

## Iguape - Interface gráfica para experimentos *in situ* na linha de luz Paineira

Palavras-chave: Difração de raios-X de Policristais , Experimentos *in situ*, Software Livre

João Luis Biondo Neto, IFGW – UNICAMP.

Junior Cintra Mauricio, LNLS - CNPEM.

Cristiane Barbieri Rodella (orientadora), LNLS – CNPEM.

### INTRODUÇÃO

A linha de luz Paineira, localizada no Sirius/LNLS, emprega a técnica de difração de raios-X (DRX) para caracterização de amostras policristalinas (Figura 1). A linha opera entre 5 e 30keV e é equipada com infraestrutura especializada para experimentos de difração: sopradores de ar para controle de temperatura (-193°C até 950°C), cela capilar com sistema *plug-and-flow* possibilitando estudos de reações sólido-líquido e sólido-vapor, além da possibilidade de acoplamento de um espectrômetro de massas e um micro GC na saída da cela capilar. Somado a toda infraestrutura da linha está o detector Pimega 450D que tem a capacidade de coletar um padrão de DRX completo (até 109° em 2 $\theta$ ) em até 50 segundos. A Paineira reúne, portanto, as condições ideais para a realização de experimentos *in situ* [1]. Nesse tipo de estudo, as transformações estruturais das amostras durante condição de reação podem ser mapeadas. Considerando um experimento envolvendo reação de redução e que faça uso de controle de temperatura, seriam produzidos, aproximadamente, 72 medidas de DRX a cada hora de experimento.

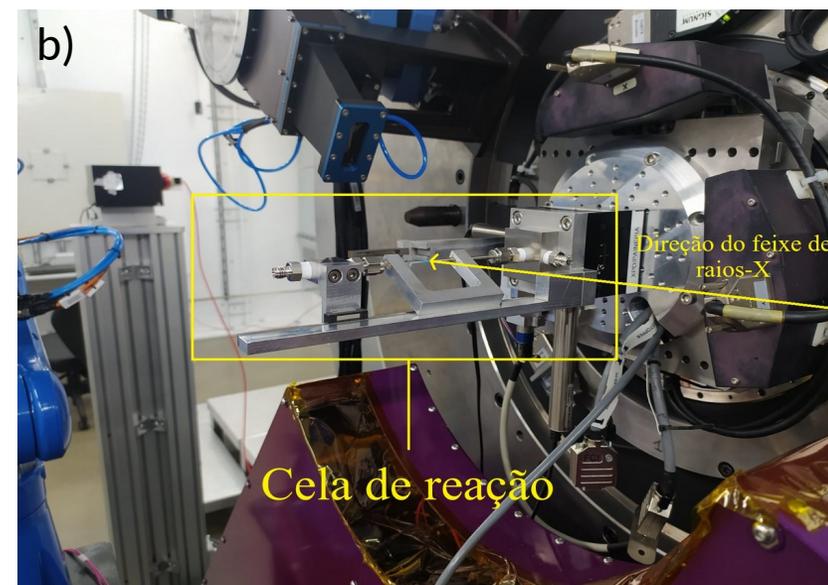
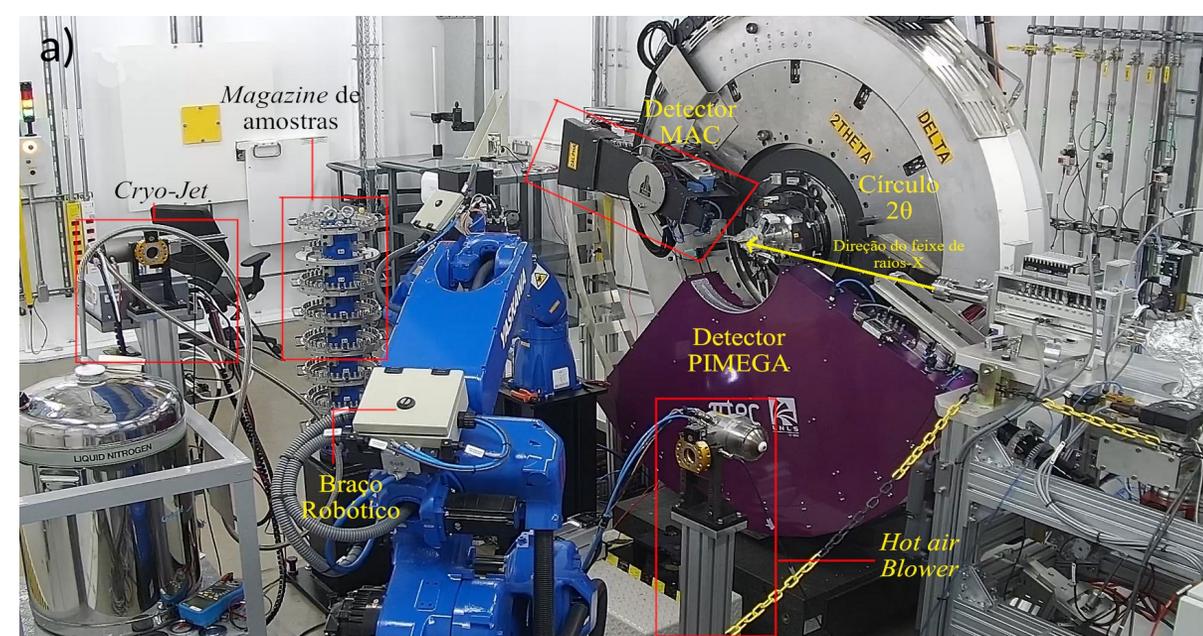


