

SIMULAÇÃO DO MÉTODO DE PRECESSÃO DE  
BUERGER MEDIANTE COMPUTADOR

R.A. Müller

*Departamento de Química – U.F.V.; Campus Universitário; 36570 – Viçosa (MG)*

(Recebido em 30/6/81; cópia revisada em 15/9/88)

## ABSTRACT

X-RAY DIFFRACTION SIMULATION COMPUTER  
PROGRAM FOR THE BUERGER PRECESSION  
METHOD

With the facility of a computer and standard printer it is possible to simulate the practical work involving the precession method of x-ray diffraction.

The crystal fine alignment is simulated by this program. A cardboard goniometer head and azimuth axis model in front of the program output is suitable to a full alignment sequence demonstration.

Finally six precession figures are emitted. Unit cell constants and space groups can be calculated as well.

## INTRODUÇÃO

Para a montagem de um laboratório cristalográfico incluindo também um pequeno gerador de raios-x de 4 kVA, instalação de água de refrigeração, câmara de precessão de Buerger, filmes e microscópio é necessário um grande investimento. Nota-se a ausência deste equipamento em muitos departamentos de química de ensino universitário. Com a utilização de um computador e impressora comum é possível simular o trabalho experimental de difração de raios-x pelo método de Buerger. Nas experiências práticas reais o monocristal é cuidadosamente colado a um suporte na cabeça goniométrica. Procura-se orientar um par de eixos cristalográficos perpendiculares ao feixe incidente de raios-x. A observação da figura impressa no filme pela radiação difratada pela amostra permite calcular o ajuste fino necessário que deslocará o cristal de modo que a perpendicularidade acima almejada seja alcançada dentro da precisão fornecida pelo aparelho.

Simula-se com este programa a operação de alinhamento fino. Uma cabeça goniométrica de papelão e um modelo de eixo azimutal montados em frente à figura impressa pelo simulador possibilitam uma demonstração completa. No final são emitidas seis figuras de precessão.

O grau de dificuldade para se obter a posição de alinhamento ótimo pode ser selecionado. A tabela 1 especifica a variação do desalinhamento que pode ser escolhido no procedimento da simulação.

A correção do alinhamento é calculada nesta simulação exatamente como no caso de um experimento real. No início, o arco azimutal é usualmente ajustado de modo que seja paralelo ao plano formado pelo raio-x incidente e pelo eixo azimutal. A correção calculada em graus pela equação (1) é tirada

$$\text{correção} = 14 \cdot ||y_1| - |y_2|| \cdot (60)^{-1} \quad (1)$$

da literatura<sup>1</sup>. Medem-se os valores  $y_1$  e  $y_2$  em milímetros como mostrado na figura 1. Este valor numérico será fornecido como dado de entrada em ponto flutuante para a correção de alinhamento do arco horizontal.

A demanda de novo ajuste será julgada pela observação da figura impressa pelo programa. De modo semelhante procede-se para o arco azimutal.

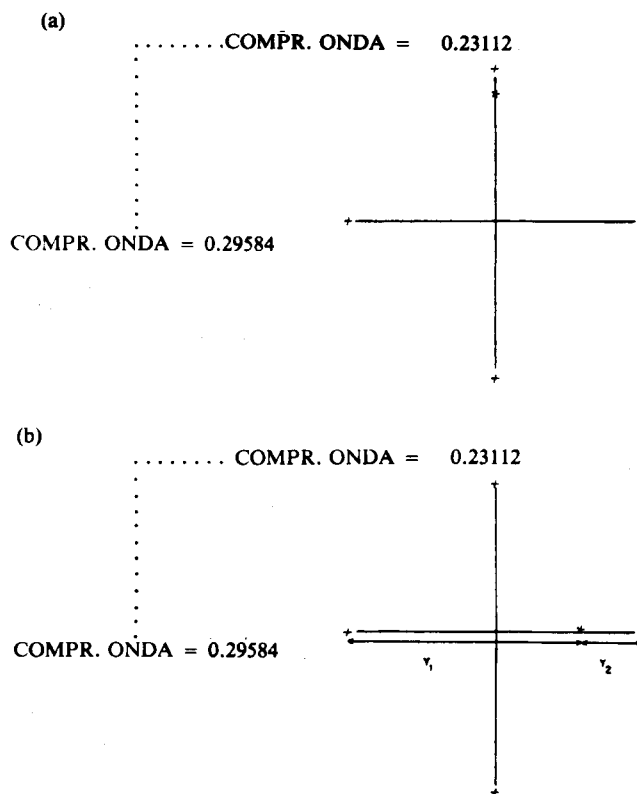
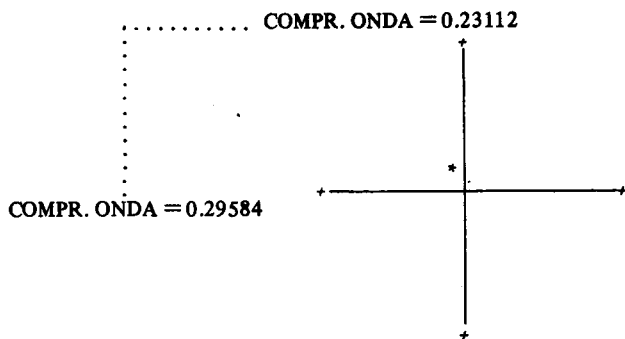


Figura 1. Desalinhamento. (a) No arco azimutal apenas. (b) No arco horizontal apenas.

