

Difração de raios X

Prof. Dr. Giancarlo Brito



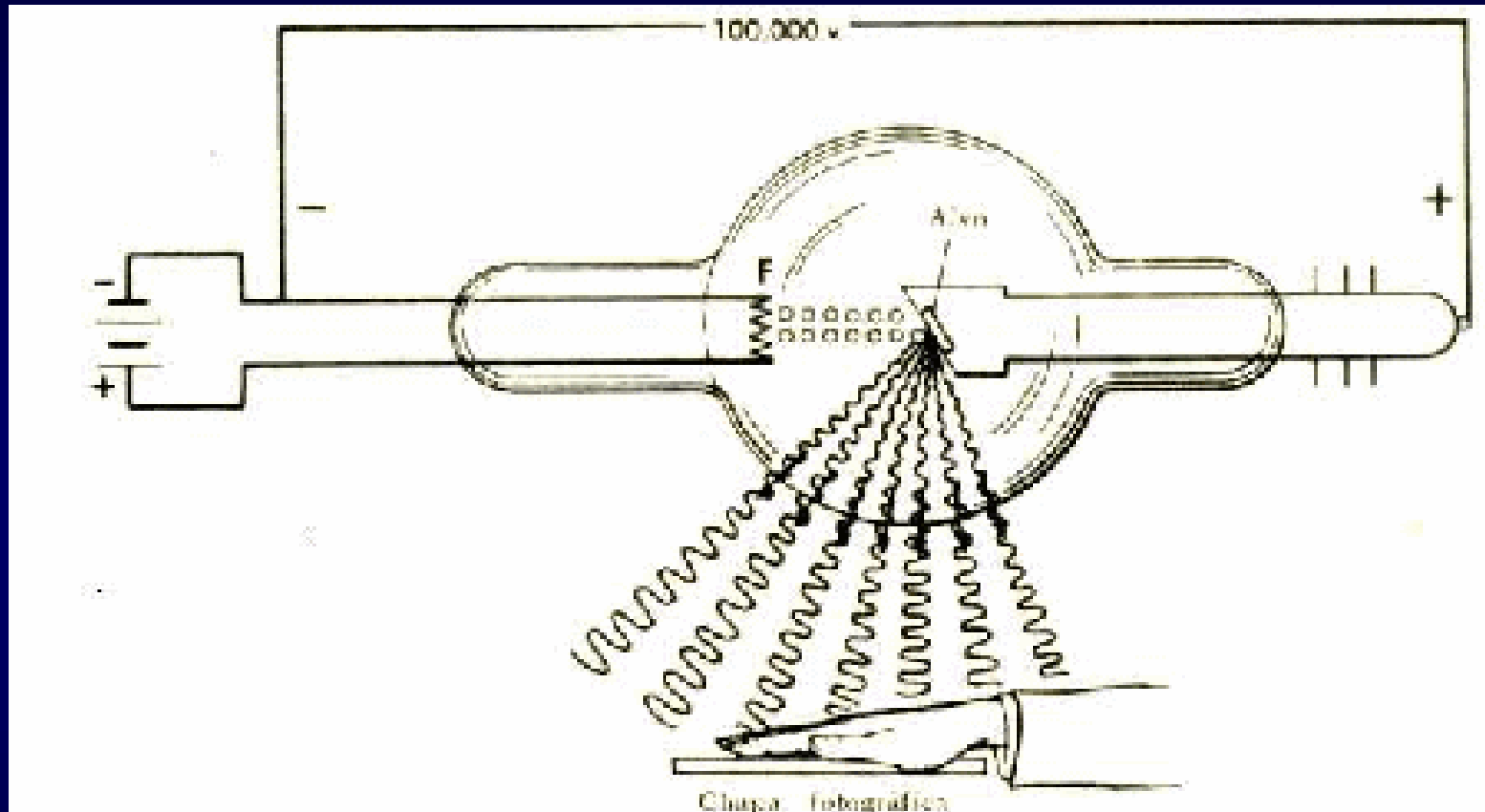
IFUSP

Descoberta e natureza dos raios X



Wilhelm Conrad Roentgen

Tubo de raios X

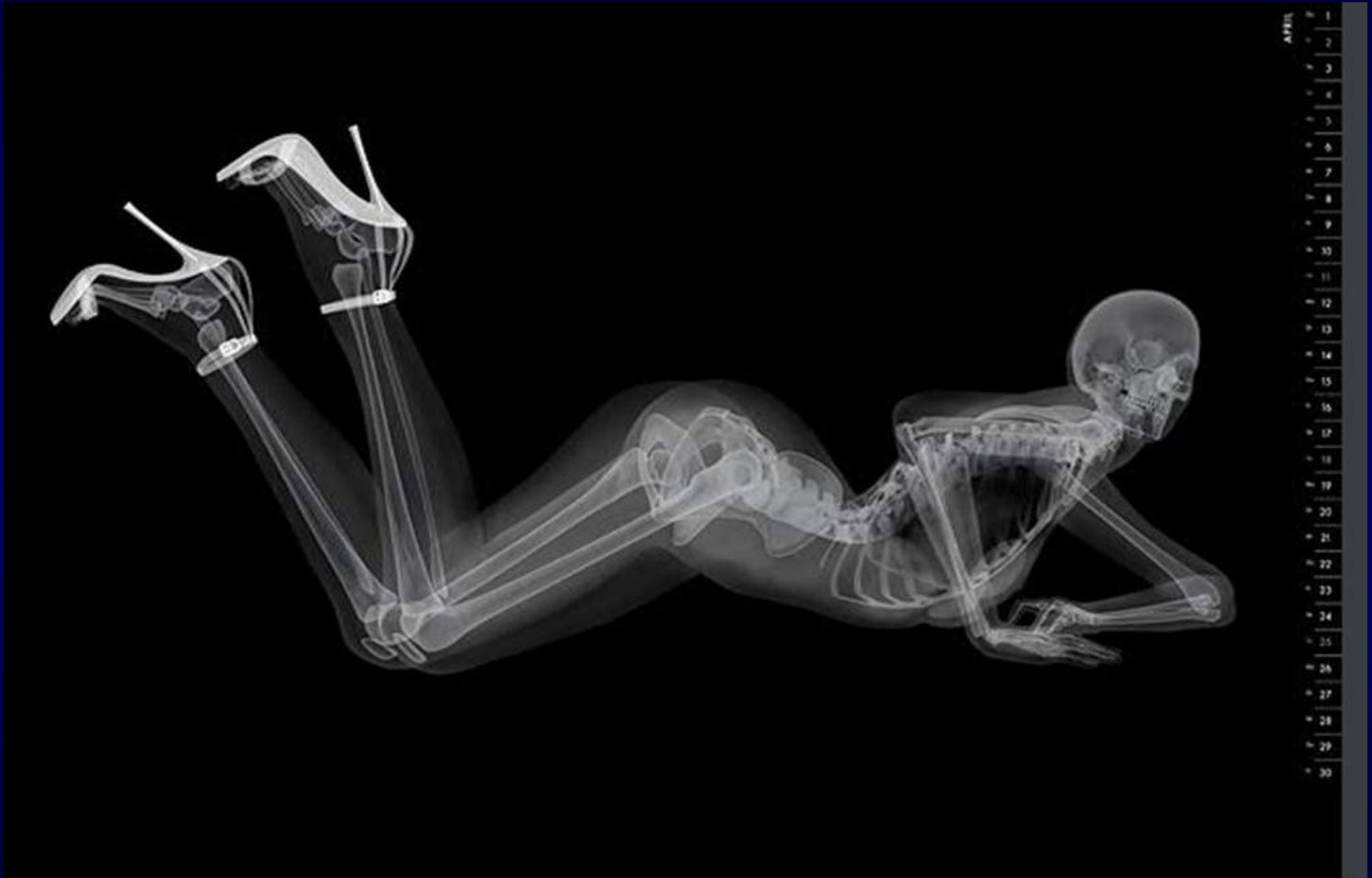


Avanços na Medicina



Primeira radiografia:
22 de dezembro de 1895.
(mão de Bertha Roentgen.)