Figura 1. Fotos da linha de luz Paineira; a) hutch experimental e b) cela de reação.

Nesse contexto, surge o Iguape (**I**nterface **G**ráfica para **U**suários da **P**aineira), uma interface gráfica (*GUI*) que permite a visualização e análise de parâmetros estruturais, em tempo real, de dados coletados durante o estudo. O programa permite aos usuários da Paineira o acompanhamento da evolução das amostras, além de facilitar a decisão durante os experimentos.

Além de mostrar os padrões de difração de raios-X coletados, o Iguape também oferece acompanhamento da evolução de parâmetros analíticos importantes na caracterização de amostras policristalinas: largura à meia altura (FWHM), área integrada e posição de um dos picos de difração. Esses parâmetros são obtidos a partir de um ajuste de pico, em um intervalo angular selecionado pelo usuário.

## METODOLOGIA

O Iguape foi desenvolvido em *Python* na versão 3.12.4. A interface gráfica foi construída utilizando o pacote *PyQt5*, uma ferramenta robusta para desenvolvimento de *GUI* em *Python* [2].

O programa opera monitorando a pasta onde os dados das medidas de difração são armazenados. Assim que uma medida é finalizada, o seu dado é lido e armazenado em um *pandas Data Frame*. Toda a lógica de monitoramento, processamento e armazenamento de dados foi feita utilizando os pacotes *pandas* e *numpy* do *Python* [3, 4].

A partir do *Data Frame* construído, os dados são acessados e, então, é possível construir as rotinas gráficas e de ajuste de dados para obtenção dos parâmetros do pico de difração. As rotinas gráficas foram feitas utilizando a biblioteca *matplotlib* [5].

A biblioteca *lmfit* permite a construção de modelo para o ajuste de dados, incluindo a possibilidade de adicionar uma função para contabilizar efeitos de background [6]. Após construído o modelo, os dados são submetidos a um ajuste através do método dos mínimos quadrados e dessa forma, os parâmetros do pico de difração são obtidos.

