



Física Experimental V – 4300313

Experimentos com raios X

Os objetivos principais dos experimentos se relacionam à produção de raios X (por Bremsstrahlung e por fluorescência), à atenuação de raios X em diversos materiais, e ao seu emprego para caracterização de materiais por difração e por fluorescência. Pretende-se também explorar fenômenos físicos descritos no final do século XIX e início do século XX, associando-os com o emprego moderno de raios X na Medicina e na Ciência básica. Os experimentos têm ainda os objetivos específicos:

- determinar comprimentos de onda e energias de fótons a partir da difração de um feixe de raios X por um cristal conhecido (Lei de Bragg).
- obter a separação entre planos de rede de um cristal desconhecido.
- observar variações em espectros de raios X gerados em tubo com alvo de Mo, devido a mudanças de tensão aceleradora e corrente anódica.
- obter a constante de Planck a partir de espectros de raios X (Lei de Duane-Hunt);
- observar a atenuação do feixe de fótons por filtros diversos, obtendo a espessura de um material de composição conhecida.
- detectar raios X de fluorescência de diversos metais com um detector espectrométrico.
- realizar “radiografias” (imagens de transmissão de raios X) de objetos finos com componentes de diferentes números atômicos ou densidades.

Equipamento a ser utilizado: Equipamento de Raios X 554 800 (LD Didatic GmbH).

Trata-se de um equipamento compacto (fig. 1), com finalidades didáticas, contendo um tubo de raios X com anodo de molibdênio, controlado por microprocessadores (tensão máxima 35 kV, corrente máxima 1 mA), equipado com: goniômetro com suporte para cristal difrator movido por motor de passo, detector de radiação tipo Geiger-Müller ou detector espectrométrico semiconductor (silício PIN), e tela fluorescente de tungstato de cálcio e. Há possibilidade de regular tensão, corrente, ângulo do detector e ângulo do cristal (acoplados ou não) pelo painel do equipamento e pelo software de controle e medida (X-ray apparatus ) e obter espectros com o programa Cassy Lab .

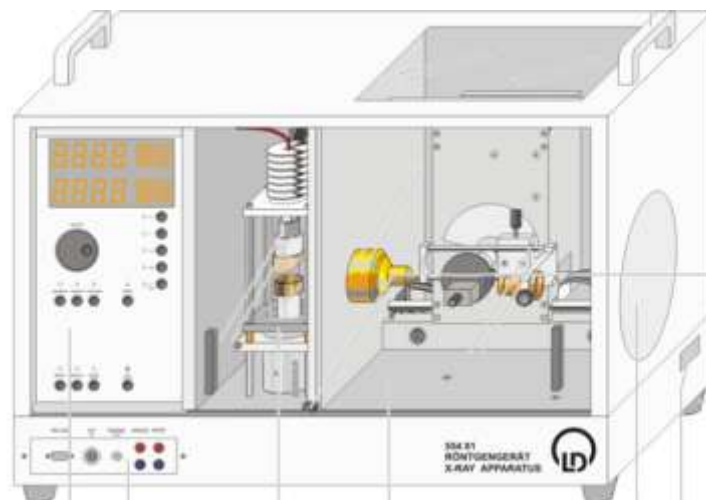


Figura 1 – Equipamento de Raios X didático.

PROTEÇÃO RADIOLÓGICA: equipamentos de raios X emitem radiação ionizante, que é potencialmente danosa ao ser humano. O uso desse equipamento é feito em total segurança, graças às blindagens e aos sistemas de segurança:

- todos os vidros que permitem visualizar a câmara de medidas e o tubo de raios X são vidros plumbíferos, com espessura e teor de chumbo adequados às intensidades de raios X emitidas pelo tubo.
- antes de produzir o feixe há um teste de segurança que exige que todas as (Fig. 2) portas estejam fechadas - em caso negativo, o feixe não é produzido.
- o desenho do equipamento faz com que as taxas de dose fora dele sejam compatíveis com taxas de dose em ambientes naturais.

