



**Universidade de São Paulo**  
**Instituto de Física**

Laboratório de Física Moderna

FNC314

2009

**Raios X – II**

*Lei de Moseley*

*Análise de cristais por raios X*

*Difração de elétrons*

Professores: José Roberto Brandão de Oliveira

Roberto V. Ribas

Técnico: Alvimar F. Souza

## Raios X - II

### Introdução geral:

Os raios X foram descobertos por Roentgen no final do século XIX. Ao estudar a radiação proveniente de tubos de raios catódicos, Roentgen observou a emissão de raios penetrantes de natureza desconhecida. Mais tarde se verificou que os raios X nada mais são do que radiação eletromagnética de comprimentos de onda de 0.1 a 100Å.

### *Produção de raios X:*

A figura 1 mostra o esquema de uma válvula para produção de raios X. Um filamento aquecido pela passagem de uma corrente emite elétrons que são acelerados por uma diferença de potencial de 20 a 30 kV entre o filamento (o cátodo) e um eletrodo de Cobre (o ânodo) em vácuo. Ao atingir o ânodo de cobre os elétrons são freados bruscamente, emitindo radiação e ionizando os átomos de Cobre. O espectro dos raios X produzidos apresenta uma componente contínua correspondente a radiação de freamento dos elétrons, e uma componente discreta correspondente à desexcitação dos níveis eletrônicos internos dos átomos de Cu.

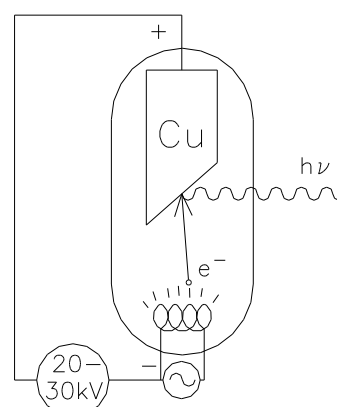


Figura 1. Tubo para produção de raios X

### *Radiação de freamento:*

A radiação de freamento (também chamada *bremsstrahlung*), emitida pelos elétrons que colidem com um material denso (no caso o ânodo de Cu), apresenta um espectro de energia contínuo. A cada colisão com os átomos ou elétrons do material, o elétron incidente perde uma parte da sua energia emitindo um fóton. Após um certo número de colisões, o elétron acaba por perder essencialmente toda a sua energia cinética, tendo emitido fótons de diversas frequências distribuídas aleatoriamente. O espectro de emissão apresenta um valor máximo de energia, correspondente ao caso extremo de colisões em que o elétron perde a totalidade de sua energia de uma só vez, emitindo um único fóton de frequência  $\nu_{max}$ . A energia máxima do espectro é então:  $h\nu_{max} = E_c = eV$ , onde  $E_c$  é a energia cinética dos elétrons incidentes, a qual por sua vez é igual a carga  $e$  do elétron multiplicada pela tensão de aceleração  $V$  entre cátodo e ânodo ( $h$  é a constante de Planck).

### *Espectro discreto característico:*

Nos processos de colisão, os elétrons incidentes podem arrancar elétrons dos átomos do meio, produzindo íons ou átomos excitados. Durante o processo de recombinação ou desexcitação, ocorre a emissão de fótons característicos do material, correspondentes a transições entre níveis atômicos. Quando o elétron arrancado pertence a uma camada atômica profunda, um fóton é

emitido com energia na faixa correspondente a raios X, por ocasião da reocupação da camada. A figura 2 mostra o espectro resultante da superposição da componente contínua de *bremsstrahlung* com os picos correspondentes às transições discretas entre as camadas L e K, e M e K ( $K_{\alpha}$  e  $K_{\beta}$ , respectivamente - figura 3). Estudos espectroscópicos de alta resolução mostram que estes picos são, na verdade, compostos de diversas linhas de energias próximas, devido à estrutura fina das camadas atômicas. A tabela 1 mostra as energias das transições características do Cu obtidas da literatura.

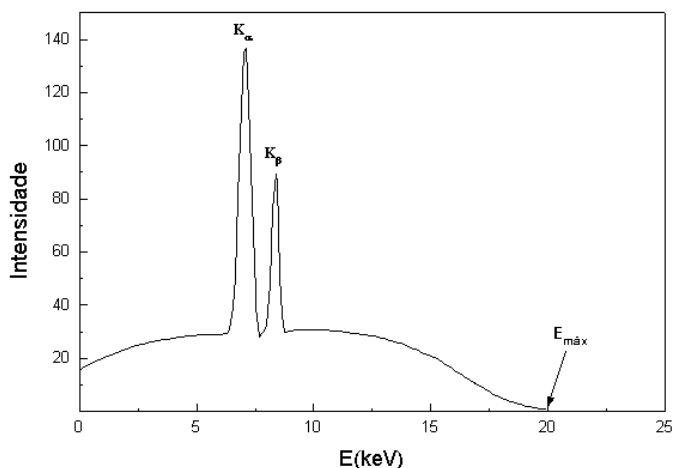


Figura 2. Espectro de emissão de raios X.

