

## 4323301- Física Experimental C - Experimentos com Raio X

J.Kogler - 2016

A.Neilde - 2016

### 1. Objetivo

Os objetivos deste experimento são:

- a) investigar a estrutura cristalina do cristal de *NaCl* usando difração de raios X de Bragg, e
- b) obter a constante de Planck a partir do fundo de *Bremsstrahlung*.

### 2. Relatório

O relatório poderá ser composto em software de edição e submetido eletronicamente em formato pdf, via *stoa*.

Deverá conter as seguintes informações:

Título do experimento: Difração de Raio X

Data: ..... Turma: .....

Grupo:

Nome	No. USP	No. Turma

O relatório deverá ser dividido em: Introdução, Descrição do aparato experimental, Obtenção dos dados, Análise dos dados e Conclusão. A algumas perguntas deverão ser respondidas ao longo do relatório em cada parte indicada acima e serão apresentadas ao logo do roteiro a seguir.

### 3. Equipamento utilizado:

#### Equipamento didático de Raio X 554 800 (LD Didatic GmbH)

Este é um equipamento de raio X compacto para fins didáticos. Como pode ser observado na figura 1, possui um tubo de raio X com anodo de molibdênio (Mo), alimentado por fontes capazes de suprir tensão máxima de 35 kV e corrente máxima de 1 mA. Está equipado com goniômetro com suporte para o cristal e movido por motor de passo, detector de radiação tipo Geiger-Muller e uma tela fluorescente de tungstato de cálcio (CaWO<sub>4</sub> - xilita). Nesse equipamento é possível regular tensão, corrente, ângulo do detector e ângulo do cristal (acoplados ou não) pelo painel do equipamento e pelo software de controle de medida (*X ray apparatus*).

#### Segurança:

Equipamentos de raio X emitem radiação ionizante que é danosa à saúde. No entanto, o equipamento usado nos experimentos oferece segurança em conformidade com as normas. Os vidros das janelas para visualização são plumbíferos, com espessura e teor de chumbo adequados às intensidades de raio X emitidas pelo tubo. Antes de emitir o feixe, o controle automático do equipamento executa teste de segurança que exige que todas as portas estejam fechadas. O projeto do equipamento garante que as emissões de radiação pelo equipamento sejam compatíveis com os níveis de radiação encontrados em ambientes naturais. Nas condições operacionais máximas, que não podem ser ultrapassadas, de  $U = 37 \text{ kV}$  e  $I = 1,2 \text{ mA}$ , a potência local da dose a 10 cm de distância da superfície com a qual seja possível algum contato situa-se abaixo de  $1 \mu\text{Sv/h}$  (a radiação ambiente situa-se entre 1 e  $3 \mu\text{Sv/h}$ ).

