

## Laboratório de Estrutura da Matéria II

### Difração de raios X

#### PRINCÍPIO E OBJETIVOS

Feixes de raios X são analisados através de difração por monocristais, para diferentes valores da tensão de anodo. A partir da variação do comprimento de onda mínimo dos raios X emitidos em função da tensão de anodo é obtida a constante de Planck. A lei de Bragg é usada para o estudo da estrutura de um monocristal.

#### TÓPICOS RELACIONADOS

Lei de Bragg, radiação de “bremsstrahlung”, lei de Duane-Hunt, planos atômicos e estrutura cristalina, produção e detecção de raios X .

#### EQUIPAMENTO

Unidade de raios X, monocristais de LiF e KBr, detector de raios X, contador de pulsos, amplificador, multímetros, cabos de conexão.

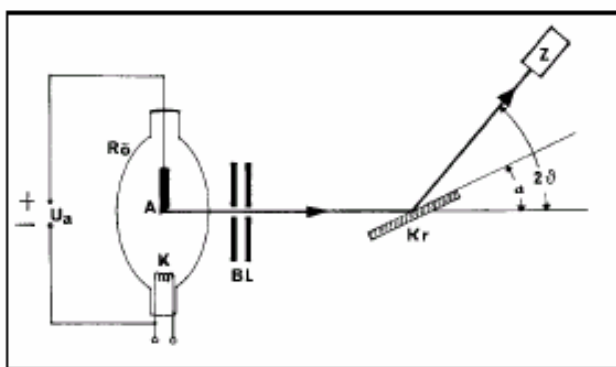
#### TAREFAS EXPERIMENTAIS

1. Registrar o espectro de emissão de raios X de um alvo de cobre com a máxima tensão de anodo ( $V_A$ ), utilizando um monocristal de LiF na condição de Bragg.
2. Repetir o passo 1 variando a tensão  $V_A$ .
3. Repetir o passo 1 agora com o monocristal de KBr.
4. Calcular os valores de energia das linhas de emissão do Cu.
5. Verificar a lei de Duane-Hunt.
6. Obter graficamente o valor da constante de Planck.

#### PROCEDIMENTOS EM LABORATÓRIO

1. O arranjo experimental encontra-se esquematizado na Fig. 1 Coloque a fenda de 2 mm de abertura na saída do feixe de raios X, com o monocristal de LiF montado no porta-amostra de modo que a superfície do monocristal esteja na horizontal. Pressione o botão “zero key” para que o detector e o porta-amostra sejam trazidos para a posição inicial.
2. Ajuste o contador de pulsos com os seguintes parâmetros iniciais: tensão de saída para o detector: 500 V; sensibilidade:  $10^5$  pulsos/min; constante de tempo: 0,5 ou 1,5 s.

3. A tensão de saída do contador fornece a intensidade de radiação detectada. Os raios X refletidos (ou espalhados) pelo monocristal na posição angular  $\theta$  são registrados pelo detector na posição angular  $2\theta$ . Na própria unidade de raios X há uma saída de tensão proporcional ao ângulo de interesse ( $\theta$  ou  $2\theta$ ), à razão de 0,1 V/grau. Ambas essas tensões de saída podem ser diretamente medidas com um voltímetro e os ângulos podem ser, alternativamente, medidos diretamente na escala em graus da unidade de raios X.
4. Feche a porta deslizante da unidade, selecione a velocidade de varredura, ajuste os botões de controle da unidade para que o movimento do cristal e do detector sejam simultâneos e para que o ângulo registrado seja o correspondente ao do cristal ( $\theta$ )
5. Ajuste a tensão de anodo  $V_A$  no seu valor máximo (25 kV) e registre um espectro de emissão do Cu utilizando a difração com o monocristal de LiF orientado na direção 100. O espectro pode ser registrado manualmente ou no modo de varredura automática.
6. Repita o passo acima, mas agora registrando os espectros obtidos com diferentes valores de  $V_A$  (tome em torno de 7 pontos entre 13 e 25 kV).
7. Troque o monocristal de LiF pelo de KBr (também orientado na direção 100) e registre novamente um espectro de difração de raios X (com  $V_A = 25$  kV) para observar difração até terceira ordem com valores de  $\theta$  até  $45^\circ$ .



**Fig. 1:** Montagem experimental para levantamento de espectros de difração de raios X.  $U_a$  = tensão de anodo, Rö = tubo de raios X, K = catodo, A = anodo de Cu, BL = sistema de colimação, Kr = cristal, Z = detector,  $\theta$  = ângulo de Bragg.