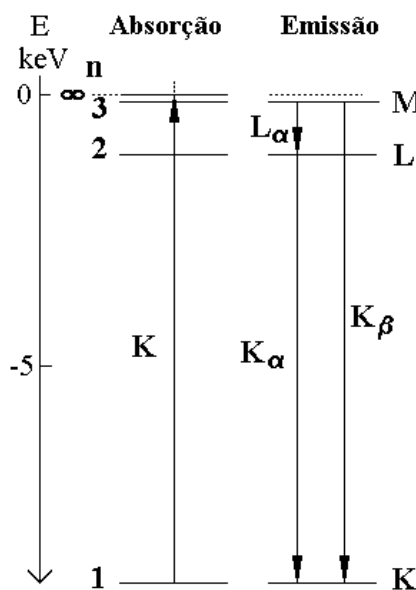


Figura 3. Esquema de níveis e transições atômicas.

*Difração de Bragg:*

O comprimento de onda de um fóton de 10 keV, por exemplo, é  $\lambda = \frac{hc}{E} = 1.24 \text{ \AA}$ . Isto mostra que o comprimento de onda típico de raios X é comparável às distâncias interatômicas de um cristal. Assim sendo, quando um feixe de raios X atinge um cristal, ocorrem efeitos de difração. A relação entre o comprimento de onda  $\lambda$  e os ângulos de incidência  $\theta_i$  e reflexão  $\theta_r$ , que resultam em interferência construtiva do feixe difratado, é dada pela lei de Bragg:

$$\theta_i = \theta_r = \theta_n$$

$$2d \text{ sen } \theta_n = n\lambda$$

onde  $d$  é a distância entre dois planos cristalinos (fig. 4) e  $n$  é um numero inteiro. A primeira equação mostra que os ângulos de incidência e reflexão são necessariamente iguais, e além disso, devem ser iguais a um dos ângulos de Bragg  $\theta = \theta_n$ , determinados pela segunda equação.

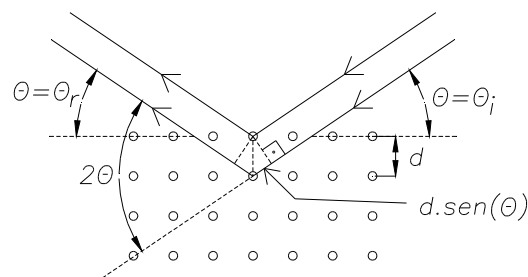


Figura 4. Difração de Bragg.

Conhecendo-se o comprimento de onda da radiação, a difração de Bragg permite determinar a distância interplanar do cristal. Por outro lado, conhecendo-se a distância interplanar, pode-se utilizar o cristal como analisador do feixe de raios X. A montagem experimental apropriada para esta finalidade está esquematizada na figura 5. O feixe de raios X atinge o cristal com ângulo de incidência ajustável  $\theta$  (através da rotação do cristal). Um detector Geiger permite a detecção do feixe refletido. Um goniômetro acopla o movimento do detector à rotação do cristal, de forma que o ângulo de rotação do detector seja sempre o dobro do ângulo de rotação do cristal, de forma a preservar a igualdade entre os ângulos de incidência e reflexão ( $\theta_i = \theta_r$ ).

#### Detector Geiger:

O feixe de raios X interage com a janela de entrada e com o gás do detector Geiger predominantemente através de efeito fotoelétrico, isto é, quando toda a energia do fóton é transferida para um elétron. Quando este elétron viaja pelo gás, provoca ionizações dos átomos, desencadeando uma descarga de avalanche. O pulso elétrico produzido é contado num escalímetro. A medida da taxa de contagens em função do ângulo de espalhamento  $\theta$  permite determinar (por meio da lei de Bragg) o espectro de energia dos raios X incidentes.

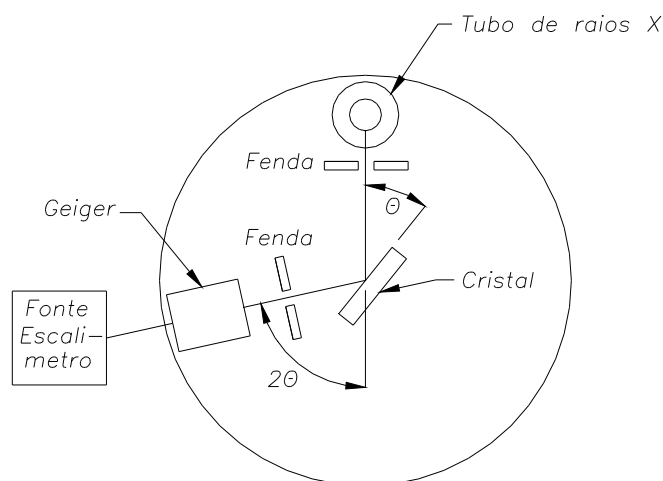


Figura 5.

#### Absorção de raios X:

O processo de interação predominante dos raios X com a matéria de um absorvedor, (para energias menores ou iguais a 30 keV, e número atômico  $Z > 5$  do absorvedor), é o efeito fotoelétrico. Para que ocorra efeito fotoelétrico, é necessário que a energia do fóton seja superior à energia de ligação do elétron. A energia de ligação depende, é claro, da camada em que se encontra o elétron, assim, por exemplo, para arrancar um elétron da camada K do Cu, é necessária uma energia do fóton de pelo menos 8.98 keV (tabela 1). Além disso, se a energia do fóton for precisamente igual à diferença de energia entre um nível ocupado e um desocupado, pode ocorrer excitação do átomo (sem ejeção do elétron).

