



B. 000378



**PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UM ESPECTRÔMETRO DE CRISTAL DE TRÊS  
EIXOS PARA NÊUTRONS E VERIFICAÇÃO DO DESEMPENHO POR MEIO  
DA MEDIDA DAS RELAÇÕES DE DISPERSÃO DO COBRE**

**Celso Fuhrmann**

**DISSERTAÇÃO E TESE - IEA 105  
IEA - DT - 105**

**MARÇO/1979**

**CONSELHO DELIBERATIVO**

**MEMBROS**

Klaus Reinach – Presidente  
Roberto D'Utra Vaz  
Helcio Modesto da Costa  
Ivano Humbert Marchesi  
Admar Carvellini

**PARTICIPANTES**

Regina Elisabete Azevedo Beretta  
Flávio Gori

**SUPERINTENDENTE**

Rômulo Ribeiro Pieroni

**PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UM ESPECTRÔMETRO DE CRISTAL DE TRÊS  
EIXOS PARA NÊUTRONS VERIFICAÇÃO DO DESEMPENHO POR MEIO  
DA MEDIDA DAS RELAÇÕES DE DISPERSÃO DO COBRE**

**Celso Fuhrmann**

**Dissertação para obtenção do Título de "Mestre em  
Ciências - Área de Concentração: Tecnologia Nuclear".  
Orientador Dr. Roberto Fuffaro. Apresentada e  
defendida em 12 de junho de 1978, no Instituto de  
Energia Atômica**

Série DISSERTAÇÃO E TESE IEA

INIS Categories and Descriptors

E41

Neutron spectrometers

Planning

Construction

Performance testing

Copper

Dispersion relations

Phonons

Neutron

Inelastic scattering

Coherent scattering

---

Nota: A redação, ortografia e conceitos são de responsabilidade dos autores.

## SUMÁRIO

	Página
<b>CAPÍTULO I</b>	
INTRODUÇÃO . . . . .	1
<b>CAPÍTULO II</b>	
CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS . . . . .	3
II-1 – Espalhamento de Nêutrons Lentos por um Cristal . . . . .	4
II.2 – Secção de Choque Coerente para Processos de um Fônion . . . . .	6
<b>CAPÍTULO III</b>	
ARRANJO EXPERIMENTAL . . . . .	8
III.1 – Descrição do Espectrômetro de Cristal de Três Eixos do IEA . . . . .	8
III.1.1 – Extração do Feixe de Nêutrons Térmicos . . . . .	8
III.1.2 – O 1º Eixo do Espectrômetro . . . . .	11
III.1.2.1 – O 1º Colimador . . . . .	11
III.1.2.2 – Blindagem Principal . . . . .	13
III.1.2.3 – Sistema Monocromador . . . . .	15
III.1.2.4 – Cristal Monocromador: Escolha e Posicionamento . . . . .	15
III.1.2.5 – O 2º Colimador . . . . .	19
III.1.2.6 – Unidade de Monitoração do Feixe Monoenergético . . . . .	19
III.1.3 – O 2º Eixo do Espectrômetro . . . . .	19
III.1.3.1 – Sistema de Movimentação da Amostra e do Braço Principal . . . . .	19
III.1.3.2 – Mesa de Ajuste da Amostra . . . . .	20
III.1.4 – O 3º Eixo do Espectrômetro . . . . .	20
III.1.4.1 – Sistema Analisador . . . . .	22
III.1.4.2 – O 3º Colimador . . . . .	22
III.1.4.3 – Cristal Analisador e seu Ajuste . . . . .	23
III.1.4.4 – O 4º Colimador . . . . .	23
III.1.4.5 – Detetor e sua Blindagem . . . . .	23
III.1.5 – Equipamento Eletrônico . . . . .	25
III.2 – Características Operacionais do Espectrômetro . . . . .	25
III.2.1 – Determinação do Comprimento de Onda do Feixe de Nêutrons Monoenergéticos . . . . .	25
III.2.2 – Avaliação Experimental da Resolução . . . . .	30

**CAPÍTULO IV**

<b>VERIFICAÇÃO DO DESEMPENHO DO ESPECTRÔMETRO: MEDIDA DAS RELAÇÕES DE DISPERSÃO DO COBRE</b> . . . . .	<b>30</b>
<b>IV.1 – Procedimento Experimental</b> . . . . .	<b>32</b>
<b>IV.1.1 – Método do “<math>\vec{Q}</math> Constante”</b> . . . . .	<b>32</b>
<b>IV.1.1.1 – Princípio do Método</b> . . . . .	<b>33</b>
<b>IV.1.1.2 – Equações para os Ângulos de Posicionamento do Espectrômetro</b> . . . . .	<b>33</b>
<b>IV.1.1.3 – Determinação do Módulo do Vetor de Onda do Nêutron Espalhado</b> . . . . .	<b>38</b>
<b>IV.1.2 – Amostra e sua Orientação</b> . . . . .	<b>39</b>
<b>IV.2 – Resultados Experimentais e Discussão</b> . . . . .	<b>40</b>
<b>IV.2.1 – Medida dos Grupos de Nêutrons</b> . . . . .	<b>40</b>
<b>IV.2.2 – Relações de Dispersão do Cobre</b> . . . . .	<b>62</b>

**CAPÍTULO V**

<b>CONCLUSÕES</b> . . . . .	<b>65</b>
<b>APÊNDICE</b> . . . . .	<b>66</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> . . . . .	<b>69</b>

# PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UM ESPECTRÔMETRO DE CRISTAL DE TRÊS EIXOS PARA NÊUTRONS E VERIFICAÇÃO DO DESEMPENHO POR MEIO DA MEDIDA DAS RELAÇÕES DE DISPERSÃO DO COBRE

Celso Fuhrmann

## RESUMO

O Espectrômetro de Cristal de Três Eixos é o instrumento mais apropriado para o estudo da dinâmica de redes cristalinas quando se utiliza a técnica de espalhamento de nêutrons lentos. Nesta dissertação são descritos pormenores do projeto, da construção e da colocação em operação de um espectrômetro de cristal de três eixos, recém construído no IEA. O projeto é original e foi desenvolvido visando a máxima simplicidade na construção e grande flexibilidade de operação do aparelho, sem perda de precisão instrumental. Na construção foram adaptados componentes de aplicação industrial, de forma a permitir baixo custo de construção e maior facilidade de montagem. Foram determinadas as características operacionais, tais como, o comprimento de onda dos nêutrons do feixe monocromático e a resolução.

Para verificação do desempenho do espectrômetro foram medidas as relações de dispersão de uma amostra monocristalina de Cobre à temperatura ambiente. Foram determinadas as frequências para fonons propagando-se ao longo das três direções  $[00\xi]$ ,  $[\xi\xi 0]$  e  $[\xi\xi\xi]$  de mais alta simetria do cristal. As medidas foram realizadas com o espectrômetro operando segundo o método "Q-constant". As frequências medidas neste trabalho e aquelas encontradas na literatura mostram excelente concordância, indicando que o espectrômetro de cristal de três eixos do IEA está em condições de medir relações de dispersão inéditas. Neste trabalho é também apresentada a sistemática de operação do espectrômetro e o cálculo pormenorizado das posições angulares para detecção de grupos de nêutrons no Cobre.

## CAPÍTULO I

### INTRODUÇÃO

A compreensão de muitas das mais importantes propriedades dos sólidos, pode ser alcançada por meio do estudo do comportamento de certas excitações básicas tais como: fonons, excitons, magnons, etc. Uma análise pormenorizada dessas excitações, sobre um amplo intervalo de condições físicas, tais como: temperatura, pressão, etc, é em geral muito importante para a descrição das propriedades dos sólidos<sup>(10)</sup>.

Nas investigações sobre o comportamento dinâmico dos sistemas sólidos, os nêutrons térmicos obtidos de feixes emergentes de reatores nucleares, são frequentemente utilizados como partículas de prova, porque possuem energias da mesma ordem de grandeza das energias térmicas dos átomos na matéria e comprimentos de onda de De Broglie com valores próximos às distâncias interatômicas nos materiais. Dessa forma, a partir de estudos de processos de espalhamento de nêutrons por um sistema

espalhador, podem ser obtidas várias informações sobre os estados dinâmicos desse sistema. As medidas das trocas de energia e quantidade de movimento entre o nêutron e o material amostra, conduzem diretamente ao conhecimento de parâmetros relacionados com as excitações fundamentais, como por exemplo, fonons em um cristal<sup>(10)</sup>.

