ponto de vista teórico, qual o comportamento das bandas de energia?

Qual a diferença entre os cálculos de previsão dos espectros por dinâmica de rede ou DFT ou Ab-iníto e a obtenção experimental dos mesmos?

O método de aprendizagem de máquina pode auxiliar na determinação da transição de fase?

3. Hipóteses

Duas grandes linhas de pesquisa no campo das altas pressões hidrostáticas estão bastante desenvolvidas e constituem-se no estudo das transições de fase estruturais (cristalina / cristalina) e no estudo dos processos de amorfização (cristalina / amorfa). A primeira linha de pesquisa é muito importante na construção de diagramas de fase dos diversos materiais e serve como teste para os modelos termodinâmicos que descrevem as transições de fase e a estabilidade termodinâmica dos mesmos. A segunda linha de pesquisa fornece elementos essenciais no que diz respeito à natureza das interações atômicas e sobre os fenômenos de ordem e desordem. A primeira observação de uma fase amorfa usando compressão estática foi observada por Brixner [12] no composto $Gd_2(MoO_4)_3$ que pertence à família dos molibdatos. Os materiais molibdatos são bastante promissores como materiais protótipos para elucidar interessantes fenômenos envolvidos no processo de amorfização tais como a decomposição química do composto sob altas pressões [13].

Devido a esse interessante fenômeno, compostos de molibdatos são materiais atraente para investigação científica, pois os mesmos permitem a elaboração de novos conceitos sobre os processos físicos de amorfização e sobre a decomposição química induzida pela pressão hidrostática [13,14]. Neste cenário, os molibdatos e tungstatos são materiais especiais para a química do estado sólido e abre uma oportunidade de estudo multidisciplinar envolvendo a Física e a Química de coordenação. Como a espectroscopia Raman é uma técnica muito sensível às variações nas ligações químicas, ela é uma das ferramentas mais apropriadas para investigar os diversos tipos de transformações estruturais que os materiais experimentam sob a variação de pressão hidrostática.

4. Objetivos

Objetivo Geral: O presente projeto consiste na síntese e caracterização de cristais e nanoestruturas cristalinas utilizando como modelo os materiais molibdatos e tungstatos. O plano de trabalho também consiste em realizar um estudo experimental das propriedades vibracionais e estruturais dos cristais de molibdatos e tungstatos e das nanoestruturas sobre a influência da temperatura e pressão. Além disso, aplicar a técnica de análise de componentes principais para visualizar o pontos de transição de fase a partir da mudança de intensidade.

Objetivos específicos:

i. Sintetizar e caracterizar cristais de molibdatos e tungstatos, bem com suas nanoestruturas (nanopartículas, nanotubos, nanobastões, nanofios e entre outras nanoestruturas);

ii. Estudar as propriedades vibracionais e eletrônica dos cristais de molibdatos e tungstatos, bem com suas nanoestruturas;

iii. Caracterizar os materiais obtidos utilizando Espectroscopia Raman, Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier, Difração de raios-X, microscopia de força atômica, varredura e entre outras técnicas;

iv. Usar métodos de modelagem molecular quântica (cálculos ab initio e DFT) para determinar as propriedades eletrônicas e vibracionais, a fim de estabelecer correlações e elucidar os resultados experimentais obtidos sob condições extremas.

v. Usar técnicas de aprendizagem de máquina não supervisionado aplicado na visualização da transição de fase.

vi. Aplicar técnicas de aprendizagem de máquina da previsão das mudanças estruturais.

5. Materiais e Métodos

Síntese dos cristais molibdatos e tungstatos

A síntese dos cristais de molibdatos e tungstatos consiste basicamente em mistura de óxidos de molibdênio ou tungstênio com óxido de manganês, bismuto, zinco, entre outros obedecendo às regras de estequiometrias a fim de formar um composto de coordenação. Em seguida essa amostra é macerada em um cadinho, para adquirir certa homogeneidade facilitando o processo de reação química. Posteriormente a amostra é levada para um forno resistivo a uma temperatura de aproximadamente 800 °C, depende do ponto de fusão do óxido de partida. Dependendo do tipo de amostra a ser sintetizada podemos expor os reagentes químicos a um intervalo de temperatura variando de 24 a 240 horas. A taxa de variação de temperatura é um parâmetro importante no crescimento dessas amostras, porém para cada tipo de amostra a ser sintetizada estabeleceremos um patamar empírico de crescimento.

