

# F 530 - Instrumentação 1

## Relatório Final

PROJETO: Modernização da câmara de Laue para  
orientação de monocristais



**UNICAMP**  
UNICAMP



Aluno: Guilherme Calligaris de Andrade  
Orientador: Profº Lisandro Pavie Cardoso  
LPCM - IFGW - UNICAMP

# O PROJETO

## Resumo:

No presente trabalho realizamos a atualização da câmara de Laue que foi desenvolvida em nosso laboratório há algum tempo, e que é utilizada na orientação de monocristais para posterior corte na direção cristalográfica desejada. Esta atualização envolve mudanças no sistema de fixação da câmera na mesa do difratômetro em relação ao feixe de raios-X incidente na amostra, modificação com a adaptação de uma nova base da cabeça goniométrica onde se encontra a amostra e ajuste do cassete porta filme no suporte e troca do elemento de vedação à luz ambiente.

## Introdução e objetivo

O Laboratório de Preparação e Caracterização de Materiais (LPCM) desenvolve investigações em Física da Matéria Condensada, particularmente nas propriedades estruturais de materiais cristalinos, utilizando as técnicas de difração de raios-X (DRX). Desde que algumas das propriedades físicas dos materiais são dependentes da direção cristalográfica, como por exemplo, a piezeletricidade, torna-se de grande importância a orientação dos planos cristalográficos da amostra e, conseqüente corte dos monocristais analisados na direção desejada. Para isso, utiliza-se normalmente, uma câmara de Laue. No nosso laboratório, uma dessas câmeras foi projetada e construída em 1992, como um projeto de iniciação científica do estudante Luis Humberto Avanci, que se tornou de grande utilidade para o nosso laboratório e para os outros grupos com quem colaboramos que tem se beneficiado dela em inúmeras oportunidades. No entanto, no momento, a câmera precisa de uma atualização e modificações na sua estrutura para continuar em operação, e é este o projeto que pretendemos desenvolver no plano de trabalho.

## Projeto

Produzir ajustes para melhorar a fixação da base da câmera no difratômetro Philips para amostras policristalinas, uma vez que estamos utilizando uma das janelas da torre para prover o feixe de raios-X (pontual) a ser usado na operação da câmera. Além disso, é preciso também ajustar a base do colimador para o feixe incidente, que permita o seu ajuste para o completo alinhamento da câmera, se possível, com estabilidade mecânica. A cabeça goniométrica utilizada para o alinhamento da amostra está apoiada num suporte, no entanto, ela precisa ser ajustada para remover folgas mecânicas que estão limitando o seu perfeito funcionamento, essencial para a orientação das faces cristalográficas pretendidas.

É necessário desenvolver outro cassete para o filme que está posicionado entre a saída do feixe na janela do tubo de difração e a amostra, desde que estamos utilizando a geometria de reflexão<sup>[1]</sup> (*back reflection*), para permitir a análise que sempre fazemos de amostras de grandes dimensões que não permitem a geometria de transmissão. A necessidade de outro cassete aparece tendo em vista que durante a exposição ao feixe de raios-X, a sua vedação para a luz ambiente deve estar perfeitamente garantida, para evitar pontos espúrios nos filmes revelados prejudicando a análise correta do filme.

Esperamos poder, se possível, providenciar uma blindagem contra radiação que seja específica para a câmera de Laue, de forma a poder substituir a blindagem que

estamos utilizando com placas de absorvedores (chumbo) adequadamente dispostas ao redor da câmara, que tem produzido um bom resultado até o momento, mas que, certamente, pode ser melhorada. No entanto, é importante citar que essa blindagem é utilizada apenas durante a exposição dos filmes, pois durante o alinhamento da amostras, é necessário acessar livremente a amostra sobre a cabeça goniométrica, uma geometria que não permite blindagem total, apenas para a proteção do operador.

## TRABALHO REALIZADO

### Cabeça Goniométrica

A cabeça goniométrica que estava em utilização apresentou folgas mecânicas que não permitiam mais o perfeito alinhamento da amostra monocristalina com relação ao feixe incidente de raios-X. Portanto, fizemos a troca da mesma por uma nova cabeça goniométrica com os ajustes mecânicos adequados aos requisitos das experiências. A colocação desta nova cabeça goniométrica exigiu a troca de sua base por outra que permitisse o encaixe adequado no suporte universal a ser utilizado na câmara Laue. Tal base foi retirada da cabeça antiga e substituiu a original, como mostra a foto abaixo:



Figura 1 - Cabeças Goniométricas: Usada (esquerda) e nova (direita). A base original (1) foi substituída (por 2) para ser utilizada no suporte universal.