Como o processo de absorção é aleatório, a intensidade do feixe é atenuada exponencialmente em função da espessura  $x$  do absorvedor:

$$I(x) = I_0 e^{-\mu x}$$

onde  $\mu$  é o coeficiente de absorção, dependente da energia do fóton e do material absorvedor.

Define-se a absorvância  $A$  de uma placa absorvedora de espessura  $x$  como sendo

$A = \frac{I_0}{I(x)} = \frac{I_0}{I_T}$ , onde  $I_0$  é a intensidade inicial do feixe, e  $I(x)$  ou  $I_T$  é a intensidade transmitida pela

chapa absorvedora. Em geral,  $A$  decresce com o aumento da energia do fóton, mas existem descontinuidades de salto correspondentes ao aumento da absorção quando a energia do fóton ultrapassa a energia de ligação de cada camada eletrônica do elemento absorvedor, a Borda de Absorção.

*Fluorescência:*

Quando iluminados por um feixe de raios X de energia suficiente, os átomos de um material podem absorver fótons do feixe, e no processo de recombinação ou desexcitação, emitir raios X característicos do material. Este efeito é denominado *fluorescência*. A tabela 1 mostra as energias mínimas para absorção pela camada K (ou seja, a energia de ligação da camada K), e as energias das transições  $K_{\alpha}$  e  $K_{\beta}$  para cada elemento. Nota-se que as energias crescem gradativamente com o número atômico  $Z$ .

Tabela 1. Energias (em keV) das transições K dos elementos de  $23 < Z < 30$ .

<b>Elem.</b>	<b>Z</b>	<b><math>K_{\alpha}</math></b>	<b><math>K_{\beta}</math></b>	<b><math>K_{\text{abs}}</math> (borda)</b>
<b>V</b>	23	4.95	5.43	5.47
<b>Cr</b>	24	5.41	5.95	5.99
<b>Mn</b>	25	5.90	6.49	6.54
<b>Fe</b>	26	6.40	7.06	7.11
<b>Co</b>	27	6.93	7.65	7.71
<b>Ni</b>	28	7.48	8.26	8.33
<b>Cu</b>	29	8.05	8.91	8.98
<b>Zn</b>	30	8.64	9.57	9.66

Bibliografia complementar:

*Introduction to Modern Physics*

F. K. Richtmyer, E. H. Kennard, T. Lauritsen

### a) Lei de Moseley

#### Introdução:

O comprimento de onda  $\lambda$  dos raios X característicos de cada elemento decresce com o aumento do número atômico  $Z$ . Em 1913, Moseley mostrou que os comprimentos de onda medidos para a emissão  $K_{\alpha}$  podiam ser descritos com boa aproximação pela relação:

$$\sqrt{\frac{1}{\lambda}} = a(Z - b) \quad (1)$$

onde  $a$  é uma constante da ordem de grandeza da raiz quadrada da constante de Rydberg e  $b$  é uma constante adimensional com valor de cerca de 1 a 2. Moseley interpretou este resultado em termos do modelo atômico de Bohr. O modelo de Bohr prevê que, para um único elétron orbitando um núcleo de carga  $Z'e$ , o inverso do comprimento de onda de uma transição entre as camadas  $n_i$  e  $n_f$  é dado pela fórmula:

$$\frac{1}{\lambda} = RZ'^2 \left( \frac{1}{n_f^2} - \frac{1}{n_i^2} \right) \quad (2)$$

onde  $R = 1.09737 \times 10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$ .

A transição  $K_{\alpha}$  corresponde à transição de um elétron da camada  $n_i = 2$  para a camada com uma vacância  $n_f = 1$ , não em um átomo com um único elétron, mas num átomo neutro. Para  $Z$  maior que 1, portanto, há um outro elétron ocupando a camada K ( $n = 1$ ), e o elétron que sofre a transição está submetido a uma carga efetiva ( $Z - b$ ) onde  $b$  é a carga total dos elétrons com raio inferior ao da camada L ( $n = 2$ ), essencialmente devida ao outro elétron da camada K. Com estas hipóteses a fórmula (2) se reduz à lei de Moseley (1) sendo  $a = 0.866R^{1/2}$  e  $Z' = Z - b$ . Moseley supôs que somente o outro elétron da camada K estaria localizado internamente à camada L e portanto poderíamos esperar que  $b \approx 1$ . Na verdade os outros elétrons também tem uma certa probabilidade de serem encontrados naquela região, e  $b$  pode chegar a valores próximos de 2. O trabalho de Moseley permitiu determinar inequivocamente o número atômico  $Z$  de cada elemento químico e portanto, sua localização exata na tabela periódica. Ele previu ainda a existência dos elementos de números atômicos de  $Z = 43, 61, 72$  e  $75$ , desconhecidos na época.