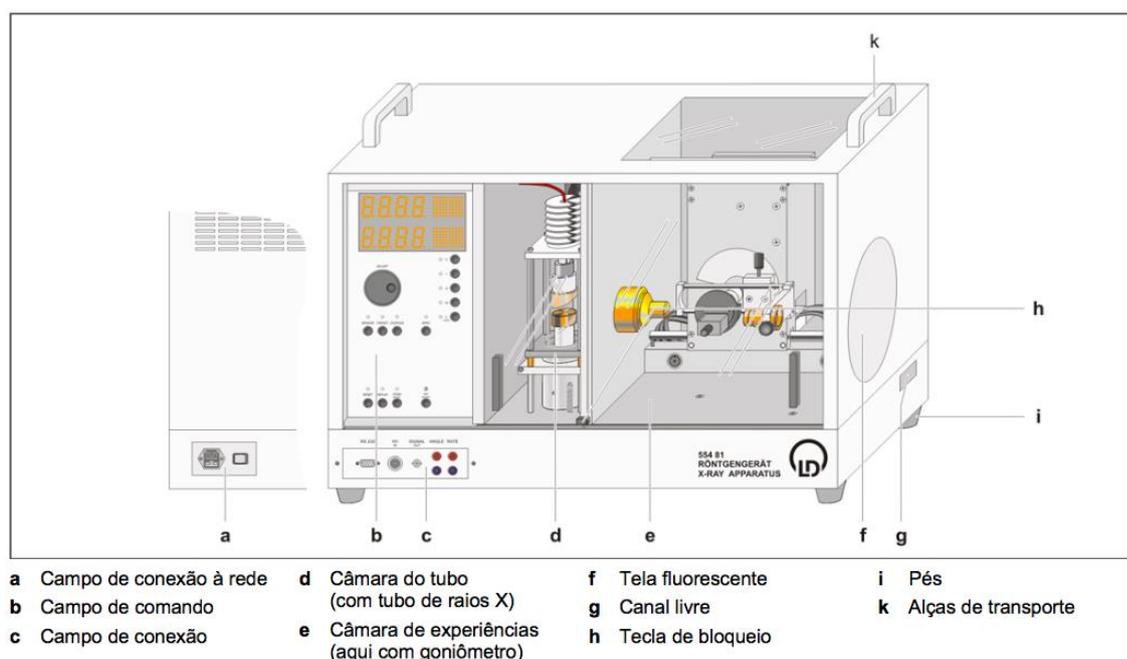


Figura 1 – Equipamento didático para experimentos com raio X

#### 4. Princípio de funcionamento

O tubo de raio X (fig.2) possui dois eletrodos: catodo ( negativo ) e anodo ( positivo ). Aplica-se uma corrente ao filamento do catodo, que o aquece e o induz a emitir elétrons por efeito termoeletrônico. Aplica-se independentemente uma tensão elevada (da ordem de kV) entre o catodo e o anodo, produzindo-se um campo que acelera os elétrons emitidos pelo catodo, direcionando-os ao anodo. Esses elétrons adquirem grande energia cinética (da ordem de keV) e penetram no anodo, interagindo com os átomos de Mo, resultando na emissão de raio X.

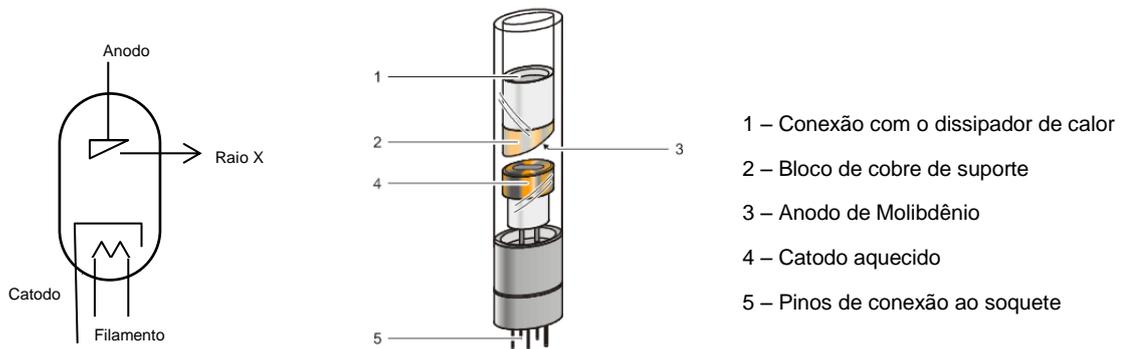


Figura 2 – Tubo de raio X

Os fótons de raio X emitidos pelo anodo são de dois tipos:

- Fótons produzidos por Bremsstrahlung e,
- Fótons produzidos por transição de elétrons das camadas L e M para a camada K dos átomos de molibdênio (há duas transições K possíveis:  $K\alpha$  , de L para K, e  $K\beta$  , de M para K).

As energias dos fótons produzidos por *Bremsstrahlung* são distribuídas conforme a curva em vermelho na fig.3, que lembra a forma da distribuição de radiação de Planck. Os fótons produzidos pelas transições K no molibdênio aparecem em quantidades nitidamente maiores que os produzidos por *Bremsstrahlung*, resultando em picos que se destacam em relação à distribuição de *bremsstrahlung*. Por isso se diz que os fótons de *bremsstrahlung* constituem uma radiação de fundo em relação aos picos (fig.3).

