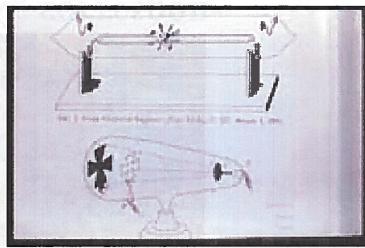


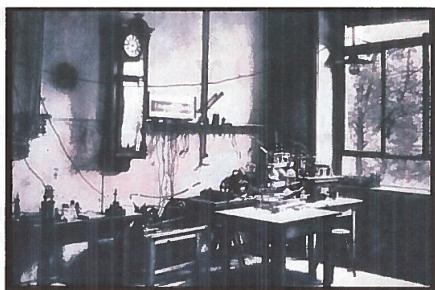


**Wilhelm Conrad
Roentgen (1845-1923)**
Prémio Nobel 1901

Raios X



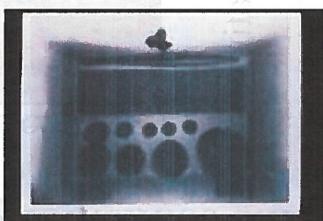
Ampolas de Crookes



Laboratório Wurzburg

Fotografias cortesia de
Radiology Centennial, Inc.

Primeiras radiografias de Roentgen (Nov/1895 – Jan/1896) :

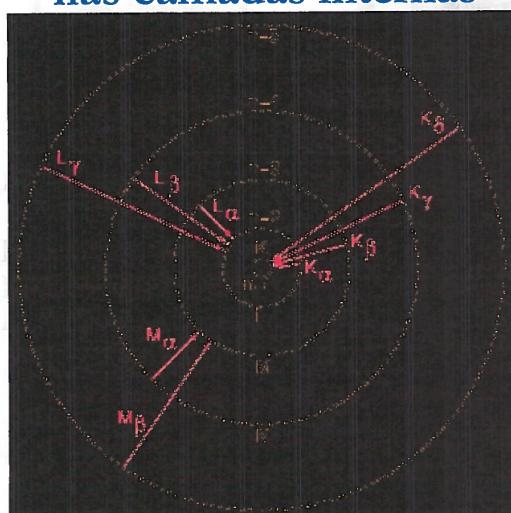


mão da Sr^a Roentgen

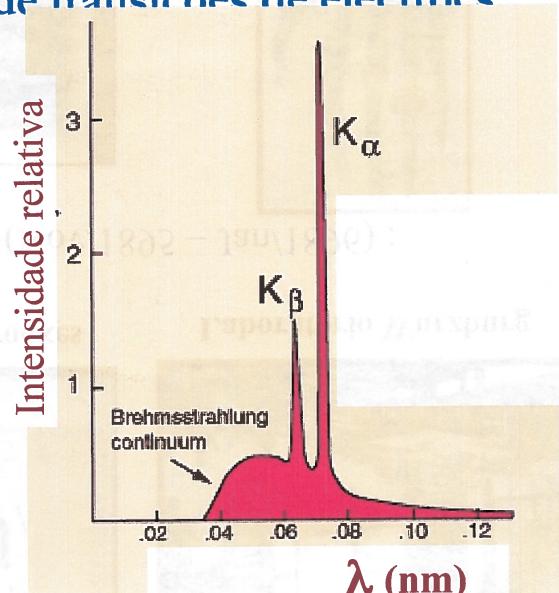
Paula Bordalo

Espectros de Raios X

- Os raios X são produzidos em elementos de elevado número atómico, através de transições de electrões nas camadas internas



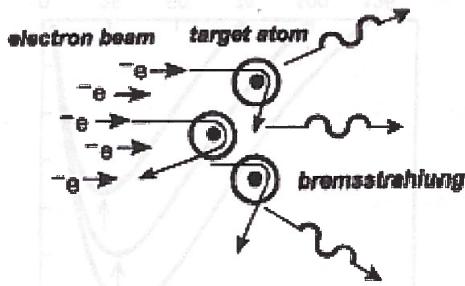
As riscas K_α e K_β correspondem a transições de electrões dos níveis L e M para o nível K



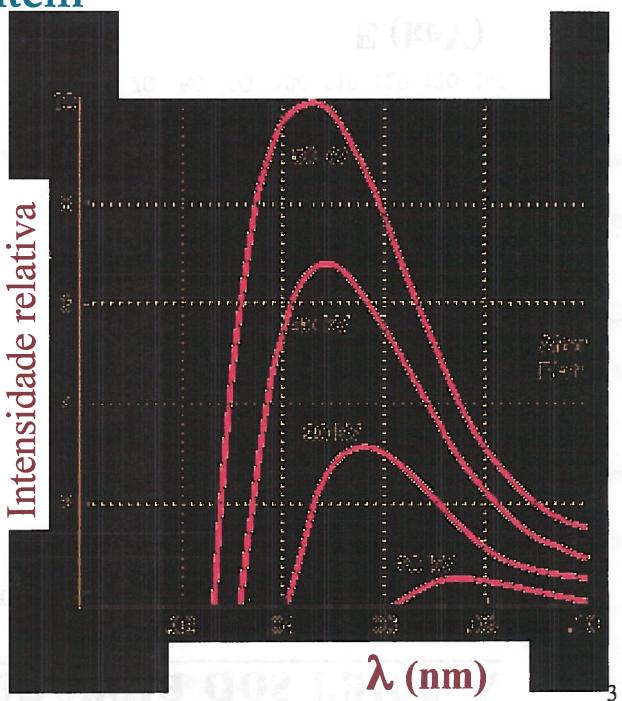
Um fundo contínuo existe sob as riscas – radiação Bremsstrahlung

