

## ROTEIRO DO EXPERIMENTO

### 1. Equipamento utilizado:

- Difratorômetro de Raio X 554 800 (LD Didatic GmbH)
- Computador conectado ao difratorômetro via USB com o software *Xray apparatus*.

### 2. Descrição do experimento

#### 2.1 Preparação do experimento:

- Primeiramente, ligue o difratorômetro:

**Para ligar o difratorômetro:** chave liga/desliga (vermelha) localizada no painel lateral esquerdo (veja a figura 3, página 4, adiante).

No *desktop* da tela do Windows no computador, **abra o programa *X ray apparatus*** – v. fig. 1 abaixo:

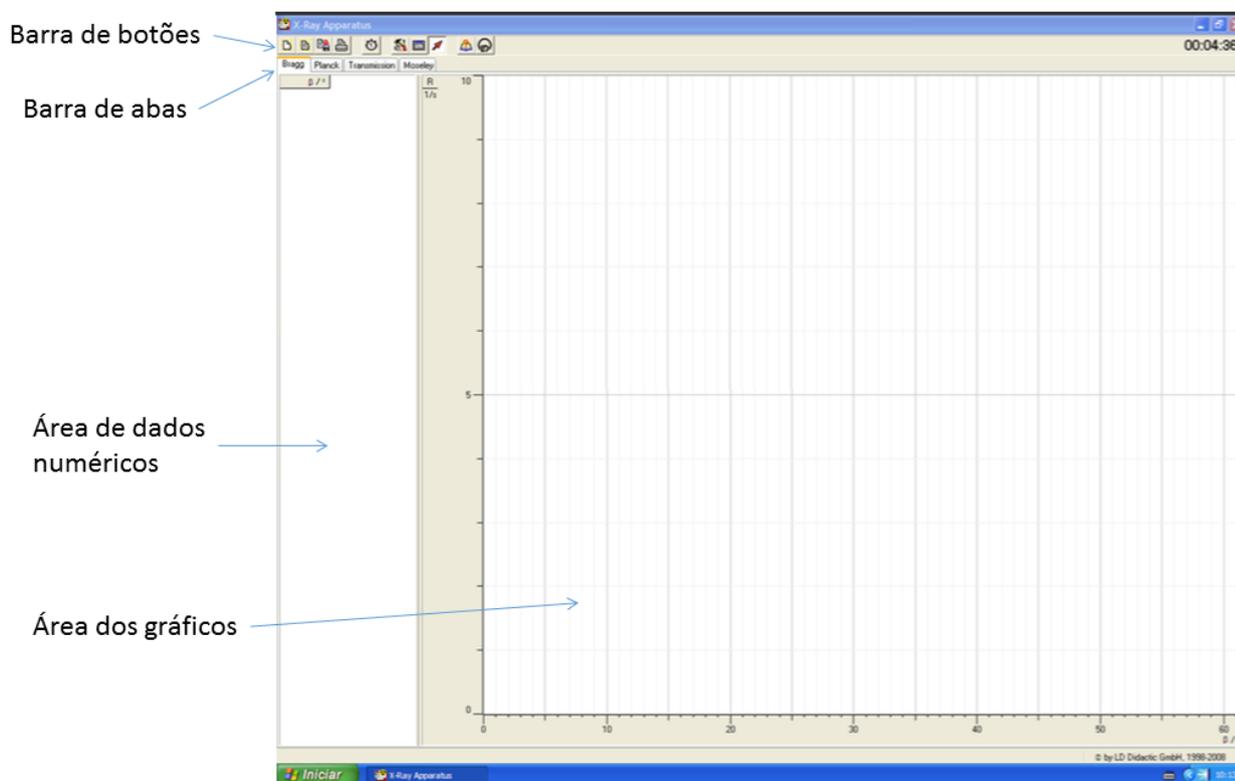


Figura 1 – painel de abertura do programa *X ray apparatus*

O programa *Xray apparatus* permite controlar o difratômetro via computador. O difratômetro também pode ser operado através de seu painel de controle, porém é mais confortável fazê-lo através do software, além deste permitir um registro mais prático da configuração dos parâmetros do experimento, além do registro e apresentação das medidas.