Para determinar o comprimento de onda dos raios X emitidos pelos diversos elementos será utilizada a montagem experimental da figura a-1. Mede-se a absorvância ( $A = \frac{I_0}{I_T}$ ) dos raios X de fluorescência por uma lâmina de Al de espessura conhecida. Com auxílio do

gráfico da figura a-2 para o coeficiente mássico de absorção do Al, determina-se o comprimento de onda correspondente à absorptância medida. O coeficiente mássico de absorção ( $\frac{\mu}{\rho}$ ) pode ser determinado através da fórmula:

$$\frac{\mu}{\rho} = \frac{1}{x\rho} \ln(A) \quad (3)$$

onde  $x$  é a espessura da lâmina absorvedora e  $\rho$  sua densidade. Para o Al,  $\rho = 2.70 \text{ g/cm}^3$ .

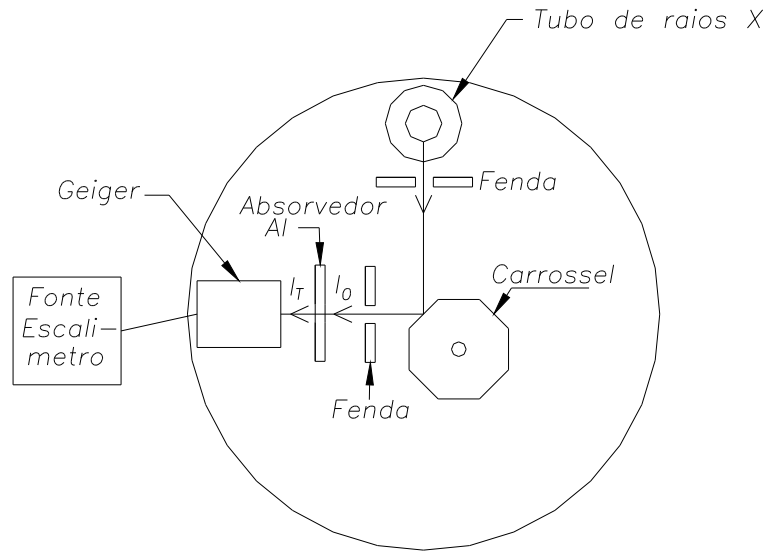


Figura a-1. Esquema da montagem experimental para verificação da lei de Moseley.

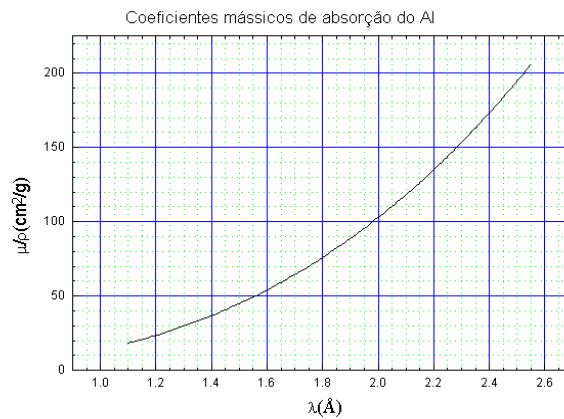


Figura a-2. Coeficientes mássicos de absorção do Al em função do comprimento de onda  $\lambda$  da radiação eletromagnética incidente. Para obter maior precisão, interpolar dados de:

<http://www.physics.nist.gov/PhysRefData/XrayMassCoef/ElemTab/z13.html>,

supondo que:  $\mu/\rho = A\lambda^B$ , onde A e B são parâmetros ajustáveis.

Tabela a-1: Comprimentos de onda das emissões K dos elementos de  $23 \leq Z \leq 30$ 

Elemento	Z	$\lambda K_{\alpha}$ (Å)	$\lambda K_{\beta}$ (Å)
V	23	2.51	2.28
Cr	24	2.29	2.08
Mn	25	2.10	1.91
Fe	26	1.94	1.76
Co	27	1.79	1.62
Ni	28	1.66	1.50
Cu	29	1.54	1.39
Zn	30	1.44	1.30

I - Procedimento experimental:

- 1) Colocar o carrossel com os elementos de  $Z = 23$  a 30 no centro do aparelho de raios X, e a fenda de 3 mm adiante do detector Geiger (fig. a-1). Reservar espaço para colocar a lâmina absorvedora de Al posteriormente.
- 2) Ligar o aparelho com tensão de aceleração de 20 kV. Ajustar a corrente eletrônica de modo a obter taxas de contagens de cerca de 80/s no máximo, para todos os elementos do carrossel.
- 3) Determinar a intensidade da emissão de fluorescência  $I_0$  para cada elemento do carrossel. Fazer várias medidas com tempo de aquisição de 10 s de forma a totalizar cerca de 2500 contagens para cada elemento. Procurar manter a corrente constante principalmente para as medidas de  $I_0$  e  $I_T$  correspondentes. Anotar o valor da corrente de filamento para cada medida.
- 4) Colocar a lâmina de Al de 0.022 mm de espessura e medir  $I_T$  para cada elemento, sempre totalizando cerca de 2500 contagens. Repetir o procedimento com absorvedor de 0.1 mm de espessura.
- 5) Faça medidas supelmentares para controle das condições experimentais (radiação de fundo, por exemplo).