O conjunto completo de modos normais de vibração (fonons) dos átomos em um sólido, onde cada modo é especificado pela frequência  $\nu$ , pelo vetor de onda  $\vec{q}$  e pelo vetor de polarização  $\vec{e}$ , descreve muito bem as propriedades do sólido em termos de uma relação que exprime a frequência em função do vetor de onda e do vetor de polarização:

$$\nu = \nu(\vec{q}, \vec{e})$$

chamada "Relação de Dispersão" do fonon. Os valores dessas frequências estão distribuídos em um amplo intervalo, que vai de zero a cerca de  $10^{14}$  Hz, sendo tipicamente da ordem de  $10^{12}$  Hz (1 THz); quanto ao vetor de onda do fonon, os valores típicos são da ordem de  $10^8$  cm<sup>-1</sup> (1 Å<sup>-1</sup>).

As relações de dispersão são de grande interesse na pesquisa básica, pois possibilitam o teste dos modelos teóricos propostos para explicar o comportamento dinâmico dos átomos na estrutura cristalina.

As primeiras tentativas para calcular teoricamente as relações de dispersão datam de 1912, quando Debye<sup>(8)</sup> tratou as vibrações da rede cristalina como sendo constituídas por ondas elásticas propagando-se em um meio isotrópico contínuo, ao invés de átomos vibrando em torno de suas posições de equilíbrio. Na mesma época, Born e Von-Kármán<sup>(4)</sup> desenvolveram uma teoria onde o movimento atômico é descrito em termos de uma superposição de ondas planas que se propagam no cristal, movimento esse que foi chamado de "vibração da rede". Por essa teoria, a força sobre um determinado átomo é, em princípio, uma função de sua posição em relação a todos os demais átomos do sólido; mas na prática, pode ser considerada como função apenas da posição do átomo em relação aos átomos vizinhos que estão suficientemente próximos para terem uma interação significativa com o átomo em estudo. Modernamente a teoria de Born-Von-Kármán forma a base para muitos dos trabalhos desse campo, embora a teoria de Debye tenha sido aceita durante muitas décadas, por permitir um tratamento mais simples<sup>(9)</sup>.

A teoria de Born - Von-Kármán aplicada a um modelo de força representando a interação entre os átomos em um sólido é, em geral, o método mais utilizado para a interpretação das curvas de dispersão obtidas experimentalmente. As constantes de força interatômicas utilizadas para descrever essas interações são deixadas como parâmetros ajustáveis, de modo a permitir a concordância entre o modelo teórico e os dados experimentais.

Um modelo que reproduza as curvas de dispersão pode ser muito útil, pois além de fornecer informações sobre o valor das forças e dos potenciais interatômicos no sólido, permite a determinação da função de distribuição  $g(\nu)$ , a qual por sua vez poderá fornecer a densidade de estados vibracionais permitidos, possibilitando a determinação da maioria das propriedades térmicas importantes dos sólidos, como por exemplo, a dependência do calor específico com a temperatura<sup>(15,26)</sup>.

Ainda do ponto de vista teórico, pode-se mencionar que a determinação das relações de dispersão, no caso particular de sólidos metálicos, é importante para estudo da interação elétron-fonon, responsável pela maioria das propriedades elétricas dos metais<sup>(17)</sup>.

Por outro lado, no campo da tecnologia nuclear é de grande importância o conhecimento das relações de dispersão, pois por meio delas é possível a determinação das leis de espalhamento dos materiais, que por sua vez fornecem informações sobre as possíveis trocas de energia entre os nêutrons e os átomos do sistema. As leis de espalhamento de materiais moderadores são comumente empregadas em cálculos de reatores térmicos<sup>(2)</sup>.



Justifica-se dessa forma o grande interesse no desenvolvimento de métodos que permitem a obtenção experimental das relações de dispersão. Inegavelmente, um dos métodos mais adequados para realização desses experimentos é aquele que utiliza o Espectrômetro de Cristal de Três Eixos para nêutrons<sup>(5)</sup> cujo princípio de operação está baseado no espalhamento coerente inelástico de nêutrons térmicos por uma amostra sólida cristalina. Por esse instrumento faz-se incidir sobre a amostra um feixe de nêutrons térmicos e efetua-se a medida das trocas de energia e quantidade de movimento entre o nêutron e o sólido. A sistematização desse procedimento permite a determinação direta da frequência e do vetor de onda para os fonons da amostra, obtendo-se consequentemente as relações de dispersão.

Dentro dessa linha de pesquisa, como parte do programa sobre espalhamento inelástico de nêutrons lentos desenvolvido pela Área de Física Nuclear do Instituto de Energia Atômica, foi construído no IEA em Espectrômetro de Cristal de Três Eixos para nêutrons.

Este trabalho tem como objetivo principal colocar o espectrômetro de cristal de três eixos do IEA em condições de operação, determinando suas características operacionais e verificando seu desempenho, por meio das medidas das relações de dispersão de uma amostra monocristalina de Cobre, escolhida como padrão. É feita uma descrição minuciosa do arranjo experimental com o objetivo de apresentar as principais características do instrumento e revelar pormenores, dificuldades e soluções encontradas durante a construção do espectrômetro.

Uma discussão sobre os princípios teóricos envolvidos no método é desenvolvida no Capítulo II. A descrição detalhada do espectrômetro, bem como a determinação de suas características operacionais está apresentada no Capítulo III.

No capítulo IV estão descritos os trabalhos necessários a verificação do desempenho do espectrômetro, enfatizando os procedimentos experimentais envolvidos na medida das relações de dispersão. Por fim é feita a apresentação e a discussão dos resultados experimentais obtidos para a amostra monocristalina de Cobre. As conclusões são apresentadas no Capítulo V.

## CAPÍTULO II

### CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS

Fundamentalmente a interação dos nêutrons lentos com a matéria pode ser separada em dois tipos de processos: interação nuclear e interação eletromagnética. Esta última ocorre devido ao fato do nêutron possuir momento magnético e portanto poder interagir com os momentos magnéticos dos átomos do material. Quanto à interação nuclear, podem ocorrer dois tipos de fenômenos: captura radioativa dos nêutrons pelo núcleo e espalhamento nuclear. Neste trabalho, entretanto, será abordado apenas este último tipo de fenômeno.

Na interação entre o nêutron e o núcleo o espalhamento é caracterizado pela chamada "amplitude de espalhamento", grandeza que está relacionada com propriedades nucleares sendo diferente para diferentes isótopos, além de variar com o spin do núcleo espalhador.

No espalhamento nuclear os núcleos do material podem participar do processo coletiva ou individualmente. No primeiro caso, há uma interferência entre as ondas espalhadas pelos diferentes núcleos, fato que ocorre quando esses núcleos possuem propriedades físicas semelhantes. Esse é o caso do espalhamento coerente onde a amplitude associada é chamada "amplitude de espalhamento coerente". Por outro lado, a presença de vários isótopos no material ou o fato dos núcleos dos átomos

que o compõe possuem spin, provoca uma diferença de fase ao acaso entre as ondas espalhadas pelos vários núcleos. O espalhamento nesse caso, é dito incoerente e a ele está associada uma "amplitude de espalhamento incoerente" (1,27).

Formalmente, a amplitude de espalhamento,  $b$ , pode ser dividida nas partes coerente,  $b_{\text{coe}}$ , e incoerente,  $b_{\text{inc}}$  (16):

$$(b_{\text{INC}})^2 = (\overline{b^2}) - (\overline{b})^2 \quad 1$$

$$(b_{\text{COE}})^2 = (\overline{b})^2 \quad 2$$

onde a barra representa média. A forma para a expressão  $(b_{\text{coe}})^2$ , como o quadrado da amplitude de espalhamento média, é explicada pelo fato dos nêutrons serem espalhados pelos núcleos sempre de forma semelhante. De outra forma a amplitude incoerente,  $b_{\text{inc}}$ , deve ser calculada pela média dos quadrados das amplitudes individuais, em virtude dos nêutrons serem espalhados diferentemente pelos núcleos.