DESCRIÇÃO DOS BOTÕES NA BARRA DE FERRAMENTAS (fig.2 abaixo):

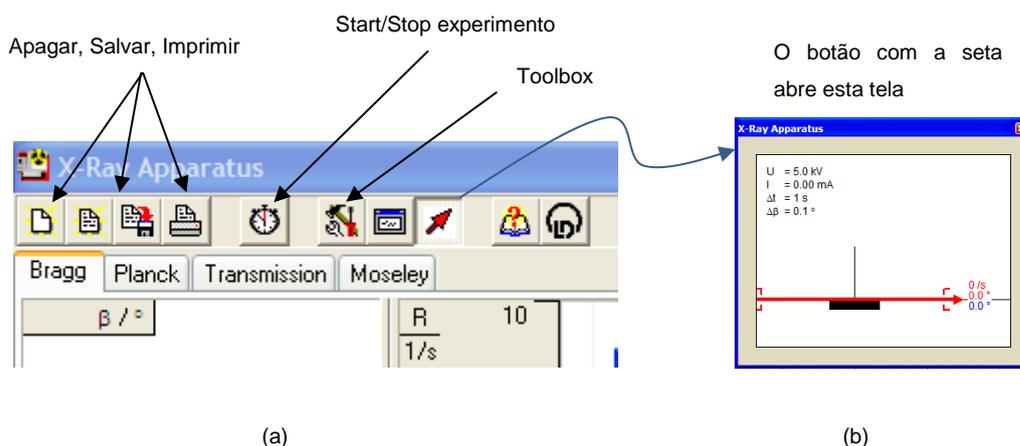


Figura 2 – Barra de ferramentas do programa *Xray apparatus*

**Para salvar seus dados (gráficos)** – o programa salva seus dados em um formato proprietário, que só pode ser lido pelo programa. Você deve criar uma pasta na área de trabalho e salvar seus dados todos nela. Ao salvar no formato proprietário, poderá acessar novamente os seus dados através do programa quando voltar para a aula da 2ª semana. Se não o fizer, terá perdido seus dados e deverá fazer a aquisição de medidas novamente. Use o botão de salvar dados, que se encontra na barra de ferramentas. (Ao final da 1ª aula, salve todos seus arquivos em um pendrive ou envie-os para seu e-mail, por segurança).

**Capturas de tela** – os gráficos mostrados pelo programa **não são** salvos em formato gráfico. **Capture as telas** após cada sessão de medidas, para poder incluir os gráficos em seu relatório.

**Para salvar os valores numéricos para uso em planilha** (Excel, Origin, LabVIEW, etc) – na coluna lateral esquerda da tela do programa *X ray apparatus* encontram-se apresentados os valores numéricos. Clique-direito na aba correspondente ao experimento que estiver fazendo (*Bragg / Planck / Transmission / Moseley*), e aparecerá um **menu com a opção de guardar os dados no clipboard (copy table)**. Uma vez salvos lá, você poderá abrir um aplicativo de edição de texto (*Notepad*, por exemplo) e **colar nele (paste) o clipboard e em seguida salvar em formato .txt em sua pasta pessoal para uso posterior** em uma planilha de seu gosto ou em seu próprio programa.

### Primeiros procedimentos (checklist):

1. **Cristal** - Verificar se o cristal de NaCl já está colocado no suporte rotativo do difratômetro.
2. **Janelas** - Verificar se as janelas do difratômetro estão bem fechadas.
3. **Ligar** - Verificar se o difratômetro está ligado. Caso não, ligue-o.
4. **Reset** - Convém no início de cada aula dar um reset no difratômetro usando o botão do painel frontal de controle do difratômetro. Ele deverá responder com os ruídos característicos e posicionar o cristal no ângulo zero de partida.
5. **Calibração** - Proceder à calibração do experimento no início da sessão de medidas (basta 1 vez em uma mesma aula). O procedimento de calibração está descrito na próxima página.