Avanços na Medicina



Região do espectro eletromagnético



Produção de raios X

A Produção de Raios-X

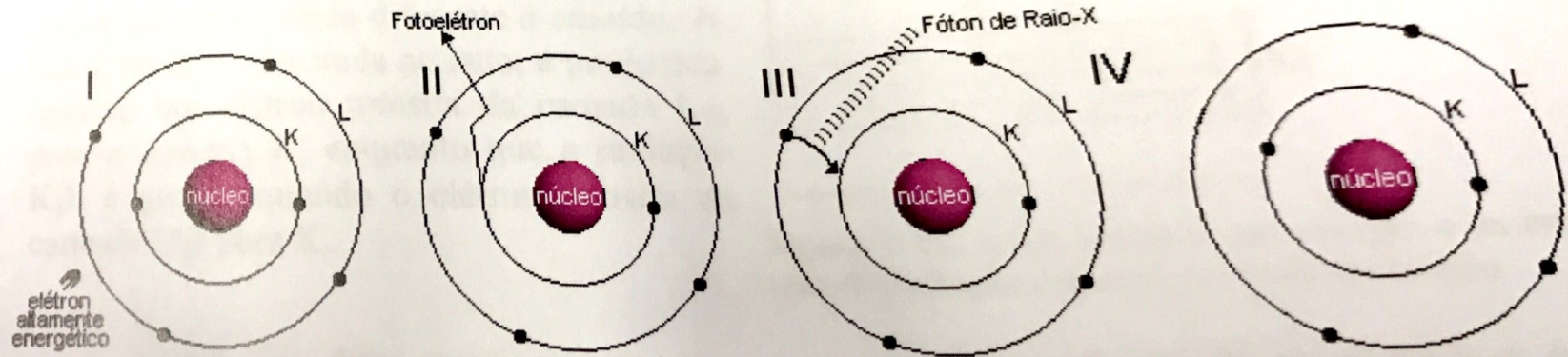


Figura 3. A produção de Raios X a nível atômico

Transições eletrônicas e emissão correspondentes

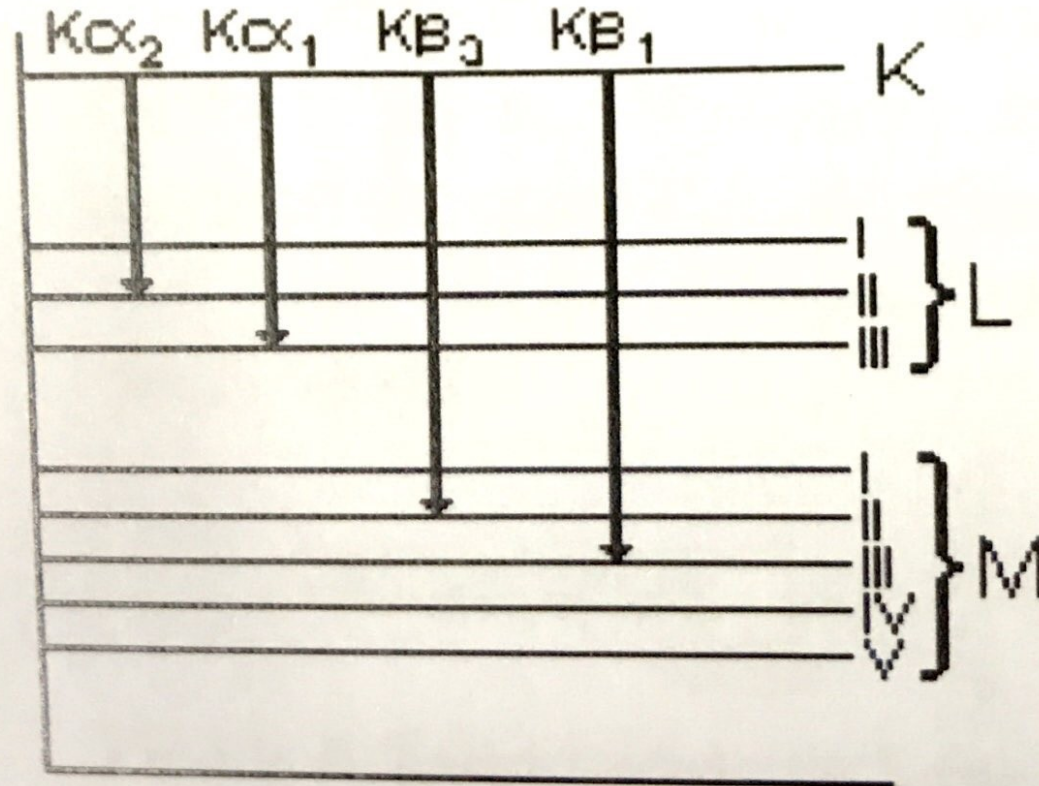
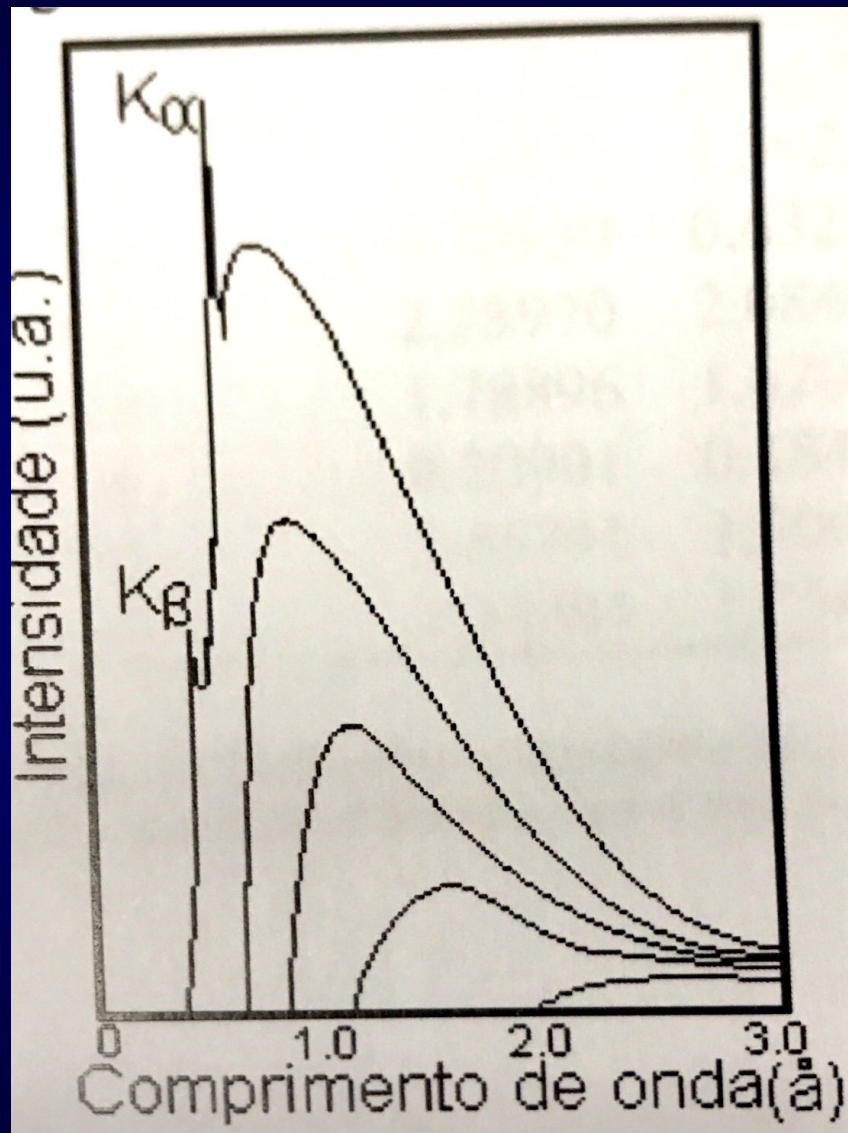


Figura 5. Os níveis atômicos de energia e as emissões de radiação referentes a cada transição

Espectro de emissão de raios X



Alvos e comprimentos de onda característicos

| Elemento | $K\alpha_1$ (Å) | $K\beta_1$ (Å) |
|----------|-----------------|----------------|
| Cu | 1.54056 | 1.39221 |
| Mo | 0.70930 | 0.63228 |
| Cr | 2.28970 | 2.08487 |
| Co | 1.78896 | 1.62079 |
| W | 0.20901 | 0.18437 |
| Ni | 1.65791 | 1.50013 |
| Fe | 1.93604 | 1.75661 |

Tabela 1: Radiações características dos principais materiais utilizados em tubos de raios-x