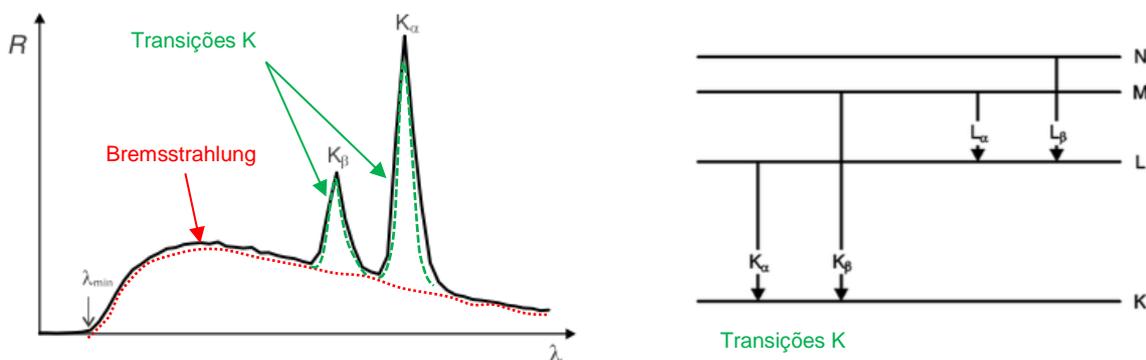


Figura 3 – A ordenada **R** indica a taxa de contagem de fótons pelo detector

Os fótons emitidos pelo tubo de raio X são colimados em um feixe estreito interpondo-se em seu percurso uma fenda que seleciona apenas aqueles cujas trajetórias encontrarem-se em um ângulo de pequena abertura. Para fins práticos, considerando-se as distâncias envolvidas, pode-se supor que os fótons no feixe colimado seguem trajetórias praticamente paralelas. A fig.4a apresenta uma visão esquemática da montagem usada nos experimentos aqui considerados. Esse esquema refere-se aos componentes indicados no item (e) da fig.1.

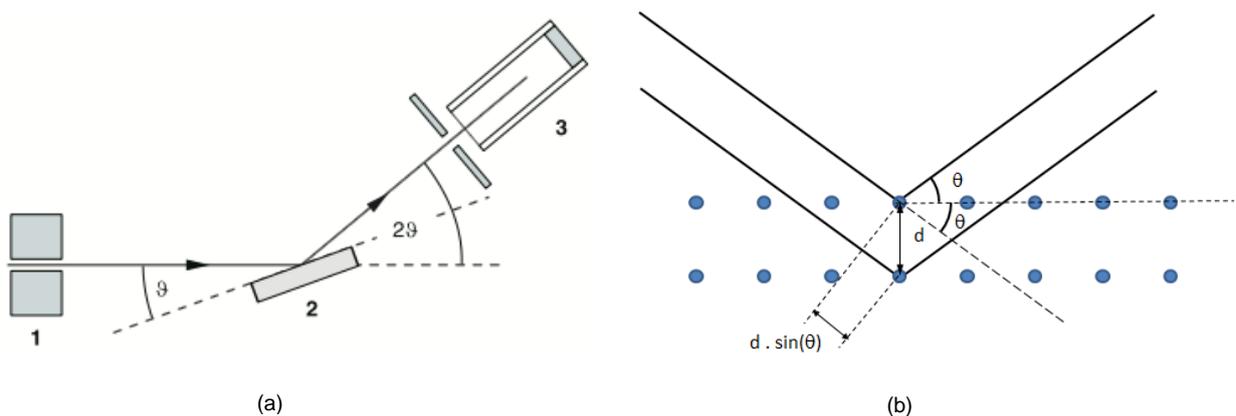


Figura 4 – a) Visão esquemática do arranjo experimental utilizado. b) Lei de Bragg.

O arranjo experimental mostrado na fig.4a, corresponde à determinação de características estruturais de um cristal empregando-se difração de raio X pelo método de Bragg. Na fig.4a, o componente (1) é o colimador do feixe, em (2) encontra-se o cristal e em (3) o detector de fótons espalhados pelo cristal. O feixe de raio X colimado incide sobre o cristal e é espalhado pela estrutura cristalina. Os fótons de raio X espalhados sofrerão interferência decorrente do espalhamento, produzindo uma figura de difração cujos picos estarão espacialmente localizados em função da relação entre a geometria da estrutura cristalina e o comprimento de onda associado às energias dos fótons que se superpõem por interferência. A fig.4b ilustra essa relação entre os parâmetros envolvidos, que conduz à enunciação da lei de Bragg:

$$n\lambda = 2d \cdot \sin(\theta)$$

### Difração de Bragg

A difração de Bragg é o método de espalhamento de um feixe raio X em que um cristal regular atua como rede de difração e a detecção do feixe difratado é feita em um ângulo de espalhamento igual ao ângulo de incidência do feixe. A frente de onda correspondente aos fótons no feixe incidente será espalhada por átomos situados em diversos planos da rede cristalina, e a superposição das ondas espalhadas produz interferência. A diferença de caminho ótico entre

ondas depende da camada de átomos que espalhou a onda. Para um ângulo de incidência igual a  $\theta$  em relação ao plano do cristal sobre o qual incide, e sendo  $d$  o espaçamento entre dois planos cristalinos paralelos adjacentes, resulta uma diferença de caminho igual a  $2d \cdot \sin(\theta)$ . Se esse valor for múltiplo inteiro do comprimento de onda dos fótons de raio X, as ondas associadas aos fótons alcançarão o detector em fase, produzindo interferência construtiva acarretando um máximo de difração para aquele comprimento de onda.

