

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

As aulas de difração são divididas em **2 etapas**: (i) Aquisição de dados e (ii) Análise dos dados.

Cada etapa contém **dois experimentos**: (a) Difração de Bragg e (b) Determinação da constante de Planck.

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:

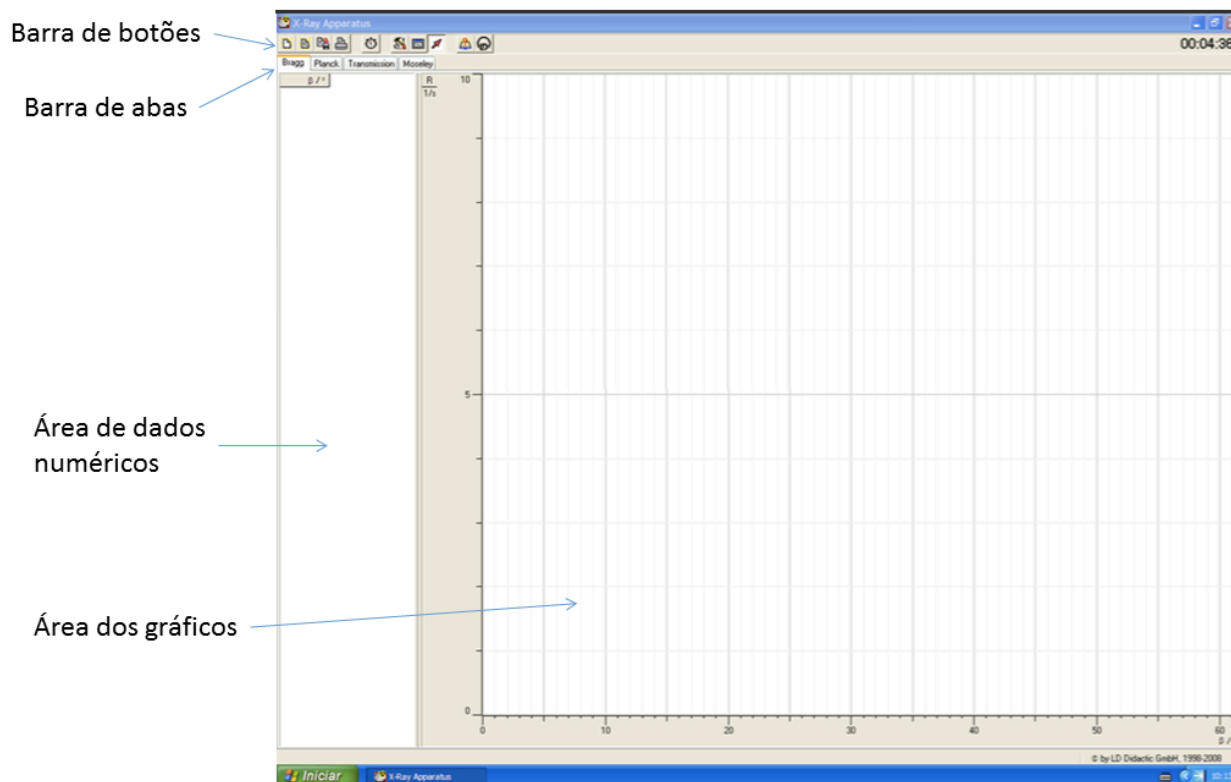


Figura 1 – painel de abertura do programa *X ray apparatus*

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):

