

Programando um experimento de difração de raios X em função dos objetivos

Carlos de Oliveira Paiva Santos.

Instituto de Química – Unesp. Rua prof. Francisco Degni s/n. Araraquara, SP, Brasil.

Um dos requisitos básicos para se realizar um experimento é prepará-lo com base nos conhecimentos que já possui sobre o material a ser analisado e sobre o equipamento que se tem à disposição. Um exemplo simples. Se alguém irá medir um material que possui de cela unitária cúbica de volume igual a 1000\AA^3 , a medida, a priori, deverá começar em torno de $8,4^\circ$ (2θ), para comprimento de onda igual a $1,5406\text{\AA}$. Pode ser que exista algum contaminante que apresente picos antes disso, de forma que se começar antes pode não ser má ideia. Porém, não poderá começar a medida em 15° (2θ), pois poderá perder informações importantes sobre a estrutura cristalina. Também, para geometria Bragg-Brentano, fendas de divergência devem ser escolhidas de forma a que o feixe de raios X incida totalmente sobre a amostra, desde o primeiro pico a ser medido. Outros problemas existem e podem afetar análises pelo método de Rietveld[1] e/ou determinação de estruturas usando dados de difração por pó, como rugosidade superficial[2], orientação preferencial[3], distribuição bimodal de tamanho de cristalito[4], microabsorção em mistura de fases[5], granularidade[6], entre outros. É comum a amostra cair do porta-amostra. Isso pode acontecer mais facilmente em um difratômetro θ - 2θ horizontal do que em um vertical, e é praticamente impossível em um sistema θ - θ vertical. Amostras podem se deslocar durante as medidas se o porta amostra estiver girando a altas velocidades. Isso depende das características físicas da amostra. Granularidade pode causar problemas. Na Figura 1 são mostrados 3 medidas onde o efeito de granularidade é observado e o que foi feito para minimizá-lo. Um exemplo do efeito de granularidade na medida de um fármaco pode ser visto no trabalho de Antonio.[7]

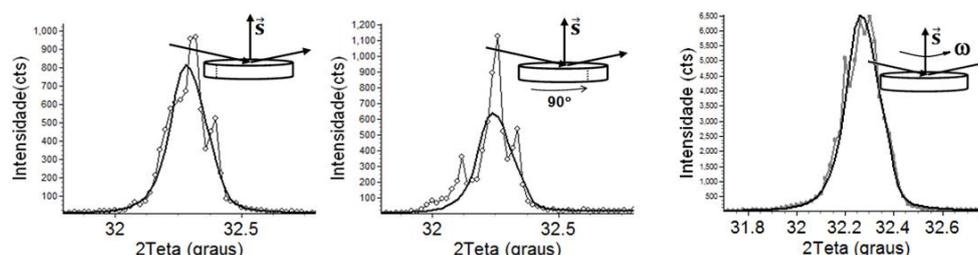


Figura 1. Medidas de DRX. (a) amostra parada em $\omega = 0$. (b) $\omega = 90^\circ$. (c) porta amostra girando.

Com todos os problemas que podem ocorrer torna-se necessário tomar providências para realizar medidas, de tal forma que os dados possam ser usados adequadamente no estudo do material. Isso será discutido nesse trabalho.

- [1] H. M. Rietveld, *Journal of Applied Crystallography* **2**, 65 (1969).
- [2] W. Pitschke, H. Hermann, and N. Mattern, *Powder Diffraction* **8**, 74 (1993).
- [3] N. Popa, *Journal of Applied Crystallography* **25**, 611 (1992).
- [4] R. A. Young and A. Sakthivel, *Journal of Applied Crystallography* **21**, 416 (1988).
- [5] J. C. Taylor and C. E. Matulis, *Journal of Applied Crystallography* **24**, 14 (1991).
- [6] R. Jenkins and R. L. Snyder, *Introduction to X-Ray Powder Diffractometry* (Wiley-Interscience, 1996).
- [7] S. G. Antonio. *Aplicação da difração de raios X por policristais e do método de Rietveld de refinamento de estruturas cristalinas no estudo de polimorfos cristalinos de fármacos* (2010). 161 f. (Doutorado) - Físico-Química, UNESP, Araraquara, SP, 2010. Disponível em: <http://labcacc.iq.unesp.br/teses/tese_Selma.pdf>.

Agradecimentos: FAPESP, CNPq e Capes pelo apoio em bolsas e no financiamento de projetos que resultaram em vários trabalhos que serão apresentados.