A expressão da Lei de Bragg é  $n\lambda = 2d \cdot \sin(\theta)$  determinando os máximos de difração, sendo  $n$  a ordem do máximo. O difratômetro de Bragg é construído de modo a explorar a condição manifesta nessa lei, colocando-se o detector de fótons espalhados orientado de acordo com a fig.4a. Um goniômetro solidário ao detector permite medir o ângulo a  $\theta$ . No caso do equipamento usado, descrito na fig.1, a medida do ângulo é obtida contando-se passos de dados por um motor de passo que aciona automaticamente o goniômetro.

Todavia, o feixe produzido pelo tubo de raio X constitui-se de fótons de diversos comprimentos de onda propagando-se concomitantemente e, portanto, em um mesmo ângulo de observação há superposição por interferência de fótons com várias energias correspondentes a distintas ordens de difração. Esse fato impede a discriminação dos picos de difração do fundo contínuo de Bremsstrahlung, porém não afeta a observação com boa resolução dos picos correspondentes às linhas discretas correspondentes a  $K\alpha$  e  $K\beta$ , que se destacam em relação ao fundo de Bremsstrahlung. Os pares de linhas  $K\alpha$  e  $K\beta$ , aparecerão em diversas ordens de difração. A fig.5 apresenta a aparência da figura de difração obtida com o difratômetro de Bragg utilizando raio X produzido com anodo de Mo e incidência sobre um cristal de rede cúbica.

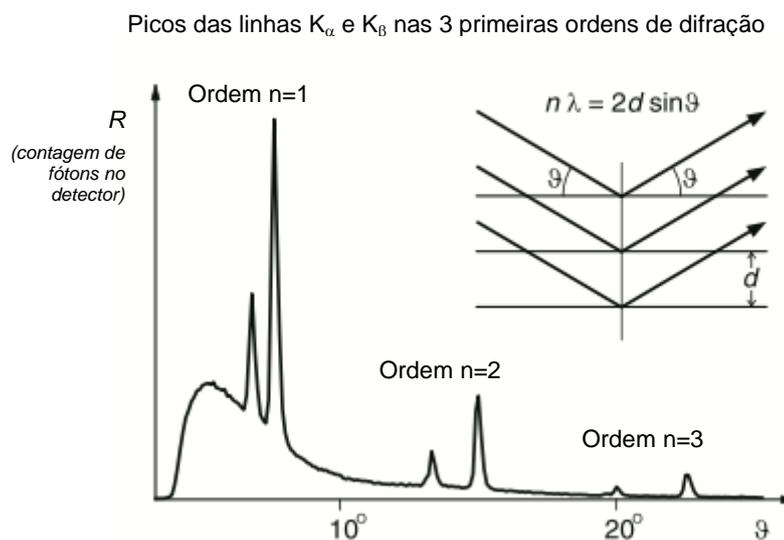


Figura 5 – Figura de difração obtida para raio X de anodo de Mo e cristal de rede cúbica

### Determinação da constante de Planck

Na segunda parte da atividade de laboratório, realizaremos a determinação da constante de Planck utilizando-se o arranjo experimental do difratômetro de Bragg. Porém, em vez de considerarmos os picos na figura de difração devidos às linhas espectrais difratadas do Mo, utilizaremos o fundo de *bremstrahlung* aplicando-se a relação de Duane-Hunt.

A quantidade de fótons emitidos e a sua distribuição de energia dependem dos parâmetros de geração dos fótons de raio X (corrente e tensão, respectivamente) e do material que constitui o alvo. A tensão aplicada além de determinar o valor da energia máxima (comprimento de onda mínimo), modifica a quantidade de fótons emitidos por *bremstrahlung*, pois a seção de choque de ocorrência desse fenômeno cresce com a energia cinética dos elétrons. A corrente anódica corresponde aos elétrons acelerados entre o catodo e o anodo do tubo, e é aproximadamente proporcional ao número de fótons produzidos pelo tubo de raios X.

