
Produção de materiais padrão para difração de pó

Martinez, L. G.¹, Rocha, C. J.¹, Carvalho, F.M.S.², Orlando, M. T. D.³, Ferreira, F. F.⁴, and Paiva-Santos, C.O.⁵

¹ Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - São Paulo SP Brazil

² Universidade de São Paulo - São Paulo - São Paulo SP Brazil

³ Universidade Federal do Espírito Santo - Vitória ES Brazil

⁴ Laboratório Nacional de Luz Síncrotron - Campinas SP Brazil

⁵ Universidade Estadual Paulista - Araraquara - Araraquara SP Brazil

A calibração e alinhamento de difratômetros de raios X são normalmente feitos medindo-se materiais padrão que possuam parâmetros de cela muito bem definidos e que sejam estáveis. Para a determinação precisa da energia em um experimento com radiação síncrotron é também comum que se faça a medida de um padrão. Para a determinação de tamanhos de cristalitos e/ou microdeformações é necessário determinar os parâmetros instrumentais do difratômetro utilizado, tanto para equipamentos com fonte convencional como com fonte síncrotron. Nestes casos, além de ter a estrutura bem conhecida, parâmetros de cela bem definidos e estabilidade, é necessário que o material utilizado como padrão tenha tamanho de cristalito grande e seja isento de microdeformações, de modo que o alargamento de seus picos de difração seja devido essencialmente aos fatores instrumentais. Normalmente utilizam-se como padrões aqueles produzidos pelo NIST especialmente para esse fim, como o Si, Al₂O₃, LaB₆ etc. A aquisição destes padrões certificados é bastante dispendiosa e o processo de importação é geralmente demorado. Visando atender essa demanda da comunidade de cristalografia nacional, estamos desenvolvendo materiais que atendam aos requisitos e possam ser utilizados como padrões de difração. Estão sendo estudados processos e tratamentos para a obtenção de padrões de Al₂O₃, Si, Y₂O₃, entre outros. Neste trabalho são apresentados resultados preliminares do padrão de Y₂O₃, medidos em diferentes equipamentos convencionais e também com fonte síncrotron (XPD-LNLS). Os dados experimentais foram tratados por diferentes métodos visando a determinação dos tamanhos de cristalitos e microdeformações.