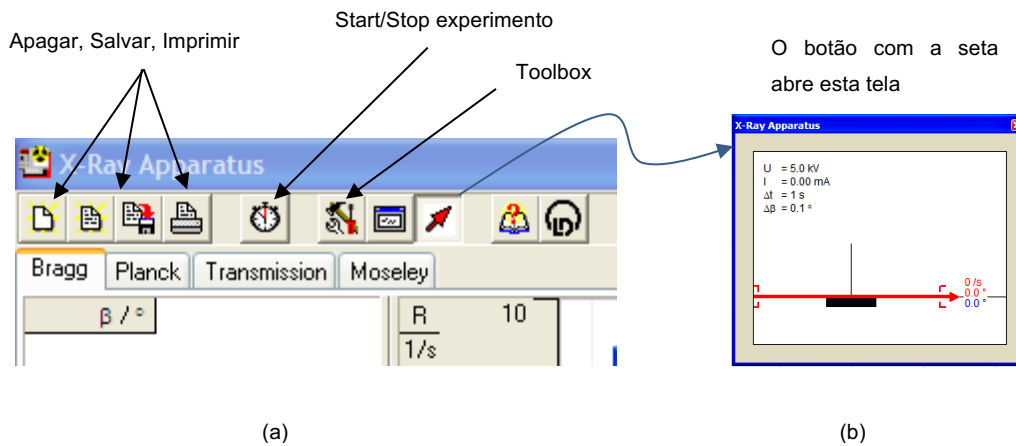


Figura 2 – Barra de ferramentas do programa *Xray apparatus*

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 análise de dados. 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 das aquisições, 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.