A banda de *bremstrahlung* em espectros de emissão de raio X é caracterizada por um comprimento de onda limite ( $\lambda_{min}$ ) que diminui com o aumento da tensão no tubo. Em 1915, os físicos americanos William Duane e Franklin L. Hunt descobriram que o comprimento de onda limite varia com o inverso da tensão  $\lambda_{min} \sim \frac{1}{U}$

O comprimento de onda é dado por  $\lambda = \frac{c}{\nu}$  sendo  $c$  a velocidade da luz no vácuo (igual a  $2,9979 \times 10^8 \text{ m.s}^{-1}$ ) e  $\nu$  a frequência da onda.

A frequência máxima  $\nu_{max}$  emitida corresponderá, portanto, ao comprimento de onda mínimo  $\lambda_{min}$ .

Da relação de Einstein, a máxima energia de fóton emitido será então  $E_{max} = h \nu_{max}$ , onde  $h$  é a constante de Planck.

O fóton de raio X de *bremstrahlung* corresponde à irradiação pelo elétron de sua energia cinética adquirida por aceleração eletrostática entre o anodo e o catodo. Portanto, a máxima energia do fóton de comprimento de onda máximo  $\lambda_{max}$ , corresponderá à energia cinética  $E = e.U$  (carga elementar  $e=1,6022 \times 10^{-19} \text{ C}$ ) do elétron totalmente desacelerado no anodo.

Então:

$$\nu_{max} = \frac{e}{hU}$$

e, finalmente,

$$\lambda_{min} = \frac{hc}{e} \cdot \frac{1}{U} \rightarrow \text{equação de Duane - Hunt.}$$

O fator de proporcionalidade:  $A = \frac{h \cdot c}{e}$  pode ser usado para determinar a constante de Planck  $h$ , quando  $c$  e  $e$  são conhecidos.

## 5. Procedimentos Experimental

Serão realizados dois experimentos:

- Primeiro experimento – caracterização do cristal de NaCl por difração de Bragg,
- Segundo experimento – determinação da constante de Planck via lei de Duane-Hunt.

Ambos experimentos serão realizados com a configuração mostrada na figura 4a que consiste em um goniômetro com o cristal de NaCl e um contador de Geiger-Muller:

- Se o cristal não estiver colocado no suporte do goniômetro, comunique ao professor. Caso você seja incumbido de colocar o cristal, deverá fazê-lo com muito cuidado, usando pinças e evitando tocá-lo com as mãos. Nesse caso, coloque o cristal de NaCl no local apropriado no suporte do goniômetro e fixe-o bem. Com ajuda da pinça verifique se não está solto. Caso já esteja colocado, passe ao próximo item.

- Abrir o programa de controle do equipamento: *Xray apparatus*.

Obs: ligar o difratômetro **antes** de ligar o computador.

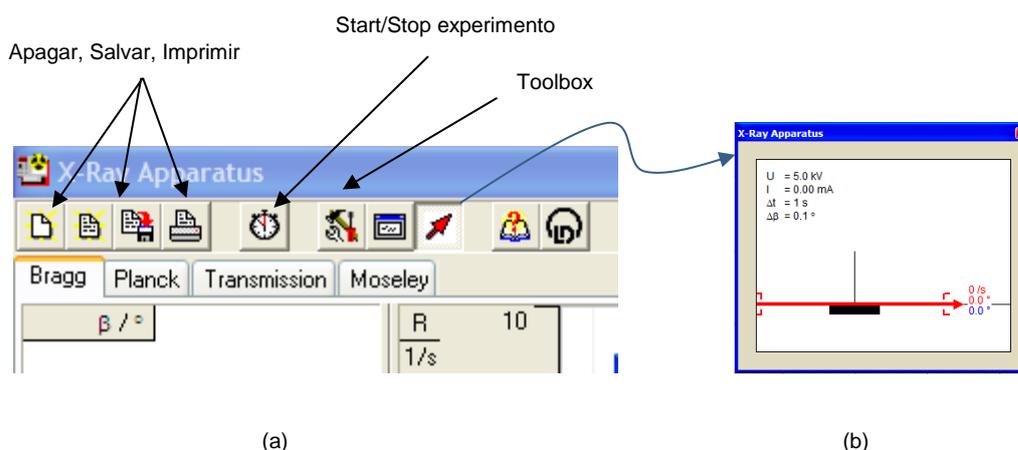
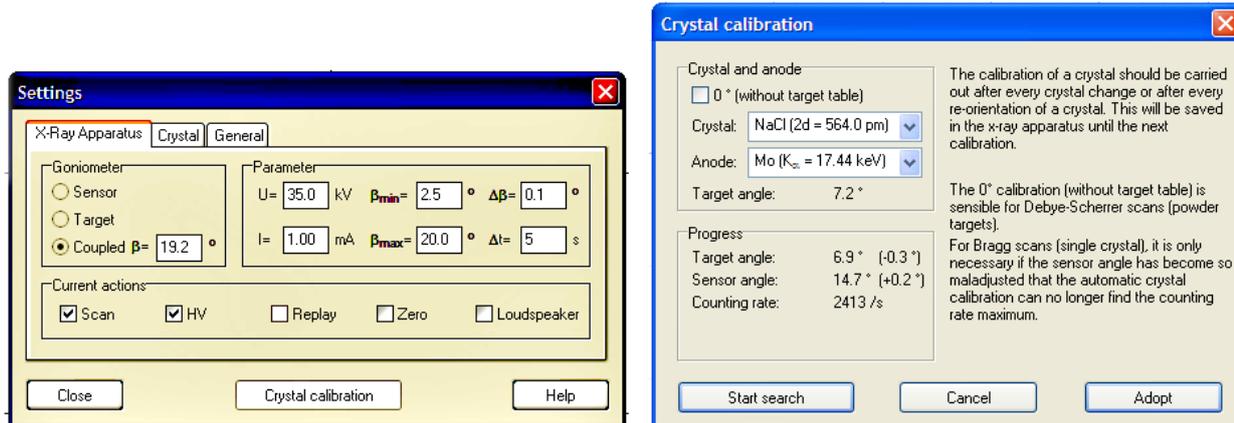


