

INFORMATIZAÇÃO DO LABORATÓRIO DE DIFRATOMETRIA DE RAIOS X DO INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS DA USP

*F.M.S.Carvalho
D.Atencio*

INTRODUÇÃO

O Laboratório de Difractometria de Raios X do Instituto de Geociências da USP está passando por fase de informatização que envolve a adaptação e a confecção de pequenos programas, bem como a utilização de programas já existentes para o tratamento de dados.

Existem, atualmente, vários pacotes de programas à venda que automatizam a rotina de laboratórios de difração de raios X (Smith, 1989). Entretanto, seu preço é relativamente elevado. As dificuldades, principalmente burocráticas, em obter verbas para finalidades científicas, motivou a procura de soluções alternativas.

A meta do laboratório é a total informatização dos dados a baixo custo, permitindo melhor qualidade nos serviços prestados.

AQUISIÇÃO DE DADOS

O Laboratório dispõe de difratômetro modelo Iris 6, fabricado na extinta Alemanha Oriental, configurado segundo a geometria Bragg-Brentano e com um motor de passo. O motor de passo permite a aquisição de dados na forma digital (leitura por computador) ou na forma analógica (registrador gráfico).

A técnica digital consiste na leitura dos dados em espaçamentos fixos de ângulos 2θ por um tempo determinado, isto é, o detector permanece estacionado, contando a radiação recebida em um tempo determinado (usualmente 0,05 a 20 segundos), e enviando o resultado da contagem para o computador, conjuntamente com a leitura do ângulo. No final desta operação, o detector move-se com um passo (normalmente de 0,01 a 0,05 $^{\circ}2\theta$) e repete-se a operação de leitura deste ponto até o ângulo final.

A técnica analógica consiste no registro dos dados por um registrador gráfico relacionado com a velocidade de varredura do detector. A coleta de dados na forma analógica possui desvantagens em relação à forma digital:

a) os gráficos gerados são bastante imprecisos, com desvios constantes da posição dos ângulos 2θ devido a pequenos deslocamentos nas pontas dos recipientes de tinta do registrador gráfico, desgaste do motor e na própria leitura dos dados coletados;

b) rotineiramente, picos de grande intensidade prejudicam a visualização de picos de baixa intensidade. Expandindo-se a escala do registrador para visualizar picos de baixa intensidade, prejudica-se a leitura de picos de grande intensidade, ou seja, para ter-se toda a informação é necessário obter dois diagramas;

c) os resultados não podem ser tratados via computador, pois não são armazenados na memória do computador;

d) o papel utilizado pelo registrador gráfico é fora dos padrões de mercado, necessitando ser fabricado por encomenda, a preços muito elevados.

A maioria dos difratômetros modernos já trabalham na forma digitalizada (utilizando o motor de passo) e o uso do registrador gráfico tornou-se praticamente obsoleto.

SOFTWARES DISPONÍVEIS NO LABORATÓRIO

Leitura e apresentação dos dados

Nome do Programa - AJU4

Autor - Douglas A.P. Boulla (1992) - Instituto de Física - USP

Adaptação - Flavio M.S. Carvalho (1993) - Instituto de Geociências - USP

Observação - Programa disponível para qualquer computador IBM -PC

Descrição - O programa permite a visualização dos dados coletados pelo difratômetro na tela do computador e sua reprodução em papel comum de formulário contínuo, a definição da escala para leitura de picos de pequena intensidade, o "alisamento" de picos através da função *smooth*, a visualização de dados em escala log, a leitura dos dados diretamente da tela e a geração de uma tabela de ângulos 2θ , d (distância interplanar), intensidade absoluta e intensidade relativa.

Pretende-se, ainda, acrescentar uma rotina para determinar e eliminar o *background* (linha de base), um pesquisador de picos (*peek search*) para agilizar a interpretação dos dados, e uma rotina que possibilite a sobreposição de dois ou mais diagramas.

Interpretação de dados

Nome - Mineral Database versão 3.31

Autores - E.H. Nickel & M.C. Nichols (1993)

Observação - disponível para computador IBM-PC AT ou superior, com drive de 3 1/2".

Descrição - Mineral é um banco de dados que tem sido utilizado para agilizar a interpretação dos dados. Os campos que podem ser indexados são: nome do mineral, nomes obsoletos, fórmula química, componentes químicos, referências bibliográficas sobre o mineral e sobre o estudo de estrutura cristalina, número da ficha ICDD, cor, brilho e as oito raiais mais intensas do padrão de difração de raios X. Relatórios resultantes da pesquisa podem ser impressos. O programa é satisfatório tanto na facilidade de seu manuseio, quanto na velocidade da aquisição da informação.

Aplicativos para tratamento de dados

Nome - LCLSQ versão 8.4

Autor - C. W. Burnham (1991)

Observações - disponível para qualquer computador IBM-PC.

Descrição - LCLSQ é um programa de cálculo de parâmetros de cela unitária, através do método dos mínimos quadrados. Permite correção de dados e uma avaliação (figura de mérito) dos resultados obtidos no final do refinamento.

Programas em fase de implantação

Nome - DBWS-9006 PC

Autor - A. Sakthivel & R.A. Young (1992)

Observação - Programa disponível para IBM-PC 386 com co-processador matemático.

Descrição - O programa utiliza-se do método de Rietveld para refinamento de estruturas cristalinas, cálculo de parâmetros de cela, quantificação de diferentes fases em uma mistura, grau de cristalinidade, e modelamento de fases amorfas. Permite o tratamento de dados obtidos por difração de raios X, difração de neutrons ou síncrotron.

Nome - NIST Crystal Data Identification File

Autor - ICDD

Observações - disponível para IBM-PC equipado com CD-ROM

Descrição - Este banco de dados fornece informações a respeito de estruturas cristalinas de materiais inorgânicos, mas não se encontra utilizável por falta do CD-ROM.

CONCLUSÕES

O uso de computador pode reduzir custos de aquisição, tempo de interpretação, e melhoria da qualidade dos resultados obtidos por difração de raios X, técnica esta tradicional na caracterização de minerais e substâncias cristalinas em geral, bem como acrescentar informações úteis aos usuários. O conjunto de programas do Laboratório ainda é pequeno, oferecendo, porém, importantes resultados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Smith, D.K. (1989) Computer analysis of diffraction data. In: Bish, D.L. & Post, J.E., Ed., Modern Powder Diffraction. Reviews in Mineralogy, 20:183-216.