Síntese das nanoestruturas de molibdatos e tungstatos

A síntese das nanoestruturas será realizada por meio de um processo de dispersão dos óxidos de molibdatos e tungstatos. O processo de dispersão terá como finalidade a formação de micelas do composto para formar uma dada nanoestrutura de molibdato ou tungstato. Primeiramente dispersaremos o material em um solvente líquido, e em seguida fazendo-se uma agitação magnética por um intervalo de 18 a 60 horas. O processo de dispersão do material a ser formado não garante uma boa formação de micelas, visto que as nanoestruturas podem se encontrarem aglutinado em feixes. Desta forma será necessária a realização de um processo de sonicação para que as nanoestruturas venham a se individualizarem pelo fechamento das micelas. Este processo será feito pela utilização de um ultrassom em um banho de H₂O destilada por um intervalo de tempo de 10 a 20 horas.

Em seguida, os compostos serão colocados em um mini reator sob altas pressões e baixas temperaturas (aproximadamente 200 °C) durante um intervalo de 12 a 50 horas. Por fim, após a formação das nanoestruturas, faremos um processo de separação entre as nanoestruturas e resíduos de materiais que não reagiram durante a reação química. Este processo será feito por meio de uma centrifugação, onde os diferentes tipos de materiais formados podem ser precipitados facilmente.

Caracterização dos cristais e das nanoestruturas cristalinas de molibdatos e tungstatos.

Para estudar as propriedades vibracionais dos cristais sob condições ambiente e em função da temperatura ou pressão, usaremos a técnica de espectroscopia Raman. Esta técnica experimental será o principal instrumento para aplicado no estudo proposto. O sistema de microscopia Raman consiste de um microscópio Olympus equipado com lentes de grande qualidade ótica e câmara de vídeo, espectrômetro triplo Jobyn-Yvon T64000 operando em modo subtrativo e equipado com sistema de detecção CCD (Charge-Coupled Device) resfriado a nitrogênio líquido. A excitação das amostras pode ser feito com um laser de estado sólido que pode emitir radiação em várias linhas (comprimentos de onda), como exemplo a 514,5 nm (mais usada). Os espectros Raman em altas pressões poderão ser obtidos com uma célula do tipo bigorna com diamantes (Diamond Anvil Cell-DAC) [30]. O procedimento de medida consiste em pressionar mecanicamente a amostra imersa em um fluido transmissor de pressão colocados dentro de uma gaxeta entre dois extremos de diamantes, através da aplicação de uma força externa. Os espectros Raman em altas temperaturas podem ser realizadas ao acoplar um forno (por efeito joule) no T6400. As medidas podem ser realizadas no Departamento de Física da UFC ou no departamento de Física da UFPA.

Medidas complementares de padrões de difração de raios X em condições ambiente serão

realizadas no Laboratório de raios X da UFC (Através de cadastro prévio). Para tais medidas, as amostras em pó serão fixadas num porta amostra de silício por colagem com pasta de silício. As condições de medidas devem ser: passo angular igual a $0,02^\circ$, ângulo inicial igual a 5° , ângulo final igual a 45° , e velocidade angular do feixe igual a 0,5 (graus/min) para todas as amostras, no modo contínuo. O equipamento utilizado será um difratômetro da marca BRUKER configurado numa geometria Bragg-Bretano também conhecida como geometria focalizante [31], operando em 40 kV/25 mA com um tubo de Cu-K(alpha) e usando um monocromador de grafite.