II - Análise de dados:

- 1) Determinar a absorptância para cada espessura da lâmina de Al e para cada elemento fluorescente (e respectiva incerteza).
- 2) Determinar o coeficiente mássico de absorção correspondente a cada espessura, e obter o coeficiente mássico médio obtido para as duas espessuras utilizadas (para cada elemento).



- 3) A partir do gráfico do coeficiente mássico do Al (fig. 2) determine o comprimento de onda da radiação de fluorescência de cada elemento e sua incerteza. Compare com os valores da tabela a-1.
- 4) Faça um gráfico de  $\sqrt{\frac{1}{\lambda}}$  em função de  $Z$ .
- 5) Determinar as constantes de um ajuste linear aos dados do item anterior e a partir delas calcular as constantes  $a$  e  $b$  da lei de Moseley, e respectiva incerteza.
- 6) Repetir o procedimento dos dois itens anteriores usando os valores tabelados de  $\lambda(K_\alpha)$ . Comparar os resultados e discutir a possível origem das discrepâncias.

## b) Análise de cristais por raios X

### Introdução:

Nos experimentos sobre emissão e absorção de raios X, um cristal de distância interplanar conhecida é utilizado como analisador de um feixe de raios X, com aplicação da lei de Bragg. Nesta experiência será feito o inverso: um feixe de raios X será utilizado para determinar os parâmetros de rede de alguns cristais iônicos.

### A estrutura cristalina tipo NaCl:

A figura b-1 mostra uma célula cristalina básica de NaCl: quatro íons de  $\text{Na}^+$  e quatro de  $\text{Cl}^-$  ocupam alternadamente os vértices de um cubo de lado  $d$ . Um cristal de NaCl é formado pela repetição regular desta célula básica. Tomando como origem de um sistema de coordenadas cartesianas um íon qualquer da célula ( $\text{Na}^+$ , por exemplo), podemos descrever a posição  $(x, y, z)$  do íon correspondente de qualquer célula pela fórmula:

$$(x, y, z) = (n_x d, n_y d, n_z d),$$

onde  $n_i$  são números inteiros, e  $d$  é o lado do cubo da célula básica.

Diversos cristais iônicos tem a mesma estrutura básica do NaCl, tais como: LiF, KCl, RbCl, CsCl etc. A distância interplanar  $d$ , no entanto, varia consideravelmente com a composição do cristal.

### Os raios iônicos:

É possível fazer um cálculo quântico aproximado das forças entre íons num cristal iônico e prever as distâncias interatômicas, energia de dissociação, compressibilidade etc. Por

outro lado é possível fazer uma descrição semi-empírica simples que permite a previsão das distâncias interatômicas com boa precisão, assumindo que os íons são esferas rígidas de raios bem definidos (tabela b-1). A distância  $d$  de um cristal de KCl, por exemplo, pode ser determinada pela adição dos raios iônicos do  $\text{K}^+$  (1.33 Å) e do  $\text{Cl}^-$  (1.81 Å):

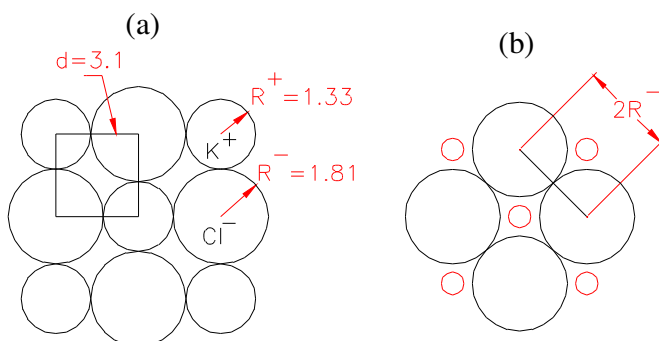


Figura b-2 (a) Modelo de esferas duras para o KCl. Unidades: Å. (b) Situação para  $R^+ < 0.414R^-$ .

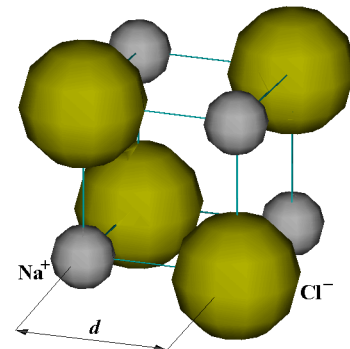


Figura b-1. Célula básica de NaCl.

$d = 1.33 + 1.81 = 3.14 \text{ \AA}$ , que corresponde à justaposição sem nenhuma folga entre as esferas iônicas (figura b-2(a) e figura b-3).

Segundo este modelo, quando a razão entre os raios do cátion e do ânion  $\frac{R_+}{R_-}$  é menor que  $\sqrt{2} - 1$ , deveria haver contato entre as esferas dos ânions vizinhos, e a distância  $d$  seria independente do raio do cátion (figura b-2(b)). Na prática, observa-se que quando a razão  $\frac{R_+}{R_-}$

se aproxima do valor  $\sqrt{2} - 1 = 0.414\dots$  (como no caso do LiF:  $\frac{R_+}{R_-} = \frac{0.6}{1.36} \approx 0.441 \text{ \AA}$ ), a distância  $d$  observada começa a ficar um pouco maior do que a soma dos raios do cátion e do ânion. Isto se deve ao efeito de repulsão entre os íons de mesmo sinal (os ânions, no caso).