Em qualquer dos casos, o espalhamento pode ser elástico ou inelástico. No espalhamento elástico, a energia do nêutron permanece inalterada antes e depois do espalhamento, enquanto que no inelástico ocorrem trocas de energia com o sistema espalhador.

A primeira aproximação de Born (1), normalmente empregada nos cálculos de secções de choque, não é válida no cálculo do espalhamento de nêutrons lentos porque nessa aproximação o potencial de interação deve ser considerado fraco, o que não corresponde a realidade para os potenciais nucleares. Nesse caso, a energia de interação é muito maior que a energia do nêutron e a função de onda no interior do núcleo é totalmente diferente da onda plana incidente. Entretanto, Fermi mostrou que a primeira aproximação de Born é aplicável ao cálculo das secções de choque de espalhamento de nêutrons lentos por um sistema atômico, desde que a amplitude de espalhamento no caso particular do limite de energia zero seja conhecida experimentalmente. Nesse caso a interação é representada por meio de um exponencial localizado do tipo função delta, chamado "pseudo-potencial de Fermi":

$$V(\vec{r}) = \frac{2\pi\hbar^2}{m_N} b \cdot \delta(\vec{r}) \quad 3$$

onde  $m_N$  é a massa do nêutron,  $\hbar$  a constante de Planck dividida por  $2\pi$  e  $\delta(\vec{r})$  a função delta de Dirac. Isso é possível porque, embora a interação nuclear seja forte, ela se dá em uma região muito pequena por causa da forma localizada do potencial. A constante de proporcionalidade é escolhida de modo a haver concordância entre o valor de  $b$  calculado pela primeira aproximação de Born para o espalhamento elástico e o valor da amplitude de espalhamento obtido experimentalmente. Métodos para determinação experimental dessa grandeza, são descritos detalhadamente por Gurevich-Tarasov (16).

## II.1 – Espalhamento de Nêutrons Lentos por um Cristal

No espalhamento de nêutrons por um sistema de átomos, um nêutron incidente com valor de onda  $\vec{k}_0$ , função de onda  $\psi_0$  e energia  $E_0$ , passará a ter, após o espalhamento, um vetor de onda  $\vec{k}_1$ , uma função de onda  $\psi_1$  e uma energia  $E_1$ , enquanto que o sistema inicialmente em um estado vibracional  $n_0$  de energia  $E_{n_0}$ , passará a um estado  $n_1$  com energia  $E_{n_1}$ . Desse modo, ocorre no processo uma troca de energia  $h\nu$  e quantidade de movimento  $\hbar\vec{Q}$ , dadas por:

$$\vec{Q} = \vec{k}_0 - \vec{k}_1 \quad 4$$

$$h\nu = \frac{\hbar^2}{2m_N} (k_0^2 - k_1^2) \quad 5$$

A medida de probabilidade de ocorrência desse fenômeno é dada em termos da seção de choque de espalhamento. A seção de choque de espalhamento duplamente diferencial,  $\frac{d^2\sigma}{d\Omega dE_1}$ , para os nêutrons espalhados em um ângulo sólido compreendido entre  $\Omega$  e  $\Omega + d\Omega$ , com uma energia entre  $E_1$  e  $E_1 + dE_1$ , é proporcional ao quadrado do módulo do elemento de matriz que representa a probabilidade de transição entre os estados final ( $n_1$ ) e inicial ( $n_0$ ) do sistema espalhador<sup>(11)</sup>:

$$\left( \frac{d^2\sigma}{d\Omega dE_1} \right)_{n_0 \rightarrow n_1} = \left( \frac{m_N}{2\pi\hbar^2} \right)^2 \frac{k_1}{k_0} | \langle \Psi_1, n_1 | V | \Psi_0, n_0 \rangle |^2$$

onde  $V$  é o potencial de interação e o termo  $k_1/k_0$  significa que a seção de choque é calculada por unidade de fluxo de nêutrons incidentes. O fluxo incidente é proporcional a  $k_0$  e o fluxo espalhado a  $k_1$ .

Entretanto, na equação anterior deve-se efetuar a somatória sobre todos os estados finais possíveis do sistema espalhados e tomar a média do resultado sobre todos os estados iniciais, cada um deles tendo probabilidade  $p_{n_0}$ . Dessa forma:

$$\frac{d^2\sigma}{d\Omega dE_1} = \left( \frac{m_N}{2\pi\hbar^2} \right)^2 \frac{k_1}{k_0} \sum_{n_0} p_{n_0} \sum_{n_1} | \langle \Psi_1, n_1 | V | \Psi_0, n_0 \rangle |^2 \quad 6$$

Os nêutrons lentos ao serem espalhados por um cristal podem transferir parte de sua energia excitando ou desexcitando movimentos nos átomos do cristal na direção de certos graus de liberdade, ou seja, criando ou aniquilando estados vibracionais (fonons) no sistema. Nesse caso ocorrerá um espalhamento coerente inelástico de nêutrons.

As funções de onda para os nêutrons incidentes e espalhados são representados por ondas planas:  $e^{i\vec{k}_0 \cdot \vec{r}}$  e  $e^{i\vec{k}_1 \cdot \vec{r}}$  respectivamente. O sistema espalhador é considerado como sendo formado por um conjunto de  $3nN$  osciladores harmônicos, onde  $N$  é o número de células unitárias do cristal, cada uma delas contendo  $n$  átomos. Existem dois modos possíveis para as vibrações do sistema atômico descrito por esses osciladores o modo transversal (T), no qual a vibração ocorre perpendicularmente à direção de propagação da onda, e o modo longitudinal (L), no qual a vibração ocorre ao longo dessa mesma direção.

A seção de choque pode ser calculada agora, utilizando-se o pseudo-potencial de Fermi dado pela equação 3, que neste caso, será a soma dos potenciais de interação para os átomos individuais :

$$V(\vec{r}) = \frac{2\pi\hbar^2}{m_N} \sum_{\ell=1}^N \sum_{s=1}^N b_{\ell s} \delta(\vec{r} - \vec{r}_{\ell s})$$

com  $\vec{r}_{ls}$  representando a posição do átomo  $s$  da célula  $l$  e  $b_{ls}$  descrevendo a amplitude de espalhamento para esse mesmo átomo.

Com essa última expressão pode-se calcular a parte do elemento de matriz que envolve apenas os parâmetros relativos aos nêutrons na equação 6, isto é:

$$\begin{aligned} \langle \Psi_1 | V | \Psi_0 \rangle &= \left( \frac{2\pi\hbar^2}{m_N} \right) \sum_{l=1}^N \sum_{s=1}^n b_{ls} \int d\vec{r} e^{-i\vec{k}_i \cdot \vec{r}} \delta(\vec{r} - \vec{r}_{ls}) e^{i\vec{k}_o \cdot \vec{r}} = \\ &= \left( \frac{2\pi\hbar^2}{m_N} \right) \sum_{l=1}^N \sum_{s=1}^n b_{ls} e^{i\vec{Q} \cdot \vec{r}_{ls}} \end{aligned}$$

onde  $\vec{Q}$  é definido pela equação 4.

Assim a secção de choque pode ser expressa por:

$$\frac{d^2\sigma}{d\Omega dE_1} = \frac{k_1}{k_o} \sum_{n_o} p_{n_o} \sum_{n_1} | \langle n_1 | \sum_{l=1}^N \sum_{s=1}^n b_{ls} e^{i\vec{Q} \cdot \vec{r}_{ls}} | n_o \rangle |^2 \quad 7$$

De acordo com as equações 1 e 2, pode-se separar a secção de choque (equação 7) nas partes coerente e incoerente; a parte coerente que é a que interessa no nosso caso, pode ser escrita como:

$$\frac{d^2\sigma_{COE}}{d\Omega dE_1} = \frac{k_1}{k_o} \sum_{n_o} p_{n_o} \sum_{n_1} | \langle n_1 | \sum_{l=1}^N \sum_{s=1}^n b_{ls}^{COE} e^{i\vec{Q} \cdot \vec{r}_{ls}} | n_o \rangle |^2 \quad 8$$

O elemento de matriz envolvendo as características do sistema espalhador, pode ser calculado aplicando-se o modelo de osciladores harmônicos para representar os átomos do cristal. Esse tratamento, entretanto, não será desenvolvido neste trabalho.