A LEI DE BRAGG

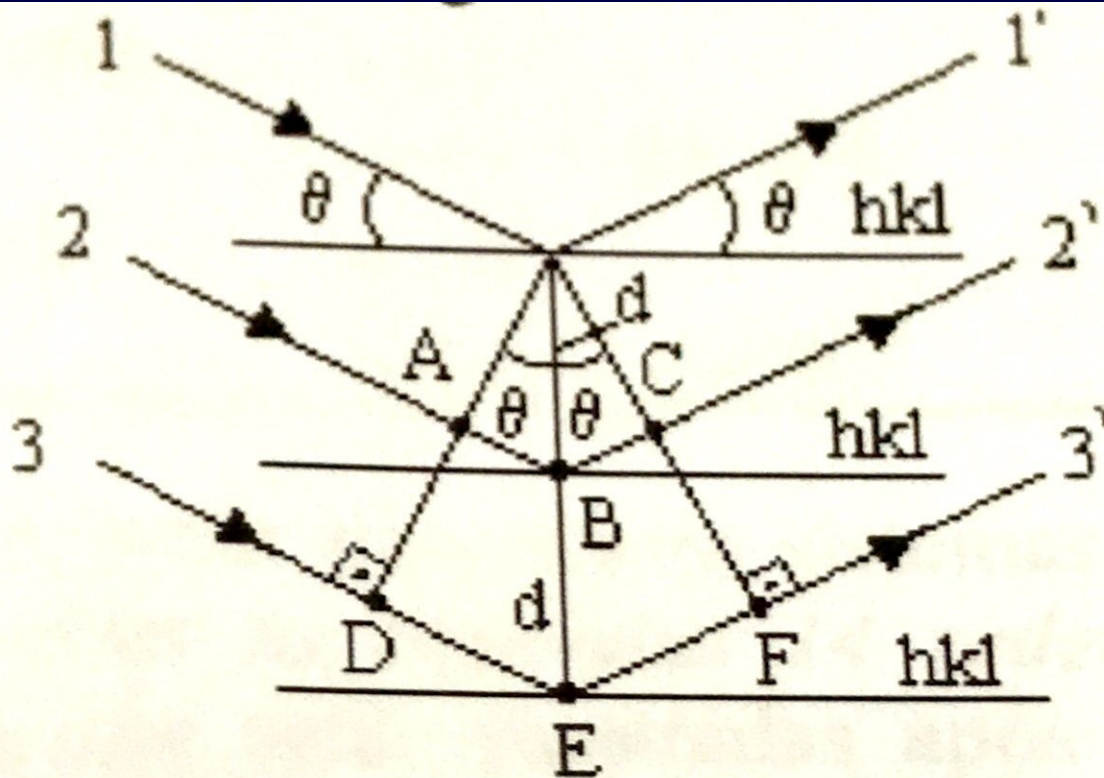
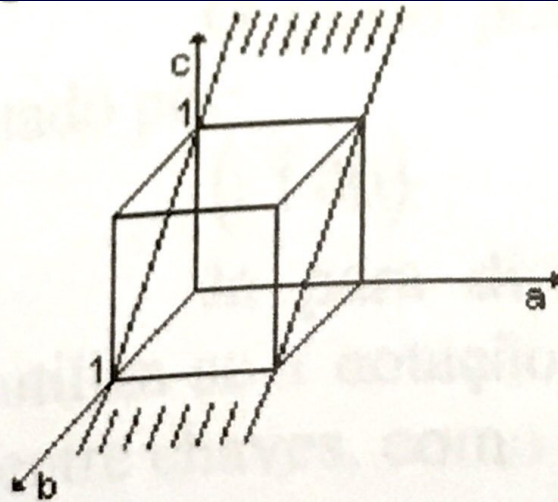


Figura 10. Interferência entre raios a nível planar

Planos atômicos e direções cristalográficas



No exemplo ao lado, o plano corta o cristal seguindo a diagonal das faces. Ele corta os eixos b e c em 1 e não corta o eixo a.

Logo, para calcular os índices de Miller dos planos, fazemos:

$$h = 1/\infty = 0$$

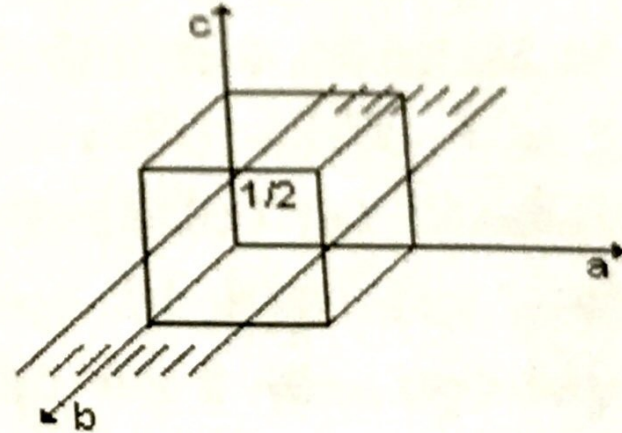
$$k = 1/1 = 1$$

$$l = 1/1 = 1$$

Pode-se então chamar o plano de (011).

Planos atômicos e direções cristalográficas

Já no caso ao lado, o plano passa no eixo c em $\frac{1}{2}$, cortando o cristal em dois paralelepípedos iguais.



Temos então que:

$$h = 1/\infty = 0$$

$$k = 1/\infty = 0$$

$$l = 1/(\frac{1}{2}) = 2$$

Assim, podemos chamar este plano de (002) .