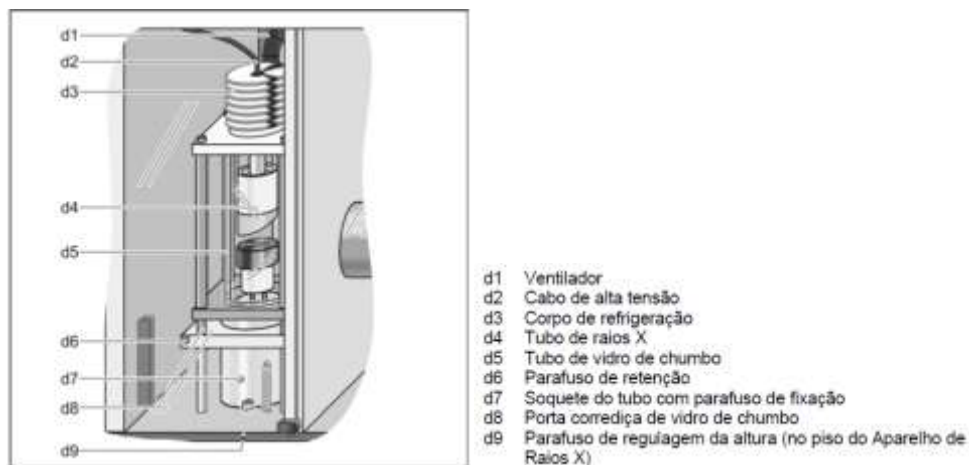


Figura 2 – tubo de raios X do aparelho didático da LD

Introdução

Os raios X foram descobertos por W. C. Roentgen em 1895 e, desde então são usados nas mais variadas áreas do conhecimento, sejam básicas ou aplicadas. Raios X são fótons com energias na faixa superior à do Ultravioleta ($E > 12$ eV), originados de freamento de partículas carregadas (em geral elétrons) através do processo conhecido com *Bremsstrahlung*, ou da desexcitação atômica (fluorescência). Neste fenômeno elétrons ligados fazem de transições entre camadas internas de átomos ou íons excitados. No processo de *Bremsstrahlung* por desaceleração de elétrons, se produz um espectro contínuo de energias de fótons – energia mínima ~ 0 , energia máxima igual à energia cinética do elétron (eU para um elétron acelerado por potencial U) – e, na *fluorescência*, há a emissão de um conjunto discreto de energias (linhas de emissão *características* do material excitado por alguma irradiação anterior. Quando elétrons, com energias cinéticas na faixa de keV ou MeV atingem átomos diversos, os dois processos ocorrem, e se observa um espectro contínuo (*Bremsstrahlung*) com a sobreposição de algumas linhas em energias determinadas.

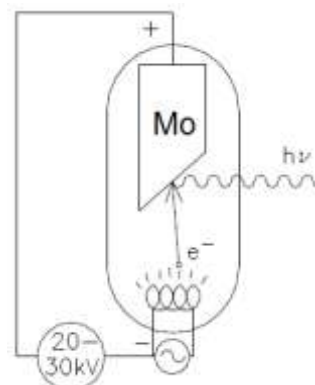


Figura 3 – Esquema de um tubo de raios X típico (adaptado de 1).