Figura 6 – Programa *Xray apparatus*

### 5.1. Primeiro experimento – caracterização do cristal de NaCl por difratometria de Bragg.

- Escolha na tela do programa *Xray apparatus*, a aba “Bragg”.
- Localize o botão com o símbolo do cursor (seta vermelha v. fig. 6a) e abra a janela indicada na figura 6b acima.
- Localize o botão da Toolbox (v. fig. 6ª, acima) e abra a janela indicada na figura 7a, a seguir.



(a)

(b)

Figura 7 – Calibração e ajuste de parâmetros

Procedimento inicial de calibração:

- Calibrar o difratômetro usando a opção “Crystal calibration” do painel “settings” (fig.7a). Ao abrir o painel da fig.7b, indique o cristal em uso (no caso NaCl) e o alvo no anodo do tubo de raios X (no caso Molibdênio – Mo) e calibre o cristal usando a opção “Start search”. Esse procedimento assegura que o cristal, detector e medidor de ângulos estejam corretamente alinhados e que a varredura acontece com o cristal sendo girado de um ângulo  $\theta$  e o detector de  $2\theta$ . Você pode acompanhar a evolução da calibração observando a animação na janela igual à da fig. 6b, que você deve ter aberto anteriormente. Lá será dada a indicação dos ângulos e da contagem de fótons pelo detector Geiger-Müller. Ao terminar a calibração, use a opção “Adopt” (fig. 7b).

### 5.1.1 Determinação da distância interplanar do cristal de NaCl

Em seguida, retorne ao painel da fig.7a, para ajustar os parâmetros do experimento.

Serão feitas 3 aquisições de dados experimentais, cada uma delas com um valor diferente de tensão aceleradora U e com os demais parâmetros repetidos:

Tensão U (kV)	Corrente I (mA)	$\beta_{min}$ (graus)	$\beta_{max}$ (graus)	$\Delta\beta$ (graus)	$\Delta t$ (seg)
35	1	2,5	30	0,1	5
30	1	2,5	30	0,1	5
25	1	2,5	30	0,1	5

U → tensão aceleradora = 35 kV, 30kV, 25 kV (comece da maior para a menor)

I → corrente no tubo de raio X = 1 mA (em todos os casos)

$\beta_{\min}$  → ângulo inicial de incidência do feixe de raio X (que chamamos de  $\theta_{\min}$ ) = 2,5°

$\beta_{\max}$  → ângulo final de incidência do feixe de raio X (que chamamos de  $\theta_{\max}$ ) = 30°

$\Delta\beta$  → incremento no ângulo do goniômetro a cada passo do motor (chamamos de  $\Delta\theta$ ) = 0,1°

$\Delta t$  → tempo de integralização das contagens (tempo que o goniômetro fica em cada posição angular, usado pelo contador Geiger-Müller contar fótons de raio X espalhados nessa posição) = 5 segundos.