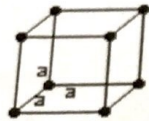
Os 7 sistemas de simetria

| Sistema | Parâmetros de rede |
|-------------|--|
| Cúbico | $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ |
| Tetragonal | $a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ |
| Ortorrômico | $a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ |
| Romboédrico | $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$ |
| Hexagonal | $a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ; \gamma \neq 120^\circ$ |
| Monoclínico | $a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$ |
| Triclínico | $a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$ |

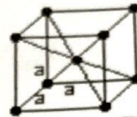
As 14 Redes de Bravais

As 14 Redes de Bravais

Em 1848, o cristalógrafo francês A. Bravais mostrou que na natureza só há 14 redes cristalinas encontradas, redes essas que levam hoje seu nome e estão mostradas nas figuras abaixo:



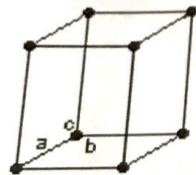
Cúbico Simples



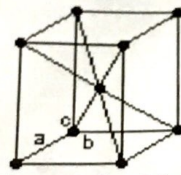
Cúbico Corpo Centrado



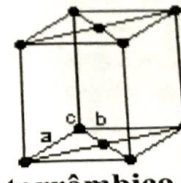
Cúbico Face Centrada



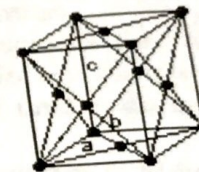
Ortorrômbo Simples



Ortorrômbo Corpo Centrado



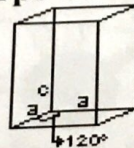
Ortorrômbo Base Centrada



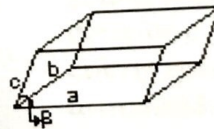
Ortorrômbo Face Centrada



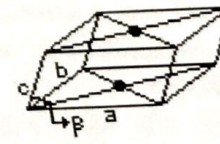
Romboédrico



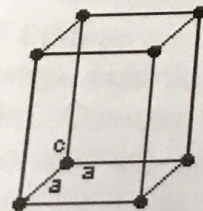
Hexagonal



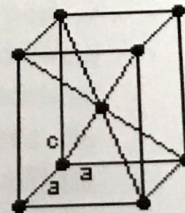
Monoclínico Simples



Monoclínico Base Centrada



Tetragonal Simples



Tetragonal Corpo Centrado



Triclínico

Para calcular a distância entre dois planos cristalinos (distância interplanar), quando $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$, utilizamos a expressão abaixo:

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}}}$$

Indexação

Onde a , b e c são os parâmetros de rede do cristal considerado. Como exemplo, calcularemos a distância entre dois planos 220 ($hkl=220$) do cristal de NaCl (simetria cúbica, com parâmetros de rede $a=b=c=5.640\text{Å}$).

$$\begin{aligned}d_{hkl} &= \frac{1}{\sqrt{\frac{2^2}{5.640^2} + \frac{2^2}{5.640^2} + \frac{0^2}{5.640^2}}} \\ &= \frac{1}{\sqrt{\frac{4}{31.8096} + \frac{4}{31.8096} + \frac{0}{31.8096}}} \\ &= \frac{1}{\sqrt{\frac{8}{31.8096}}} = 1.994\text{Å}\end{aligned}$$

$$\lambda = 2d_{hkl} \text{ sen}\theta$$

$$1.54 = 2(1.994)\text{sen}\theta$$

$$\text{sen}\theta = \frac{1.54}{3.988} = 0.386$$

$$\theta = 22.7^\circ$$

Exemplo de difratograma

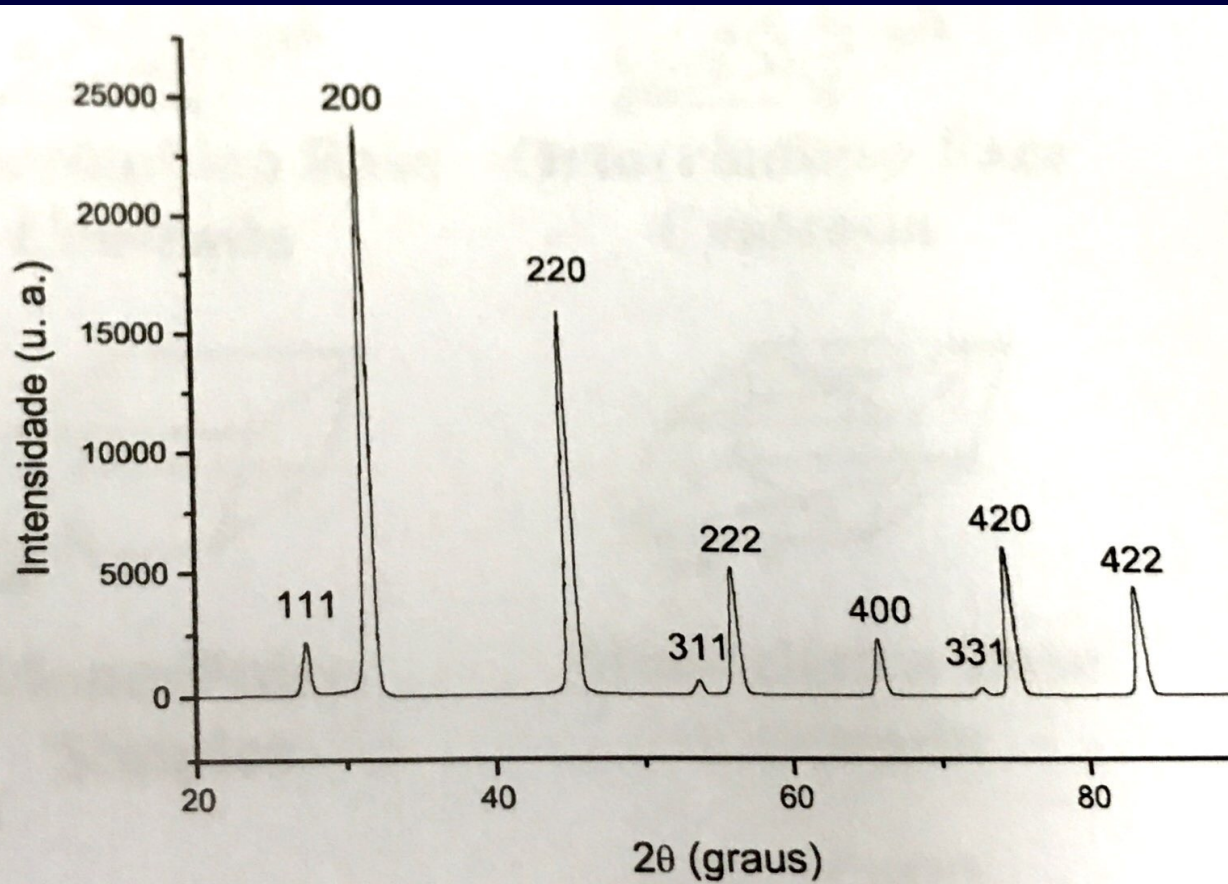
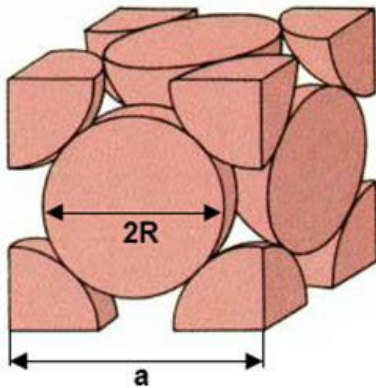
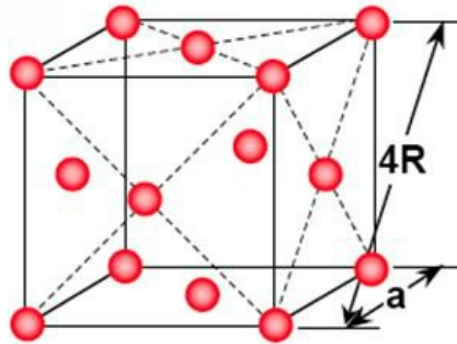
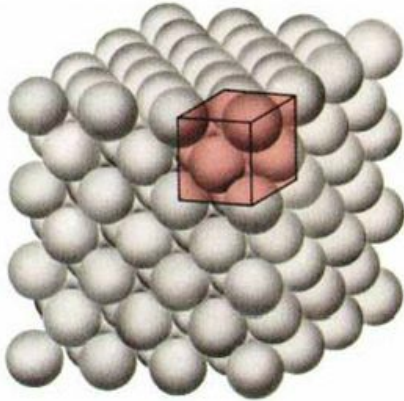