Com tal substituição foi possível assim ter o encaixe perfeito entre o suporte universal e a nova cabeça goniométrica como mostrado abaixo. Como resultado, qualquer outra cabeça goniométrica agora pode ser utilizada na câmara de Laue, pois o suporte universal permite o seu encaixe normalmente.

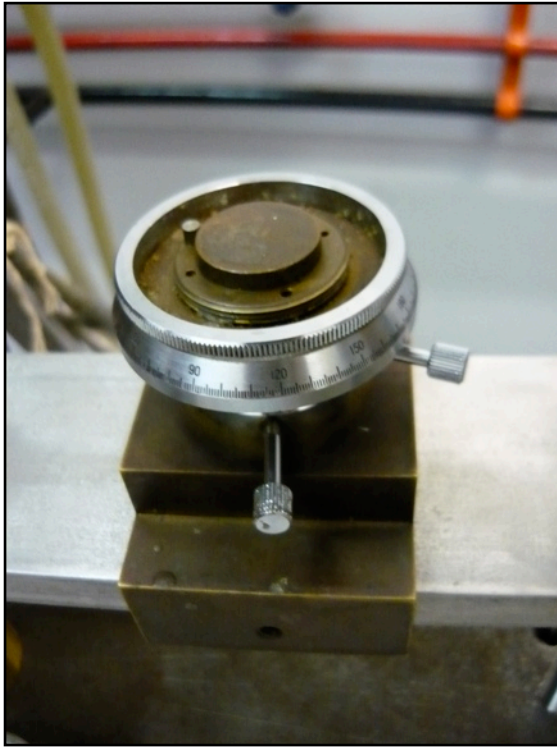


Figura 2 - Suporte universal.

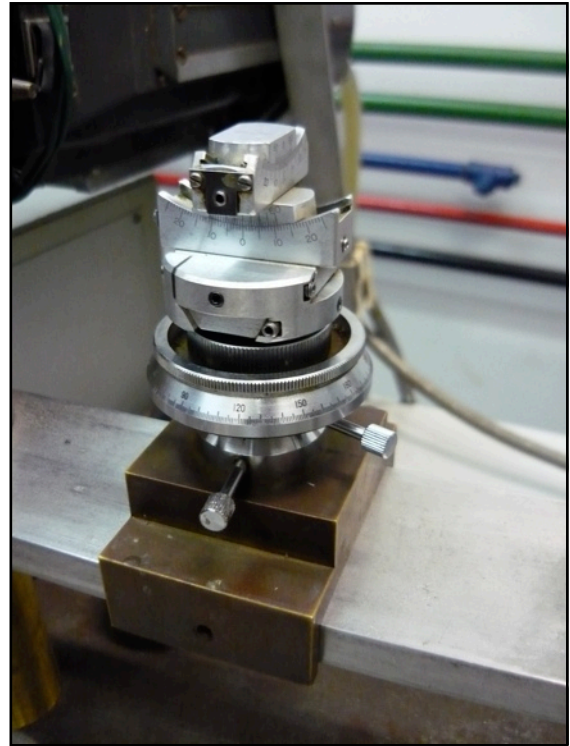


Figura 3 - Suporte universal e cabeça goniométrica

### Fixação da base da câmara de Laue

A melhor fixação da base da câmara de Laue é considerada a parte mais importante deste trabalho pois, com a câmara fixada depois do feixe de raios-X incidente estar alinhado, não precisaremos mais alinhar o equipamento tão frequentemente como temos necessidade de fazer durante as medidas atuais.

Tal desalinhamento acontece no momento da retirada da amostra, já orientada, da cabeça goniométrica. Para estudos futuros, é necessário a retirada da amostra sem a perda da orientação conseguida através da câmara, e isto é feito fixando a amostra em outro porta amostras não integrante da câmara de Laue. Neste momento, na maioria das vezes, ocorre o movimento da base da câmara, desalinhando a câmara em relação ao feixe de raios-X que incide na amostra, ocasionando até mesmo a interrupção total do feixe devido a movimentação da base e aos pequenos colimadores utilizados.

