



Universidade Federal do Paraná

Departamento de Física

Laboratório de Física Moderna

Bloco 01: DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Entende-se por raios-X, a região do espectro eletromagnético com comprimentos de ondas no intervalo aproximado de 1nm a 1000 nm. A compreensão da interação desta radiação com a matéria trouxe grandes avanços no desenvolvimento da ciência e tecnologia. Fótons deste intervalo de comprimentos de onda são utilizados para analisar estruturas desde a escala atômica até dimensões de galáxias. Neste experimento vamos estudar o fenômeno de difração de raios-X em monocristais.

Questionário para estudos

1. Quem foi Röntgen? E o que ele descobriu? Quando foi isto?
2. O ouro tem um número atômico $Z = 79$ e uma massa atômica $A = 197$ uma (1 uma é igual a 1.6605×10^{-27} kg). Sua densidade é $19,3 \text{ g/cm}^3$. Considerando o átomo de ouro como uma bolinha homogênea, qual será o diâmetro desta bolinha? Empilhando estas bolinhas, qual será a distância entre bolinhas vizinhas?
3. O que é um cristal e quais os arranjos cristalinos conhecidos?
4. Defina distância interplanar e parâmetro de rede.
5. Qual é a diferença entre um monocristal e um policristal?
6. O que seria um material amorfo?
7. Qual é a faixa em Hz, eV e J que chamamos de raio-X?

8. Como gerar um feixe de raios-X?
9. Como funciona este negócio de "bater uma chapa de raio-X"?
10. Quem foi William Henry Bragg e quem foi William Lawrence Bragg?
11. Os Bragg propuseram a equação de difração $n\lambda = 2d\sin\theta$. Identifique os termos da equação e defina a condição de difração de Bragg.
12. O pessoal do raio-X fala em radiações K_α e K_β . O que é isto?
13. As energias do K_α e K_β do cobre são, respectivamente, 8.037 e 8.905 eV. Calcule os comprimentos de onda destas radiações em Å.
14. Como funciona um detector Geiger-Müller?

Experimento

O primeiro passo é identificar as partes do instrumental utilizado. Ligue o difratômetro Phywe, cuja chave geral fica na parte traseira do equipamento. Ligue a interface *Cobra3* que é alimentada com 12 V pela fonte encontrada sobre a mesa. Ligue o computador e o contador de pulsos Geiger-Müller (GM) do difratômetro.

- **No difratômetro:**

OBS: Por enquanto não mexa nas chaves e posições do difratômetro.

- 1) A alta tensão no tubo de raios-X é apresentada no painel com 3 dígitos. O ajuste da tensão é obtido pelos botões (+) e (-), com o passo de 100 V.
- 2) Existem 4 botões para controle e posicionamento dos braços θ e braço 2θ .
- 3) Uma chave indica: V1, V2, V3. São as três velocidades possíveis de varredura. V1 é a mais lenta e V3 a mais rápida. A chave deve estar na posição V1.
- 4) Outra chave indica "tuboGM", "cristal" e "tuboGM+cristal". Deve estar na última posição.
- 5) Uma chave adicional do tipo alavanca é utilizada para indicar a forma de saída do sinal correspondente ao ângulo de varredura "GM" ou "cristal". Ela deve permanecer na posição "cristal", para todas as medidas realizadas nesta prática.

6) A intensidade do feixe de raios-X é medida com um detector tipo Geiger-Müller (GM) fixo no braço de rotação 2θ . Este detector tem a característica particular de não permitir a seleção da energia do fóton, ou seja, os fótons de alta e baixa energia são detectados igualmente.

7) O sinal da intensidade detectada pelo GM (conector BNC) vai para a entrada da interface *Cobra3* e também ao módulo contador GM. Neste contador, o LED verde abaixo do símbolo do alto-falante, deve estar ligado.

8) O sinal do posicionamento angular do cristal é levado também à interface através dos conectores do tipo "banana" (vermelho e azul).

9) As amostras a serem utilizadas podem ser removidas de forma suave do eixo central utilizando os dois pinos guias. Quando a equipe estiver pronta para executar esta operação de troca, chame o professor.

10) Muito importante é o protetor do detector do feixe de raios-X. É simplesmente uma lâmina de chumbo que deve ser posicionado entre a amostra e detector em 2θ igual a zero, para evitar que durante a varredura o feixe incidente venha a atingir diretamente o detector, provocando danos irreparáveis.

- **No computador:**

1) Na tela principal do computador Você encontra o ícone "*Measure*". Ao abri-lo, há uma série de recursos, mas será utilizada apenas a opção "Nova medida", cujo atalho é indicado por um círculo vermelho. Ao abrir "Nova medida", surge uma janela, na qual se deve confirmar o ângulo θ inicial, que deverá ficar em 0° .

2) Para iniciar uma medida, **deve-se confirmar no computador e simultaneamente apertar no difratômetro o botão AUTO**. Assim, a amostra e detector farão o movimento de rotação θ e 2θ respectivamente, enquanto o programa "*Measure*" fará a coleta da intensidade e ângulo θ . O gráfico, resultado da medida, só aparece na tela depois de terminada a varredura angular.