O processo de produção de raios X em tubos como o que será empregado neste experimento (veja o esquema na Fig. 3¹) consiste na aceleração de um conjunto de elétrons, emitidos por um filamento aquecido (que funciona como catodo no tubo), até uma energia máxima da ordem de dezenas de keV e seu direcionamento a um “alvo” metálico de número atômico alto (Mo, $Z=42$, em nosso experimento), colocado no anodo do tubo. Todo esse processo ocorre em um invólucro em vácuo. Quando próximos dos núcleos dos átomos do anodo, os elétrons sofrem desaceleração pelo campo coulombiano nuclear – freamento – e pode ocorrer a emissão de fótons de Bremsstrahlung, com uma perda brusca de energia cinética pelos elétrons. O fóton produzido tem energia $h\nu = (E_{cin})_{inicial} - (E_{cin})_{final}$. Em grande parte das interações entre os elétrons rápidos e os átomos do anodo há excitação e ionização desses átomos, com a consequente emissão de fótons de fluorescência com energias iguais a diferenças de energias de ligação dos elétrons no átomo. Quando a energia cinética dos elétrons que atingem o anodo é superior às energias de ligação de todos os elétrons dos átomos do alvo, observa-se o conjunto completo de emissões de fluorescência, chamado de espectro característico. Espectros típicos, obtidos com potencial acelerador de 30 keV, estão na Fig. 4, que mostra o fundo contínuo do Bremsstrahlung e as linhas principais de fluorescência.

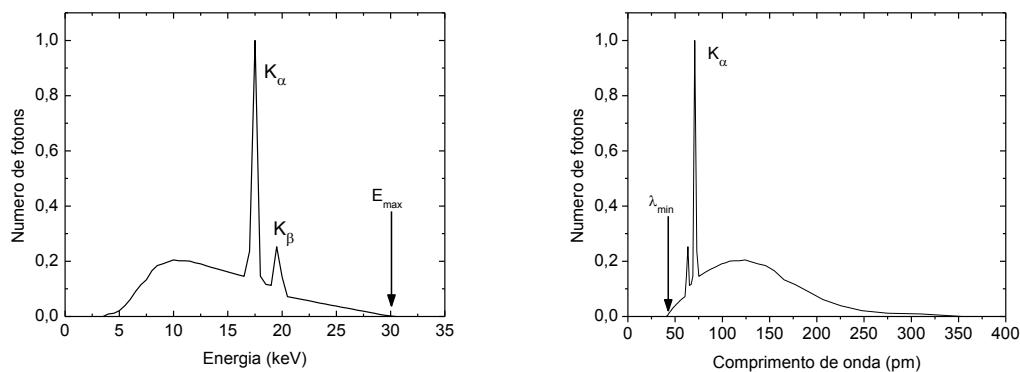


Figura 4 – Espectros típicos (à esquerda de energias, à direita de comprimentos de onda) de raios X emitidos por um tubo com alvo de Mo (adaptado de 2).

Nos espectros da Fig. 4 notam-se alguns destaques:

- i. a energia máxima dos fótons (e o comprimento de onda mínimo, já que a expressão $E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$ vale para fótons em geral): ela é determinada pela energia cinética máxima dos elétrons acelerados no tubo, e corresponde a uma emissão de Bremsstrahlung em que o elétron perde toda a sua energia cinética, ou seja, $h\nu_{\max} = ((E_{cin})_{\max} - 0)e = eU$;
- ii. linhas de emissão de fluorescência, (assinaladas como K_{α} e K_{β}), que ocorrem quando elétrons em níveis mais energéticos passam a ocupar os estados de menor energia do átomo, estão disponíveis porque elétrons foram retirados deles pelos elétrons acelerados no tubo de raios X. Essas transições, tanto de absorção como de emissão de energia, estão exemplificadas na Fig. 5.

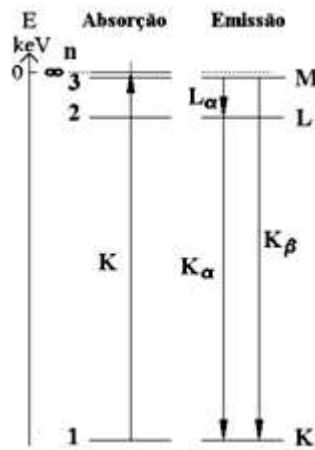


Figura 5 – Absorção e emissão de energia em transições que resultam no espectro característico. É utilizada a notação espectroscópica: n = 1 é camada K; n = 2, camada L ... A estrutura fina dos níveis de energia não é mostrada (adaptado de 1).

