CRISTALOGRAFIA E DIFRAÇÃO DE RAIOS X (2012)

1ª atividade prática: Familiarização com um difratômetro, preparação de amostra, procedimento para uma medida, análise de um difratograma e consulta a microficha JCPDS-ICDD.

1. Medida de uma amostra de silício (padrão)

Condições de medida (exemplo):

Radiação: $\text{CuK}\alpha$, com monocromador de grafite

filtrado com filme de Ni

Potência: Tensão: 40 kV, Corrente: 30 mA.

ângulo inicial: $2\theta = 10^\circ$, ângulo final: $2\theta = 130^\circ$

passo angular: $0,02^\circ$

tempo de contagem por passo: 13 s.

2. Análise de um difratograma

A partir do arquivo fornecido

(contém duas colunas: ângulo 2θ x intensidade):

a) Utilize um programa gráfico, como ORIGIN e imprima um gráfico da intensidade em função do ângulo 2θ . O

ângulo é dado em graus e a intensidade em cps (contagens por segundo).

b) Amplie o intervalo de cada pico e identifique, quando possível, as contribuições das radiações $\text{K}\alpha_1$ e $\text{K}\alpha_2$. (Obs: Esta separação é visível, em geral, nas amostras com alto grau de cristalinidade e em altos ângulos $2\theta > 50^\circ$) Determine a posição angular de cada reflexão e calcule a distância interplanar de cada pico usando a Lei de Bragg: $\lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta$. [$\lambda(\text{CuK}\alpha_1) = 1,54051 \text{ \AA}$, $\lambda(\text{CuK}\alpha_2) = 1,54433 \text{ \AA}$ e $\lambda(\text{CuK}\alpha) = 1,5418 \text{ \AA}$]

c) Compare as distâncias interplanares encontradas no item b) com os valores da microficha (5-565). Faça uma tabela para cada reflexão (hkl) mostrando os valores de d_{medido} , $d_{\text{microficha}}$ e o desvio encontrado ($\Delta d = d_{\text{medido}} - d_{\text{microficha}}$).

d) Considere a intensidade relativa da reflexão mais intensa como 100 % e calcule as intensidades relativas I_{rel} das outras reflexões.

e) Compare as intensidades relativas (I_{rel}) com os valores tabelados na microficha ($I_{\text{microficha}}$).