Tabela I. Intervalo de variação dos arcos da cabeça goniométrica no simulador.

Arco	Desalinhamento	Alinhado
azimutal	6 a 16	11
horizontal	6 a 20	13
vertical	-7 a +7	00

(a)



(b)

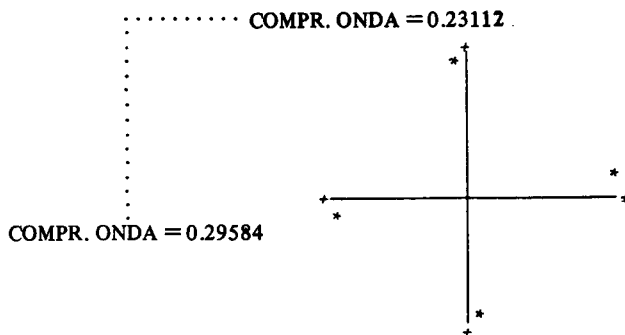


Figura 2. Figuras de alinhamento. (a) Desalinhado. (b) Alinhado no arco azimutal e horizontal, demanda correção do arco vertical no sentido horário. Raio-x penetrante no papel.

A seguir a observação de uma figura como a fig. 2(b) indica a necessidade de correção do arco vertical. Este arco será colocado em posição horizontal mediante uma rotação de noventa graus do eixo azimutal. Repete-se o ajuste descrito para o arco horizontal. Ao se atingir o alinhamento completo, o programa emitirá seis figuras de precessão tipo (hk0), (hk1), (0k), (1k), (h0l) e (hl).

#### A MEDIDA DO PARÂMETRO DA CELA UNITÁRIA

Medem-se as constantes da cela unitária conforme descrito em Buerger<sup>2</sup>. A distância  $x = 3,20$  mm assinalada na fig. 3 – corresponde ao valor do afastamento de um ca-

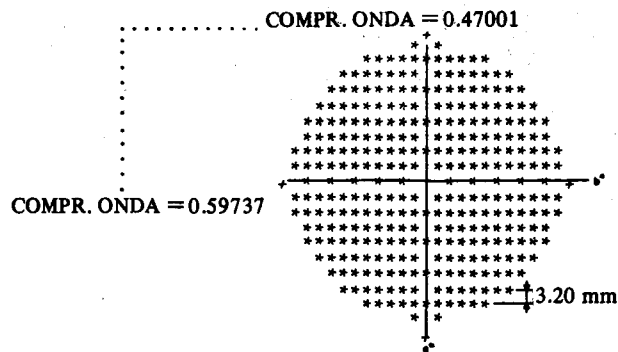


Figura 3. Medidas das constantes de cela unitária. Esta é a figura de precessão da antimônita<sup>3</sup>, sistema ortorrômbico,  $a = 11,20 \text{ \AA}$ ,  $b = 11,28 \text{ \AA}$ ,  $c = 3,83 \text{ \AA}$ , grupo espacial Pbnm.

racter a outro fornecido no arquivo de dados de entrada. Observando-se o comprimento de onda nesta direção igual a  $0,59737 \text{ \AA}$  e a distância filme-cristal igual a  $60$  mm, obtém-se o parâmetro  $a$  da cela unitária, aplicando a equação (2).

$$a = 60 \text{ mm} \cdot 0,59737 \text{ \AA} \cdot (3,20 \text{ mm})^{-1} \quad (2)$$

Utiliza-se o Ångstrom como unidade de medida ( $1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m}$ ) por motivos de tradição cristalográfica.

#### DEFINIÇÃO DO PROBLEMA – DADOS DE ENTRADA

Entre os dados de entrada em arquivo inacessível para o aluno incluem-se os parâmetros recíprocos da cela unitária da amostra simulada. Os ângulos da cela unitária são todos iguais a noventa graus. Esta é uma clara limitação, o que permite aplicação geral somente aos sistemas cúbico, tetragonal e ortorrômbico. A próxima informação é a respeito do alinhamento. Pode-se escolher o alinhamento correto dado na tabela 1, o que permitirá diretamente a obtenção das seis figuras de precessão. Por outro lado, o desalinhamento pode ser independentemente escolhido para cada arco, como na figura 1.

