

Discussão das Propostas para Física Experimental VI

DIURNO

Propostas

- **Verificação de presença de elementos pesados e outros metais em cosméticos através de análise de espectro de fluorescência de Raio-X**

Jullian Henrique Barbosa dos Santos e Samara Beatriz Naka de Vasconcellos

- ***Estudo de cristais de Quartzo por Difração de Raios X***

Bianca Jardim Mendonça e Thales Borrelly dos Santos

- ***Estudo da Fluorescência de Raios-X em um aparelho de raios X (554 811) com detector semicondutor (559 938) da LD-Didactic.***

Gabriel Frones e Rafael R. de Campos

- ***Análise comparativa do espalhamento Compton para raios-X e raios- γ .***

Cristine Kores e Jessica Emy Carmo Niide

Verificação de presença de elementos pesados e outros metais em cosméticos através de análise de espectro de fluorescência de Raio-X

Introdução (Motivação)

- Há relatos de que diversos cosméticos apresentem metais, e especificamente elementos pesados, em sua composição.
- A presença de determinados elementos nesses produtos é grave, devido ao fato de os mesmos serem tóxicos, e portanto é importante haver a possibilidade de identificá-los.
- Uma técnica não-destrutiva para analisá-los é a de fluorescência de Raio-X. A vantagem de uma análise não-destrutiva para esse tipo de produto é a possibilidade de evitar desperdícios e inutilização do mesmo, assim como a praticidade na maneira de preparar o material para se obterem os dados.

Verificação de presença de elementos pesados e outros metais em cosméticos através de análise de espectro de fluorescência de Raio-X

Método

- Através do lançamento de um feixe de raio-x, com abrangência de diversas frequências, no material em questão, pode ser caracterizado o elemento que o compõe com base nas linhas de fluorescência característica do elemento, sendo $K\alpha$ e $K\beta$ para elementos leves e $L\alpha$ e $L\beta$ para os elementos pesados.
- Será utilizado nesse experimento o equipamento Röntgengerät 554 800, com detector que mede fótons de até 35 keV, portanto o intervalo de elementos possíveis será limitado, podendo ser identificados apenas os que têm linhas de fluorescência da camada K e L com energia abaixo desse valor. O software utilizado para obtenção e análise dos espectros será o CassyLab.
- Os elementos a serem estudados serão identificados pela energia das linhas de fluorescência comparadas a um padrão de espectro construído com as energias obtidas a partir de amostras de cada um dos elementos. A incerteza na identificação será dada pela incerteza do padrão ou pela coincidência nos valores de energia das linhas K e L de elementos distintos.
- De acordo com a abrangência das energias possíveis de serem identificadas e de acordo com os elementos que comumente são encontrados nos cosméticos, foi definida a intenção de procurar elementos tais como: arsênico, cádmio, zinco, cromo e ferro, que têm possibilidade de identificação das linhas das camadas K e L, e mercúrio e chumbo, que apresentam apenas as linhas da camada L possíveis de serem identificadas .

Verificação de presença de elementos pesados e outros metais em cosméticos através de análise de espectro de fluorescência de Raio-X

Método

- Através do lançamento de um feixe de raio-x, com abrangência de **diversas frequências**, no material em questão, pode ser caracterizado o elemento que o compõe com base nas linhas de fluorescência característica do elemento, sendo Ka e Kb para elementos leves e La e Lb para os elementos pesados.
- Será utilizado nesse experimento o equipamento Röntgengerät 554 800, **com detector que mede fótons de até 35 keV**, portanto o intervalo de elementos possíveis será limitado, podendo ser identificados apenas os que têm linhas de fluorescência da camada K e L com energia abaixo desse valor. O software utilizado para obtenção e análise dos espectros será o CassyLab.
- Os elementos a serem estudados serão identificados pela energia das linhas de fluorescência comparadas a um padrão de espectro construído com as energias obtidas a partir de amostras de cada um dos elementos. **A incerteza na identificação será dada pela incerteza do padrão ou pela coincidência nos valores de energia das linhas K e L de elementos distintos.**
- De acordo com a abrangência das energias possíveis de serem identificadas e de acordo com os elementos que comumente são encontrados nos cosméticos, **foi definida a intenção** de procurar elementos tais como: arsênico, cádmio, zinco, cromo e ferro, que têm possibilidade de identificação das linhas das camadas K e L, e mercúrio e chumbo, que apresentam apenas as linhas da camada L possíveis de serem identificadas .