Figura 12. Padrão de difração de pó (difratograma) do NaCl

Exemplo: nanopartículas de Pd metálico

Estrutura Cristalina Cúbica de Face Centrada (CFC)



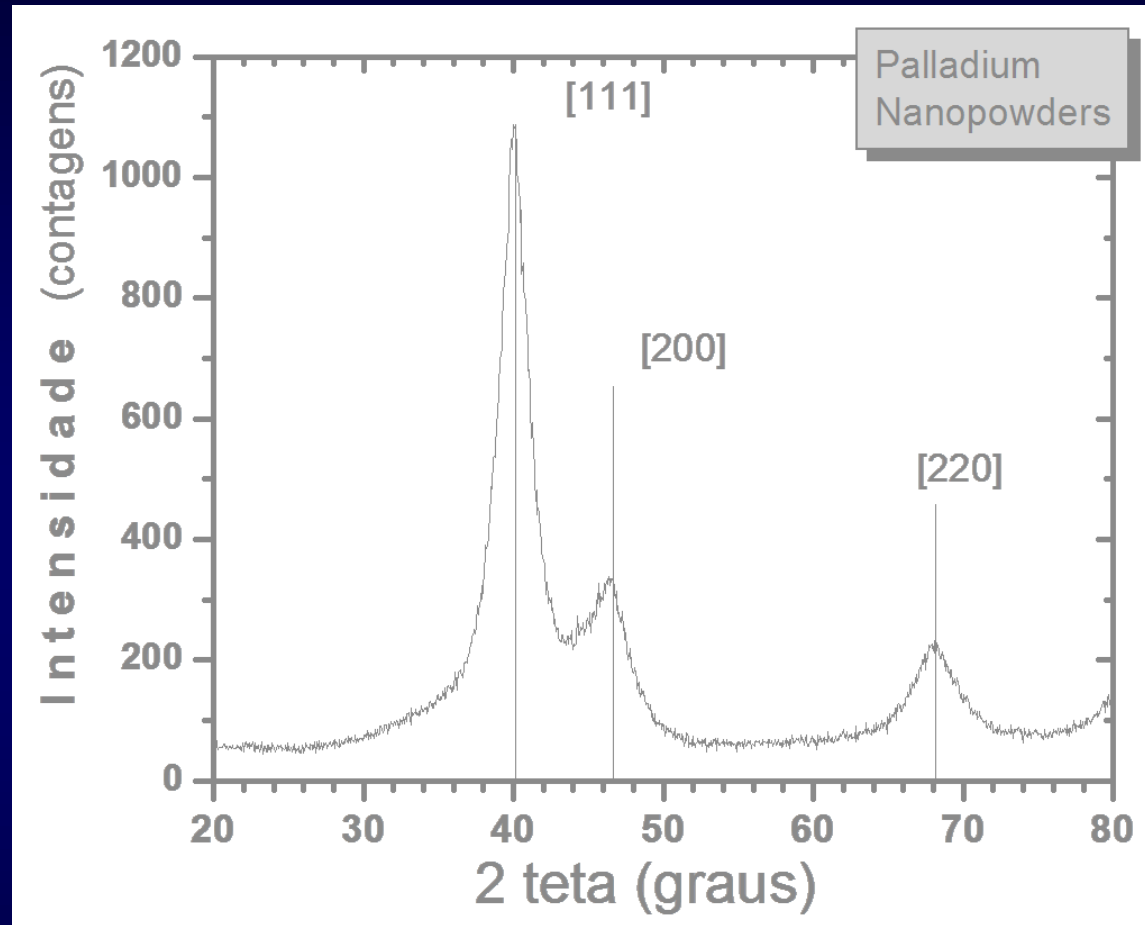
$$a = \sqrt{2} \cdot 2R$$

a = parâmetro de rede
R = raio atômico

- 4 átomos/c.u.
- N. C. = 12