Radiação Bremsstrahlung

- Electrões acelerados emitem continuamente energia

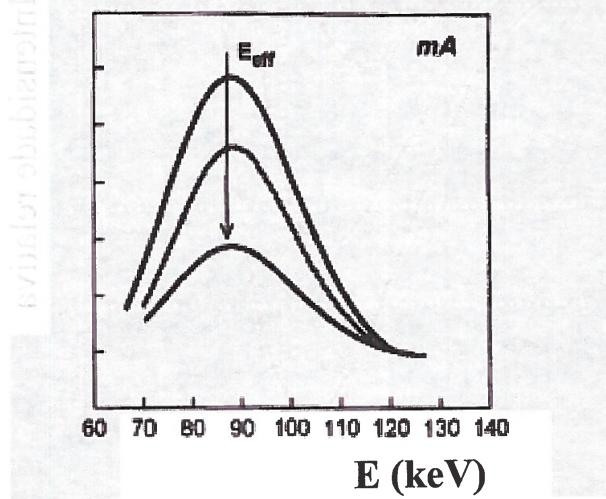
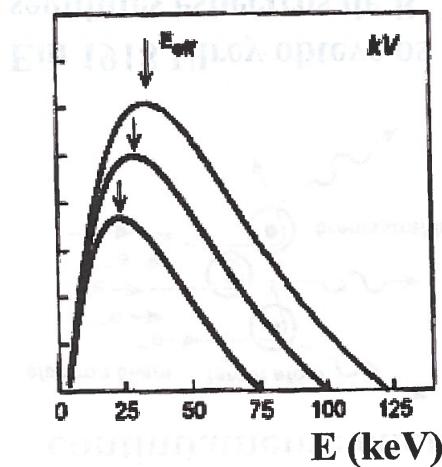


Em 1918 Ulrey obteve os seguintes espectros de R_X bombardeando um alvo de tungsténio com electrões de 4 diferentes energias



Dependência da energia dos raios X

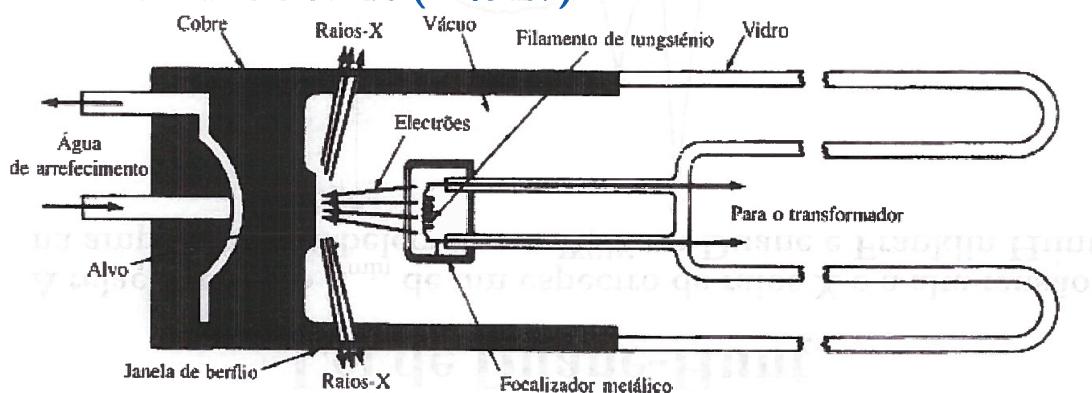
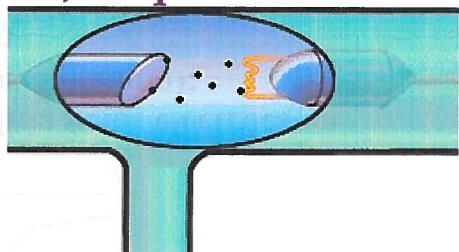
- Efeitos da tensão e da corrente da ampola na produção de raios X



- a energia efectiva dos raios X aumenta com o aumento da tensão e não depende da corrente da ampola

Ampola de Raios X

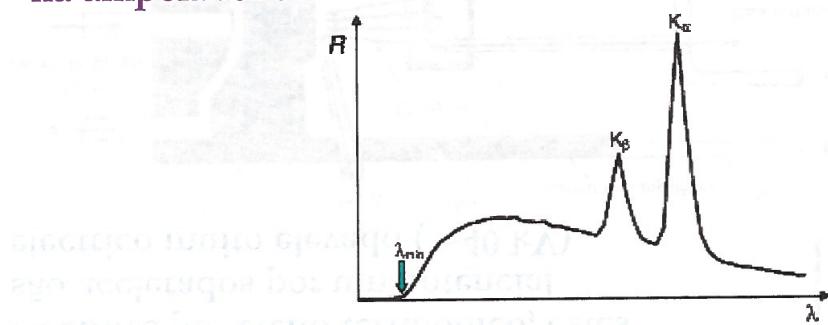
- Os raios X são a radiação electromagnética emitida aquando das transições de electrões entre camadas internas de átomos metálicos pesados, os quais foram excitados por electrões que neles embatem a alta velocidade
→ Um filamento aquecido emite electrões por efeito termiónico, estes são acelerados por um potencial eléctrico muito elevado (~ 40 kV)



5

Lei de Duane-Hunt

- A relação entre o λ_{\min} de um espectro de raios X e a alta tensão na ampola foi estabelecida por William Duane e Franklin Hunt