- Ajustar os parâmetros I,  $\Delta t$ ,  $\Delta\beta$ ,  $\beta_{\min}$  e  $\beta_{\max}$  para serem usados nas 3 aquisições.

-Para cada aquisição, ajustar o parâmetro U com o valor correspondente.

- Para dar a partida na aquisição, selecionar o box “scan”. Começará então a varredura angular.

Estime quanto tempo irá demorar cada varredura completa, usando os parâmetros  $\Delta t$ ,  $\Delta\beta$ ,  $\beta_{\min}$  e  $\beta_{\max}$ . Você deverá encontrar um valor próximo de 30 minutos. Portanto, esta primeira etapa experimental deverá consumir cerca de 90 minutos.

- Exportar os dados com “clique direito > “copy table”

- A partir da posição dos picos de  $K\alpha$  e  $K\beta$ , determinar a distância interplanar  $d$  do cristal da amostra (NaCl). Use os valores da tabela a seguir :

	$\frac{E}{\text{keV}}$	$\frac{\nu}{\text{EHz}}$	$\frac{\lambda}{\text{pm}}$
$K_{\alpha}$	17.443	4.2264	71.080
$K_{\beta}$	19.651	4.8287	63.095

$$\text{keV} = 10^3 \text{ eV}, \text{ EHz} = 10^{18} \text{ Hz}, \text{ pm} = 10^{-12} \text{ m}$$

Valores das energias, frequências e comprimentos de onda das transições K do Mo

### 3.2. Determinação da constante de Planck

Com o cristal de NaCl posicionado no goniômetro faça medidas com os valores de Tensão (U), corrente (I) e ângulo ( $\beta_{\max}$  e  $\beta_{\min}$ ) mostrados na tabela abaixo. Comece da tensão mais alta (35kV) para a mais baixa (seguindo a tabela de baixo para cima). Não esqueça de limpar a área de gráficos na janela do programa antes de começar a fazer as aquisições. Aproveite para estimar a duração total desta etapa (você deve obter algo em torno de 40 minutos).

$\frac{U}{\text{kV}}$	$\frac{I}{\text{mA}}$	$\frac{\Delta t}{\text{s}}$	$\frac{\beta_{\text{min}}}{\text{grd}}$	$\frac{\beta_{\text{max}}}{\text{grd}}$	$\frac{\Delta\beta}{\text{grd}}$
22	1.00	30	5.2	6.2	0.1
24	1.00	30	5.0	6.2	0.1
26	1.00	20	4.5	6.2	0.1
28	1.00	20	3.8	6.0	0.1
30	1.00	10	3.2	6.0	0.1
32	1.00	10	2.5	6.0	0.1
34	1.00	10	2.5	6.0	0.1
35	1.00	10	2.5	6.0	0.1

**Sugestão:** realize o experimento seguindo a tabela de baixo para cima

Quando terminar de realizar as medidas salve os dados pressionando F2.

Para determinar o comprimento de onda limite  $\lambda_{\text{min}}$  em função da tensão do tubo  $U$ :

Primeiramente, na janela da Toolbox de ajuste de parâmetros, selecione a aba “Crystal” e no campo “Lattice plane spacing  $2d$ ” selecione “564 pm (NaCl)”.

Em cada espectro de difração obtido, clique com o botão direito do mouse e selecione “best fit straight line”.

Marque a região da curva que deseja analisar, selecionando os pontos considerados na regressão linear (v. fig.8):

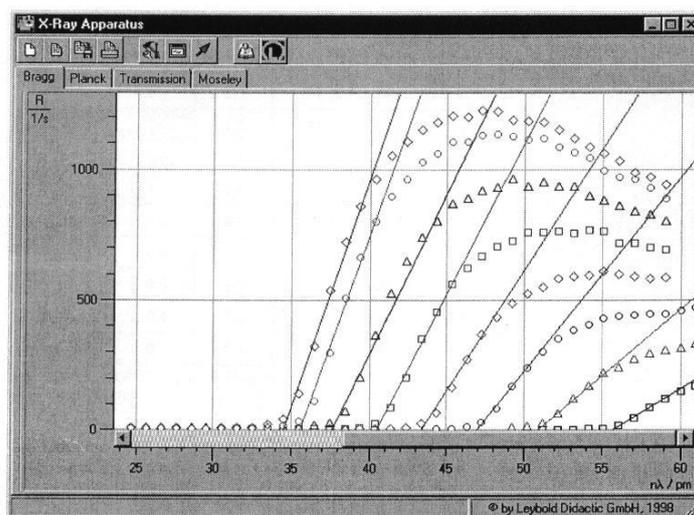


Figura 8

Salve os resultados marcando F2

Para calcular a constante de Planck e verificar a lei de Duane-Hunt:

Selecione a aba “Planck”

Posicione o mouse sobre o gráfico  $\lambda_{\min}=f(1/U)$ , clique com o botão direito e ajuste uma linha reta passando pela origem. Leia a valor de A no rodapé da janela.