- F.E. A. = 0.74
- Al, Cu, Au, Pb, Ni, Pt, Ag

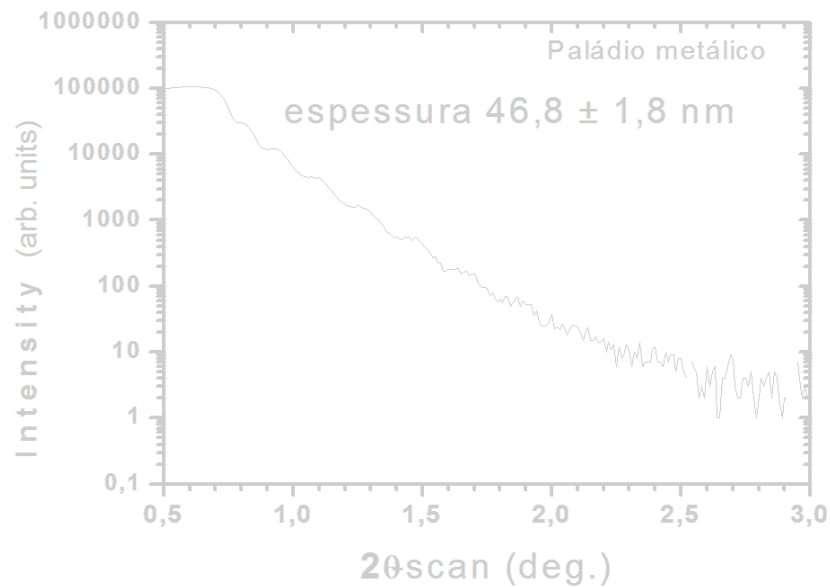
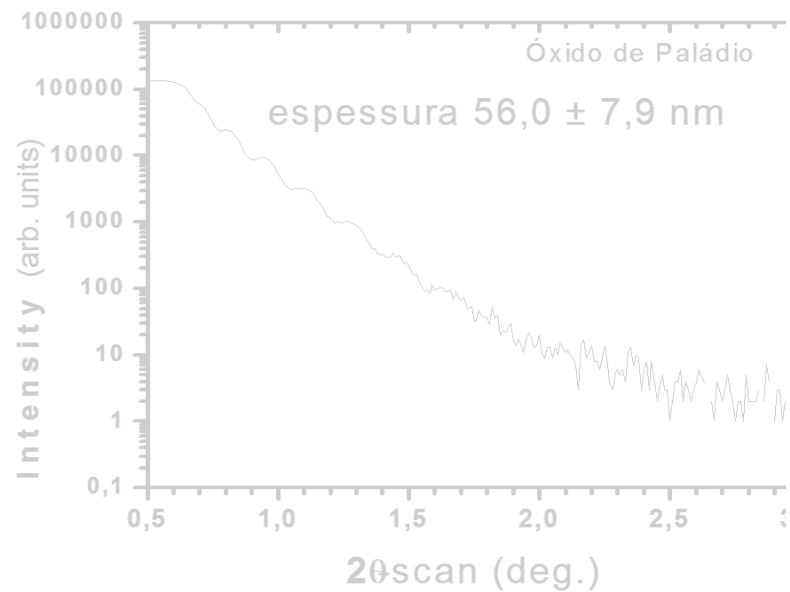
Exemplo: nanopartículas de Pd metálico

DRX



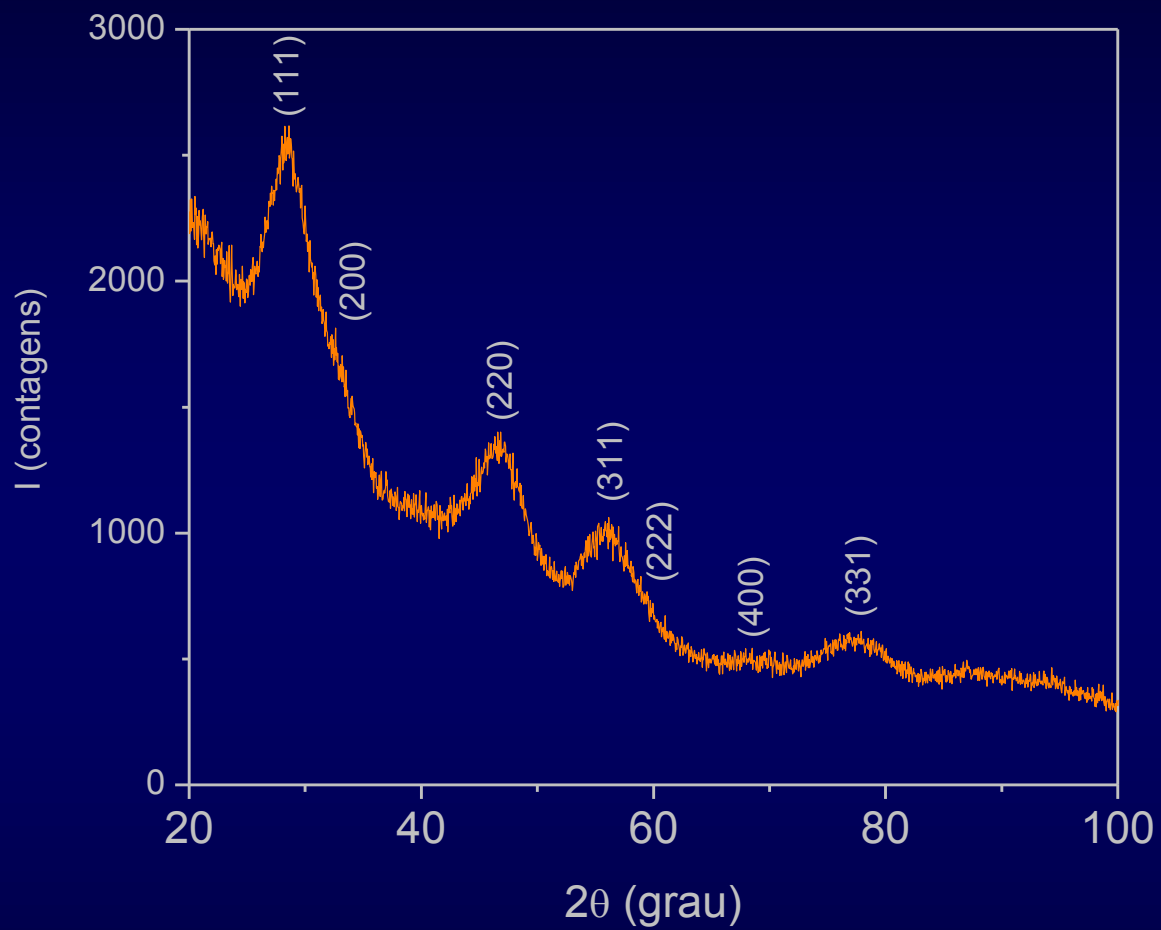
Difração de raios X dos pós finos obtido por secagem da suspensão coloidal de Pd⁰