## CUIDADOS QUE DEVEM SER TOMADOS EM LABORATÓRIO

1. Qualquer equipamento de raios X produz radiação que pode oferecer riscos à saúde dos operadores. A unidade de raios X empregada nesse experimento é construída de maneira a proporcionar o mínimo perigo possível, só existindo radiação emitida quando a porta deslizante da unidade (a qual é blindada com uso de um plástico especial contendo chumbo) está hermeticamente fechada. De qualquer forma, devem ser tomadas as precauções usuais em ambientes contendo radiação ionizante, como não permanecer próximo à unidade inadvertidamente por longos períodos, não deixar o feixe ativo por mais tempo do que o necessário e em caso de percepção de qualquer problema técnico comunicar imediatamente ao professor ou responsável.

- O tubo detector não deve nunca ser exposto a radiação primária (não defletida) por longos períodos de tempo.

## EXPRESSÕES E RELAÇÕES NUMÉRICAS ENVOLVIDAS

- Quando elétrons emitidos pelo catodo de um tubo de raios X são acelerados e, com alta energia cinética, colidem com um alvo metálico representado pelo anodo de Cu, raios X são emitidos com distribuição contínua de energia (efeito de “bremsstrahlung”), sendo o mínimo comprimento de onda da radiação emitida diretamente proporcional à tensão de aceleração aplicada ao anodo:

$$eV_A = \frac{hc}{\lambda_{\min}} \quad (1)$$

- A chamada lei de Duane-Hunt, obtida experimentalmente em 1915, decorre imediatamente da Eq. 1:

$$V_A \lambda_{\min} \cong 1,25 \times 10^{-6} \text{ V} \cdot \text{m} \quad (2)$$

- No espectro de emissão característico do alvo metálico encontram-se, além da radiação contínua de bremsstrahlung, linhas típicas do elemento do alvo, associadas a transições eletrônicas ocorrendo nas camadas internas dos átomos desse elemento em consequência das colisões sofridas com os elétrons acelerados. Os comprimentos de onda dessas linhas são, diferentemente da radiação contínua, independentes da tensão de aceleração  $V_A$ . A Fig. 2 exibe o diagrama de níveis de energia de raios X do Cu, mostrando as três transições tipicamente observadas para esse elemento (denominadas  $K_{\alpha_1}$ ,  $K_{\alpha_2}$  e  $K_{\beta}$ ). Na prática não é em geral possível obter a separação entre as linhas  $K_{\alpha_1}$  e  $K_{\alpha_2}$ , sendo observada apenas uma linha com energia média denominada  $K_{\bar{\alpha}}$ .

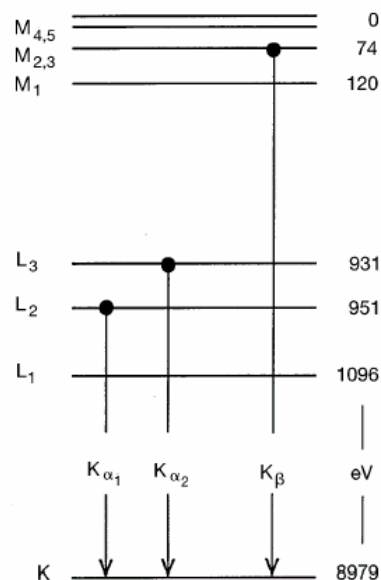


Fig. 2: Diagrama de níveis de energia de raios X do Cu.

- A análise dessa radiação policromática pode ser feita com uso de um monocristal, com orientação dos seus planos cristalinos convenientemente ajustada. Os raios X incidindo sobre a superfície do

monocristal orientado sofrem interferência construtiva apenas em direções bem definidas, descritas pela lei de Bragg:

$$2d \sin \theta = n\lambda, \quad (3)$$

onde  $d$  é a distância interplanar característica do monocristal,  $\theta$  é o ângulo de difração de Bragg (ângulo entre o feixe incidente e os planos atômicos cristalinos) e  $n$  é um número natural que indica a ordem de difração ( $n = 1, 2, 3, \dots$ ). A seguir encontram-se os valores de  $d$  para os cristais de LiF e KBr correspondentes aos planos cristalinos com índices de Miller 100:

$$\text{LiF (100): } d = 2,014 \text{ \AA} \qquad \text{KBr (100): } d = 3,295 \text{ \AA}$$