Este fenômeno é chamado de *dupla repulsão*.

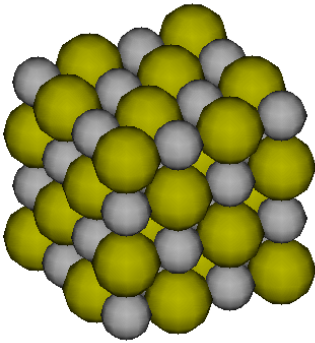


Figura b-3 - Representação de um cristal de KCl

*Difração de Bragg:*

A medida dos ângulos de Bragg da difração de um feixe de comprimento de onda  $\lambda$  permite a determinação do parâmetro de rede  $d$ , que é a distância interplanar correspondente a uma dada família de planos cristalinos (Fig. b-4):

$$d = \frac{n\lambda}{2 \sin(\theta_n)}$$

onde  $n$  é a ordem da difração, correspondente ao ângulo de incidência e reflexão  $\theta_n$ .

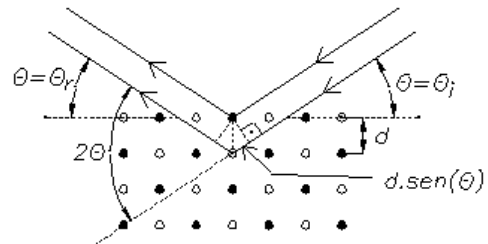


Figura b-4. Difração de Bragg.

Nesta experiência, os cristais serão montados de tal forma que somente uma família de planos cristalinos (a que corresponde às faces do cubo da célula básica) obedece a condição de Bragg de ângulos de incidência e reflexão iguais. Serão medidos os ângulos correspondentes às duas primeiras ordens de difração:  $n = 1$  e  $n = 2$ .

Tabela b-1 - Raios iônicos.

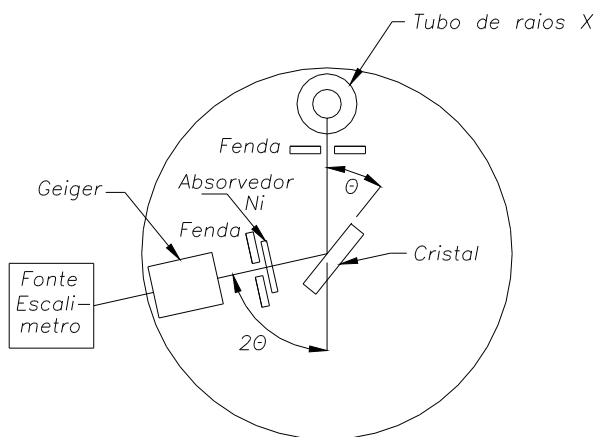
Íon	Z	R(Å)
F <sup>-</sup>	9	1.36
Cl <sup>-</sup>	17	1.81
Li <sup>+</sup>	3	0.6
Na <sup>+</sup>	11	0.95
K <sup>+</sup>	19	1.33
Rb <sup>+</sup>	37	1.48
Cs <sup>+</sup>	55	1.69

Tabela b-2 - Distâncias interplanares observadas para diversos cristais (vide bibliografia).

Cristal	d(Å)
LiF	2.01
NaCl	2.81
KCl	3.14
RbCl	3.29
CsCl	3.45

Parte experimental:

1. Monte o arranjo da figura b-5. Coloque um cristal de LiF no centro do aparelho. O absorvedor de Ni serve para reduzir a radiação  $K_{\beta}$  do Cu, e produzir um feixe de raios X essencialmente monocromático correspondente à radiação  $K_{\alpha}$  do Cu,  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ . Ligue o aparelho com tensão de aceleração de 20 kV.



2. Faça um cálculo dos ângulos de difração esperados (para primeira e segunda ordem) e localize a posição dos picos da intensidade de difração fazendo passos de  $30'$  e tempos de aquisição de 10 s. Localize o ponto de máximo da intensidade fazendo passos de  $10'$  ao redor dele. Faça um gráfico da intensidade em função do ângulo, e determine o centróide (o “centro de massa”) do pico, considerando o fundo do espectro.
3. Faça um gráfico dos ângulos esperados em função dos ângulos medidos (primeira e segunda ordem) para o LiF, e “ajuste” uma reta passando pelos dois pontos. Este gráfico será usado para calibração absoluta do aparelho em ângulo. Em geral há apenas um pequeno deslocamento angular da escala em relação à posição correta.
4. Meça da mesma forma que no item 2 os ângulos de difração de primeira e segunda ordem para os cristais de NaCl, KCl e RbCl. Corrija os ângulos observados utilizando o gráfico do item 3.
5. Determine as distâncias interplanares  $d$  destes três cristais para cada ordem de difração por meio da lei de Bragg.
6. Determine o valor médio dos dois valores de  $d$  (e respectiva incerteza) obtidos para  $n = 1$  e  $n = 2$ , e compare com os valores esperados com base no modelo de “esferas duras”. Compare também com os valores da literatura obtidos de medições mais precisas (tabela b-2).
7. Faça um gráfico do raio iônico em função de  $Z$  para os cátions.