Refletometria de raios X



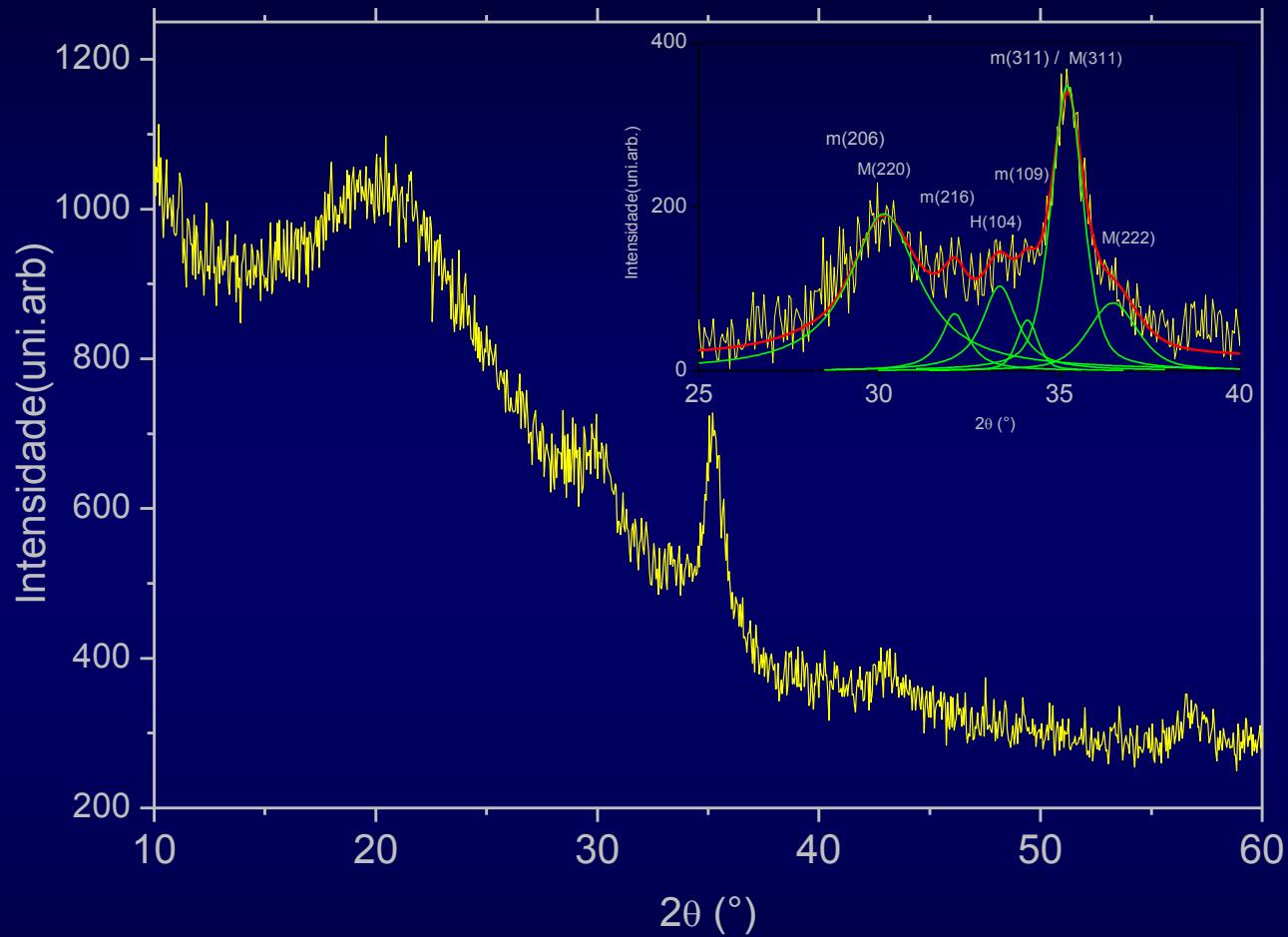
Presença de franjas de interferência:
Obtenção de filmes finos

DRX



Estrutura tipo Ce_2O_4

ferrofluidos



DRX - presença de mais de uma fase magnética



IFUSP

FIM