5. Como  $d$  é fixo (trata-se de um monocristal orientado!), a detecção de raios X para diferentes valores de  $\theta$  fornece a distribuição em energia do feixe, sendo os valores de energia obtidos pela expressão abaixo:

$$E = \frac{nhc}{2d \sin \theta} \quad (4)$$

## QUESTÕES A SEREM RESPONDIDAS NO PRÉ-RELATÓRIO

1. Discuta detalhadamente o efeito de bremsstrahlung e deduza as Eqs. 1 e 2.
2. Discuta o diagrama de níveis de energia de raios X do Cu, mostrado na Fig. 2, explicando a notação usada para a descrição dos níveis e a quantidade de níveis em cada grupo.
3. Obtenha a partir da Fig. 2 os valores de energia e comprimento de onda das linhas  $K_{\alpha 1}$ ,  $K_{\alpha 2}$ ,  $K_{\bar{\alpha}}$  e  $K_{\beta}$  do Cu.
4. Faça uma dedução geométrica da lei de Bragg (Eq. 3).
5. Deduza a Eq. 4.
6. Faça um esquema da estrutura cristalina do LiF e explique o que é um monocristal de LiF orientado na direção 100.
7. Esboce um espectro de emissão típico de um alvo metálico qualquer (Cu, Mo, W, etc), mostrando a faixa contínua e as linhas discretas presentes no espectro.
8. Explique como a constante de Planck pode ser obtida com os dados deste experimento.

## PROCEDIMENTOS E CÁLCULOS A SEREM EFETUADOS NO RELATÓRIO

1. Trace o espectro de emissão do Cu obtido com  $V_A = 25$  kV e usando o cristal de LiF. Discuta as principais características desse espectro: faixa contínua, comprimento de onda mínimo, linhas discretas.

- Utilize a Eq. 4 juntamente com os valores de  $\theta$  correspondentes aos três picos observados no espectro do item anterior para determinar os valores de comprimento de onda e de energia das linhas  $K_{\alpha}$  e  $K_{\beta}$  do Cu. Compare com os valores esperados com base no diagrama da Fig. 2.
- Trace o espectro de emissão do Cu obtido com  $V_A = 25$  kV e usando o cristal de KBr. A partir das posições dos picos de difração observados até terceira ordem e usando os valores esperados de comprimentos de onda para as linhas  $K_{\alpha}$  e  $K_{\beta}$  do Cu (obtidos da Fig. 2), determine a distância interplanar correspondente (com incerteza). Compare com o valor esperado.
- Trace os espectros de emissão do Cu obtidos com diferentes valores de  $V_A$  e usando o cristal de LiF. Coloque todos os espectros no mesmo gráfico, deslocando-os ao longo do eixo vertical (basta adicionar um valor constante de intensidade conveniente para cada espectro). Discuta as variações dos comprimentos de onda das linhas discretas e dos comprimentos de onda mínimos das faixas contínuas em função de  $V_A$ .
- Obtenha a partir desses espectros os valores de  $\lambda_{\min}$ . Determine os valores dos produtos  $V_A \times \lambda_{\min}$  e compare com o valor dado na lei de Duane-Hunt.
- Monte um gráfico de  $\lambda_{\min}$  em função do inverso de  $V_A$  e obtenha, a partir desse gráfico, um valor para a constante de Planck, com incerteza.

## ANÁLISE DOS RESULTADOS OBTIDOS

- Explique detalhadamente o mecanismo físico de emissão de espectros de raios X discretos a partir da colisão de elétrons de alta energia com um alvo metálico.
- Explique por que os valores de energia dos níveis mostrados no diagrama da Fig. 2 estão orientados da maneira mostrada, ou seja, com o nível K possuindo energia maior que os níveis L, M, etc.
- Explique por que as transições  $L_1 \rightarrow K$  e  $M_1 \rightarrow K$  não são observadas no diagrama da Fig. 2.
- Por que raios X com comprimentos de onda menor que  $\lambda_{\min}$  não podem ser emitidos pelo alvo de Cu? Existe alguma argumentação clássica que possa justificar tal fato? Como a teoria quântica explica esse fenômeno?
- Nos espectros registrados com o cristal de KBr verifica-se a existência de quedas abruptas de intensidade para alguns valores específicos de  $\theta$ , em torno de  $8^\circ$  e  $16^\circ$ . Determine a partir do espectro registrado em laboratório os valores precisos de  $\theta$  onde ocorrem essas quedas e justifique a ocorrência desse efeito, tendo em conta o fato de que o elemento Br possui uma linha K de emissão com energia igual a 13,474 keV.

## BIBLIOGRAFIA

- Halliday, Resnick & Walker, Fundamentos de Física, Vol. 4.
- Eisberg & Resnick, Física Quântica.

3. Laboratory Experiments in Physics, Phywe.
4. Kittel, Introdução à Física do Estado Sólido.