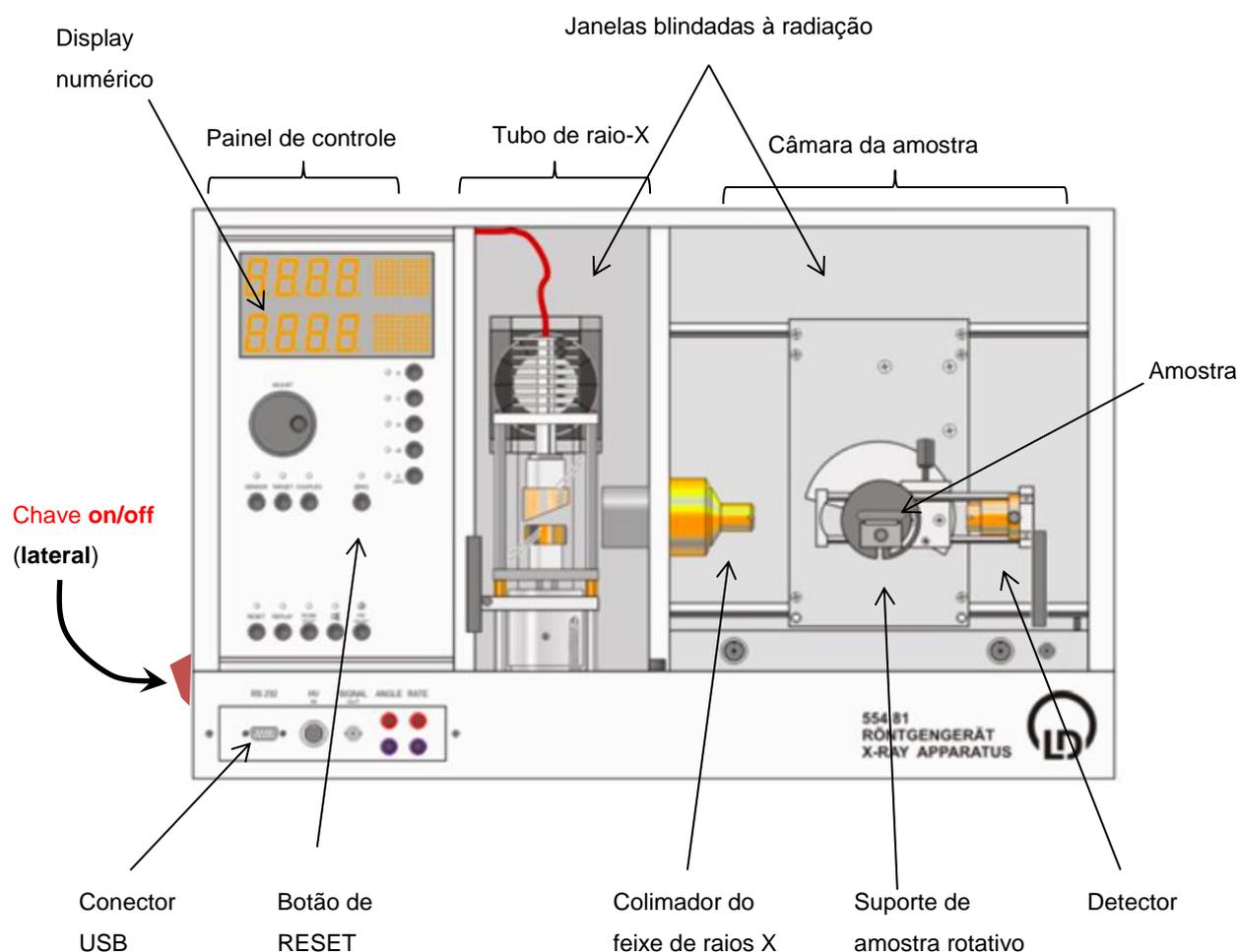


Figura 3 – Itens essenciais do difratômetro

## Procedimento de calibração

- Escolha na tela do programa *Xray apparatus*, a aba “Bragg”.
- Localize o botão com o símbolo do cursor (seta vermelha v. fig. 2a) e abra a janela indicada na figura 2b.
- Localize o botão da Toolbox (v. fig. 2) e abra o painel indicado na figura 4a.
- Localize o botão *Crystal calibration* no painel *Settings* (fig.4a) e clique no mesmo.