O λ_{\min} corresponde à energia máxima perdida pelos electrões na matéria (numa colisão frontal com os átomos do ânodo):

$$E_{\max} = h v_{\max} = h c / \lambda_{\min}$$

sob a acção do potencial V , os electrões emitidos pelo filamento adquirem energia cinética :

$$E = e V$$

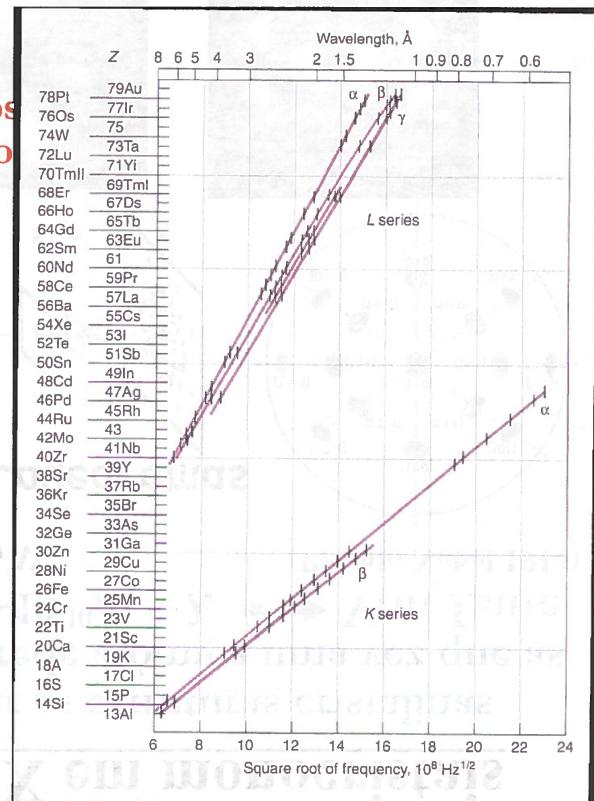
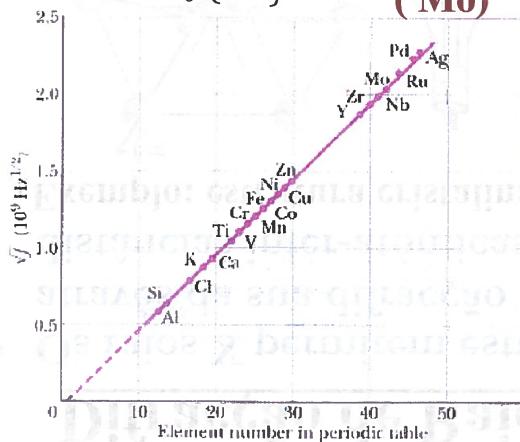
$$\lambda_{\min} = h c / e \cdot 1/V$$

6

Lei de Moseley

- A energia dos raios X característicos de cada elemento depende da energia de ligação dos electrões nos átomos e portanto do seu número atómico Z.
- Para a camada K mais interna:

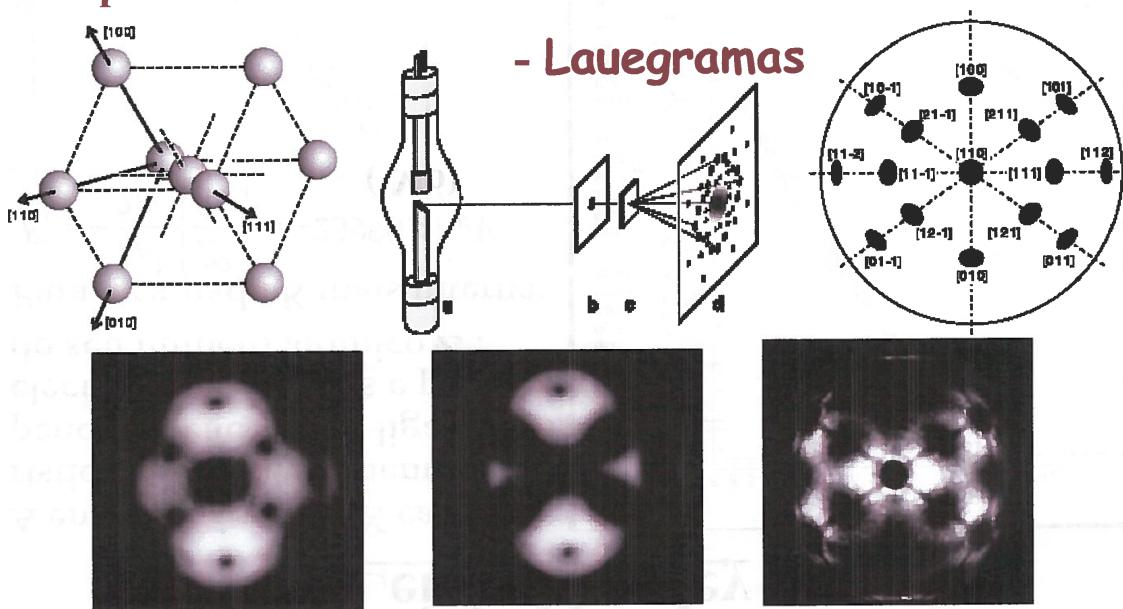
$$E_1 = -\frac{ke^2}{2a_0} \left\{ \frac{Z^2}{1^2} \right\} = -23990.4 \text{ eV}$$