Determine a constante de Planck.

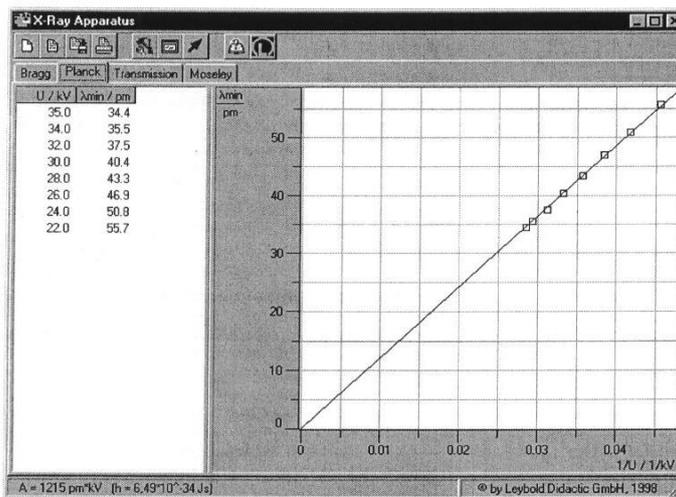


Figura 9

### Perguntas:

As questões abaixo servirão como roteiro para realizar o relatório, não devem ser respondidas na forma de itens, uma a uma, mas as respostas devem aparecer em seu texto em cada seção correspondente, conforme indicado a seguir.

Questões para comentar na seção de **Introdução**

- Qual a transição mais energética,  $K_{\alpha}$  ou  $K_{\beta}$  ? Como você identifica isso na fig.3 ?
- Por que o pico de  $K_{\alpha}$  é maior que o de  $K_{\beta}$  ?
- Qual o mecanismo de origem dos picos de  $K_{\alpha}$  e  $K_{\beta}$  observados no espectro do Molibdênio?
- Quais as ordens de magnitude das energias da luz visível e de raios X, em elétron-volts?
- Por que a transição do nível L para o nível K no Molibdênio emite raio X, enquanto no átomo de hidrogênio a correspondente transição emite próximo ao visível (Ultravioleta)?
- As posições dos picos de  $K_{\alpha}$  e  $K_{\beta}$  variam com a tensão aceleradora? Por quê?
- Qual o mecanismo de origem do fundo de Bremsstrahlung no espectro do Molibdênio?
- O início do fundo de Bremsstrahlung ( $\lambda_{\min}$ ) varia com a tensão aceleradora?
- Seria possível espalhar raios X utilizando uma rede de difração ordinária? Por quê?

Questões para comentar na seção **Aparato Experimental**

- Quais os parâmetros que devem ser ajustados para cada difração de Bragg ?
- Qual o efeito do ajuste da tensão  $U$  ? Que valores foram usados ?
- Qual o efeito do ajuste da corrente  $I$  ? Que valores foram usados ?
- O que significa o intervalo de tempo  $\Delta t$  ajustado como parâmetro experimental ?
- Por que os valores de  $\Delta t$  utilizados na medida da constante de Planck foram maiores que os usados na difração de Bragg ?

Questões para comentar na seção **Análise de Dados**

- O que se deve determinar com a análise dos dados da difração de Bragg ?
- Que valor se espera obter para o cristal de NaCl ?
- Como se propagam os erros experimentais na difração de Bragg ?
- Apresente seus dados, gráficos, tabelas, cálculos, análises e resultados para a difração de Bragg e comente.
- Quais são os dados usados na determinação da constante de Planck  $h$ , como são obtidos e analisados com o software ?
- Qual seu resultado obtido para o valor da constante de Planck  $h$  ?

Questões para comentar na seção **Conclusão**

- Seus resultados obtidos da análise de dados de difração de raio X de Bragg são razoáveis? Por quê?
- Seu resultado obtido para a constante de Planck  $h$  é razoável? Por quê? Em sua opinião, que erros podem afetar o método experimental para determinação de  $h$  como foi feito? Justifique.