Estudo da Fluorescência de Raios-X em um aparelho de raios X (554 811) com detector semicondutor (559 938) da LD-Didactic.

Quando um átomo é excitado (ganha energia), um elétron sai do estado fundamental para um estado de maior energia. Esta nova configuração, no entanto, é instável, e tende a voltar ao estado fundamental. Ao fazer a transição ao estado fundamental, o elétron libera um fóton de energia ($E = h\nu$) igual à diferença de energia entre os dois estados. Quando esta energia está na faixa 120eV a 120keV, esta radiação é chamada de *Raios-X*.

Sabe-se da Mecânica Quântica que as possíveis energias de um átomo são quantizadas, de forma que apenas radiação de algumas frequências específicas são observadas ao se excitar um átomo. O conjunto dessas frequências é denominado o *espectro de emissão* deste átomo, e pode ser usado para caracterizá-lo, atuando como uma espécie de assinatura.

Assim como um elemento em um estado excitado emite radiação ao retornar ao estado fundamental, um átomo pode ser excitado por meio da incidência de radiação com energia superior à menor energia de excitação do átomo. Quando isto ocorre, o fóton incidente pode ser absorvido (*efeito fotoelétrico*) ou espalhado, perdendo apenas parte de sua energia (*efeito Compton*).

O átomo excitado, novamente tende a voltar ao estado fundamental, por meio da emissão de radiação. Essa reemissão de radiação (não necessariamente na mesma energia da incidente) é denominada *Fluorescência*.

Estudo da Fluorescência de Raios-X em um aparelho de raios X (554 811) com detector semicondutor (559 938) da LD-Didactic.

Pode-se usar a propriedade de que o espectro de emissão de um átomo é como uma assinatura do elemento para se identificar uma substância. Na prática, no entanto, essa tarefa não é tão simples, e o arranjo experimental tem que ser construído para a identificação de algumas substâncias específicas. Mesmo para as substâncias para as quais o arranjo é adequado, algum cuidado é necessário na análise dos dados experimentais, uma vez que as linhas K de um elemento podem estar na mesma energia (dentro da precisão experimental) que as linhas L de outro, podendo levar a uma análise equivocada.

INTRODUÇÃO E OBJETIVO PRINCIPAL

Este experimento visa caracterizar o equipamento utilizado, a fim de obter informações experimentais acerca dos limites de bom funcionamento do aparelho.

Estudo da Fluorescência de Raios-X em um aparelho de raios X (554 811) com detector semicondutor (559 938) da LD-Didactic.

Primeiramente vamos procurar as faixas de energia, e consequentemente os materiais, que nos proporcionam uma melhor resolução dos dados.

Após a análise destes dados, vamos procurar modelos teóricos que expliquem a sua boa, ou má, resolução, procurando assim explicar melhor como se dá o processo de aquisição dos dados e os fatores mais relevantes para o cálculo de suas incertezas.

Também pretendemos caracterizar o ruído, procurando avaliar como este se distribui com relação ao ângulo do detector, assim como estudar sua relação com o ângulo entre o detector e a amostra.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

E pretendemos também verificar a fórmula que nos é dada pelo fabricante que relaciona o erro obtido com a energia:

$$FWHM(E) = 2\sqrt{2\ln(2)}\sqrt{\sigma_{el}^2 + F\epsilon E}$$

$$\sigma_{el} \approx 160eV$$

$$F \approx 0.15$$

$$\epsilon \approx 3.8eV$$

Estudo da Fluorescência de Raios-X em um aparelho de raios X (554 811) com detector semicondutor (559 938) da LD-Didactic.

Para os propósitos deste experimento, usaremos como sensor de raios-x o detector semi-condutor (descrito abaixo), fixado a um ângulo de 90° , e o suporte com a amostra fixado a um ângulo $\approx 45^\circ$.

A escolha do ângulo de 90° visa minimizar o ruído, causado por efeito Compton nos fótons provenientes do *Mo*, que possui um mínimo local de espalhamento nesse ângulo. A amostra ficará a 45° a fim de diminuir efeitos de atenuação na própria amostra, mas sem perder muito da área de incidência da radiação. Estas duas hipóteses serão inicialmente testadas com uma amostra de chumbo: para testar a primeira delas, pode-se diminuir o potencial de aceleração dos elétrons, de maneira que os raios-X incidentes não sejam suficientes para excitar a amostra, sobrando apenas ruído (Compton), que pode ser estudado variando-se o ângulo do sensor; a segunda hipótese pode ser facilmente testada variando-se o ângulo da amostra e observando-se em qual o ângulo as linhas características do elemento ficam mais evidentes.