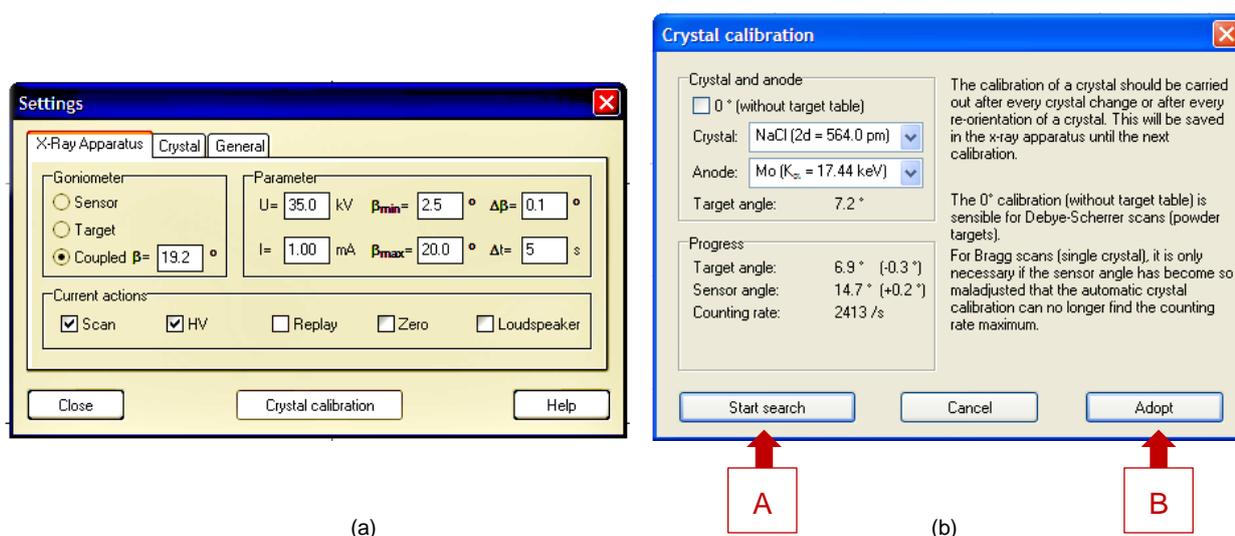


Figura 4 – Calibração e ajuste de parâmetros

- Calibrar o difratômetro usando a opção “Crystal callibration” do painel “settings” (fig.4a). Ao abrir o painel da fig.4b, indique o cristal em uso (no caso NaCl) e o alvo no anodo do tubo de raios X (no caso Molibdênio – Mo).

**A** → Inicie a calibração usando a opção “**Start search**” (Botão no painel da fig. 4b).

O procedimento de calibração 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.

**B** → Ao terminar a calibração, use a opção “**Adopt**” (Botão no painel da fig. 4b).

## Experimento – caracterização do cristal de NaCl por difratometria de Bragg

- Escolha na tela do programa *Xray apparatus*, a aba “Bragg” (seta vermelha na fig.5, abaixo).

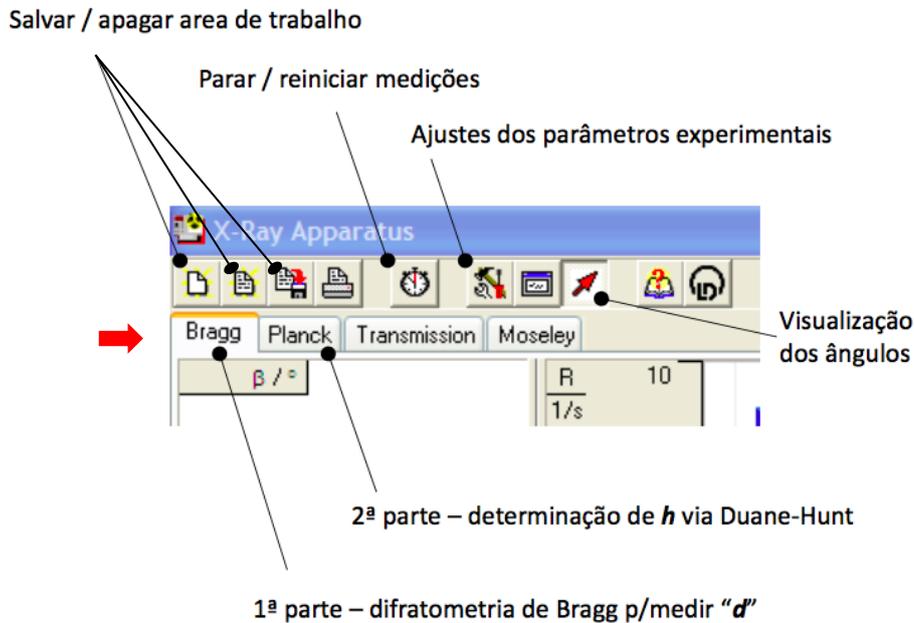


Figura 5 - Controles do programa *X-ray apparatus*

### Especificação dos Parâmetros do Experimento

**Antes de continuar**, certifique-se de que os conteúdos da aba *crystal* do painel **Settings** (ver figura 9a) encontram-se **ambos em off** (nessa posição os gráficos das contagens de fótons serão apresentados em função do ângulo de espalhamento  $\theta$ , como desejamos).