Bibliografia Suplementar:

Linus Pauling, “*The Nature of the Chemical Bond*” - Cornell University Press (1944)

### c) Difração de elétrons

#### Introdução:

##### *A relação de de Broglie*

A relação entre o comprimento de onda  $\lambda$  da radiação eletromagnética e o momento linear  $p$  do fóton correspondente é dada por:

$$\lambda = \frac{h}{p} \quad (1)$$

onde  $h$  é a constante de Planck. Em 1924, Louis de Broglie apresentou uma tese propondo a existência de ondas de matéria, estendendo a aplicabilidade da equação (1) para qualquer tipo de partícula. Nesta experiência, a relação de de Broglie (1) será testada por meio da difração de elétrons por cristais.

O comprimento de onda associado a elétrons não relativísticos de energia  $E = \frac{p^2}{2m}$  pode ser obtido de:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2mE}} \quad (2)$$

Numericamente, o comprimento de onda  $\lambda$  em Å pode ser obtido a partir da energia  $E$  em eV pela fórmula:

$$\lambda = \sqrt{\frac{150}{E}} \quad (3)$$

##### *O tubo de difração de elétrons*

A figura c-1 mostra o equipamento experimental que será utilizado nesta experiência. Um filamento aquecido libera elétrons que são acelerados por uma diferença de potencial  $V$  de 6 a 10 kV, incidindo sobre um alvo contendo filmes finos de cristais de grafite ou alumínio. Sobre a tela fluorescente do tubo aparece então uma figura de difração que permite, conhecendo-se a estrutura cristalina do material, determinar o comprimento de onda associado ao feixe de elétrons por intermédio da lei de Bragg.

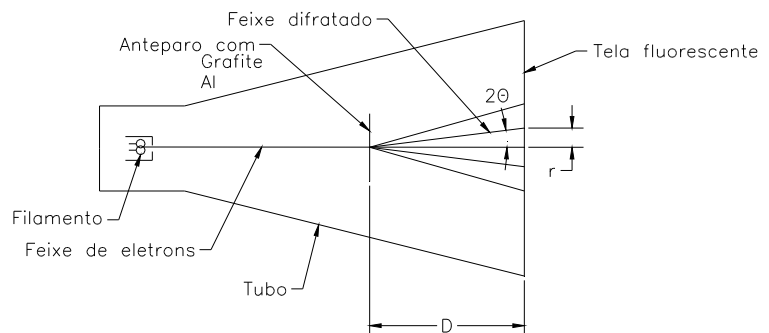


Figura c-1. Tubo de raios catódicos para medida de difração de elétrons.

A medida do comprimento de onda dos elétrons

Pela lei de Bragg:

$$\lambda = \frac{2d \operatorname{sen}(\theta)}{n} \quad (4)$$

onde  $d$  é a distância interplanar de uma certa família de planos cristalinos e  $n$  é a ordem da difração.

Os ângulos de difração são obtidos de:

$$2\theta = \operatorname{arctg}\left(\frac{r}{D}\right) \quad (5)$$

onde  $r$  é a distância entre o ponto de incidência do feixe direto e um ponto de máximo da figura de interferência, medida sobre a tela fluorescente, e  $D$  é a distância entre o alvo e a tela. Como o comprimento de onda dos elétrons de 6 a 10 keV é muito menor que as distâncias interplanares  $d$  típicas, as primeiras ordens de difração ocorrem para ângulos pequenos. Além disso, os menores ângulos de difração estarão associados às famílias de maior distância interplanar. Para determinação de  $\lambda$  com boa precisão devem ser medidos os ângulos de difração correspondentes a diversas famílias de planos e ordens de difração.

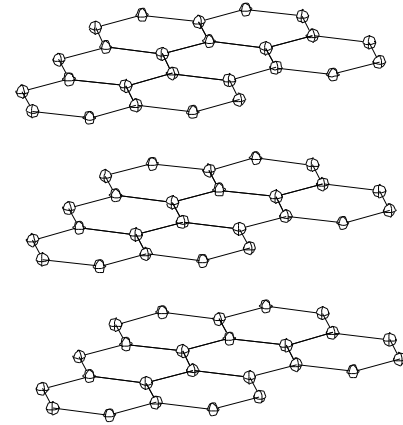


Figura c-2. Camadas de rêsdes hexagonais de um cristal de grafite em perspectiva.

A estrutura cristalina do grafite

Um monocristal de grafite consiste de uma superposição de camadas com átomos de carbono situados em pontos de uma rede bidimensional hexagonal. No plano de uma camada os átomos de carbono formam ligações covalentes, e os átomos vizinhos se encontram a uma distância  $a = 2.46 \text{ \AA}$ . Por outro lado, as diferentes camadas são separadas de distâncias muito maiores e interagem por forças de van der Waals (fig. c-2). A tabela c-1 mostra, os parâmetros das diversas famílias de planos cristalinos do grafite (fig. c-3) e ordens de difração

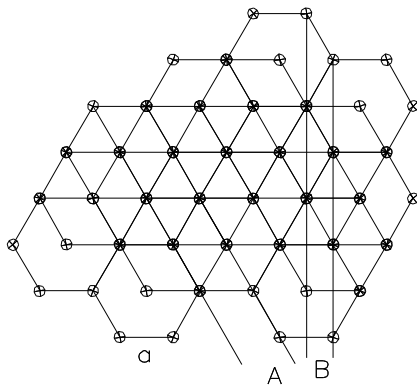


Figura c-3. Vista superior do cristal de grafite mostrando as famílias de planos A e B.

que correspondem aos menores ângulos de difração para um dado  $\lambda$ .