MÉTODOS

O software que será utilizado para a coleta e análise dos dados é o CASSY, que nos apresenta os dados em contagens por canal. O canal possui uma relação linear com a energia que o detector captou, e para que encontrarmos tal energia, faremos uma calibração do equipamento, com base em amostras conhecidas.

Estudo da Fluorescência de Raios-X em um aparelho de raios X (554 811) com detector semicondutor (559 938) da LD-Didactic.

MÉTODOS

Sabendo que o canal apresentado pelo detector possui uma relação linear com a energia da radiação incidente, podemos calibrar nosso equipamento, tendo como base pelo menos duas linhas espectrais conhecidas. Para uma calibração razoável, no entanto, precisaremos usar vários elementos, com linhas espectrais distribuídas ao longo de toda a faixa de energias em que o detector apresenta bom funcionamento.

Selecionamos uma série de elementos, com linhas de emissão K ou L distribuídas entre $3keV$ até $15keV$, aproximadamente, e que devem ser fáceis de se encontrar. São eles:

Linhas K (K_{α} , K_{β}): Ti ($4,51084keV$, $4,93181keV$), Fe ($6,40384keV$, $7,05798keV$), Ni ($7,47815keV$, $8,26466keV$), Cu ($8,04778keV$, $8,90529keV$), Zn ($8,63886keV$, $9,5720keV$), Zr ($15,7751keV$, $17,6678keV$)

Linhas L (L_{α} , L_{β} , L_{γ}): Ag ($2,98431keV$, $3,15094keV$, $3,51959keV$), Sn ($3,44398keV$, $3,66280keV$, $4,13112keV$), W ($8,3976keV$, $9,67235keV$, $11,2859keV$), Au ($9,7133keV$, $11,4423keV$, $13,3817keV$), Pb ($10,5515keV$, $12,6137keV$, $14,7644keV$)

Usando os valores dos canais obtidos no detector para os elementos conhecidos acima, podemos montar um gráfico de Energia x Canal, no qual podemos ajustar uma reta, $y = ax + b$. Dessa maneira, qualquer valor em Canal pode ser convertido para Energia por meio da expressão acima, e nosso detector estará calibrado.

Análise comparativa do espalhamento Compton para raios-X e raios- γ .

INTRODUÇÃO

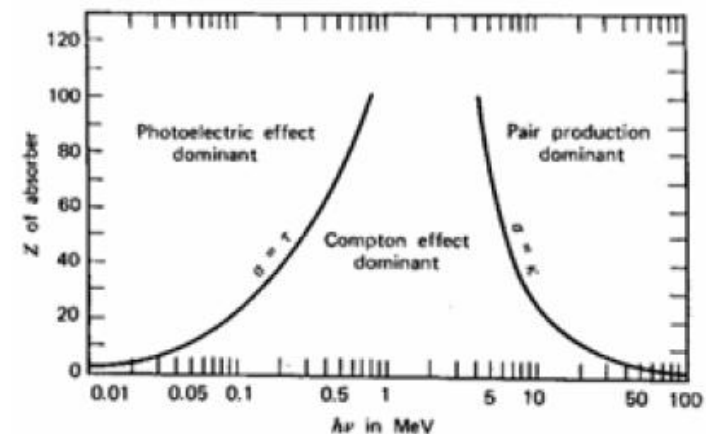
O efeito Compton não é a única forma de interação entre radiação e matéria. Assim, o material que agirá como centro espalhador deverá possuir número atômico baixo, e essa restrição a elementos leves é devido à assunção que as forças que agem sobre os elétrons de dispersão são desprezíveis, o que é provavelmente verdade apenas para os elementos mais leves [1].

Pela figura 1, pode-se observar a relação entre a energia dos fótons incidentes e o efeito que preferencialmente ocorrerá, quando interagindo com a matéria.

A expressão que relaciona o comprimento de onda do fóton incidente com o comprimento de onda do fóton espalhado a um determinado ângulo θ obtida por Compton segue em [1]:

$$\lambda' - \lambda = \frac{h}{m_e c} (1 - \cos(\theta)) \quad (1)$$

onde $\delta\lambda = \lambda' - \lambda$ é chamado deslocamento de Compton



Análise comparativa do espalhamento Compton para raios-X e raios- γ .