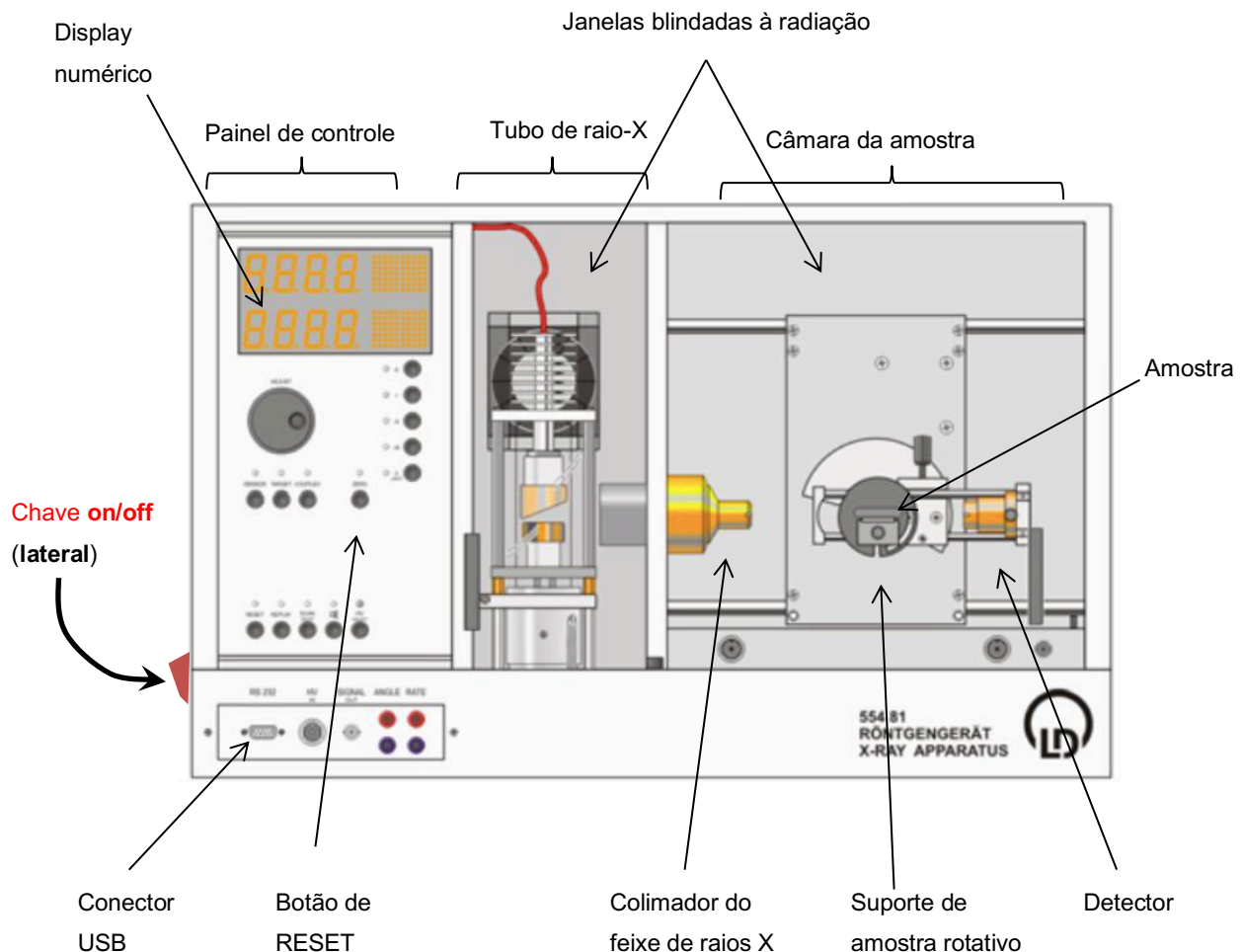


Figura 3 – Itens essenciais do difratômetro

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.

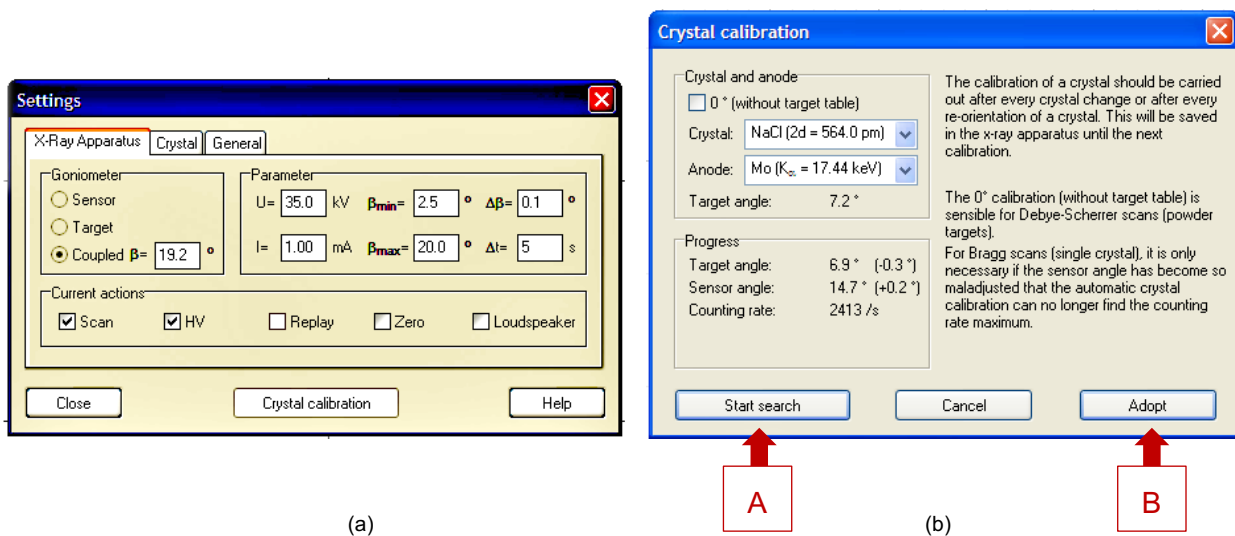


Figura 4 – Calibração e ajuste de parâmetros

- 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 aconteça com o cristal sendo girado de um ângulo θ e o detector de 2θ . 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).