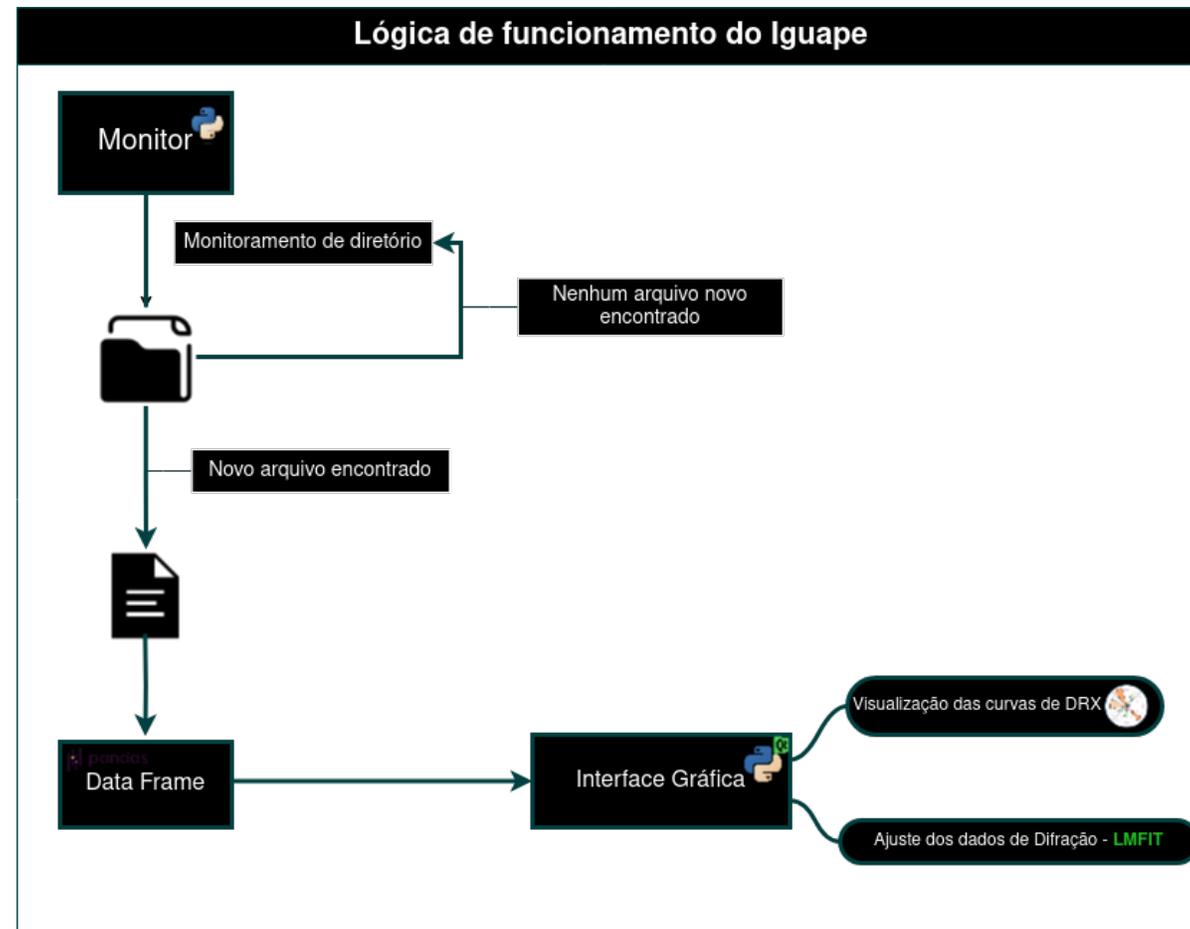


Figura 2. Diagrama da lógica de operação do Iguape

## RESULTADOS

Na janela principal do Iguape, os padrões de DRX são exibidos em um gráfico de intensidade (unidades arbitrárias) *versus* ângulo de espalhamento ( $2\theta$ ). As curvas são separadas por um *offset* no eixo das ordenadas e mapeadas por um gradiente de cor, que pode ser normalizado pela temperatura ou ordem de aquisição de cada medida, como mostrado na Figura 3 a). Logo abaixo da figura principal, os resultados são organizados em 3 gráficos contendo os parâmetros mapeados: FWHM, área integrada e posição do pico de difração, isso pode ser visto na Figura 3 b).

Para seleção do pico a ser analisado, ao apertar o botão '*Select Peak Fitting Interval*', uma janela com a primeira medida realizada é exibida. Nessa janela, o usuário pode escolher o intervalo angular através de uma ferramenta do tipo *span*, clicando no ponto inicial e arrastando até o tamanho desejado. A área selecionada fica destacada em vermelho. Esse processo é ilustrado na Figura 4.