OBJETIVOS

Estudaremos o efeito Compton com dois aparatos diferentes, uma utilizando uma fonte de raio- γ de radiação e outra de raio-X.

A análise de dados desta experiência tem como objetivo comparar as duas montagens feitas, com raios-X e γ . Não esperamos encontrar diferenças na observação do efeito Compton pela mudança da energia da radiação utilizada.

Análise comparativa do espalhamento Compton para raios-X e raios- γ .

A. Raios- γ

MÉTODOS

Para esta montagem, utilizamos uma fonte de raios- γ , um centro espalhador de baixo número atômico, um detector de fótons e uma plataforma circular graduada em graus. Sobre a plataforma colocamos o espalhador no centro e a fonte na marcação de 180° . Medimos então a incidência de radiação para diversos ângulos de espalhamento posicionando o detector sobre a marcação do ângulo que queremos medir.

Conseguimos relacionar a leitura do detector com a energia dos fótons nele incidentes fazendo a sua calibração com fontes de radiação de energia conhecidas. Para isso, posicionamos fontes diretamente na frente do detector e utilizamos a relação $h\nu = \alpha\delta V$. Com as fontes disponíveis no laboratório, de cobalto e cério, devemos obter três pontos para a confecção do gráfico de calibração, dois provenientes do cobalto (energias de 1332keV e 1173keV) e um do cério (energia de 662keV). O funcionamento do detector é explicado no apêndice.

Análise comparativa do espalhamento Compton para raios-X e raios- γ .

MÉTODOS

B. Raios-X

Esta montagem é feita com o aparelho de raio-X utilizado em Física Experimental V. Usando o mesmo material da montagem para raios- γ como centro espalhador e colocando um detector sensível a energia das partículas incidentes no braço móvel do aparelho, podemos medir a energia dos fótons para os mesmos ângulos de espalhamento considerados com a montagem para raios- γ .

Também é necessário calibrar os detectores pois a leitura da máquina é dada em canal. Fazemos isso do mesmo modo que é feito para a montagem com raios- γ , incidindo radiação de energia conhecida diretamente no sensor e relacionando a leitura em canal com energia pela relação $h\nu = \alpha C$, onde C é o valor em canal.

Estudo de cristais de Quartzo por Difração de Raios X

INTRODUÇÃO

- O feixe de raios-X gerado pode ser utilizado para obter informações de um cristal regular ao ser difratado por sua estrutura, que funciona como uma rede de difração.
- A onda (ou feixe) incidente é refletida por átomos situados em planos distintos da rede cristalina. Parte do feixe é refletida gerando ondas que interferem entre si. As diferenças de caminho óptico ΔD entre ondas parciais dependem da camada de átomos que refletiu a onda. Para um ângulo de incidência θ em relação ao plano do cristal e espaçamento d entre planos cristalinos, a diferença de caminho percorrido vale:

$$\Delta D = 2d \sin \theta \quad (I)$$

- Se o comprimento de onda λ dos raios-X for um múltiplo desse valor, as ondas refletidas estarão em fase, e ocorrerá um máximo de difração. Tendo em vista essa condição podemos reescrever (I) como:

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

Estudo de cristais de Quartzo por Difração de Raios X

INTRODUÇÃO

- O objeto de estudo deste experimento será um mineral conhecido genericamente como quartzo, segundo mineral mais abundante na Terra, atrás apenas dos feldspatos. Quartzo é o nome comumente dado aos cristais de dióxido de silício (SiO_2). Possui estrutura cristalina mais comum na forma trigonal composta por tetraedros de sílica, pertencendo ao grupo dos tectossilicatos. O quartzo existe em um grande número de variedades que diferem em forma e cor, podendo ser incolor se puro, mas pode assumir diversas cores devido às inclusões de impurezas em sua rede, como mostrados na tabela a seguir.

- Esse mineral pode ser encontrado na natureza sob diversas formas cristalinas, que são determinadas pela temperatura e pressão de formação do cristal, aos quais se dá o nome de variedades. A variedade mais usualmente encontrada a baixas temperaturas é o quartzo- α . Se aquecido à pressão ambiente, o quartzo- α sofre uma transformação reversível, ou seja, se o quartzo- β for resfriado, volta a ser quartzo- α . Existem outras estruturas assumidas pelo quartzo acima dessa temperatura, como o β -Tridmita hexagonal acima de 870°C e β -Crisobalita cúbica acima de 1470°C .

