

11. Seleção de picos de difração múltipla visando a determinação dos parâmetros de rede do quartzo β

Campos, L.C., Parente, C.B.R. e Mazzocchi, V.L.

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – lccampos@curiango.ipen.br

Este trabalho faz parte de um estudo mais amplo que visa desenvolver uma metodologia de determinação de parâmetros de rede de sistemas cristalinos de maior simetria, utilizando difração múltipla de nêutrons ou de raios x. O primeiro sistema em estudo é o hexagonal. Para isso, está sendo utilizado um diagrama experimental de difração múltipla da reflexão 00.1 do quartzo na fase beta, obtido com nêutrons. A indexação deste diagrama, obtida pelo programa de computador INDEXHEX, mostra uma alta densidade de reflexões secundárias, enquanto o diagrama experimental apresenta uma baixa densidade de picos. Esta baixa densidade foi confirmada através da simulação dos diagramas, utilizando o programa de computador MULTI [1]. Em casos como este, há uma dificuldade maior na determinação inequívoca das reflexões secundárias predominantes para a formação de cada pico, uma vez que existem várias delas que, devido aos baixos valores das refletividades de acoplamento entre as reflexões, não contribuem em forma substancial para a formação do pico. A fim de solucionar este problema, foi necessário o desenvolvimento da versão MULTIQZB do programa MULTI. Esta versão permite simular diagramas de difração múltipla para a reflexão primária 00.1 do quartzo β , com bastante precisão uma vez que emprega parâmetros térmicos anisotrópicos no cálculo. O emprego do MULTIQZB aliado aos programas GAUSS, de ajuste de Gaussianas aos picos, e INDEXHEX levou à determinação inequívoca das reflexões secundárias predominantes na formação de cada pico. No desenvolvimento do método, foi verificado que existem picos cujas posições angulares azimutais ϕ são mais sensíveis à variação do parâmetro a da rede hexagonal do quartzo β enquanto que, para outros, essas posições são mais sensíveis à variação de c . Tendo por base este fato e para uma melhor determinação destes parâmetros, os picos foram divididos em duas categorias: aqueles que são bons para a determinação de a e aqueles que são bons para a determinação de c . A seleção foi feita baseada na razão $r = [(\Delta\phi_a - \Delta\phi_c) / \Delta\phi_c] - 1$, onde os $\Delta\phi$ s foram obtidos dos picos simulados quando um dos parâmetros, aquele que é correspondente ao sub-índice, é mantido fixo e o outro assume dois valores diferentes. Para valores de $r > 0$, os resultados mostram que a posição azimutal dos picos selecionados é mais sensível à variação de c do que de a . Neste caso, eles são bons para a determinação de c . Inversamente, para valores de $r < 0$, a posição azimutal dos picos é mais sensível à variação de a do que de c , sendo bons para a determinação de a . No caso em que $r \sim 0$, os picos são igualmente sensíveis a ambos os parâmetros. Deve ser acrescentado que a determinação de um parâmetro é tanto melhor quanto maior for o valor algébrico de r . A indexação correta dos picos, aliada à classificação desses mesmos picos, torna possível a utilização destes na determinação dos parâmetros a e c da cela hexagonal do quartzo β , próxima etapa no desenvolvimento da metodologia proposta.

Referência:

[1] Parente, C.B.R., Mazzocchi, V.L., Pimentel, F.J.F. Approximate intensity solutions for the multiple diffraction of neutrons in a many-beam case. *J. Appl. Cryst.* **27**, 463-474, 1994.

Pesquisa com apoio de:

Universidade de Mogi das Cruzes (UMC), Pontifícia Universidade Católica de São Paulo (PUC/SP) e Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).