Difracção de Raios X em monocrystalais

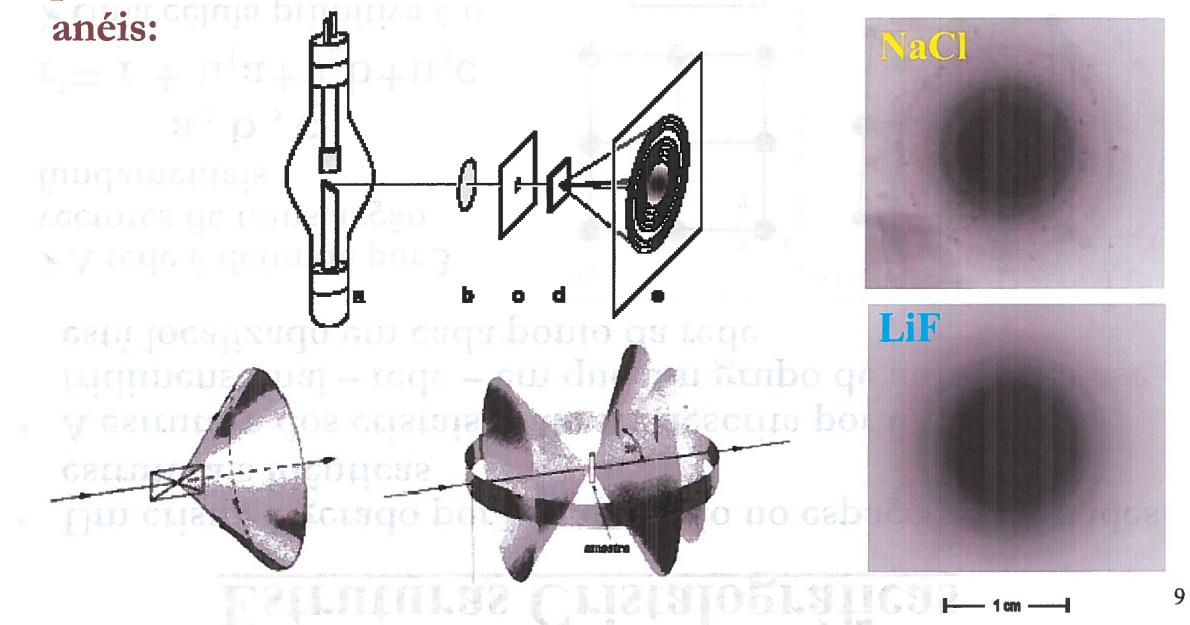
- Os raios X permitem estudar as estruturas cristalinas através da sua difracção na rede atómica uma vez que as distâncias inter-atómicas $d \sim 10^{-10}\text{m} \sim \lambda$ Von Laue
- Exemplo: estrutura cristalina do W

(Prémio Nobel 1914)



Difracção de Debye-Scherrer

- Se o analisador não for um monocrystal mas um pó cristalino, todas as orientações dos planos cristalográficos são possíveis → os pontos luminosos transformam-se em anéis:



9

Estruturas Cristalográficas

- Um cristal é gerado por justaposição no espaço de unidades estruturais idênticas
- A estrutura dos cristais pode ser descrita por uma matriz tridimensional – rede – em que um grupo de átomos – base está localizado em cada ponto da rede

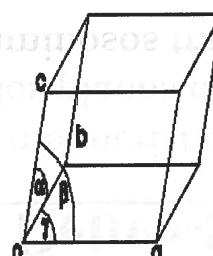
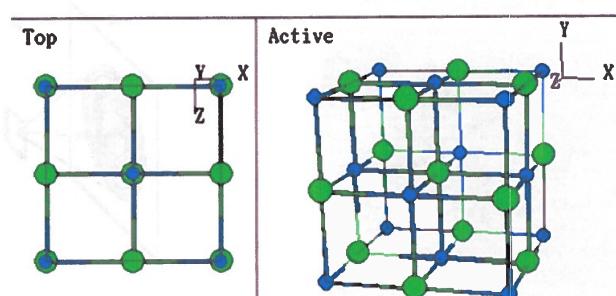
➤ A rede é definida por 3 vectores de translacção fundamentais :

\mathbf{a} , \mathbf{b} , \mathbf{c}

$$\mathbf{r}' = \mathbf{r} + u_1 \mathbf{a} + u_2 \mathbf{b} + u_3 \mathbf{c}$$

➤ Uma célula primitiva é o paralelipípedo de volume mínimo formado pelos eixos fundamentais \mathbf{a} , \mathbf{b} , \mathbf{c}

➤ Há sempre um ponto da rede por célula primitiva

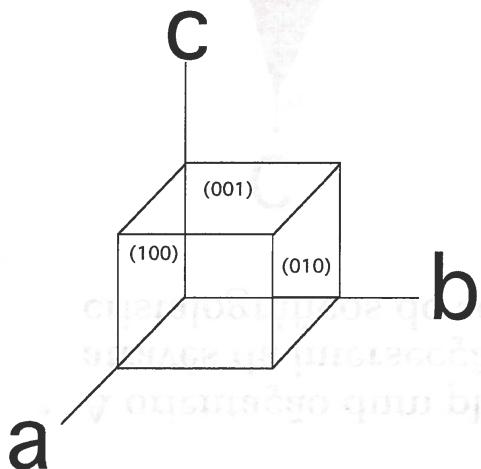


Os eixos da célula primitiva \mathbf{a} , \mathbf{b} , \mathbf{c} fazem ângulos α , β , γ entre eles

9

Índices de Miller

- A orientação dum plano de cristal pode ser definida através da intersecção do plano com os eixos cristalográficos do sólido