Para corrigirmos tal falha elaboramos um gabarito para base, i.e., um suporte com a furação da base. Nosso intuito é fixar tal suporte para que, assim que a base esteja encaixada nele esta não se movimente mais.

O suporte para a base da câmara foi confeccionado em acrílico e a fixação será feita por meio de adesivo de silicone. A escolha pelo silicone foi o fato da fácil remoção deste em uma possível remoção/reposicionamento da câmara. Outro aspecto é que não é desejável realizar mudanças estruturais significativas, como furos e cortes no gerador de raios-X Philips que estamos utilizando como base para a câmara de Laue. Seguem as imagens do suporte da base separadamente na figura 4 e, na sua montagem na câmara na figura 5.



Figura 4 - Suporte para a base da câmara

É importante ressaltar que mesmo com o suporte, a base da câmara não perdeu nenhum ajuste de altura, posição e inclinação, pois os parafusos que fazem tais ajustes se encaixam perfeitamente nos orifícios feitos para o suporte, como mostra a figura 5.

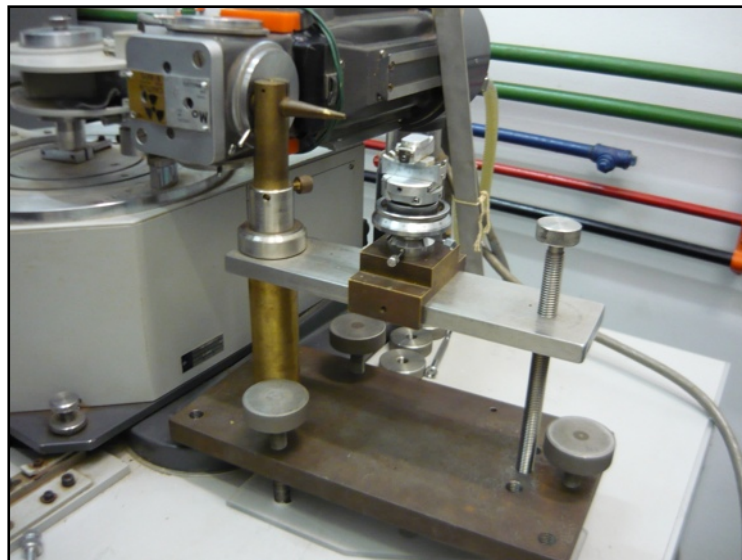


Figura 5 - Montagem da câmara, com a nova cabeça goniométrica e o suporte para a base da câmara.

Com a fixação mecânica da base conseguimos também a fixação mecânica do colimador indiretamente, pois o mesmo é montado sobre a base.

## Alinhamento

Em conjunto com a fixação mecânica da base, foi realizado, cuidadosamente, o alinhamento do colimador e o feixe de raios-X com cabeça goniométrica. Para isso utilizamos um anteparo fluorescente (figura 6) para conseguirmos observar o feixe incidente, e assim alinhar o feixe em toda extensão da câmara.