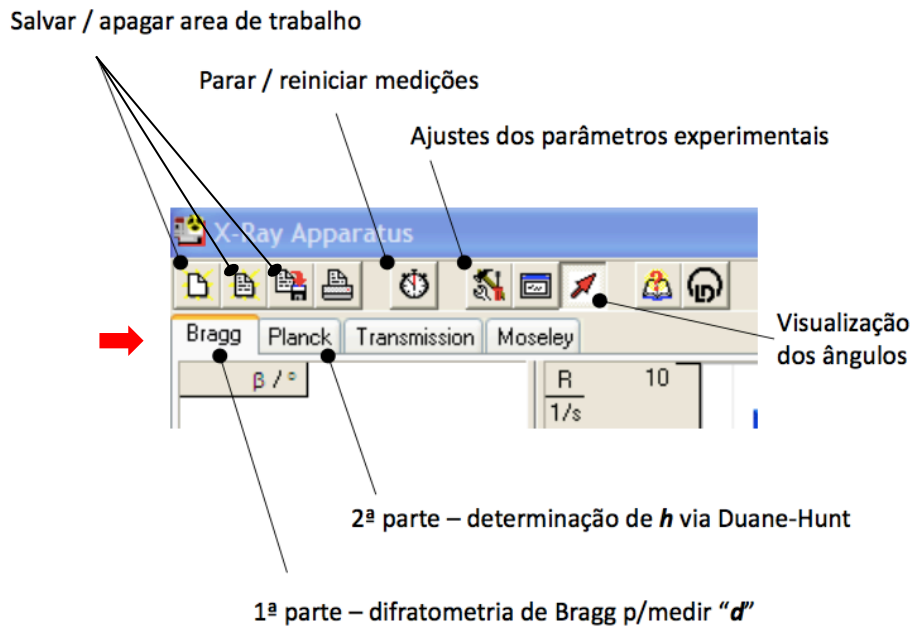


Figura 5 - Controles do programa *X-ray apparatus*

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 θ , como desejamos).

A difração de Bragg será feita com **3 etapas de aquisição de dados**, usando cada uma um diferente valor de **tensão aceleradora U** (35 kV, 30 kV e 25 kV, respectivamente).

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)	β_{\min} (graus)	β_{\max} (graus)	$\Delta\beta$ (graus)	Δt (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

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

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

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

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

Δt → 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, Δt , $\Delta\beta$, β_{\min} e β_{\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 β_{\min} . O contador de fótons de raio-X realizará contagem durante o intervalo de tempo Δt na posição angular β em

que se encontra (β_{\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 β , e repetir-se-á o procedimento de contagem de fótons por mais um intervalo de tempo Δt , e assim por diante, até o ângulo da amostra alcançar o valor final β_{\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.

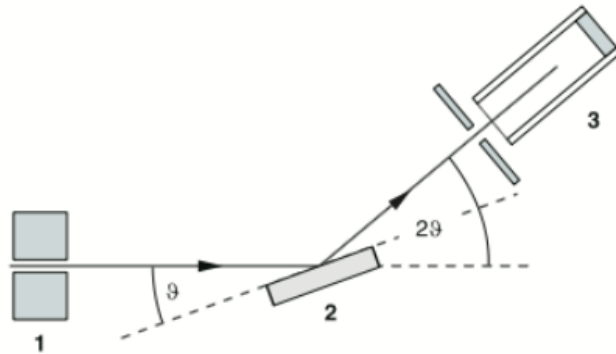


Figura 6 – Configuração angular – (1) **Colimador** do feixe de raio-X. (2) **Amostra** de cristal (NaCl). (3) **Detector** dos fótons de raio-X espalhados pelo cristal (e que sofrem interferência entre 2 e 3).

Podemos estimar quanto tempo irá demorar cada varredura completa iniciando no ângulo β_{\min} e terminando em β_{\max} , sendo cada passo angular $\Delta\beta$ dado a cada intervalo de tempo Δt . 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 parte da aula de laboratório de raio-X, você deverá executar a etapa acima de coleta de medidas da difração de Bragg para cada valor de tensão (35, 30 3 25 kV). Na 2ª parte da aula de laboratório de raio-X, você fará a determinação dos centros dos picos e suas incertezas para cada tensão e usará esses resultados para calcular a distância interatômica d durante a etapa de análise dos dados, que deverá ser o objetivo final do experimento de difração de Bragg. Se tudo correr bem, deverá conseguir então determinar 18 valores da distância d (uma para cada pico, nas 3 tensões utilizadas). Na análise de dados discutiremos como sumarizar esses 18 valores em um único resultado $d \pm \Delta d$.