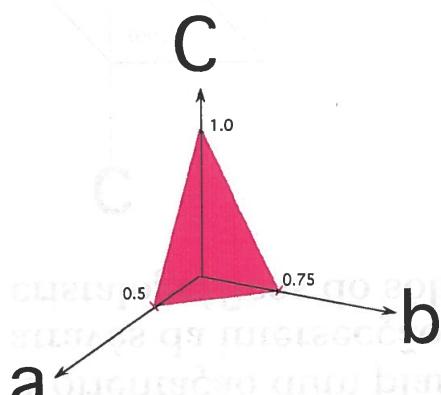


Os resultados u_1, u_2, u_3 , da intersecção de um plano cristalográfico com cada um dos eixos a, b, c , são invertidos (recíprocos) e multiplicados pelo menor multiplicador comum – ao conjunto $(h k l)$ dos inteiros obtidos se chama índice do plano ou de Miller

11

Índices de Miller – exemplo 1

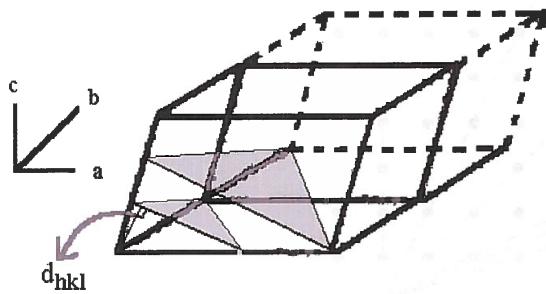
- A orientação dum plano de cristal pode ser definida através da intersecção do plano com os eixos cristalográficos do sólido
- Neste exemplo, os pontos dos eixos resultantes da intersecção do plano são $0.5a, 0.75b$, e $1.0c$
- Calculando os recíprocos, obtem-se $(2, 4/3, 1)$
- Multiplicando pelo menor múltiplo comum extraem-se os valores dos índices de Miller (643)



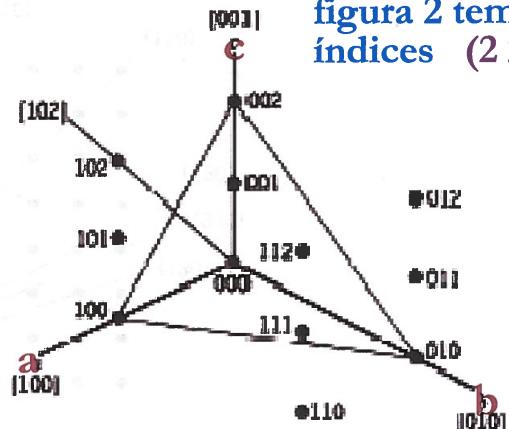
12

Índices de Miller – exemplo 2 e 3

- O par de planos desta figura tem os índices **(2 1 3)**



- O plano desta figura 2 tem os índices **(2 2 1)**

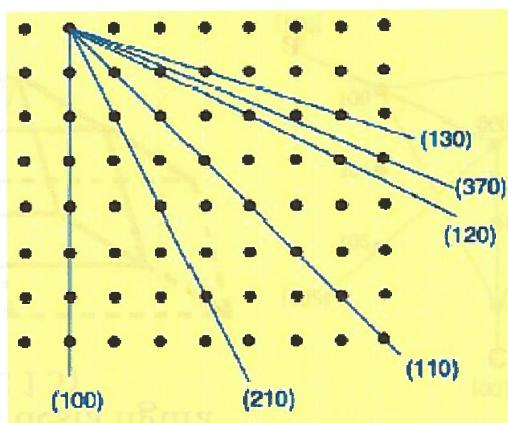


- Os pontos da rede são definidos pelas suas coordenadas nos eixos fundamentais **a , b , c**
- O plano da fig.2 intersecta o eixo **a** no p^{to} **100**, **b** no p^{to} **010** e **c** no p^{to} **002**; os recíprocos destes são $(1/1, 1/1, 1/2)$, que reduzidos a inteiros dão os **índices de Miller** deste plano **2a, 2b, 1c**, ou seja **(2 2 1)**

13

Estabilidade de Planos

- Os planos com índices de Miller mais baixos são os mais estáveis
- Planos com índices mais elevados contêm átomos em fraca coordenação



14

Redes Cristalográficas

- As redes primitivas cristalográficas, num total de 7, são definidas pelos eixos fundamentais e pelos seus ângulos:

Redes primativas de Bravais (7 total)