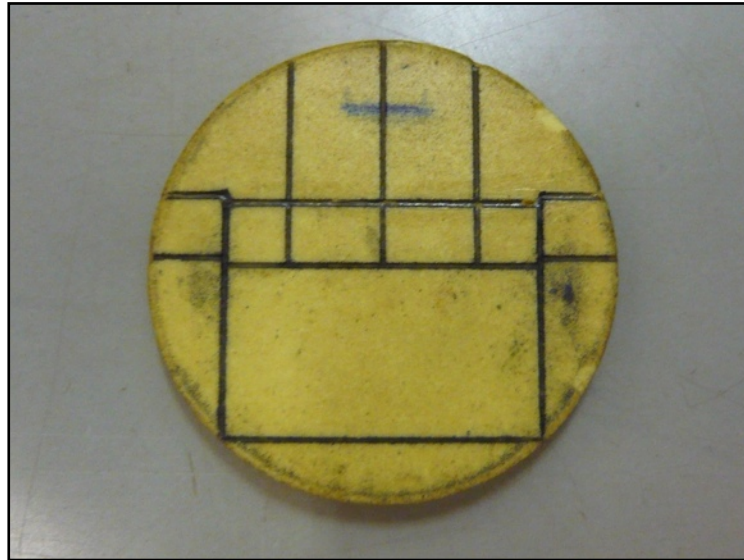


Figura 6 - Anteparo fluorescente

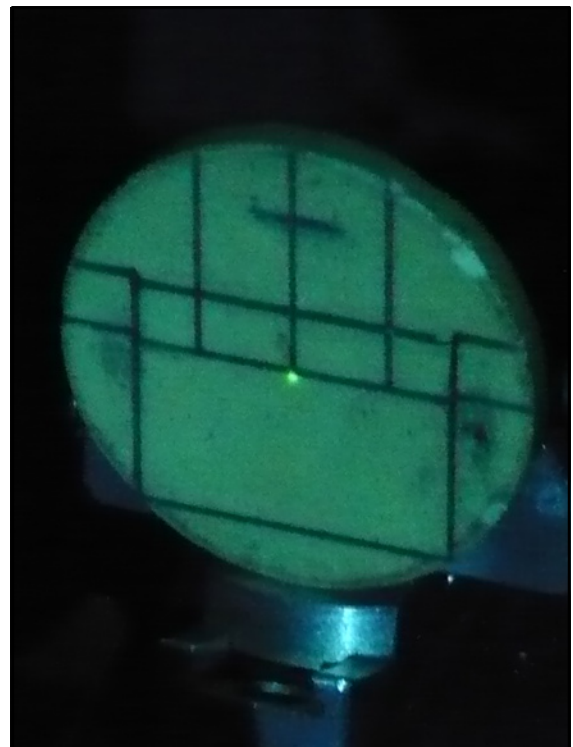
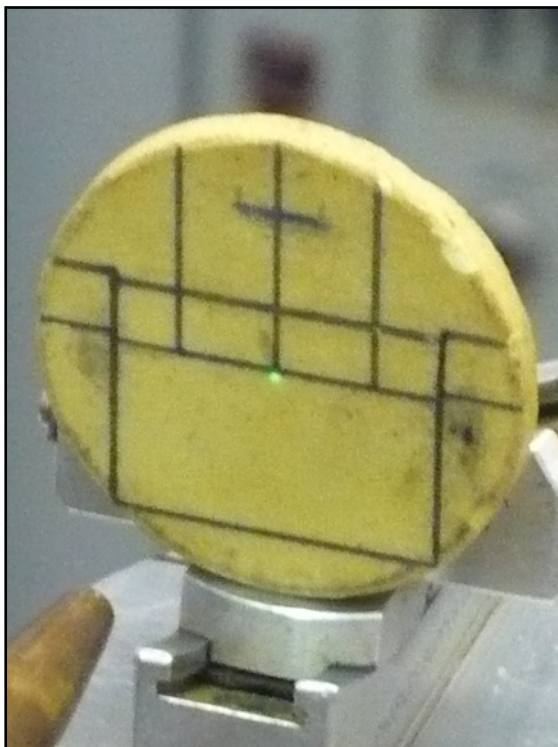


Figura 7 - Alinhamento

## Ajustes realizados no Cassete para o filme

A melhoria do cassete porta filme tem como objetivo garantir uma perfeita vedação contra a luz ambiente, evitando assim pontos espúrios na revelação do filme, dificultando uma análise correta do filme.

O componente que garante tal vedação é uma lamina de papel plastificado de 0,25mm de espessura. Contem alta resistência mecânica que mantêm a capacidade de vedação mesmo com o manuseio constante.

Por outro lado, sua pequena espessura garante baixa absorção do feixe raios-X, possibilitando uma imagem de ótima qualidade no filme fotográfico.

A figura a seguir ilustra a montagem do cassete.