IMPORTANTE

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

- Observação – Se quiser exportar os dados numericamente para uso em uma planilha e você mesmo construir seus gráficos em vez de usar os produzidos pelo *X-ray apparatus*, com o mouse “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) ou salva-los em uma planilha. (v.pag.2).

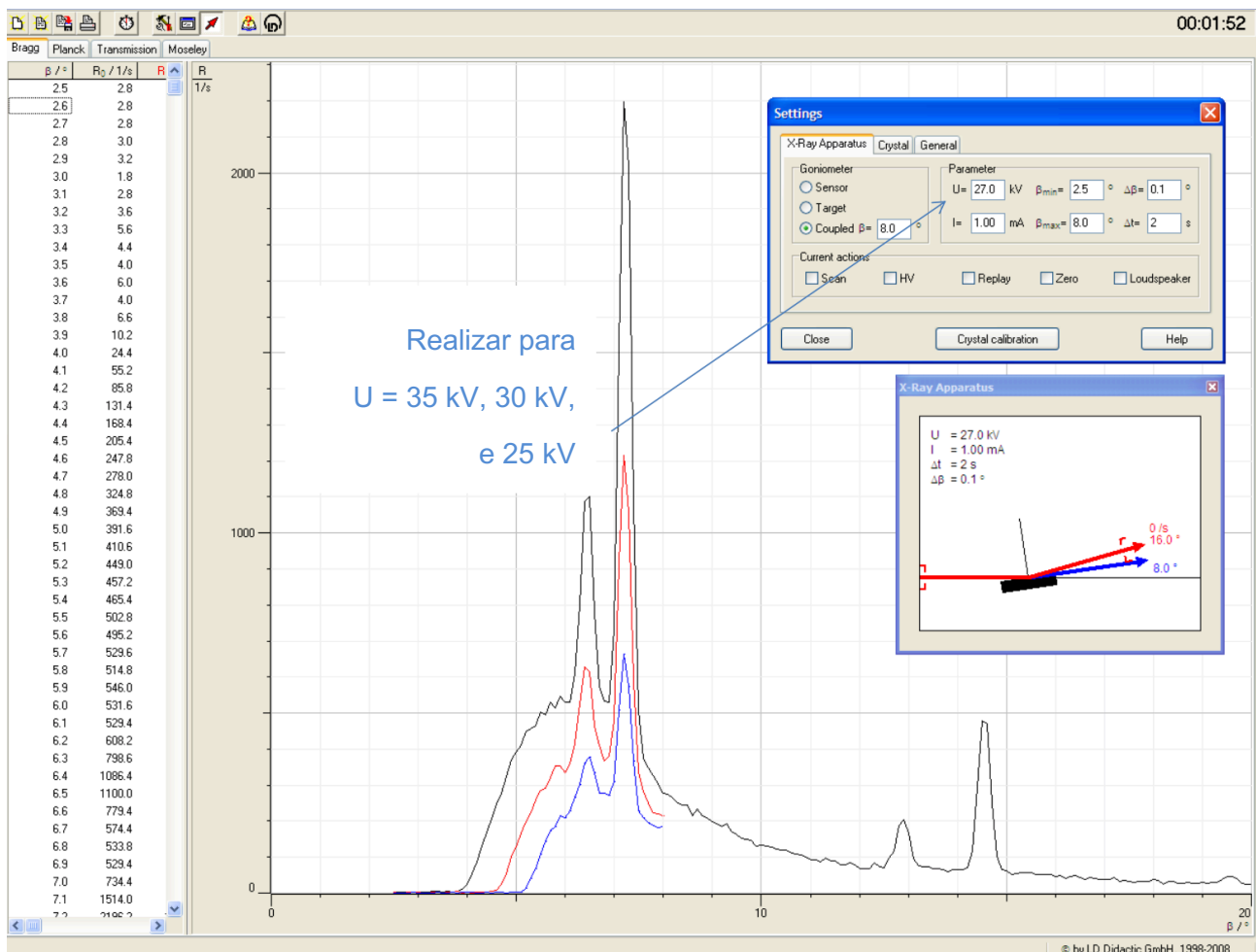


Figura 7 – Curvas do espectro de difração de Bragg. Abscissas mostram o ângulo T em graus (B no programa). As ordenadas mostram as contagens de fótons correspondentes. Cada curva corresponde a um valor de tensão aceleradora U .
Curva preta: $U = 35$ kV. Curva Vermelha: $U = 30$ kV. Curva azul: $U = 25$ kV.