A energia máxima dos fótons é definida pelo potencial acelerador do tubo de raios X, e o espectro característico é função do material presente no anodo. Para o molibdênio as energias emitidas e as energias necessárias para a ionização das camadas K e L estão nas Tabelas 1 e 2 (3). Quando observadas experimentalmente, dependendo da resolução em energia do detector, há a observação de apenas uma linha K_{α} e uma linha K_{β} , com as energias médias mostradas na primeira coluna da Tabela 1.

Tabela 1: Linhas de emissão do Mo.

Molibdênio		
	Emissão Transição	Energia (keV)
$\langle K_{\alpha} \rangle = 17,44$ keV	K-L2	17,37
	K-L3	17,48
$\langle K_{\beta} \rangle = 19,60$ keV	K-M2	19,59
	K-M3	19,61
	K-M5	19,78

Tabela 2: Energias de ligação de elétrons do Mo e do Zr.

Absorção Ionização	Energia (keV)
Molibdênio	
Borda K	20,000
Borda L	2,867
Zircônio	
Borda K	17,996
Borda L	2,530

Depois de produzidos, os raios X se comportam como fótons de mesma energia e qualquer origem, e interagem com a matéria por meio de diversas reações, entre as quais se destacam, para as faixas de interesse destes experimentos, o efeito fotoelétrico, o efeito Compton (ou espalhamento inelástico) e o espalhamento elástico. Considera-se que feixes de fótons de uma só energia (feixes monocromáticos), ao incidir em um meio

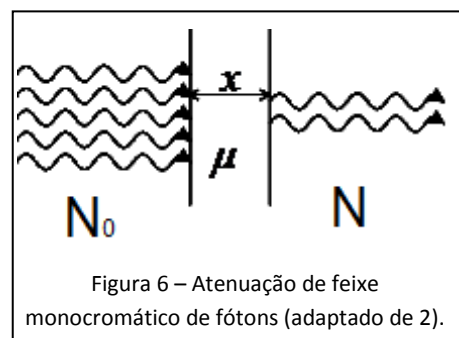


Figura 6 – Atenuação de feixe monocromático de fótons (adaptado de 2).

homogêneo de espessura x (Fig. 6) sofrem atenuação, de modo que o número de fótons que atravessa essa espessura sem interagir decresce exponencialmente como: $N = N_0 e^{-\mu x}$ ou $T = e^{-\mu x}$, onde N_0 é o número de fótons que atinge o material, N é o número deles que atravessa o meio sem interagir, μ é o coeficiente de atenuação linear (em cm^{-1}), e T é a transmitância - razão entre número de fótons transmitido e número de fótons incidente. O

coeficiente de atenuação depende do material do meio e da energia do fóton, como ilustrado na Fig. 7 para Zr, Mo, Cu e Al na faixa de energias de fótons empregada neste experimento (note que na figura os coeficientes μ estão divididos pela densidade ρ de cada material). Como a variação desses coeficientes é fortemente dependente da energia, materiais interpostos no caminho do feixe gerado pelo tubo de raios X, modificam o espectro, em geral retirando os fótons de mais baixa energia. A atenuação de fótons de raios X é semelhante à Lei de Lambert-Beer, que se refere à absorção de fótons de luz em materiais transparentes.

O coeficiente de atenuação (μ) varia de maneira fortemente decrescente com a energia do fóton, na faixa de energias de interesse destes experimentos, exceto por algumas discontinuidades que ocorrem quando a energia do fóton coincide com a energia de ligação de elétrons dos átomos no material. As discontinuidades vistas para Mo e Zr na Fig. 7 (chamadas de bordas K) representam um aumento na probabilidade de os fótons daquela energia ionizarem o átomo do material pela retirada de um dos elétrons da camada K. Nestes exemplos, para a faixa de energias empregadas neste experimento, nota-se que materiais podem ser empregados como “filtros” para um feixe polienergético, retirando preferencialmente raios X de baixas energias (caso do Al), ou privilegiando uma faixa específica de energias (caso do Zr ou Mo). Após as interações de fótons com a matéria há, entre outras consequências, a emissão de fluorescência pelo material irradiado.