## II.2 – Secção de Choque Coerente para Processos de um Fonon

As equações básicas que regem o fenômeno físico de criação ou aniquilação de fonons no processo de espalhamento coerente inelástico de nêutrons lentos, são as equações de conservação de quantidade de movimento e energia do sistema, conforme equações 4 e 5:

$$\vec{k}_o - \vec{k}_1 = \vec{Q} = \vec{G} + \sum_{l=1}^{N_F} (\pm \vec{q}_l)$$

$$E_o - E_1 = \hbar \sum_{l=1}^{N_F} [\pm \nu(\vec{q}_l)]$$

onde a energia do nêutron é  $E = \hbar^2 k^2 / 2m_N$ ,  $\vec{G}$  é o vetor da rede recíproca, e  $N_F$  o número de fonons envolvidos no processo, sendo os sinais (+) e (-) utilizados para criação e aniquilação de fonons respectivamente.

No caso de processo de um único fonon, essas equações reduzem-se a:

$$\vec{k}_0 - \vec{k}_1 = \vec{Q} = \vec{G} \pm \vec{q} \quad 9$$

$$E_0 - E_1 = \pm h\nu(\vec{q}) \quad 10$$

Nesse tipo de processo, escreve-se a partir da equação 8, a secção de choque de espalhamento coerente inelástica duplamente diferencial, na seguinte forma (Ve 67):

$$\left( \frac{d^2 \sigma_{\text{COE}}}{d\Omega dE_1} \right)_{1 \text{ fonon}} = \frac{k_1}{k_0} \frac{8\pi^3 h}{v_0} [N_j(\vec{q}) + \frac{1}{2} \pm \frac{1}{2}] |g_j(\vec{q}, \vec{G})|^2 \times \delta(\vec{Q} - \vec{G} \mp \vec{q}) \delta(E_0 - E_1 \mp h\nu_j(\vec{q})) \quad 11$$

onde as funções  $\delta$  representam as condições de conservação,  $v_0$  é o volume da célula unitária do cristal e  $N_j(\vec{q})$  é o fator de população estatístico de Bose-Einstein dado por:

$$N_j(\vec{q}) = \frac{1}{e^{h\nu_j(\vec{q})/K_B T} - 1} ;$$

nas notações  $(\pm)$  e  $(\mp)$  o sinal superior refere-se a processos de criação e o sinal inferior a processos de aniquilação de fonons, e  $g_j(\vec{q}, \vec{G})$ , definido como sendo o fator de estrutura para o espalhamento inelástico, é dado por:

$$g_j(\vec{q}, \vec{G}) = \sum_{s=1}^n \frac{b_s^{\text{COE}} e^{-W_s}}{[2\pi m_s \nu_j(\vec{q})]^{1/2}} (\vec{Q} \cdot \vec{e}_j(\vec{q})) e^{i\vec{Q} \cdot \vec{r}_s} \quad 12$$

com  $e^{-W_s}$  igual ao fator de Debye-Waller,  $m_s$  a massa do átomo  $s$  e  $\vec{e}_j(\vec{q})$  o vetor de polarização do fonon.

A análise do termo  $\vec{Q} \cdot \vec{e}_j(\vec{q})$  presente no fator de estrutura é de grande importância no planejamento de uma experiência de determinação das relações de dispersão, conforme será discutido mais adiante na secção IV.1.1.

O subscrito  $j$ , presente nas equações 11 e 12 é colocado para designar um particular ramo da relação de dispersão. Os ramos com frequências mais baixas, conhecidos como "ramos acústicos" representam modos de vibração nos quais todos os átomos da célula unitária vibram aproximadamente em fase e, para esse caso, o fonon é uma onda sonora. Para valores pequenos de  $\vec{q}$ , a frequência  $\nu$  depende linearmente do vetor de onda  $\vec{q}$  e está relacionada com a velocidade do som no cristal  $c$ , pela relação  $\nu = cq$ ; nesse caso a frequência tende a zero quando  $q$  tende a zero. Por outro lado, os ramos com frequências mais altas, são conhecidos como "ramos ópticos". As vibrações ópticas de comprimento de onda grandes, são importantes na interação de cristais com ondas eletromagnéticas de comprimentos de onda da mesma ordem de grandeza; essas vibrações são particularmente importantes no caso de interação com ondas de luz e a força de interação depende das oscilações elétricas associadas com as vibrações da rede. A origem da denominação "óptico", é comumente explicada considerando-se cristais

ionicos, nos quais o movimento defasado dos átomos na célula unitária, produz uma região polarizada eletricamente, que por sua vez pode interagir com ondas eletromagnéticas<sup>(3,12)</sup>.

## CAPÍTULO III

### ARRANJO EXPERIMENTAL

Um espectrômetro de cristal de três eixos é composto fundamentalmente de um sistema para extração de feixe de nêutrons térmicos monoenergéticos, de um arranjo de movimentação da amostra a ser estudada e de um conjunto analisador para o feixe de nêutrons espalhados nessa amostra. Nesse tipo de espectrômetro, os três eixos são definidos pelas direções verticais que passam pelos pontos nos quais o feixe muda de direção.

No caso do espectrômetro de cristal de três eixos do IEA, a fonte de nêutrons é o reator de pesquisa IEA-R1, refrigerado e moderado a água leve, que opera normalmente a uma potência de 2 MW, proporcionando um fluxo da ordem de  $10^{13}$  nêutrons térmicos/cm<sup>2</sup>.s na posição do caroço. Os nêutrons térmicos emergentes do reator são aqueles que, após perderem energia durante o processo de moderação, atingem o equilíbrio térmico com os núcleos do meio moderador; apresentam um espectro em comprimento de onda cuja forma é próxima a de uma Maxwelliana, abrangendo um intervalo de energias de  $10^{-4}$  eV a 1 eV<sup>(14)</sup>.

Na Figura 1 é mostrado um diagrama esquemático do espectrômetro de cristal de três eixos construído no IEA<sup>(15)</sup>. Como pode ser visto nesse esquema, o feixe de nêutrons polienergéticos emergentes do reator, após ser definido pelo 1º colimador (C<sub>1</sub>), incide sobre o cristal monocromador X<sub>1</sub>, que seleciona um feixe de nêutrons monoenergéticos. Esse feixe é extraído do interior da blindagem principal através do 2º colimador (C<sub>2</sub>) e incide sobre a amostra colocada na posição S e orientada segundo um ângulo  $\Psi$ . Os nêutrons espalhados pela amostra em um ângulo  $\Phi$ , passam pelo 3º colimador (C<sub>3</sub>), são analisados em ângulo e energia por meio do cristal analisador X<sub>2</sub>, e após atravessarem o 4º colimador (C<sub>4</sub>), atingem o detector posicionado em um ângulo  $2\theta_A$  em relação à direção do feixe espalhado.

#### III.1 – Descrição do Espectrômetro de Cristal de Três Eixos do IEA

##### III.1.1 – Extração do Feixe de Nêutrons Térmicos

A extração do feixe de nêutrons térmicos é feita pelo sistema de colimação primário, instalado no interior do canal experimental nº 10 do reator.

Esse sistema consta basicamente de um conjunto de tubos de alumínio com dois estágios, conforme mostrado na Figura 2. O 1º estágio, um tubo com 4" de diâmetro externo e 75 cm de comprimento, foi instalado na extremidade do canal experimental, próximo ao caroço do reator. Esse estágio visa aproximar a fonte plana de nêutrons para o meio do canal experimental, aumentando dessa forma o fluxo de nêutrons térmicos extraídos. O 2º estágio consta de um tubo com 5.1/2" de diâmetro interno e 2,15 m de comprimento e foi instalado na região do canal experimental correspondente à parede do reator; serve como receptáculo para os vários colimadores internos.