Com relação às medidas dos padrões de difração dos cristais em condições extremas de temperatura e de pressão deverão ser realizadas no Laboratório Nacional de Luz Síncroton-LNLS via submissão de propostas, viável por meio de edital aberto pelo menos duas vezes ao ano. O LNLS integra várias estações, inclusive a estação de luz XDS (X-ray absorption) que contém uma linha de luz configurada com um setup [32] para medidas de difração de raios X em altas pressões e um detector de área, o qual permite a implementação de uma DAC, permitindo alcançar pressões desde o valor ambiente (atmosférica) até em torno de 80 GPa.

6. Dados Preliminares

Para exemplificar o cristal de molibdato de zinco foi sintetizado por reação de estado sólido. Este material foi submetido a condição extrema de pressão. A difração de raios-X revelou que o cristal de molibdato de zinco ($ZnMoO_4$) pertence a uma estrutura triclínica, com seis moléculas por unidade de célula ($Z = 6$) na condição ambiente de temperatura e pressão. A Fig.1 mostra uma visão geral dos modos Raman do $ZnMoO_4$ na guarda espectral variando de 40 a 1000 cm^{-1} e a inserção desta figura apresenta a célula unitária com dois átomos de zinco independentes ocupando octaedro distorcido de átomos de oxigênio e três átomos de Mo cristalograficamente independentes são cercados por tetraedro distorcido de átomos de oxigênio. O átomo de zinco restante está em um arranjo piramidal distorcido de "quadrado" de átomos de oxigênio. As Fig.1 mostra os espectros de Raman na condição ambiente, onde os modos vibracionais são descritos pela análise da teoria dos grupos. Os modos com simetria Ag são Raman ativos e Au simetria é infravermelho, de acordo com as regras de seleção, com representações irredutíveis os modos ópticos da seguinte forma: $54\text{ Ag} \quad 51\text{ Au}$. A tabela 1 mostra os modos Raman observados e calculados para o $ZnMoO_4$, juntamente com sua atribuição com base em cálculos dinâmicos da rede para a fase triclínica. A Fig.3 mostra os espectros Raman sob altas pressões, revelando uma possível transição de fase. A Fig.4 mostra a análise de componentes principais das intensidades Raman aplicada na visualização da mudanças estruturais, formando grupos e indicando possíveis transições de fase.

7. Referências Bibliográficas

- [1] Hicham Oudghiri-Hassani, Souad Rakass, Mostafa Abboudi, Ahmed Mohmoud and Fahd Al Wadaani, *Molecules*, 23, 1462 (2018).
- [2] K. Kunkel et al. / *International Journal of Mass Spectrometry* 374, 12%u201319, (2014).
- [3] J.V.B. Moura et al., *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 111, 258-265 (2017).
- [4] S.F. Matar, A. Largeteau and G.Demazeau, *Solid State Sciences* 12 1779 e 1785 (2010).
- [5] L.S. Cavalcante et al., *Polyhedron* 54, 13%u201325 (2013).
- [6] J.V.B. Moura et al. / *Biomedicine & Pharmacotherapy* 86, 242%u2013247 (2017).
- [7] A. F. Gouveia, J.C. Sczancoski, M.M. Ferrer, A.S. Lima, M.R.M.C. Santos, M.S. Li, R. S. Santos, E. Longo, L.S. Cavalcante, *Inorg. Chem.* 53, 5589 (2014).
- [8] W. Qu, W. Wlodarski, J.-U. Meyer, *Sens. Actuators B: Chem.* 64, 76 (2000).
- [9] - A. P. V. Soares, L. D. Dimitrov, M. C. R. A. de Oliveira, L. Hilaire, M. F. Portela, and R. K. Grasselli, *Appl. Catal. A* 253, 191 (2003).
- [10] - R. K. Grasselli, *Top. in Catal.* 21, 79 (2002).