Parte Experimental

Experimento 1 – familiarização com o equipamento e verificação de mudanças em espectros de raios X

A quantidade de fótons emitidos e a sua distribuição de energia dependem dos parâmetros de geração dos fótons de raios X (basicamente tensão e corrente) e do material alvo. A tensão aplicada, além de determinar o valor de energia máxima (comprimento de onda mínimo), modifica a quantidade total de fótons emitidos por Bremsstrahlung, pois a seção de choque de ocorrência desse fenômeno cresce com a energia cinética dos elétrons. A corrente anódica é proporcional ao número de elétrons acelerado entre o catodo e o anodo do tubo, e, portanto, ao número de fótons produzido pelo tubo de raios X. Para análise do espectro de energias será montado um difratômetro de Bragg (veja o Box).

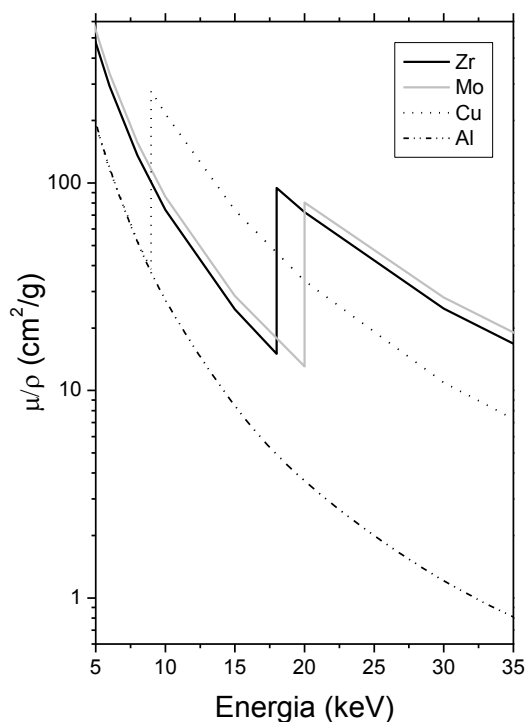


Figura 7 – Coeficientes de atenuação de diversos elementos (NIST) [3].

- Com muito cuidado e sem tocar com as mãos o cristal de NaCl, coloque-o e fixe-o na base do braço do goniômetro (1b na Figura 8). Com o software de controle do equipamento, escolha Lei de Bragg e, na caixa de controle, menu Crystal, indique o cristal em uso e o alvo do tubo de raios X e calibre o cristal. Com essa operação o sistema assegura que cristal, detector e medidor de ângulos estejam alinhados e que a varredura ocorrerá com o cristal sendo girado de um ângulo θ e o detector de 2θ . Feito isso, adquira o difratograma (SCAN) com tensão de aceleração de 30 kV (contagens em função de ângulo entre feixe e cristal - θ) na faixa de ângulos necessária para observar tanto o valor de energia máxima (ou comprimento de onda mínimo) quanto as linhas de emissão característica (K_{α} e K_{β}). O ÂNGULO MÍNIMO NÃO PODE SER INFERIOR A 2° . Observe na Fig. 9 as relações entre ângulo de difração e energia para o cristal em uso para ajudar na sua escolha de faixa angular de medida. Faça mais 2 difratogramas: um com a tensão de aceleração entre 25 e 35 kV, e outro com $15 < U < 20$ kV, com a mesma corrente utilizada para todos os difratogramas.
- Escolha a posição angular correspondente ao pico de emissão K_{α} e faça medições repetidas da taxa de contagens mantendo todos os parâmetros fixos, inclusive o tempo e o ângulo de medida (use $\Delta\beta = 0$). Faça um número de repetições tal que possibilite a confecção de um histograma de contagens medidas, de forma a avaliar a incerteza dessas medições. O botão REPLAY pode ser útil para obter os valores das taxas médias.
- Para diversos valores de corrente (mantendo a tensão em um valor fixo) faça medições da taxa de contagens, na mesma posição angular do detector. Espera-se que a taxa de contagens cresça proporcionalmente à corrente, mas o detector tem um tempo morto que faz com que a eficiência de detecção diminua com o aumento da taxa de contagens (veja o Box Detector Geiger-Müller).