Nesse último tubo, foi colocado pela ordem, inicialmente um colimador de ferro de superfície lateral externa cilíndrica com 5.1/2" de diâmetro e interna na forma de um tronco de cone. O diâmetro

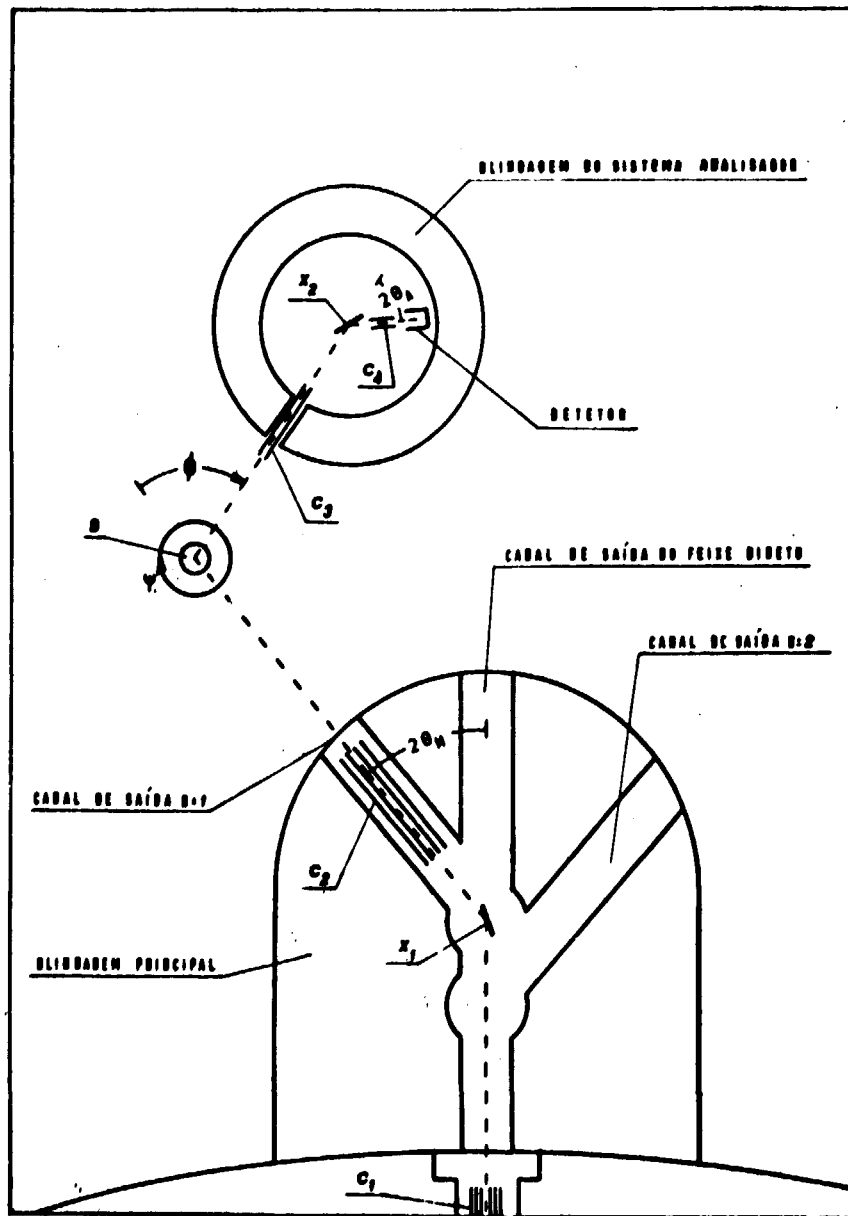


Figura 1 - Diagrama Esquemático do Espectrômetro de Cristal de Três Eixos para Nêutrons do IEA

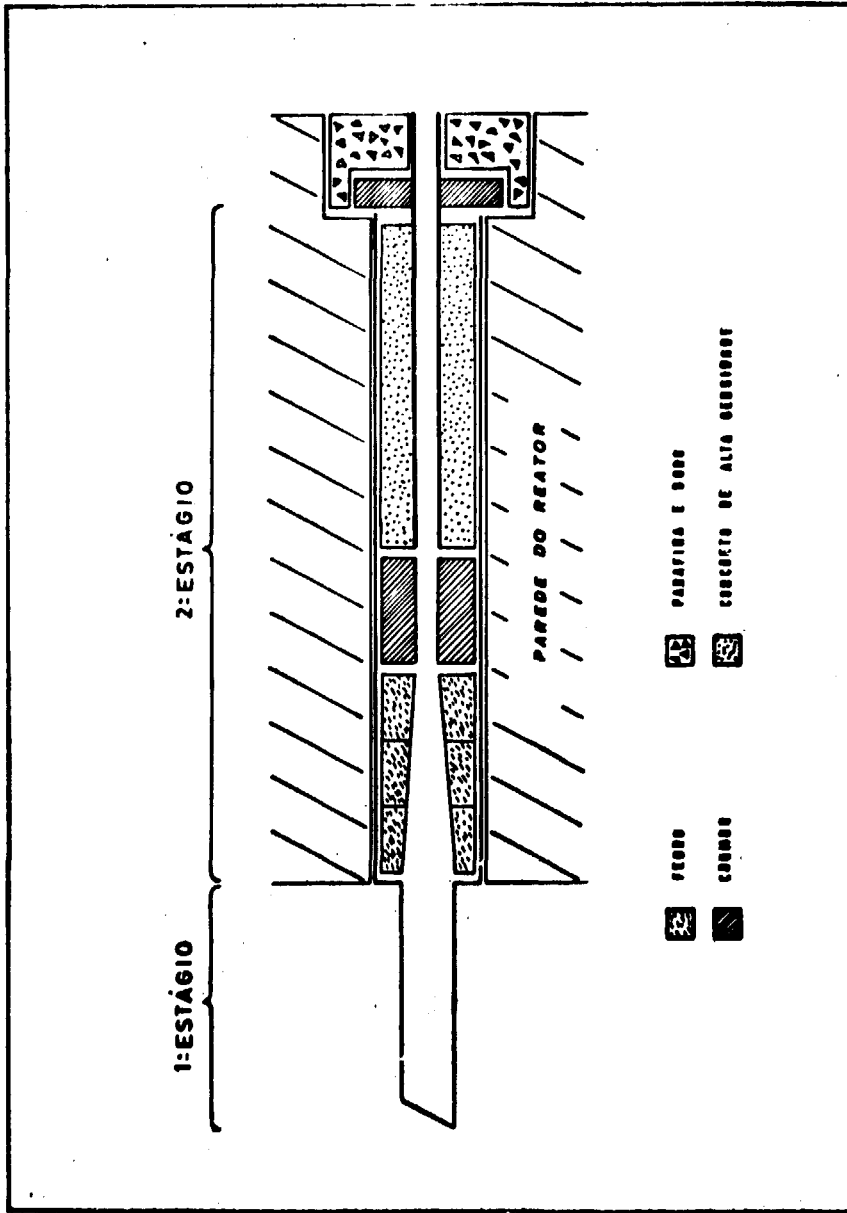


Figura 2 - Esquema em Corte do Sistema de Colimação Primário do Espectrômetro



interno anterior é de 4.1/2" e o posterior 3", o que causa uma redução na área transversal do feixe. Para maior facilidade de instalação, esse colimador foi construído em três partes, tendo um comprimento total de 75 cm. Em seguida ao colimador de ferro, foi colocado um colimador cilíndrico de chumbo com 35 cm de comprimento e 3" de diâmetro interno. Esse colimador, juntamente com o anterior, permite a extração de um feixe de nêutrons com 3" de diâmetro, onde a corôa restante é totalmente blindada para a radiação gama e nêutrons do feixe inicial.

A parte restante do 2º estágio no sistema de colimação primário, é preenchida com um tubo de alumínio de 5.1/2" de diâmetro externo, no qual foi alojada coaxialmente uma caixa de latão de secção transversal quadrada, projetada para receber o colimador do tipo "Soller", que será descrito na secção III.1.2.1. Essa caixa tem um comprimento total de 105 cm e a secção transversal possui internamente uma dimensão de 2.5/8" de aresta. O volume interno do tubo de alumínio e externo à caixa receptora foi preenchido com concreto para aumentar a eficiência de blindagem para nêutrons e radiação gama nas áreas laterais à caixa.