A difração de Bragg será feita com **a etapas de aquisição de dados**, usando um diferente valor de **tensão aceleradora  $U = 35 \text{ kV}$** .

A **tabela I** a seguir indica os **valores dos parâmetros** a serem usados nessa etapa do experimento de difração de Bragg.

TABELA I

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

Na barra de ferramentas do programa *X-ray apparatus*, clique no botão de ajuste dos parâmetros experimentais (**veja** na figura 5).

Ao fazer isso, será exibido o painel de ajustes (Settings) – ver figura 4a. Nesse painel, você deverá introduzir os parâmetros indicados abaixo, usando os valores da **TABELA I** acima.

**U** → **tensão aceleradora** = 35 kV

**I** → **corrente no tubo de raio X** = 1 mA

$\beta_{\min}$  → **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 U, I,  $\Delta t$ ,  $\Delta\beta$ ,  $\beta_{\min}$  e  $\beta_{\max}$ .

- Para dar a **partida na aquisição**, selecionar a caixa **scan**, no painel *Settings* da figura 4a.

Iniciada a aquisição, começará então a varredura angular. Primeiramente, você escutará o difratômetro ligar a fonte de alta tensão, alimentando o tubo de raio-X, que deverá ficar iluminado devido à incandescência do seu filamento (a caixa HV da fig. 4a indicará que a fonte está ligada). O motor de passo será acionado e a amostra será posicionada no ângulo  $\beta_{\min}$ . O contador de fótons de raio-X realizará contagem durante o intervalo de tempo  $\Delta t$  na posição angular  $\beta$  em que se encontra ( $\beta_{\min}$  no início), e ao término o motor girará a amostra de um incremento angular  $\Delta\beta$ , passando-se para o valor seguinte de ângulo  $\beta$ , e repetir-se-á o procedimento de contagem de fótons por mais um intervalo de tempo  $\Delta t$ , e assim por diante, até o ângulo da amostra alcançar o

valor final  $\beta_{\max}$ . A cada incremento angular na posição da amostra, o medidor será posicionado de maneira a preservar a configuração de medida mostrada na figura 6.

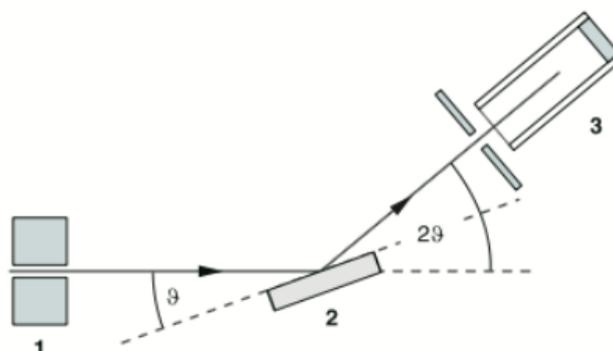


Figura 6 – Configuração angular – (1) **Colimador** do feixe de raio-X. (2) **Amostra** de cristal (NaCl). (3) **Detector** dos fótons de raio-X espalhados pelo cristal (e que sofrem interferência entre 2 e 3).

Podemos estimar quanto tempo irá demorar cada varredura completa iniciando no ângulo  $\beta_{\min}$  e terminando em  $\beta_{\max}$ , sendo cada passo angular  $\Delta\beta$  dado a cada intervalo de tempo  $\Delta t$ . Calcule isso.

Você deverá encontrar um valor próximo de 30 minutos, que é a duração de cada varredura usando os parâmetros da TABELA I.

Nesta 1ª aula de laboratório de raio-X, você deverá executar a etapa acima de coleta de medidas da difração de Bragg. Após concluí-las, deverá fazer também a determinação dos centros dos picos e suas incertezas.. A 2ª aula de laboratório de raio-X, à distância será usada para tirar as dúvidas eventuais sobre a análise dos dados, que deverá ser entregue ao final do dia da 2ª aula.

### IMPORTANTE

Procure salvar seus dados após a aquisição, para evitar o perigo de perde-los. Você deverá salvá-los no formato de arquivo usado pelo programa *X-ray apparatus*. Use os botões de salvar mostrados na fig. 4a.

- Observação – Se quiser exportar os dados numericamente, use “clique direito > “*copy table*” na aba Bragg da coluna onde aparecem os dados. Eles serão copiados no clipboard do computador e você poderá colá-los no *Notepad (bloco de notas)*, para salvar em formato texto (.txt). (v.pag.2)