Quase toda operação do programa ocorre através dos *widgets* exibidos na Figura 3 c). Através deles, o usuário consegue, por exemplo, adicionar os novos padrões de difração medidos em um único clique, através do botão '*Refresh*', selecionar o intervalo de ajuste de dados e também salvar os gráficos e dados exibidos.

A Figura 3 apresenta os dados obtidos em um experimento com uma amostra de CeO<sub>2</sub> e uso de temperatura, realizado durante o comissionamento científico da Paineira. O ajuste do pico mais intenso revela como a evolução dos parâmetros analisados apresenta tendências. Isso oferece ao usuário a capacidade de analisar qualitativamente, em tempo real, o experimento.

## CONCLUSÕES

O desenvolvimento de um programa que confere a possibilidade de visualização e processamento de uma grande quantidade de dados e em tempo real, durante experimentos *in situ* na Paineira, foi bem sucedida. O Iguape confere aos usuários a possibilidade, com somente alguns cliques, de acompanhar a evolução de amostras durante os experimentos, o que o torna uma ferramenta muito útil no contexto da Paineira, já que durante esse tipo de experimento a quantidade de medidas feitas pode tornar a análise de dados um trabalho difícil.

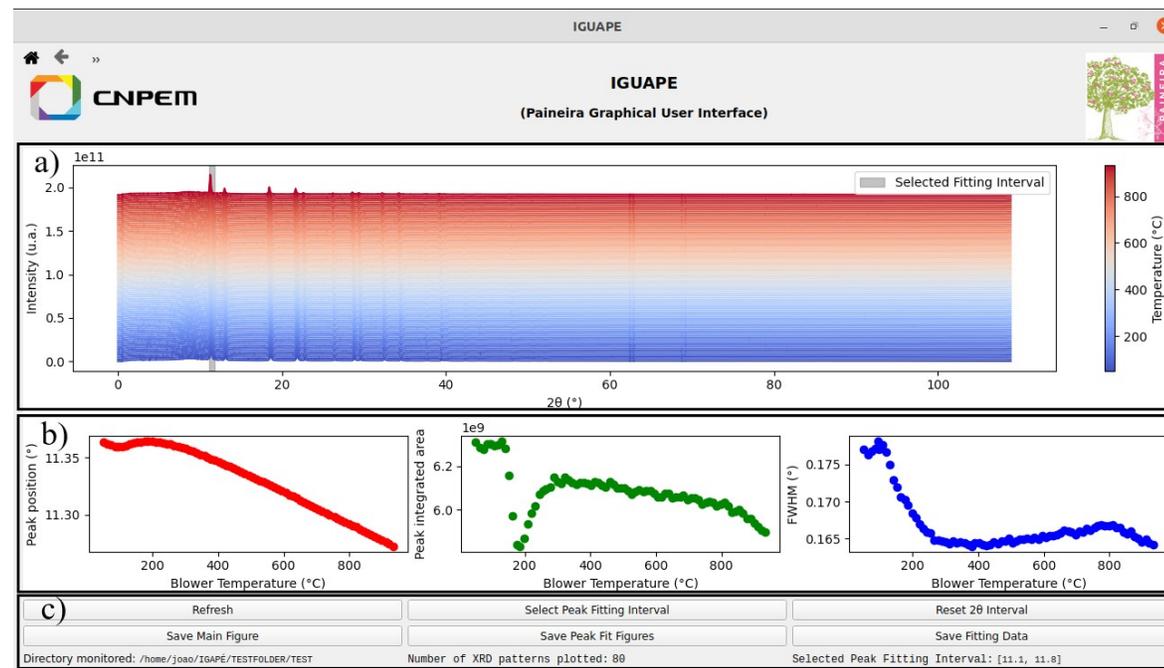


Figura 3. a) Tela principal do Iguape; a) figura principal com os padrões de difração exibidos; b) figura secundária, onde são exibidos os resultados de ajuste de pico; c) widgets da interface gráfica.