3) Terminada uma varredura, grava-se o resultado em dois arquivos de dados na área (Measure:\dadosalunos): um fazendo a opção salvar com extensão **msr** e outro deve ser exportado com extensão **txt**. Este último arquivo poderá ser lido com outro software, e ser utilizado para análise e apresentação dos resultados no relatório. No software de análise de dados, a leitura deve ser através da opção *import wizard*. Na janela que abre você selecionará o delimitador: TAB. Na sequência, ajuste o *Numeric Separator* adequadamente. Em seguida importe os dados. Desta forma seus dados serão lidos corretamente.

- **Experimento: Obtenção do difratograma de um monocrystal de KBr.**

- **No difratômetro:**

1) Para começar coloque o colimador na saída do tubo de raios-X.

- 2) Posicione inicialmente o monocristal KBr sobre o eixo central (θ).
- 3) Certifique-se que o protetor do detector contra a incidência direta do feixe esteja corretamente posicionado.
- 4) Ajuste o ângulo inicial de varredura. Note que os movimentos dos dois braços indicadores são acoplados: um θ , o outro 2θ . Escolha, por exemplo, $\theta = 0^\circ$. O ângulo final é definido automaticamente quando termina a varredura em $\theta = 45^\circ$.
- 5) A velocidade de varredura deve ser a V1, a mais lenta.
- 6) As chaves frontais seletoras de saída devem estar posicionadas em: "tuboGM + cristal" e "cristal".
- 7) **A porta do difratômetro deve estar fechada.**
- 8) Ajuste gradativamente a alta tensão do gerador de raios-X para 25 kV. Observe que com o aumento da tensão, a frequência do sinal de áudio no GM se intensifica. A cada "*click*" pode se dizer que um fóton de raios-X foi contado.

- **No programa "*Measure*":**

- 1) Iniciar pela opção: nova medida.
- 2) Defina o ângulo inicial e final, de acordo com a indicação do difratômetro.
- 3) Tanto o programa quanto o difratômetro estão prontos para iniciar a varredura automática.
- 4) Para dar início à medida, aperte simultaneamente o botão AUTO do difratômetro e o mouse sobre "continue". Assim inicia-se a varredura. Ela terminará quando o ângulo θ atingir 45° e no final um gráfico da intensidade em função do ângulo é mostrado na tela. Quando terminada a medida, abaixe a alta tensão para 0 keV.
- 5) Grave o arquivo de dados nas duas opções: original "arquivo.msr" e exporte "arquivo.txt". Neste último, com o mouse, vá em: Measurements/ exportar data/.
- 6) Selecione: "save file" e "export as numbers".

- **Espectro com a radiação filtrada.**

- 1) Você fará a mesma medida que a anterior, mas agora, inserindo o filtro de Níquel.
- 2) Abra a porta frontal do difratômetro. Insira uma lâmina de Ni com a espessura $10\ \mu\text{m}$ no feixe, entre amostra e o colimador. Cuidado para não tocar na amostra. Feche a porta e posicione os eixos para iniciar em $\theta = 0^\circ$. Coloque a alta tensão em 25 keV. Prepare o

programa *Measure*. Colete um novo conjunto de dados. Use as mesmas condições que a medida anterior, repetindo os passos no **difratômetro e no *Measure***. Quando terminada a medida, grave os resultados, abaixe a alta tensão para 0 keV.

3) Visualmente compare o gráfico obtido com o anterior. Veja que alguma parte do espectro sumiu. Isto ocorre devido ao filtro de Níquel que atuou como um selecionador do espectro. No procedimento de análise você será mais quantitativo.

➤ **Experimento: Medida da difração por uma lâmina monocristalina de LiF**

Repita o procedimento adotado para o cristal de KBr.

• **Análise: Cristal de LiF e KBr**

- 1) Para a medida sem o filtro de Ni, use modelo de Bragg para obter os parâmetros de rede do monocristal.
- 2) Repita a análise com o filtro de Ni.
- 3) Para a aquisição e análise de dados siga as sugestões do Vapt-Vupt.

Bloco 01: DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.

➤ **Cristal de KBr**

1) Anote as seguintes informações na tabela abaixo:

	Comprimento de onda (nm)	Energia (keV)
Linha Cu K_{α}		
Linha Cu K_{β}		
Comprimento de onda mínimo		

2) O que aconteceu com as intensidades no difratograma como consequência do feixe de raios-X passar pelo filtro de Ni?

	I_{β}	I_{α}	I_{α} / I_{β}
Sem filtro			
Com filtro de Ni			

3) Preencha as tabelas abaixo para os experimentos realizados com e sem filtro de Ni.

• **Com filtro:**

	Pico 1	Pico 2	Pico 3	Pico 4	Outros
θ (°)					
d (nm)					
a (nm)					

➤ **Cristal de LiF:** Sabendo que a cela unitária do cristal de LiF é cúbica e que os planos difratantes são da família (h00), determine o parâmetro de rede a desse cristal.