A figura 7 apresenta os gráficos que resultarão das 3 etapas de medida, cada uma correspondendo a um valor de tensão aceleradora U . Para que os três gráficos apareçam conjuntamente na mesma tela, como mostrado na fig.7, você deve executar cada etapa de medição sem apagar os dados anteriores. **É fortemente aconselhável salvar os dados entre uma etapa e a seguinte.**

Ao terminar as medidas das 3 etapas de difração de Bragg descritas anteriormente, já dispõe dos dados necessários para os cálculos da distância inter atômica d , que é o que desejamos obter e isso será feito na próxima aula. Para tanto, **certifique-se de que salvou suas medidas usando o programa X-ray apparatus. Guarde o arquivo em um pendrive, para trazê-lo na próxima aula.**

A seguir, você realizará, nesta 1ª aula ainda, a tomada de medidas de contagens de fótons de *bremsstrahlung*, para usar na determinação da constante h de Planck.

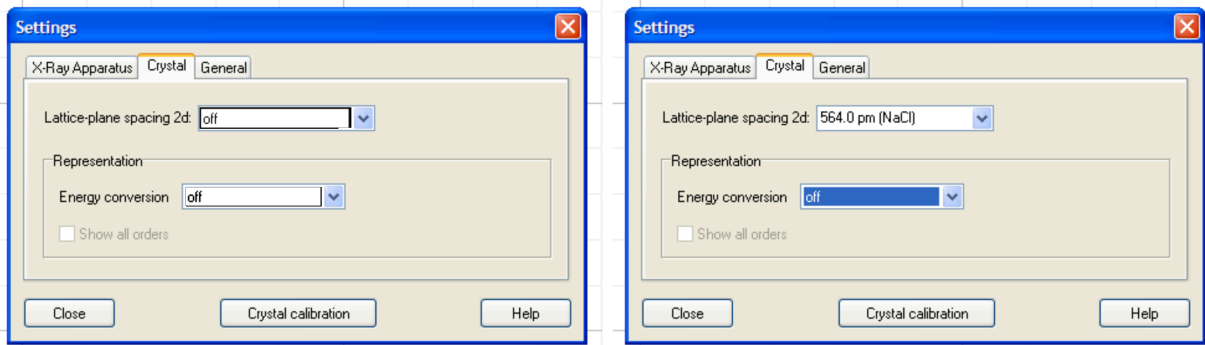
---o0o---

Segundo Experimento - Determinação da constante de Planck a partir do *bremsstrahlung*

O procedimento é semelhante ao do primeiro experimento, porém não observaremos os picos de emissão por desexcitação ('fluorescência'). Utilizaremos apenas a região próxima à frequência de corte do *bremsstrahlung* (que corresponde ao comprimento de onda λ_{\min}) à qual aplicaremos a lei de Duane-Hunt.

Aqui o objetivo é obter o coeficiente de correlação linear entre o inverso da tensão aceleradora e o comprimento de onda λ da radiação detectada, deve-se construir o gráfico das contagens de fótons em função de λ . Na primeira parte do experimento, o gráfico foi feito em função do ângulo de espalhamento θ (o qual o programa chama de β).

Para alterar para que seja exibido em função de λ , você deve informar na **aba crystal do painel Settings** o valor do parâmetro d do cristal, como mostrado na **figura 9b**.



(a)

(b)

Figura 9 – Configurações do painel *Settings* para cada experimento. (a) Configuração usada no primeiro experimento (difração de Bragg). As duas caixas devem ficar em off. (b) Configuração usada no segundo experimento (determinação de h). Informar o valor de d na caixa de cima e a outra deixar em off.