Considerando que a saída da impressora poderá ter qualquer distância de um carácter para outro, o programa precisa deste valor para calcular o comprimento de onda da radiação que naquela direção daria aquele afastamento que a impressora utiliza para separar o centro de um asterisco ao centro do asterisco seguinte para a amostra simulada. Tal afastamento para a direção vertical corresponde à distância milimétrica para caracteres em linhas consecutivas. De modo semelhante a distância milimétrica para caracteres numa mesma linha corresponde ao afastamento horizontal. Cada uma das últimas 27 linhas contém a informação a respeito da presença ou não do elemento particular de simetria da amostra simulada.

## DESCRIÇÃO DO PROGRAMA

O programa tem seiscentos comandos Fortran<sup>4</sup>, onze subrotinas e extensão total de 30 k bytes. Utiliza a técnica de provocar as respectivas extinções sistemáticas para cada elemento de simetria translacional adicionado no arquivo.

## CONCLUSÃO

O estudante aprenderá a utilizar o simulador numa sequência auto instrutiva e a cada oportunidade conveniente poderá interromper a operação. O problema original pode ser reiniciado com os mesmos dados originais. A título de curiosidade incluíram-se também os elementos de simetria existentes em outros sistemas cristalinos.

A listagem do programa com exemplo de arquivo de entrada será enviada à pessoa interessada ou gravado em disquete de 5 e 1/4 fornecido pelo solicitante.

## AGRADECIMENTO

O autor agradece ao PNUD pelo financiamento, projeto BRA 82/23.

Os agradecimentos são extensivos também ao pessoal do CPD-UFV pela assistência fornecida.

## BIBLIOGRAFIA

- <sup>1</sup> Stout, H.G.; Jensen, L.H.; "X-ray Structure Determination", The Macmillan Company, London (1972).
- <sup>2</sup> Buerger, M.J.; "The Precession Method in X-ray Crystallography", John Wiley and Sons Inc., New York (1964).
- <sup>3</sup> Betejtin, A.; "Curso de Mineralogia", Mir, Moscou (1977).
- <sup>4</sup> Hehl, M.R.; "Sistema de Programação Fortran IV G-H", Mc. Graw-Hill do Brasil, São Paulo (1979).

## HISTÓRIA DA QUÍMICA

---

### LAVOISIER: UMA REVOLUÇÃO NA QUÍMICA

Lúcia Tosi

Departamento de Química - U.F.M.G.; 30161 - Belo Horizonte (MG)

(Recebido em 4/8/88)

## ABSTRACT

Our aim, in writing this essay, is to emphasize Lavoisier's major role in the emergence of a new paradigm in chemistry, as a contribution to the bicentennial celebration of his *Traité Élémentaire de Chimie* in March 1989. A succinct biography is presented followed by a description of his most significant work, focusing his awareness about the confusion inherent to the phlogiston theory and the elaboration of his conceptual approach on combustion. Starting from his experiment on the nature of water we follow the course of Lavoisier's work and thought through his research on the combustion of phosphorus and sulphur, the reduction of calces to metal, the discovery of oxygen, and the numerous experiments on the synthesis and decomposition of water. Other aspects of Lavoisier's scientific endeavour related to the theory of combustion are mentioned, namely his work on calorimetry and respiration, on elemental analysis of organic matter as well as his theories on acids and caloric. The major contribution of the *Traité Élémentaire de Chimie* to define the problems and methods of chemistry and to lay the foundations of its practice is expounded. The paper closes with the description of Lavoisier's last years, his battle to save the Académie des Sciences, and his condemnation to death as a *fermier général*.

## RESUMO

Este ensaio é uma homenagem à memória de Lavoisier na ocasião do segundo centenário da publicação de seu *Traité Élémentaire de Chimie* em março de 1989. O nosso objetivo é o de salientar a sua contribuição fundamental no surgimento de um novo paradigma na química. O ensaio começa com uma biografia sucinta, seguida pela descrição de suas contribuições mas significativas dando relevância à sua percepção das dificuldades da teoria do flogisto e mostrando a formação do seu esquema conceitual sobre a combustão. Começando com sua experiência sobre a natureza da água acompanhamos o seu trabalho experimental e o seu pensamento através das suas pesquisas sobre a combustão do fósforo e do enxofre, a redução das calces ao metal, a descoberta do oxigênio e as numerosas experiências sobre a síntese e decomposição da água. Mencionamos, também, os outros trabalhos de Lavoisier relacionados com a teoria da combustão: calorimetria e respiração, análise elementar de substâncias orgânicas e as suas teorias sobre os ácidos e o calórico. Além disso, mostramos a importante função do *Traité* ao estabelecer os fundamentos da química e ao definir a sua metodologia. O artigo termina com uma descrição dos últimos anos da vida de Lavoisier, sua defesa da