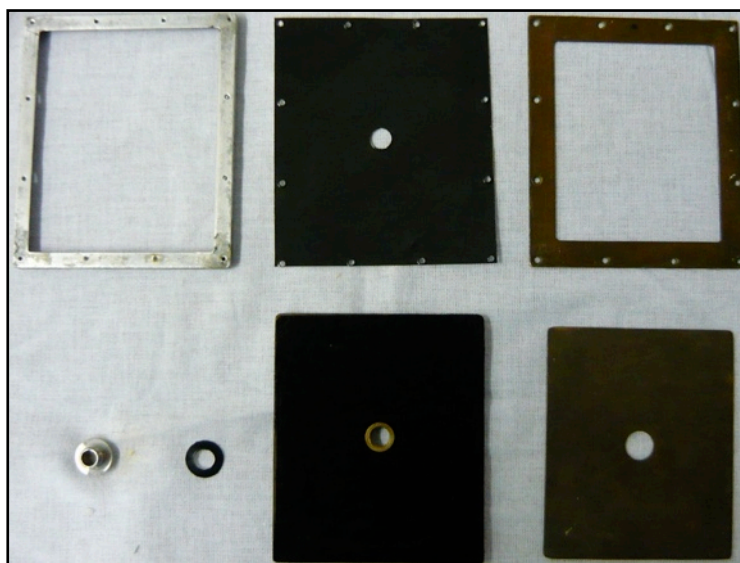


Figura 8 - Montagem do cassete porta filme

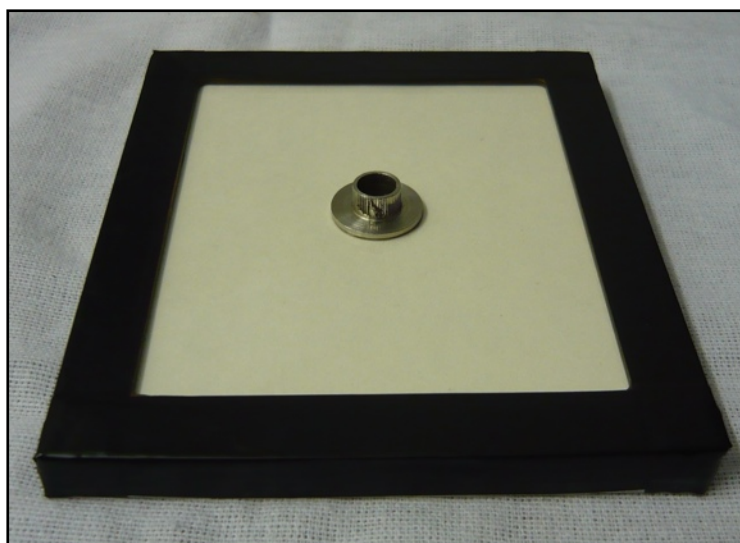


Figura 9 - Cassete

Após a montagem do cassete o equipamento está pronto para a utilização.

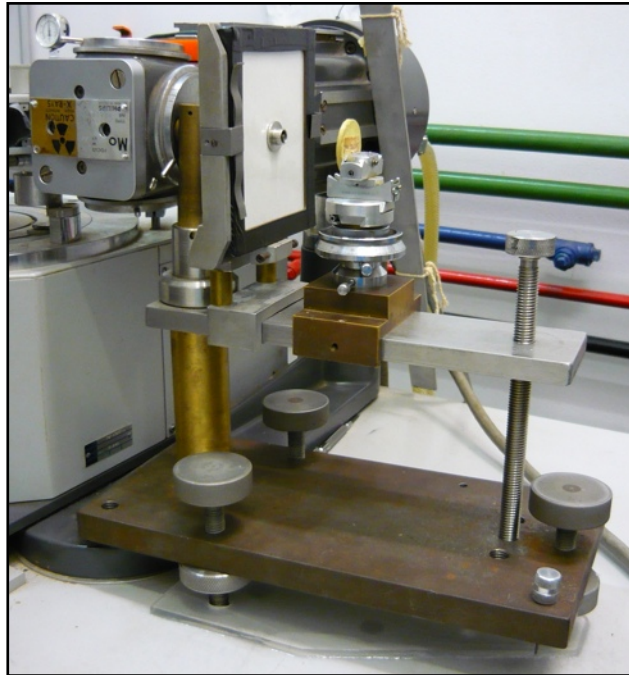


Figura 10 - Câmara de Laue

## Blindagem

A melhoria na blindagem não pode ser executada da forma que esperávamos. A princípio usaríamos o chumbo presente em antigas placas de absorvedores, guardadas no laboratório, para montarmos uma blindagem específica para a câmara de Laue. Porém, no momento da desmontagem dos antigos absorvedores notamos a deterioração devido ao tempo das camadas de chumbo, impossibilitando a reutilização das mesmas.

Contudo ainda temos a intenção de produzir tal blindagem, mas se faz necessário a compra de novas peças de chumbo. Tal compra será introduzida na programação de custos do laboratório, levando em conta a utilização de chumbo nos demais equipamentos.

## RESULTADOS EXPERIMENTAIS

### Orientação do Silício

Com a finalidade de testar o equipamento após as modificações, realizamos a orientação de um cristal de Silício (Si). Sua estrutura cúbica<sup>[2]</sup> nos permite obter o padrão de difração no método de *back reflection* e comparar com um padrão simulado.