Com o cristal de NaCl posicionado no goniômetro faça medidas com os valores de Tensão (U), corrente (I) e ângulo (β_{\max} e β_{\min}) mostrados na tabela abaixo. Comece [da tensão mais alta \(35kV\) para a mais baixa \(segundo a \[tabela II de baixo para cima\]\(#\)\)](#).

Não esqueça de [limpar a área de gráficos na janela do programa antes de começar](#) a fazer as aquisições.

TABELA II

$\frac{U}{\text{kV}}$	$\frac{I}{\text{mA}}$	$\frac{\Delta t}{\text{s}}$	$\frac{\beta_{\min}}{\text{grd}}$	$\frac{\beta_{\max}}{\text{grd}}$	$\frac{\Delta\beta}{\text{grd}}$
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 correspondentes [a cada linha](#) da tabela II, **salve os dados** (**CUIDADO!** : em um arquivo diferente daquele que salvou os dados do experimento de Bragg).

As curvas correspondentes a cada linha da tabela II **deverão ser apresentadas em um único gráfico**, portanto tome o devido cuidado ao salvar os dados de cada vez para que eles estejam sendo salvos sempre no mesmo arquivo e nunca limpe o gráfico ou apague os dados entre uma linha e outra de aquisição de dados conforme a tabela II.

O gráfico deverá ficar parecido com o mostrado na figura 10.

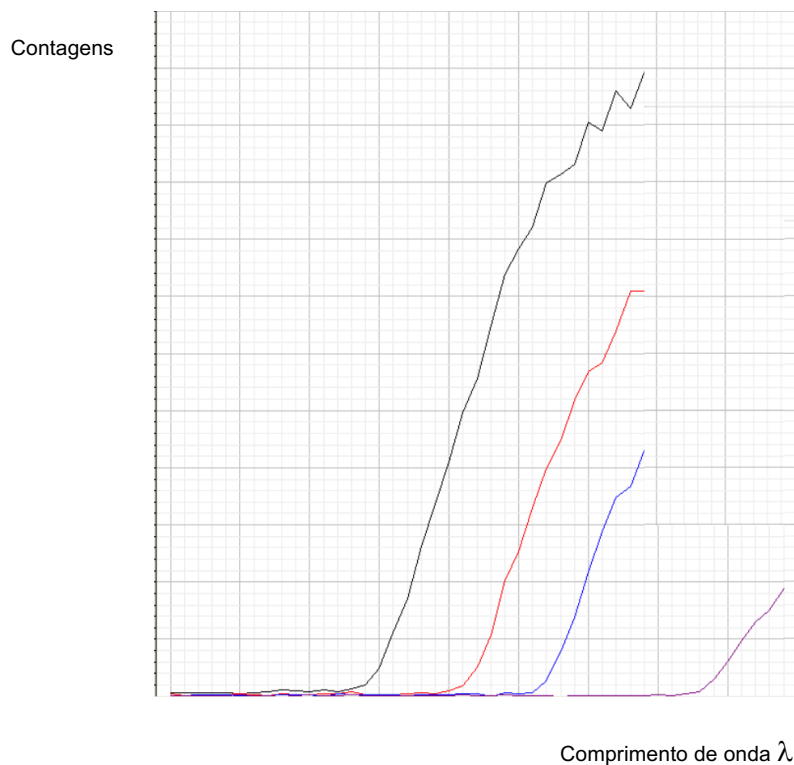


Figura 10 – Gráfico das contagens em função do comprimento de onda para cada valor de tensão aceleradora U

Completadas as medidas para todas as linhas da Tabela II, **salve seus dados**, para partir para a etapa de análise.

Ao encerrar os trabalhos, desligue o computador e o difratômetro (*reset* antes de desliga-lo). Deixe a mesa limpa e em ordem e as cadeiras arrumadas.

Se for executar as análises agora, não desligue o computador, pois necessitará do programa *X-ray apparatus* para fazê-lo. [As análises estão descritas no arquivo Roteiro de Analises.](#)