Foi necessária a colocação de uma blindagem adicional na saída do canal de irradiação para evitar a passagem de radiação pela região compreendida entre o tubo de alumínio correspondente ao 2º estágio e os vários colimadores descritos; isso porque em virtude das tolerâncias nos diâmetros externos dos colimadores, forma-se uma estreita corda na qual a radiação não é blindada ("efeito de corda"). Para solucionar esse problema colocou-se na parte posterior do sistema de colimação primário, onde o canal experimental possui diâmetro maior, três discos de chumbo, cada um com 3 cm de espessura e 21 cm de diâmetro externo, com uma abertura quadrada em seu centro e que se ajusta perfeitamente na extremidade da caixa de latão que contém o colimador "Soller". Essa blindagem externa é completada com uma caixa cilíndrica de parafina misturada com borax, material esse que possui alta secção de choque de absorção para nêutrons lentos; a caixa foi construída de modo a envolver completamente os três discos de chumbo citados e preencher todo o espaço vazio existente na extremidade do canal experimental.

### III.1.2 – O 1º Eixo do Espectrômetro

Denomina-se 1º eixo do espectrômetro o eixo vertical que passa pelo centro do cristal monocromador, que é o ponto de intersecção das linhas que definem o feixe inicial e o feixe de nêutrons monocromáticos difratados pelo cristal.

O equipamento de ajuste e movimentação do cristal monocromador do feixe de nêutrons, os sistemas de colimação dos feixes incidente e difratado, a blindagem principal do espectrômetro e a unidade de monitoração do feixe monoenergético, compõem os principais equipamentos associados com o 1º eixo, e serão descritos nas secções de III.1.2.1 a III.1.2.6.

#### III.1.2.1 – O 1º Colimador

No interior da caixa de latão descrita na secção III.1.1, está colocado um colimador do tipo "Soller"<sup>(23)</sup> de 80 cm de comprimento, secção transversal externa quadrada com 2.5/8" de aresta, paredes laterais de latão de 3/8" de espessura (Figura 3). O colimador contém 7 canais retangulares verticais com abertura de 1/4" cada um e separados por lâminas finas (0,6 mm de espessura) de bronze fosforoso; essa abertura, levando em conta o comprimento do colimador, proporciona uma divergência angular horizontal de 27' para cada canal. A liga de bronze foi utilizada na confecção desse e de todos os demais colimadores do espectrômetro (serão posteriormente descritos), em virtude de suas propriedades mecânicas serem convenientes para fabricação de lâminas finas e resistentes. Além disso, em sua composição estão presentes os elementos químicos Cobre (90-95%), Estanho (5-10%) e Fósforo (traços), que possuem secção de choque de espalhamento para nêutrons relativamente alta, o que é muito importante em termos de luminosidade do colimador<sup>(23)</sup>.

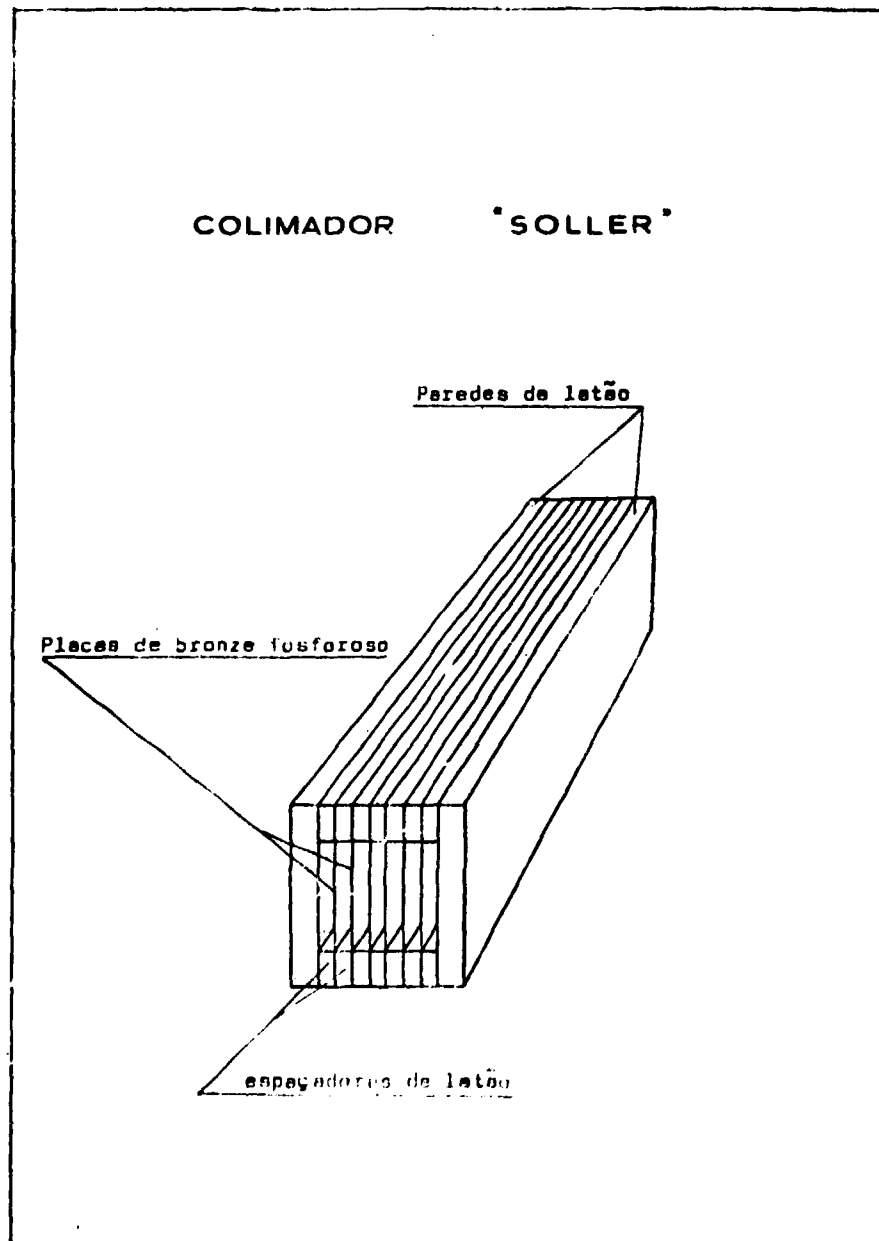


Figura 3 - Desenho em Perspectiva de um Colimador Tipo "Soller"

Para reduzir a divergência angular vertical do feixe, foi instalado posteriormente, um colimador "Soller" com 25 cm de comprimento, idêntico ao anterior, porém com os canais dispostos horizontalmente. A divergência angular vertical é de  $1^{\circ}27'$ .

A área útil do feixe colimado obtido com esse conjunto, que compõe o 1º colimador do espectrômetro, pode ser representada por um retângulo de largura 1.3/4" e altura 1.5/8". O fluxo de nêutrons térmicos emergentes do sistema de colimação primário, medido na posição do cristal monocromador, é da ordem de  $10^8$  nêutrons/cm<sup>2</sup>.s.

### III.1.2.2 – Blindagem Principal

A blindagem principal do espectrômetro de cristal de três eixos é constituída por um tanque com paredes de ferro com 1/2" de espessura, no qual é preenchido com material absorvedor de nêutrons e radiação gama. Um esquema da blindagem está apresentado na Figura 4.

Esse tanque está apoiado sobre uma plataforma de ferro, que se movimenta sobre um par de trilhos paralelos com 5 metros de comprimento. Essa distância possibilita o afastamento da blindagem principal de forma que se possa retirar, quando necessário, todo o sistema de colimação primário. Na instalação dos trilhos foram tomados cuidados no sentido de obter-se o melhor alinhamento possível.