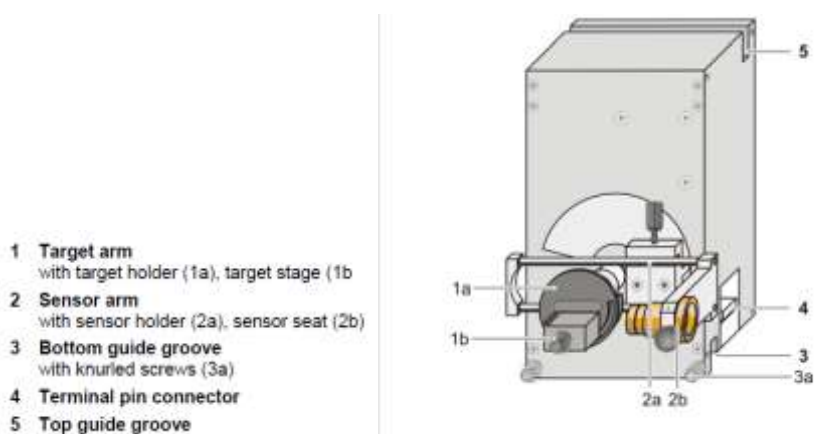


Figura 8 – Detalhes do goniômetro do equipamento LD.

Difração de Bragg:

Trata-se do fenômeno de difração de um feixe de fótons (onda eletromagnética) em que um cristal regular funciona como rede de difração. A onda incidente é espalhada por átomos situados em planos distintos da rede cristalina, e a superposição das ondas espalhadas produz interferência. As diferenças de caminho óptico entre ondas parciais dependem da camada de átomos que espalhou a onda. Para ângulo de incidência θ em relação ao plano do cristal e espaçamento d entre planos cristalinos, a diferença de caminho percorrido vale $(2d \sin\theta)$. Se o comprimento de onda dos raios X é múltiplo desse valor as ondas espalhadas estão em fase, e ocorre o máximo na figura de difração (veja ilustração).

A expressão da Lei de Bragg para os máximos de difração é $n\lambda = 2d \sin\theta$, sendo n a ordem do máximo. Devem ser observados diversos máximos de difração para cada comprimento de onda incidente. Por outro lado, o uso do difratômetro de Bragg como base do espectrômetro de energias de fótons (uma varredura em ângulo permite a verificação dos comprimentos de onda incidentes formando um difratograma) tem limitações: em um mesmo ângulo de observação há a superposição de várias energias, correspondentes a distintas ordens de difração (fig. 9). Na prática, esse fato limita as faixas de energias possíveis de observar com cada cristal empregado, mas permite observar com boa resolução as linhas discretas de emissão (linhas de fluorescência, por exemplo) sobrepostas a um contínuo.

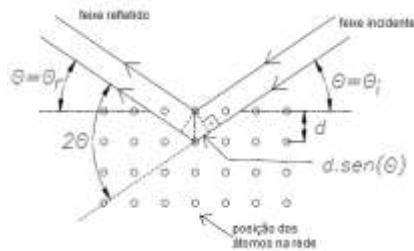


Figura A Ilustração da Lei de Bragg (adaptado de 1).

