

destinados à determinação das concentrações de fases em misturas podem ser aplicados. Os métodos existentes para analisar misturas quantitativamente são baseados essencialmente na comparação de intensidades dos picos de difração. Estas intensidades são afetadas por efeitos instrumentais e de preparação das amostras. Neste sentido, é importante encontrar métodos que permitam fazer uma análise quantitativa de misturas de multicomponentes. Segundo estes critérios, no presente trabalho aplicamos métodos analíticos e computacionais na determinação qualitativa e quantitativa de fases para avaliar defeitos estruturais em misturas. As concentrações das fases identificadas são calculadas inicialmente pelo Método de Padrão Externo usando as Intensidades de Referência. Este método é baseado no "princípio adiabático" em difração de raios-X que estabelece que a relação intensidade-concentração entre cada componente de um sistema de multicomponentes não é perturbada pela presença ou ausência de outros componentes. Os resultados são comparados com aqueles obtidos por um programa computacional de refinamento da estrutura cristalina baseado no Método Rietveld para a determinação qualitativa e quantitativa de fases. O processo consiste em refinar os parâmetros estruturais tais como posições atômicas, parâmetros da cela unitária, fatores de temperatura, largura de pico relativa ao tamanho de grão, orientação preferencial, etc.; desta forma é calculado o perfil de difração que é comparado com o difratograma experimental. O programa refina simultaneamente todas as fases e gera os fatores de escala para cada fase, a análise comparativa destes fatores de escala proporciona os valores das concentrações.

### DESENVOLVIMENTO DE UMA METODOLOGIA DE ANÁLISE DA QUALIDADE CRISTALINA EM MONOCRISTAIS

S. METAIRON, C. B. R. PARENTE, V. L. MAZZOCCHI

*Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN-CNEN/SP*

T. J. LEMAIRE

*Universidade Estadual de Feira de Santana - UEFS*

H. G. RIELLA

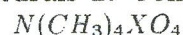
*Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC*

Este trabalho é parte de um estudo que busca estabelecer uma metodologia de análise da qualidade cristalina em monocristais. O conhecimento da qualidade cristalina serve tanto ao crescedor de cristais, no acompanhamento do método de crescimento empregado, quanto ao usuário, na verificação da viabilidade de seu emprego. Neste trabalho é mostrado como, a partir de varreduras tridimensionais obtidas com difração de nêutrons, é possível determinar a largura intrínseca  $\eta$  dos domínios cristalinos e a porcentagem de cada domínio presente

em um cristal. A construção de mapas de contorno, sobre as bases dos gráficos tridimensionais, permite a determinação dos desvios angulares entre os domínios, no caso de existirem dois ou mais domínios nesse cristal. Para o desenvolvimento do método, foram obtidas com nêutrons curvas tridimensionais ( $I_{\omega\chi}$ ) de um cristal mosaico de alumínio, onde a intensidade  $I$  foi obtida na forma de curvas de "rocking", em torno do eixo  $\omega$  com o ângulo  $\chi$  variando em um intervalo conveniente. As curvas individuais ( $I_{\omega}$ ) e ( $I_{\chi}$ ) resultantes, que constituem a varredura tridimensional, foram ajustadas por gaussianas e, em seguida, deconvoluídas das larguras experimentais  $\omega$  e  $\chi$ , respectivamente. Essas larguras experimentais foram obtidas com um cristal perfeito de fluoreto de lítio, na forma de curvas de "rocking" em torno dos eixos  $\omega$  e  $\chi$ . Com a deconvolução, o gráfico tridimensional mostrou uma melhor separação entre os domínios mosaicos presentes no cristal. O mapa de contorno correspondente, mostrou a existência de sete domínios, com intensidades e larguras variáveis, distanciados de seus vizinhos próximos de alguns poucos décimos de graus. Os resultados obtidos mostram que a deconvolução das curvas ( $I_{\omega}$ ) e ( $I_{\chi}$ ) levam à identificação dos domínios mosaicos existentes, domínios estes que não aparecem resolvidos na curva tridimensional construída com os dados experimentais brutos.

Apoio financeiro: "International Atomic Energy Agency" (IAEA) e Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

### Estudos Estruturais de Compostos do Tipo



NIVALDO LÚCIO SPEZIALI, CARLOS BASÍLIO PINHEIRO

*Departamento de Física - UFMG*

GERVAIS CHAPUIS

*Université de Lausanne - Suíça*

Compostos com fórmula química  $N(CH_3)_4 X O_4$  onde  $X = Cl, Br, I$  estão sendo investigados na expectativa de se observarem fases moduladas. Medidas de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) podem dar indícios da existência dessas fases através da seqüência das transições observadas. Amostras monocristalinas de  $N(CH_3)_4 Cl O_4$  foram crescidas em solução de  $H_2O$  e de  $H_2O +$  etanol, em temperatura ambiente, por métodos de evaporação. Medidas de difração de raios X realizadas em temperatura ambiente permitiram caracterizar uma simetria tetragonal com malha de  $a = b = 8,336(1) \text{ \AA}$ , e  $c = 5,954(1) \text{ \AA}$ . Observações detalhadas numa câmara de precessão mostraram algumas reflexões de baixa intensidade que, nessa malha, só puderam ser indexadas com índices aproximadamente semi-inteiros. Uma duplicação da malha, fazendo  $c' = 2c$ , permite uma indexação em grupos espaciais tetragonais e a solução da estrutura do cristal com esses dife-