A blindagem principal contém um canal de entrada e três canais de saída para feixe difratado. O canal de saída nº 2, encontra-se atualmente obturado com um cilindro de concreto e chumbo, e pretende-se futuramente utilizá-lo para a instalação de um difratômetro de eixo duplo. O canal de saída que se encontra na direção do feixe incidente, também foi obtido internamente com cilindros de uma mistura de parafina e borax, para absorção de parte dos nêutrons do feixe direto, e com um cilindro maciço de ferro de 45 cm de comprimento, para blindagem da radiação gama e nêutrons rápidos provenientes do caroço do reator. Externamente, sobre uma mesa de ferro soldada a carcaça, foi colocado um "beam-catcher" adicional na direção do feixe direto, na forma de um tubo com 40 cm de aresta, preenchido com uma mistura de parafina e borax. O canal de saída nº 1 foi utilizado para extrair o feixe monocromático para efetuar os experimentos com o espectrômetro de cristal de três eixos.

Por projeto de construção, o ângulo formado entre a direção do feixe incidente e a direção dos canais nº 1 e nº 2, é de  $40^{\circ}$  para ambos os casos.

Na parte superior do tanque de blindagem principal existem duas cavidades cilíndricas verticais, projetadas para alojar dois tambores que compõem dois sistemas monocromadores de nêutrons (ver secção III.1.2.3). A primeira dessas cavidades destinar-se-á ao sistema monocromador do difratômetro de eixo duplo citado anteriormente, e portanto possui eixo vertical passando pelo ponto de intersecção das linhas que definem as direções do canal de entrada e do canal de saída nº 2. A segunda delas, que é utilizada pelo sistema monocromador do espectrômetro de três eixos, possui eixo vertical passando pelo ponto de intersecção das linhas que definem as direções do canal de entrada e do canal de saída nº 1.

Em uma das laterais do tanque foi instalado um sistema de extensão para comando manual de abertura e fechamento do registro de drenagem de água do canal experimental. O acoplamento do eixo extensor com o eixo do registro é feito por meio de uma junta universal, em virtude do não alinhamento desses dois eixos.

A finalidade da blindagem principal é reduzir ao máximo as doses de radiação gama e nêutrons nas áreas de trabalho próximas ao espectrômetro. Para tanto, no interior do tanque, nas regiões circunvizinhas aos quatro canais dos feixes, foram colocados tijolos de concreto de alta densidade, altamente absorvedores de radiação gama e nêutrons. O volume interno restante foi preenchido com pedras de barita e água.

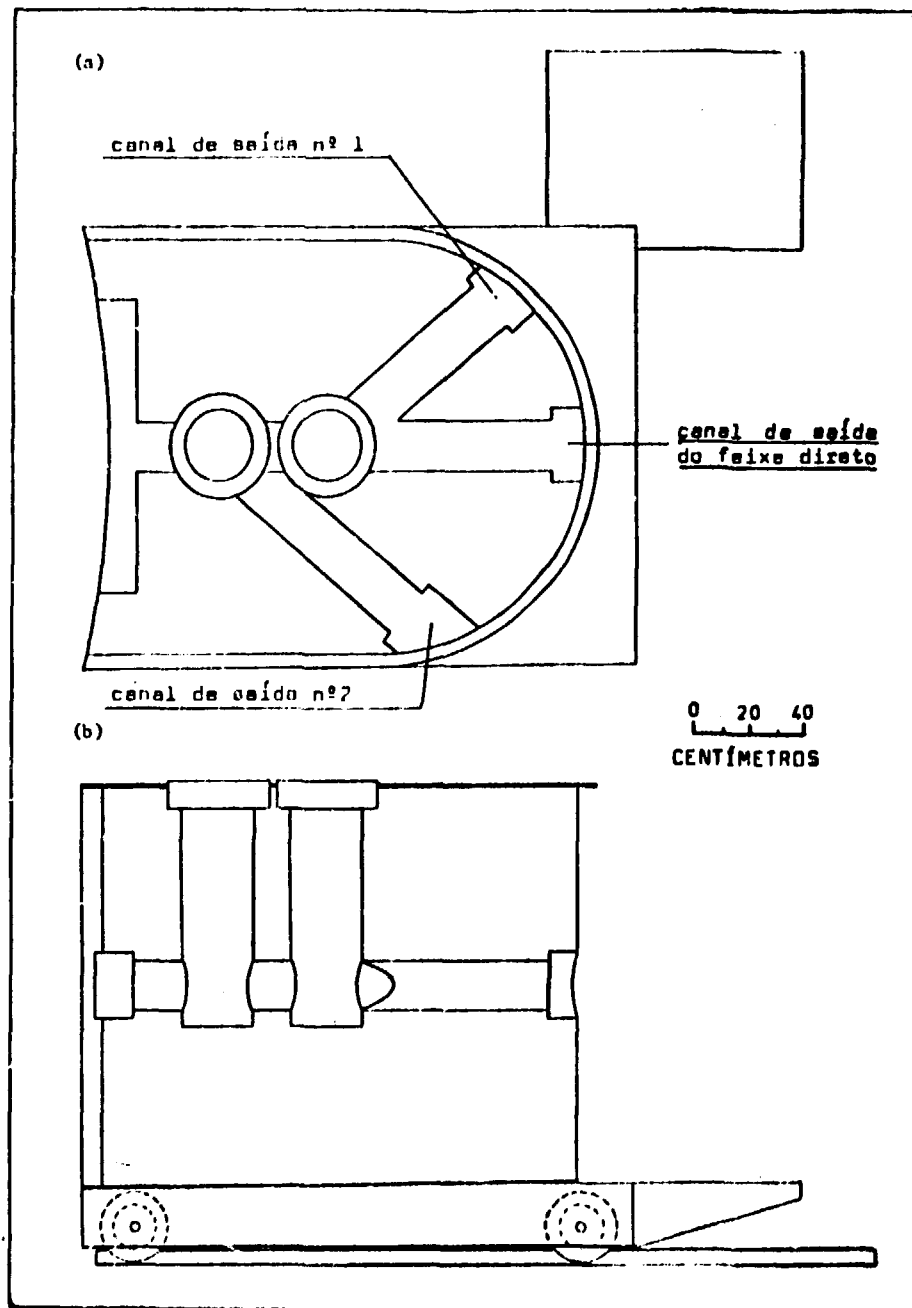


Figura 4 - Esquema da Blindagem Principal do Espectrômetro. Vista Superior (a) e Vista Lateral (b)

Na região de contacto da blindagem com a parede do reator, encontrava-se inicialmente uma região onde a dose de radiação para nêutrons estava acima dos níveis de dose permissíveis. Blindou-se essa região com caixas preenchidas com parafina e borax, as quais foram colocadas nas laterais e na parte superior da região de contacto.

Após o término da instalação da blindagem principal, foi feito um mapeamento radiométrico detalhado nas áreas próximas ao espectrômetro, constatando-se que a blindagem é eficiente, permitindo o trabalho permanente dos operadores junto ao espectrômetro.

### III.1.2.3 – Sistema Monocromador

O posicionamento do cristal monocromador, constituiu um dos problemas críticos do projeto do espectrômetro, pois há necessidade de se deslocar o cristal de forma precisa sob certos graus de liberdade. O problema é agravado pela localização do cristal no interior da blindagem, no ponto de intersecção entre o canal de entrada e o canal de saída nº 1, região essa de difícil acesso.

Para efetuar o posicionamento, foi construído um tambor cilíndrico de aço, que aloja um sistema de comando à distância para o cristal monocromador.

Esse tambor, que está mostrado na Figura 5a, é inserido no interior da cavidade da blindagem principal. Possui na parte inferior uma mesa regulável, que sustenta o cristal monocromador, com dois graus de liberdade de movimentos (Figura 5b). O primeiro deles, um movimento de translação horizontal, permite o deslocamento do cristal transversalmente a direção do feixe incidente, em até 25 mm. O segundo movimento, chamado movimento de balanço, possibilita ao cristal uma rotação em torno de um eixo coincidente com a direção do vetor de espalhamento; o deslocamento angular máximo de balanço é  $30^\circ$ .