Para a simulação utilizamos um aplicativo em “Java”<sup>[3]</sup> disponibilizado na internet. Nele inserimos os parâmetros de rede conhecidos para o Si e a orientação desejada para a simulação ( $a = b = c = 5,43 \text{ \AA}$  e  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ )



Orientamos o Si em (0 0 1) e em (1 1 1), eixo 4 e eixo 3 respectivamente, conforme mostra a figura 11 e 12.

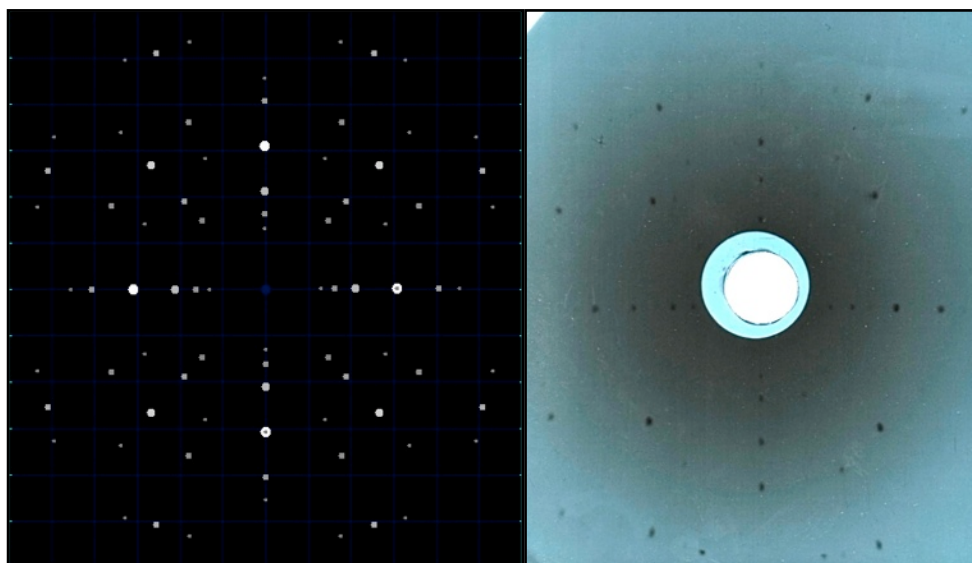


Figura 11 - (0 0 1): eixo 4

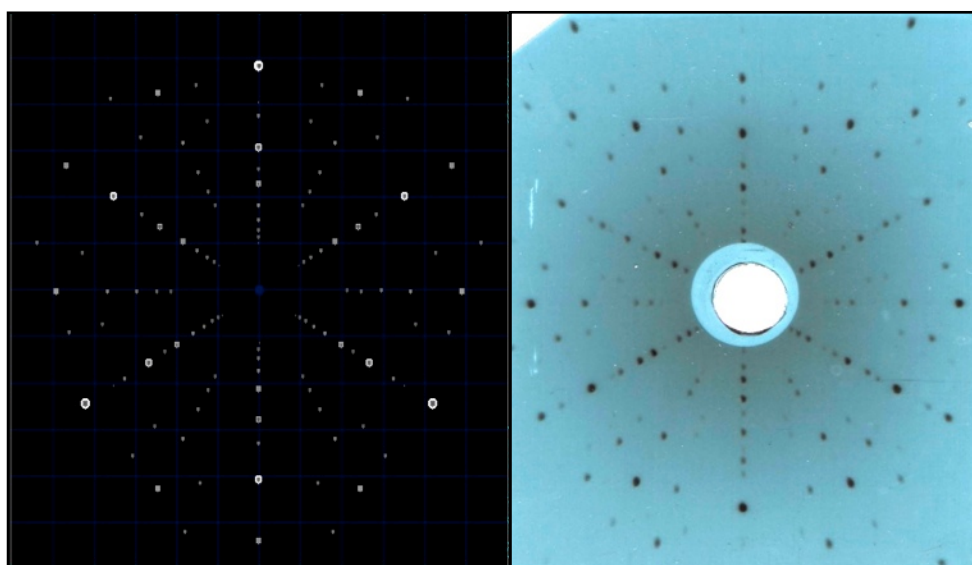


Figura 12 - (1 1 1): eixo 3

## CONCLUSÃO

Com as modificações realizadas, a utilização da câmera de Laue passa a ser mais dinâmica. Com o alinhamento e fixação da base da câmara um tempo precioso no processo de orientação de monocristais é ganho, visto que não mais é necessário conferir o alinhamento da mesma após cada medida.