- [11] - T. Ano, N. Ogata, and Y. Miyaro, *J. Catal.* 161, 78 (1996).
- [12] - L. H. Brixner, *Mater. Res. Bull.* 7, 879 (1972).
- [13] - V. Dimitriev, V. Sinitsyn, R. Dilamian, D. Machon, A. Kuznetsov, E. Ponyatovsky, G. Lucazeau, and H. P. Weber, *J. Phys. Chem. Solids* 64, 307 (2003).
- [14] - D. V. S. Muthu, B. Chen, J. M. Wrobel, A. M. K. Anderson, S. Carlson, and M. B. Kruger, *Phys. Rev. B* 65, 064101 (2002).
- [15] - K. Hermanowicz, M. Maczka, P. J. Deren, L. Hanuza, W. Strek, and H. Drulis, *J. Luminesc.* 92, 151 (2000).
- [16] - S. S. Gerashchenko, O. V. Miloslavskaya, Y. N. Kharchenko, V. I. Kutko, N. M. Nesterenko, L. Macalik, K. Hermanowicz, and J. Hanuza, *J. Mol. Struct.* 563, 359 (2001).
- [17] - S. K. M. Maczka and J. Hanuza, *J. Phys. Soc. Jpn* 68, 1948 (1999).
- [18] - M. Maczka, J. Hanuza, E. T. G. Lutz, and J. H. van der Maas, *J. Sol. State Chem.* 145, 751 (1999).
- [19] - A. Jayaraman, S. K. Sharma, Z. Wang, S. Y. Wang, L. C. Ming, and M. H. Manghnami, *J. Phys. Chem. Solids* 54, 827 (1993).
- [20] - P. E. Tomaszewski, A. Pietraszko, M. Maczka, and J. Hanuza, *Acta Crystal. E* 58, 1119 (2002).
- [21] - A. K. Arora, R. Nithya, T. Yagi, N. Miyajima, and T. A. Mary, *Sol. State Commun.* 129, 9 (2004).
- [22] - A. Jayaraman, S. K. Sharma, and S. Y. Wang, *Pramana* 40, 357 (1993).
- [23] - B. Chae, Y. M. Jung, X. L. Wu, and S. B. Kim, *J. Raman Spectrosc.* 34, 451 (2003).
- [24] - M. Maczka, J. Hanuza, F. Jiang, and S. Kojima, *Phys. Rev. B* 63, 144101 (2001).
- [25] - M. Maczka, F. Jiang, S. Kojima, and J. Hanuza, *J. Mol. Struct.* 563, 365 (2001).
- [26] - W. Paraguassu, M. Maczka, A. G. Souza Filho, P. T. C. Freire, J. Mendes Filho, F. E. A. Melo, Y. Makalik, L. Gerward, J. S. Olsen, A. Waskocoska, and J. Hanuza, *Phys. Rev. B* 69, 094111 (2004).
- [27] - A.I. Otko, N. M. Nesterenko and L. V. Povstyanyi, *phys. Stat. Solid (a)* 46, 577 (1976).
- [28] - M. Maczka, S. Kojima and J. Hanuza, *J. Raman Spectrosc.* 30, 339 (1999).
- [29] - M. Maczka, S. Kojima and J. Hanuza, *J. Phys. Soc. Jpn* 68, 1948 (1999).
- [30] - G.J. Piermarini, S. Block, *Rev. Scient. Inst.* 46 (1975) 973.
- [31] L. V. Azaroff, M. J. Buerger, *The Powder Method in X-Ray Crystallography*, McGraw-Hill, 1958.
- [32] F.A. Lima, M.E. Saleta, R.J.S. Pagliuca, M.A. Eleotério, R.D. Reis, J. Fonseca Júnior, B. Meyer, E.M. Bittar, N.M. Souza-Neto, E. Granado, *XDS: a flexible beamline for X-ray diffraction and spectroscopy at the Brazilian synchrotron*, *Journal of Synchrotron Radiation* 23 (2016) 1538-1549.

8. Plano de Atividades

Mês	Bolsista 1
1	Revisão bibliográfica
2	Realização dos experimentos
3	Realização dos experimentos
4	Obtenção dos dados de difração e realização de experimentos
5	análise dos dados
6	Obtenção dos espectros e revisão literária
7	Análise dos dados, construção de gráficos
8	Análise de componentes Principais

9	Estudar aprendizagem de máquina aplicada a transição de fase
10	Realizar cálculos computacionais
11	Revisar os conceitos aprendidos e escrever os artigos para eventos
12	Analisar os resultados computacionais