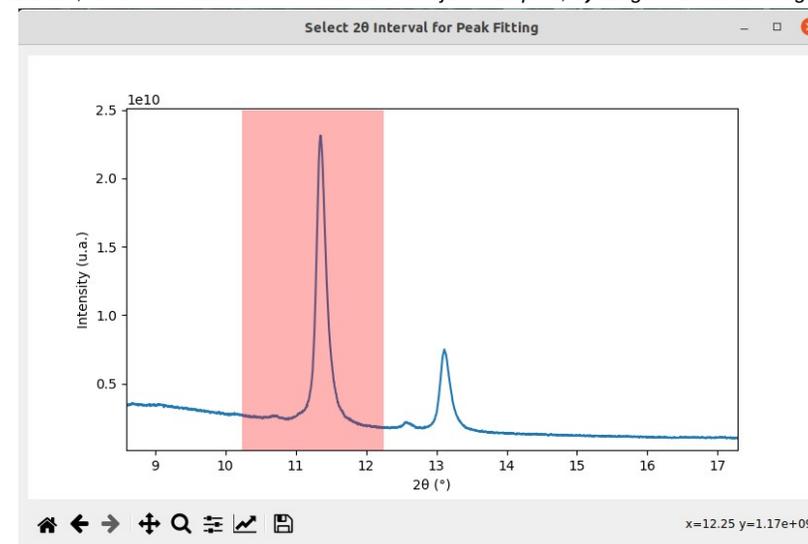


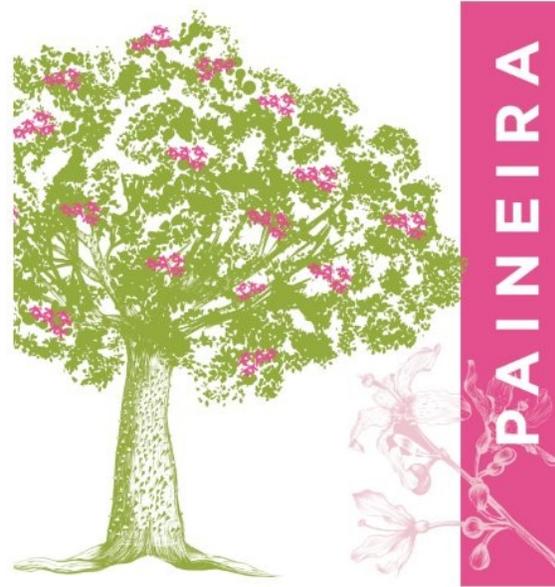
Figura 4. Screenshot da janela de seleção do intervalo angular para ajuste de dados

## AGRADECIMENTOS

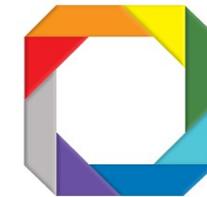
Agradeço à FAPESP, pelo financiamento do projeto (processo número: 2023/15615-2). Agradeço também ao LNLS/CNPEM e ao Grupo Paineira pelo suporte e oportunidade de desenvolver esse trabalho.

## BIBLIOGRAFIA

- [1] F R Estrada et al 2022 J. Phys.: Conf. Ser. 2380 012033
- [2] Riverbank Computing Limited. PyQt5 - [riverbankcomputing.com/software/pyqt/intro](https://riverbankcomputing.com/software/pyqt/intro)
- [3] McKinney, W. et al 2010. Data structures for statistical computing in python. In Proceedings of the 9th Python in Science Conference. pp. 51–56.
- [4] Harris, C.R., Millman, K.J., van der Walt, S.J. et al. Array programming with NumPy. Nature 585, 357–362 (2020).
- [5] J. D. Hunter, "Matplotlib: A 2D Graphics Environment", Computing in Science & Engineering, vol. 9, no. 3, pp. 90-95, 2007
- [6] Newville, M. (2014) "LMFIT: Non-Linear Least-Square Minimization and Curve-Fitting for Python". Zenodo. doi: 10.5281/zenodo.11813.



Laboratório Nacional  
de Luz Síncrotron



**CNPEM**