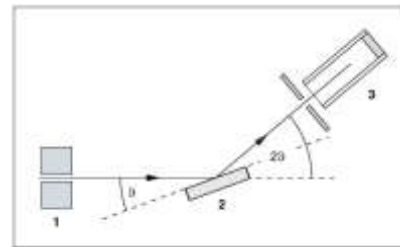


Figura B Esquema para medição da difração de Bragg.

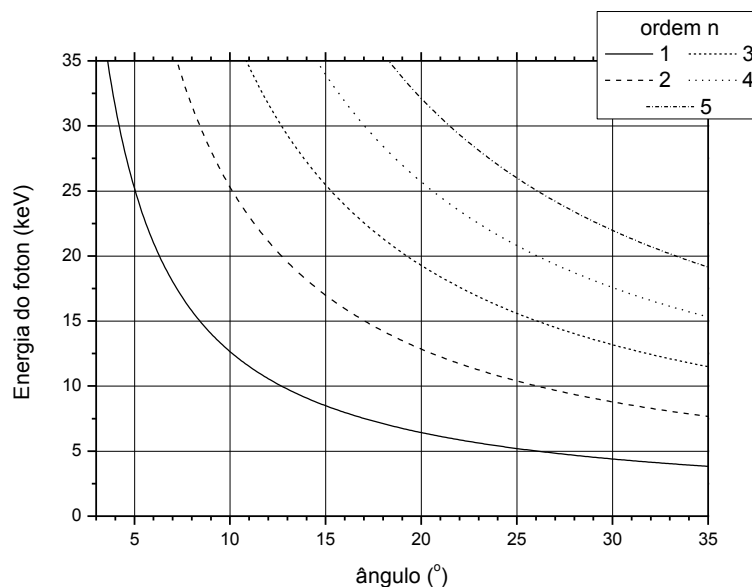


Figura 9 – Relações entre ângulo e energia para difração de Bragg com cristal NaCl.

Experimento 2 – Estudo do espectrômetro de raios X baseado em difração de Bragg e obtenção de espectros filtrados

- Obtenha o difratograma do feixe de raios X selecionando a faixa angular para observar a linha K_{α} pelo menos até a terceira ordem de difração. Repita o procedimento, tomando o difratograma em partes, de forma a observar a linha K_{α} em primeira e em terceira ordem com boa separação em relação ao fundo – escolha bem os intervalos de tempo e de ângulo adequados para cada caso para ter boa estatística. Observe qualitativamente e quantitativamente o difratograma verificando: posição e intensidade da linha, resolução em energia, presença de fundo.
- Obtenha um difratograma em primeira ordem sem e com o uso do filtro de Zr colocado na saída do colimador, com tensão 25 kV ou superior. Empregue mesma corrente e mesmo tempo de medida. Obtenha transmitância (C/C_0 ou R/R_0) para toda a faixa de energias, comparando o resultado com o esperado. Estime a espessura da folha de Zr, a partir da atenuação da linha K_{α} do Mo.
- Na mesma situação anterior, mantendo o filtro de Zr, acomode um filtro de Al de espessura conhecida e refaça o difratograma.

Experimento 3 – Obtenção da constante de Planck

- Para cada potencial acelerador U sabe-se que a energia máxima do fóton produzido por Bremsstrahlung será $h\nu_{\max} = eU$ (ou $\frac{hc}{\lambda_{\min}} = eU$). Para este experimento, adquira um conjunto de difratogramas com U variável, somente para um intervalo pequeno de ângulos de difração: otimize a faixa angular de medida para observar um conjunto de pontos com comprimentos de onda inferiores a λ_{\min} e a subida de contagens nos ângulos seguintes. A partir dos difratogramas você obterá os valores de λ_{\min} correspondentes a cada U , para, através de um gráfico λ_{\min} versus $1/eU$ obter a constante de Planck, conhecida a velocidade da luz.