Quartzo					
Leitoso	Fumê	Ametista	Citrino	Verde	Rosa
Elemento					
Al	Al	Al	Al	Al	Al
Fe	Fe	Fe	Fe	Fe	Fe
Ti					Ti
P					P

Estudo de cristais de Quartzo por Difração de Raios X

OBJETIVOS

- Explorar possíveis semelhanças e diferenças entre minerais cristalinos de óxido de silício (SiO_2), conhecidos como quartzos, utilizando a técnica de difração de raios X.
- Serão analisados cristais de cores (e impurezas) distintas. Além da comparação entre as diferentes amostras, serão comparadas medidas de um mesmo cristal antes e depois de tratamento térmico para verificação de possíveis mudanças na estrutura cristalina.

Estudo de cristais de Quartzo por Difração de Raios X

MÉTODOS

- Será utilizado o equipamento de Raios-X 554 800 (LD Didatic GmbH), que contém um tubo de raios-X com anodo de molibdênio controlado por microprocessadores (tensão máxima 35 kV, corrente máxima 1 mA), equipado com um goniômetro com suporte para cristal difrator, movido por motor de passo e um detector de radiação tipo Geiger-Muller. O equipamento pode ser controlado pelo software de controle e medida X-ray apparatus.
- Este tipo de detector é bastante simples, e tem limitações, como o fato de não distinção de energia ou tipo de radiação que produziu o sinal, o tempo morto elevado e a eficiência de detecção dependente da energia do fóton. Nestes experimentos vamos supor que o detector empregado não muda a eficiência na faixa de interesse (10 a 35 keV), mas o efeito do tempo morto deve ser levado em conta. Sua estimativa e correção serão feitas do mesmo modo proposto no experimento anteriormente realizado com este aparelho. O tempo morto é estimado como o coeficiente linear da reta de inverso de contagem por inverso de corrente. A correção da taxa real se dá pela equação (IV) a seguir:

$$R_{REAL} = \frac{R_{MEDIDO}}{1 - \tau R_{MEDIDO}}$$

Estudo de cristais de Quartzo por Difração de Raios X

MÉTODOS

- Os possíveis problemas experimentais que apareceram até agora foram dificuldade de obter o difratograma de amostras muito finas e de pequena área, pois não ficam posicionadas de forma simétrica em relação ao eixo de giro do suporte de amostras. Será preciso realizar alguns testes iniciais para determinação do melhor método de alinhamento do feixe de raio-X e da amostra no suporte.
- Na fase inicial de testes também houve problema em obter intensidade suficientemente alta no sinal detectado. Percebeu-se que a amostra não pode ser fina demais para que haja mais material para interagir com o feixe. Além disso, o detector foi aproximado em relação à configuração padrão do equipamento, aumentando a intensidade detectada.
- O tratamento térmico das amostras será feito a altas temperaturas, por volta de 600°C e será realizado em um forno que se encontra no laboratório do LACIFID.

Estudo de cristais de Quartzo por Difração de Raios X

MÉTODOS

- A análise experimental será muito semelhante à análise do experimento com raios X proposta pelo corpo docente no curso de física experimental V no segundo semestre de 2011. Isso se deve ao fato de o equipamento utilizado ser rigorosamente mesmo, porém, com pequenas diferenças de configuração como a aproximação do detector Geiger-Müller.
- Serão extraídos os difratogramas das amostras naturais e tratadas termicamente de diferentes cores. Destes serão definidos os ângulos dos picos K_α e K_β e por meio destes ângulos serão calculadas as distâncias d entre os planos de difração do cristal (*equação III*). As distâncias calculadas serão comparadas para constatar se as distintas amostras possuem mesma estrutura, assim como as amostras antes e depois do tratamento térmico. Em síntese, basta que os picos K_α e K_β sejam compatíveis entre as amostras.
- O maior problema de experimental e de análise será conferir a calibração do equipamento. A calibração que o equipamento faz com o cristal de NaCl não é necessariamente válida para os cristais de quartzo. Uma maneira de conferir a calibração será obtendo a constante de Planck a partir de espectros com energias distintas. Será possível, então, estudar a curva de energia pelo inverso do comprimento de onda e obter a constante a partir do coeficiente angular. A efetividade da calibração pode ser feita comparando o resultado ao encontrado a partir de medidas com o cristal de NaCl disponível no laboratório didático.

- tabela periódica com energias de ligação e emissão