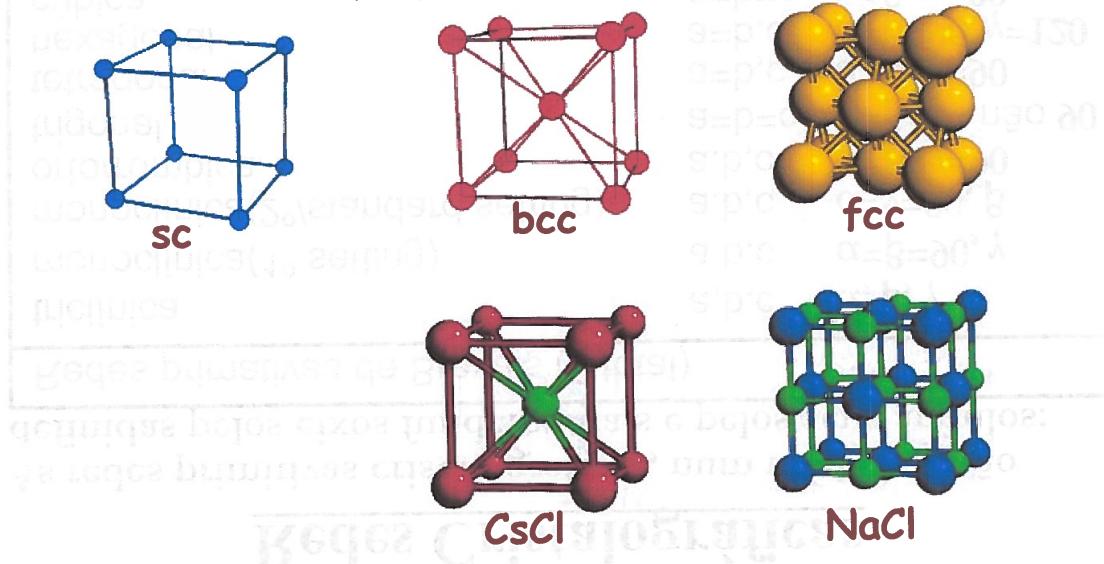
triclínica	a,b,c	α, β, γ
monoclínica(1º setting)	a,b,c	$\alpha=\beta=90, \gamma$
monoclínica(2º/standard setting)	a,b,c	$\alpha=\gamma=90, \beta$
ortorrômbica	a,b,c	$\alpha=\beta=\gamma=90$
trigonal	a=b=c	$\alpha=\beta=\gamma=$ não 90
tetragonal	a=b,c	$\alpha=\beta=\gamma=90$
hexagonal	a=b,c	$\alpha=\beta=90, \gamma=120$
cúbica	a=b=c	$\alpha=\beta=\gamma=90$

- Mas das operações de simetria básica a 3 dimensões resulta um total de 14 redes de Bravais
- De facto, para além destas 7 redes primitivas, há ainda a considerar células centradas, ie, quando um conjunto de pontos ocorre apenas no centro de uma das faces, ou no centro de cada uma das faces, ou ainda no centro da célula → mais 7 redes de Bravais : 1 monoclinica, 3 ortorrômbicas, 1 tetragonal e 2 cúbicas

15

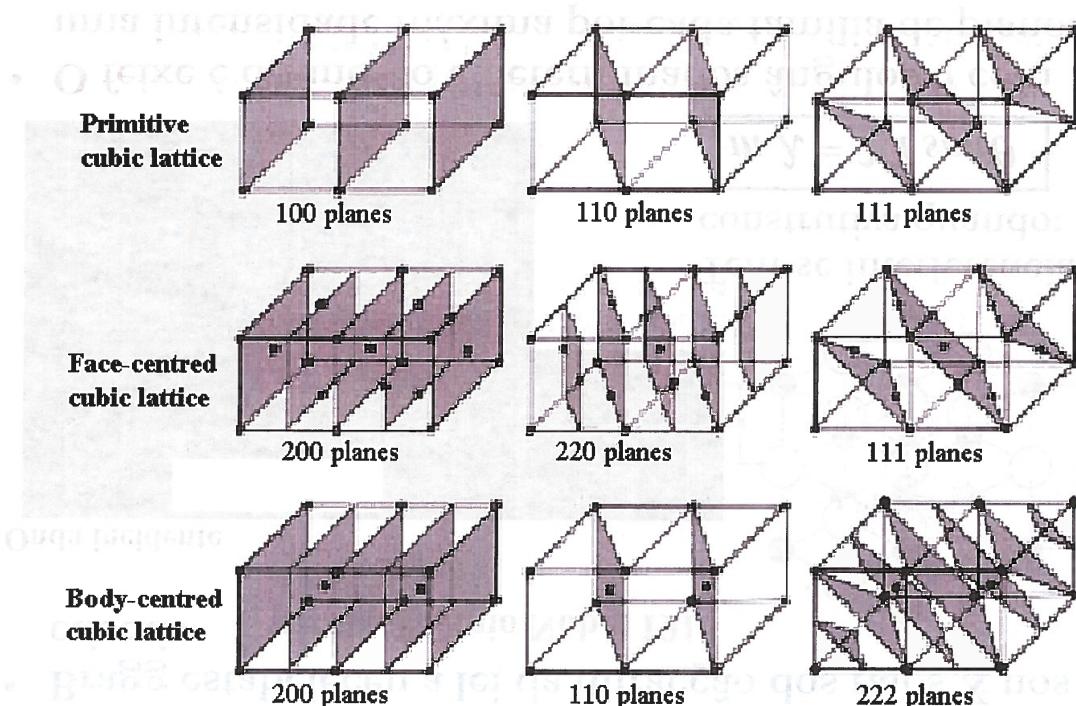
Rede Cristalográfica Cúbica

- As redes que irão ser objecto de estudo são cúbicas; há 3 tipos de redes cristalográficas cúbicas:
 - simples (**sc**)
 - corpo centrado (**bcc**)
 - faces centradas (**fcc**)



16

Índices de Miller das 3 redes cúbicas



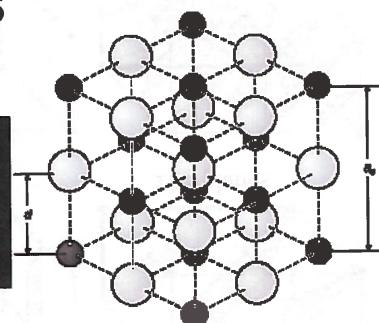
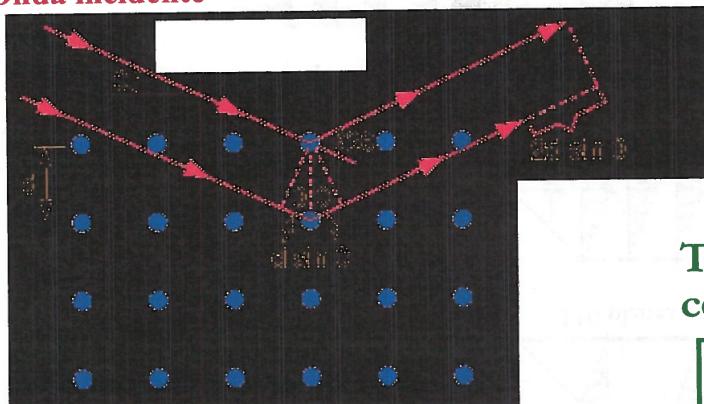
Miller indices for three types of cubic lattices.