Tabela c-1 - Parâmetros da rêsde cristalina do grafite,  $a = (2.46 \pm 0.01) \text{ \AA}$  (fig. c-3).

Família	$d$	$n$	$\frac{2d}{n}$	Ângulo
A	$\frac{a\sqrt{3}}{2}$	1	$a\sqrt{3}$	$\theta_1$
B	$\frac{a}{2}$	1	$a$	$\theta_2$
A	$\frac{a\sqrt{3}}{2}$	2	$\frac{a\sqrt{3}}{2}$	$\theta_3$

*A estrutura policristalina do alumínio*

A estrutura básica do Al é uma rede cristalina cúbica de faces centradas (vide Fig. c-4). Os átomos de Al se encontram nos vértices e no centro das faces de um cubo de lado  $a = 4.04 \text{ \AA}$ . O alumínio utilizado para a experiência consiste de um “policristal”, isto é, um conjunto de um grande número de pequenos cristais orientados aleatoriamente entre si. Por esta razão, a figura de difração do Al aparece como uma série de círculos concêntricos. A tabela c-2 mostra, os parâmetros das diversas famílias de planos cristalinos do Al e ordens de difração que correspondem aos menores ângulos de difração para um dado  $\lambda$ .

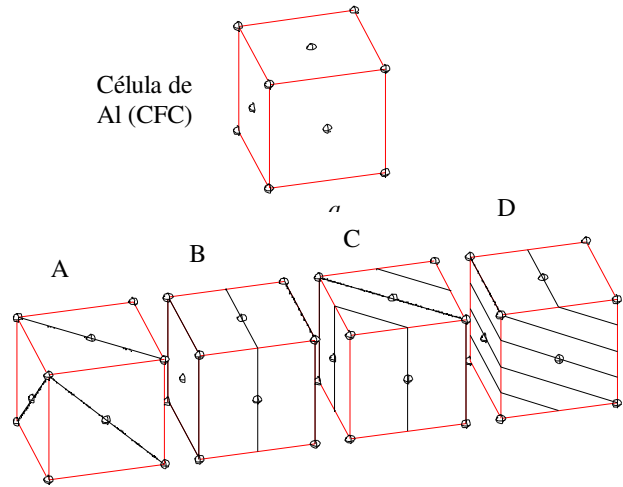


Figura c-4 - Célula cúbica de faces centradas e correspondentes famílias de planos cristalinos com  $d$  em ordem decrescente (A,B,C,D).

Tabela c-2 - Parâmetros de um cristal de alumínio (CFC),  $a = (4.04 \pm 0.01) \text{ \AA}$ .

Família	$d$	$n$	$\frac{2d}{n}$	Ângulo
A	$\frac{a}{\sqrt{3}}$	1	$\frac{2a}{\sqrt{3}}$	$\theta_1$
B	$\frac{a}{2}$	1	$a$	$\theta_2$
C	$\frac{a}{2\sqrt{2}}$	1	$\frac{a}{\sqrt{2}}$	$\theta_3$
D	$\frac{a}{\sqrt{11}}$	1	$\frac{2a}{\sqrt{11}}$	$\theta_4$
A	$\frac{a}{\sqrt{3}}$	2	$\frac{a}{\sqrt{3}}$	$\theta_5$
B	$\frac{a}{2}$	2	$\frac{a}{2}$	$\theta_6$

Procedimento experimental:

- 1) Ligar o tubo de raios catódicos com uma tensão de aceleração de 10 kV.
- 2) Dirigir o feixe eletrônico de forma a incidir sobre uma amostra de grafite produzindo uma figura de difração com pontos mais ou menos nítidos.
- 3) Medir a distância dos pontos em relação ao ponto central e determinar os três menores ângulos de difração ( $\theta_1, \theta_2, \theta_3$  - equação 5).

- 4) Determinar os comprimentos de onda do feixe de elétrons com auxílio da equação 4 da tabela c-1 para cada ângulo. Determinar o valor médio dos comprimentos de onda.
- 5) Comparar o valor obtido com o previsto com auxílio da relação de de Broglie (eq. 3).
- 6) Repetir o procedimento para uma amostra de alumínio. Neste caso determinar o raio dos 5 primeiros anéis e os ângulos de difração correspondentes, os valores de  $\lambda$  e o valor médio do comprimento de onda.
- 7) Repetir o procedimento com a amostra de alumínio para tensões de aceleração de  $V = 9, 8, 7$  e  $6$  kV.
- 8) Fazer um gráfico de  $\log \lambda$  versus  $\log V$ . Fazer um ajuste linear e verificar se a inclinação da reta corresponde à esperada (eq. 3).

Consulte também as páginas do Laboratório Didático:

<http://www.labdid.if.usp.br>