Na melhoria do cassete utilizamos somente uma lâmina de papel plastificado e retiramos as camadas adicionais de sulfite, que anteriormente eram responsáveis pela vedação de luz ambiente no interior do cassete, reduzindo o fator de absorção

associado as camadas de sulfite. Com isso também reduzimos o tempo de exposição do filme necessário para uma imagem de boa qualidade.

A utilização da nova cabeça goniométrica proporciona maior precisão no alinhamento das amostras de monocristais.

É importante mencionar que o Laboratório de Preparação e Caracterização de Materiais não teve nenhum gasto extra para a execução deste projeto, que utilizou apenas materiais presentes no laboratório.

Com isso destacamos o incremento da funcionalidade da câmara de Laue no desenvolvimento deste projeto e acreditamos ter colaborado para a melhor operação da câmara para os grupos que colaboram com o LPCM.

## **OPINIÃO DO ORIENTADOR**

Meu orientador concorda com o expressado neste relatório e deu a seguinte opinião:

### **Comentário do Prof. Lisandro Pavie Cardoso**

Este é um relatório do projeto que está sendo executado pelo estudante Guilherme Calligaris que trata da modernização de uma câmara de Laue para a orientação de monocristais, câmara essa que foi desenvolvida há quase duas décadas como um projeto de iniciação científica de um estudante do nosso laboratório, e que tem sido muito utilizada pelos pesquisadores de vários grupos de pesquisa com quem mantemos colaboração científica. Esta câmara é de grande utilidade em um laboratório de difração de raios-X e realmente precisa estar com condições de operação normalmente, pela sua efetiva utilidade. Neste projeto, o estudante aprendeu a utilizar a câmara para permitir a orientação desejada de direções cristalográficas em vários monocristais e, a partir daí, o conseqüente corte naquela direção. O uso da câmara nos últimos meses estava prejudicado, tendo em vista os ajustes mecânicos que seriam necessários para a sua completa utilização. Acho excelente a idéia deste curso da graduação do IFGW, pois permite aos estudantes uma participação efetiva no cotidiano dos laboratórios de pesquisa aprendendo novas técnicas de medidas físicas e, ao mesmo tempo, dando a oportunidade necessária para que eles desenvolvam a sua habilidade experimental, contribuindo para o bom desempenho das pesquisas daquele laboratório de ensino e pesquisa no IFGW. O trabalho desenvolvido pelo Guilherme tem sido excelente no apoio aos grupos que nos procuram para colaborações, e a modernização da câmara de Laue que ele está realizando significa uma atividade extra ao desenvolvimento do seu projeto de iniciação científica, o que consolida ainda mais a sua formação como físico durante a graduação do IFGW.

Deixo aqui meus sinceros parabéns ao Prof. Lunazzi por esta excelente iniciativa de trabalhar com os estudantes de graduação numa maneira pró-ativa e fornecendo as condições para o pleno desenvolvimento das habilidades dos estudantes nesta etapa das suas vidas.

## **Comentário final do orientador sobre o projeto.**

O projeto que envolveu a modernização da câmara de Laue do Laboratório de Preparação e Caracterização de Materiais (LPCM), DFA, IFGW foi concluído com sucesso, e inclusive, com a aplicação na orientação de dois eixos cristalográficos de uma amostra de Si. O trabalho significou uma excelente colaboração à formação do estudante da graduação do IFGW, assim como, para as atividades do LPCM, que funciona normalmente como um laboratório multiusuário sempre colaborando com os grupos que nos procuram.

## **BIBLIOGRAFIA**

- [1] *The Laue Method*, MATTER, The University of Liverpool, 2000, [http://www.matter.org.uk/diffraction/x-ray/laue\\_method.htm](http://www.matter.org.uk/diffraction/x-ray/laue_method.htm)
- [2] *Introdução à Difração de Raios-X em Cristais*, Bleicher L., Sasaki J. M., 2000, UFC, <http://www.fisica.ufc.br/raiosx/download/apostila.pdf>
- [3] <http://www.jcrystal.com/steffenweber/JAVA/jlaue/jlaue.html>