17

Lei de difracção de Bragg

- Bragg estabeleceu a lei da difracção dos raios X nos cristais Prémio Nobel 1915

Onda incidente



Tem-se interferência construtiva quando:

$$m \lambda = 2 d \sin \theta$$

- O feixe é difundido a determinados ângulos θ com uma intensidade máxima por cada família de planos reticulares

18

Difracção de Raios X

- Na interacção de um feixe de raios X de energia $E=\hbar c K$ com a rede, o momento transferido é $\hbar \Delta \vec{K} = \hbar(\vec{K}-\vec{K'})$ (uma vez que se despreza o recuo da rede).
- Sendo \vec{n} o versor que caracteriza a família de planos da rede, tem-se que $\Delta \vec{K} = 2\vec{K} \sin \theta \vec{n}$

$$= 2 \frac{2\pi}{\lambda} m \lambda / 2d \vec{n} = 2\pi/d m \vec{n} = \vec{G}$$

\vec{G} são vectores de direcção perpendicular a cada família de planos reticulares e de comprimentos inversamente proporcionais à separação entre planos – d

Estes vectores constituem a rede recíproca de coordenadas

$$(h,k,l) : \quad \vec{G} = h \vec{a} + k \vec{b} + l \vec{c}$$

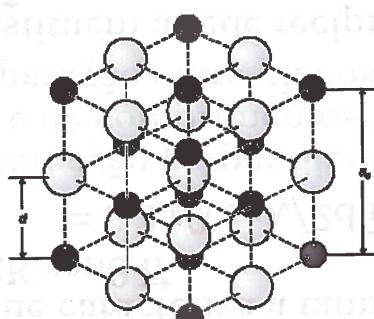
- A intensidade do feixe difractado depende do número de centros difusores (átomos) de um dado plano reticular do cristal (esta informação encontra-se tabelada).

19

Difracção de Raios X

- Em redes com simetria cúbica pode representar-se a distância d em função da aresta a da célula :

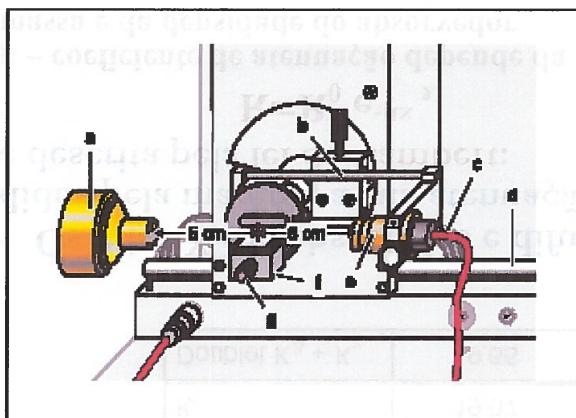
$$d = a / \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}$$



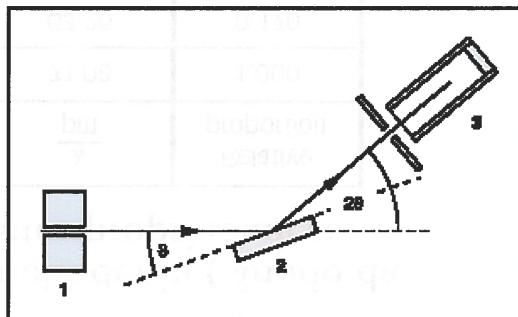
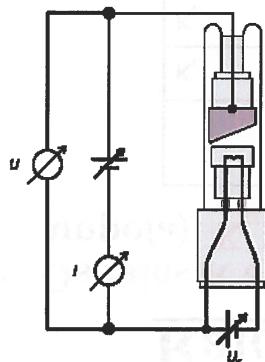
- quando \vec{G} é o vetor das cores da rede, o momento é $\hbar \vec{K} = \hbar \vec{G}$ (uma vez que a velocidade do feixe é $c = \hbar K / E = \hbar G / E$)
- a intensidade do feixe de raios X é $I = I_0 e^{-2\pi \vec{G} \cdot \vec{R}}$

20

Dispositivo Experimental



- a) Colimador de Raios X
- f) Detector Geiger-Müller
- g) Suporte do monocristal
- f) Cabo de controlo do goniómetro



21

Raios X característicos do Mo

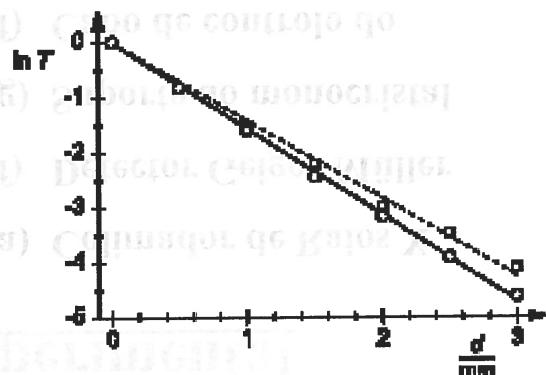
- Os raios X característicos do molibdénio (ânodo da ampola), K_α e K_β têm as seguintes propriedades:

	E keV	λ pm	Relative proportion
K_α	17.44	71.08	1.000
K_β	19.60	63.26	0.170
K_γ	19.97	62.09	0.027
Doublet $K_\beta + K_\gamma$	19.65	63.09	

- Os raios X são absorvidos e difundidos pela matéria, a sua atenuação é descrita pela lei de Lambert:

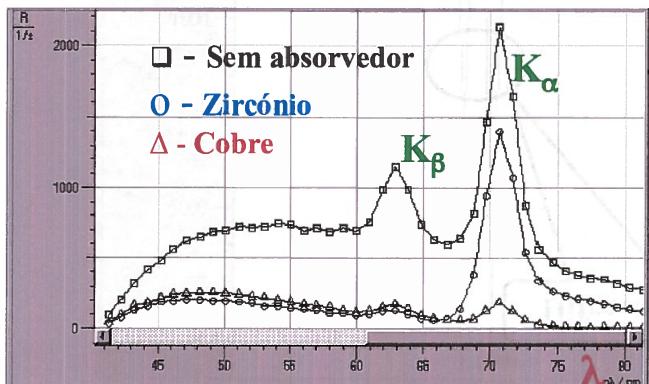
$$R = R_0 e^{-\mu x},$$

μ – coeficiente de atenuação depende da massa e da densidade do absorvedor

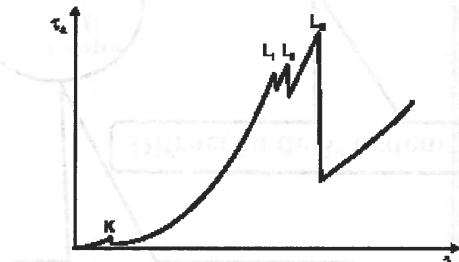


Atenuação de Raios X

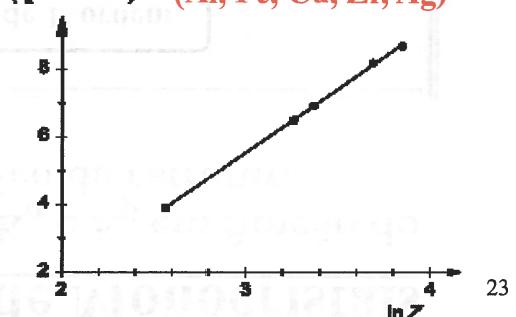
- A absorção dos raios X baseia-se na ionização dos átomos que libertam um electrão das camadas internas, dependendo portanto do seu c.d.o. λ e do n° atómico Z do absorvedor
 - ❖ Dependência em função de λ



- A risca K_β do espectro de raios X característico do Mo é absorvida pelo zircónio
- Só com uma folha de cobre é que a risca K_α é sensivelmente atenuada

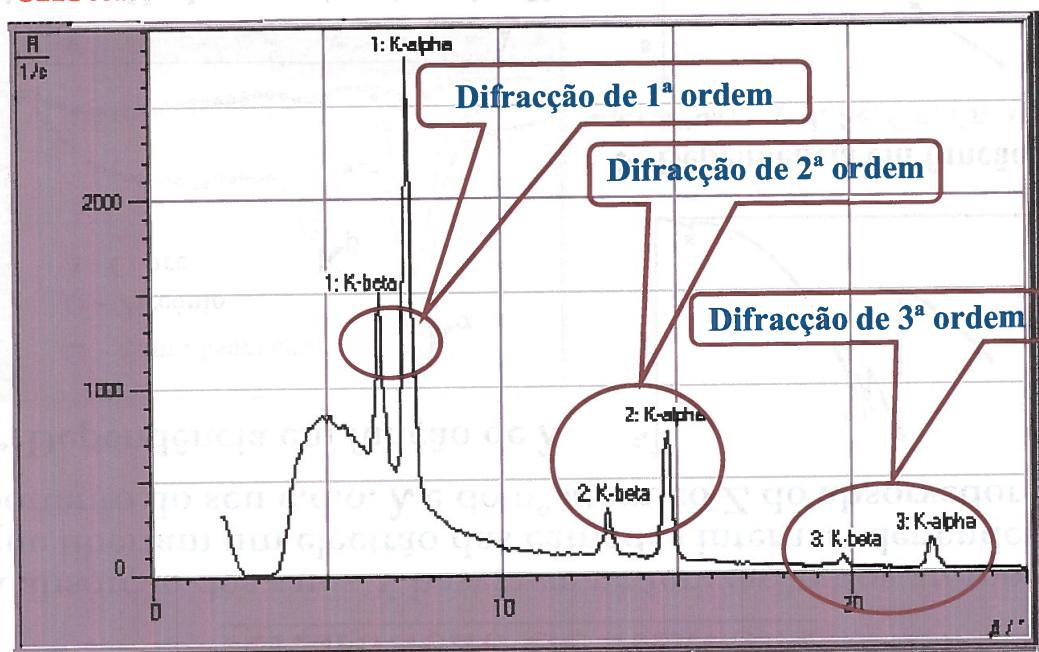


- ❖ Dependência em função de Z (Al, Fe, Cu, Zr, Ag)



Espectros de Raios X de Monocristais

- O posicionamento das riscas K_α e K_β em função do ângulo incidente é característico da estrutura cristalina de cada substância



Bibliografia

- “Introduction to Solid State Physics”, Charles Kittel
John Wiley & Sons, (1986)