O tambor como um todo é apoiado na parte superior da estrutura da blindagem por meio de três parafusos niveladores. Isto permite um pequeno ajuste na direção vertical e um alinhamento perfeito da altura do cristal monocromador em relação a direção do feixe incidente. A parte central do tambor tem liberdade de rotação de  $360^\circ$  em torno do eixo vertical, permitindo o chamado movimento de "rocking" para o cristal monocromador.

Todos os três últimos movimentos descritos, são operados manualmente através de controles montados na parte superior do tambor, externa a blindagem principal, os quais, após o ajuste definitivo do cristal, são fixados por meio de travas de fixação.

Para evitar que a radiação escape para o ambiente através do tambor, utilizou-se como blindagem óleo mineral, para preencher o volume compreendido entre o corpo do tambor e sua parte central giratória. Dessa forma tornou-se livre o acesso à região superior da blindagem principal, mesmo com o reator operando normalmente.

### III.1.2.4 – Cristal Monocromador: Escolha e Posicionamento

O critério básico para a escolha de um cristal monocromador para o espectrômetro de três eixos, é a obtenção de uma máxima intensidade para o feixe de nêutrons monoenergéticos extraído pelo canal de saída nº 1.

O princípio de extração de um feixe de nêutrons monoenergéticos pelo cristal monocromador, está baseado nas propriedades ondulatórias do nêutron e na difração seletiva de um feixe de nêutrons polienergéticos por um monocristal, a qual é governada pela equação de Bragg para o espalhamento coerente elástico:

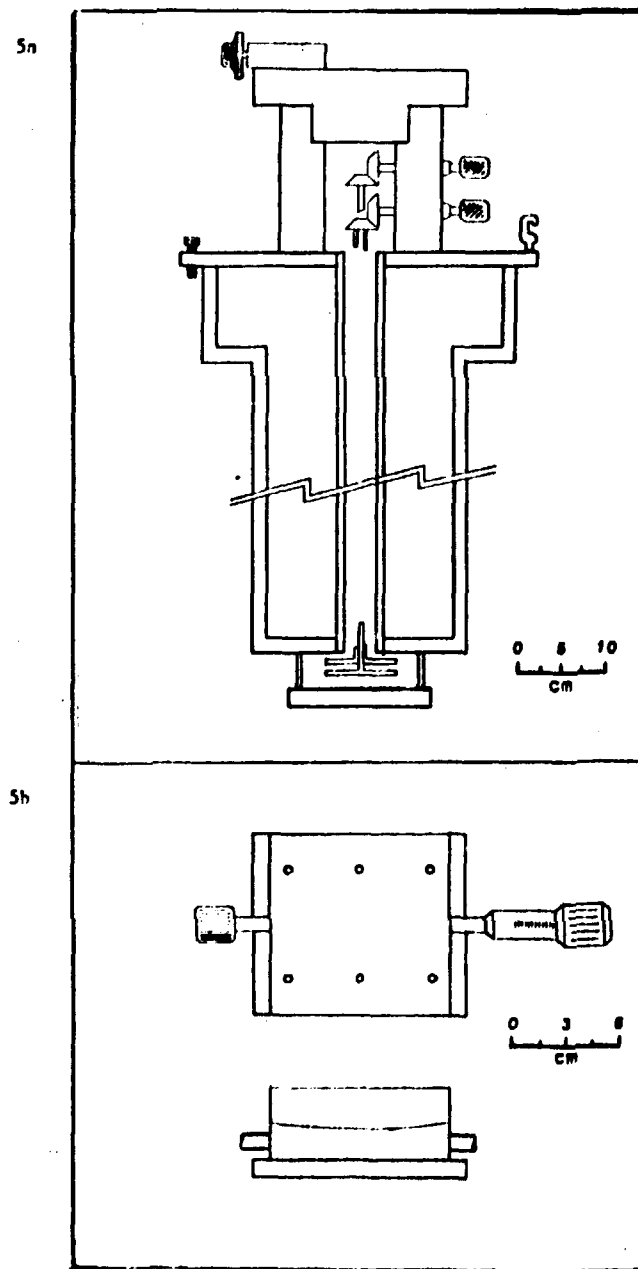


Figura 5 - a) Sistema de Comando a Distância para o Cristal Monocromador  
b) Mesa Suporte do Cristal Monocromador

$$\lambda = \frac{2d \sin \theta_M}{n} \quad ; \quad n = 1, 2, 3, \text{ etc.}$$

onde  $n$  é a ordem de reflexão,  $\lambda$  o comprimento de onda do nêutron,  $d$  a distância interplana: do conjunto de planos cristalinos apropriados (hkl) e  $\theta_M$  o ângulo entre a direção do feixe de nêutrons incidentes com respeito a direção dos planos. No caso do espectrômetro de três eixos, o ângulo  $2\theta_M$  é fixo e igual a  $40^\circ$ , conforme projeto de construção.

A partir das propriedades ondulatórias dos nêutrons pode-se relacionar o comprimento de onda  $\lambda$  e a energia  $E$ , por meio da expressão:  $\lambda = 0,286 E^{-1/2}$  com  $\lambda$  em angstroms e  $E$  em elétron-volts.

Para a seleção de um feixe de nêutrons monoenergéticos com comprimento de onda  $\lambda$ , a equação de Bragg é calculada para  $n = 1$ , ou seja, sem considerar a presença de contaminações de ordens superiores no feixe (isto é  $\lambda/2$ ,  $\lambda/3$ , etc.).

O feixe de nêutrons térmicos polienergéticos emergentes do sistema de colimação primário e incidentes no cristal monocromador, apresenta uma distribuição do tipo Maxwelliana e, especificamente no canal experimental nº 10 do reator IEA-R1, o máximo do pico da distribuição está em  $\lambda_p = 1,1 \text{ \AA}^{(14)}$ .

Nessas condições, um cristal monocromador ideal é aquele que apresenta alta refletividade e, de acordo com a equação de Bragg, tenha distância interplanar tal que difracte nêutrons com comprimento de onda próximo a  $\lambda_p$ , uma vez que no presente caso  $2\theta_M$  é fixo.

Dois cristais monocromadores, que já tinham sido estudados anteriormente<sup>(28)</sup>, mostravam características convenientes para o espectrômetro de três eixos e foram comparados: o primeiro deles, um cristal de Alumínio em forma de placa com dimensões de 3" x 4" x 1", possui família de planos (111) paralelos à face de maior área; e o segundo, um cristal de Cobre com a mesma forma do anterior, nas dimensões 3" x 3" x 1/2", ainda com a família de planos (111) paralelos à face maior. A máxima intensidade refletida é aproximadamente a mesma para ambos os cristais.

Nas condições já descritas, o cristal de Alumínio (com  $d_{111}^{\text{Al}} = 2,338 \text{ \AA}$ ) difrata nêutrons monoenergéticos com comprimento de onda  $\lambda_{\text{Al}} = 1,599 \text{ \AA}$  e o cristal de Cobre (com  $d_{111}^{\text{Cu}} = 2,087 \text{ \AA}$ ) difrata nêutrons com  $\lambda_{\text{Cu}} = 1,428 \text{ \AA}$ .

O comprimento de onda no caso do Cobre é mais próximo do valor já conhecido  $\lambda_p$  do pico da distribuição; isso proporciona uma vantagem em relação ao Alumínio em cerca de 25% no número de nêutrons disponíveis para a difração. Além disso, de acordo com a forma da distribuição<sup>(14)</sup>, o comprimento de onda sendo menor no caso do Cobre, a contaminação de 2ª ordem é reduzida; em nosso caso, para o Cobre é duas vezes menor do que para o alumínio.

Por todos esses motivos, foi escolhido o cristal de Cobre (plano (111)) para monocromador no espectrômetro de três eixos.

Esse cristal foi instalado na mesa regulável fixa ao tambor, conjunto esse descrito na seção anterior, e todos os cuidados foram tomados para se obter o melhor posicionamento preliminar possível.

Posteriormente, já com a parte eletrônica de detecção de nêutrons montada e testada, foi feito o ajuste preciso do cristal monocromador, com auxílio dos três movimentos de ajuste, descritos na seção precedente. Foram efetuadas ciclicamente medidas das curvas de "rocking", movimento de balanceio e movimento de translação horizontal do monocromador, e os resultados para o último ciclo

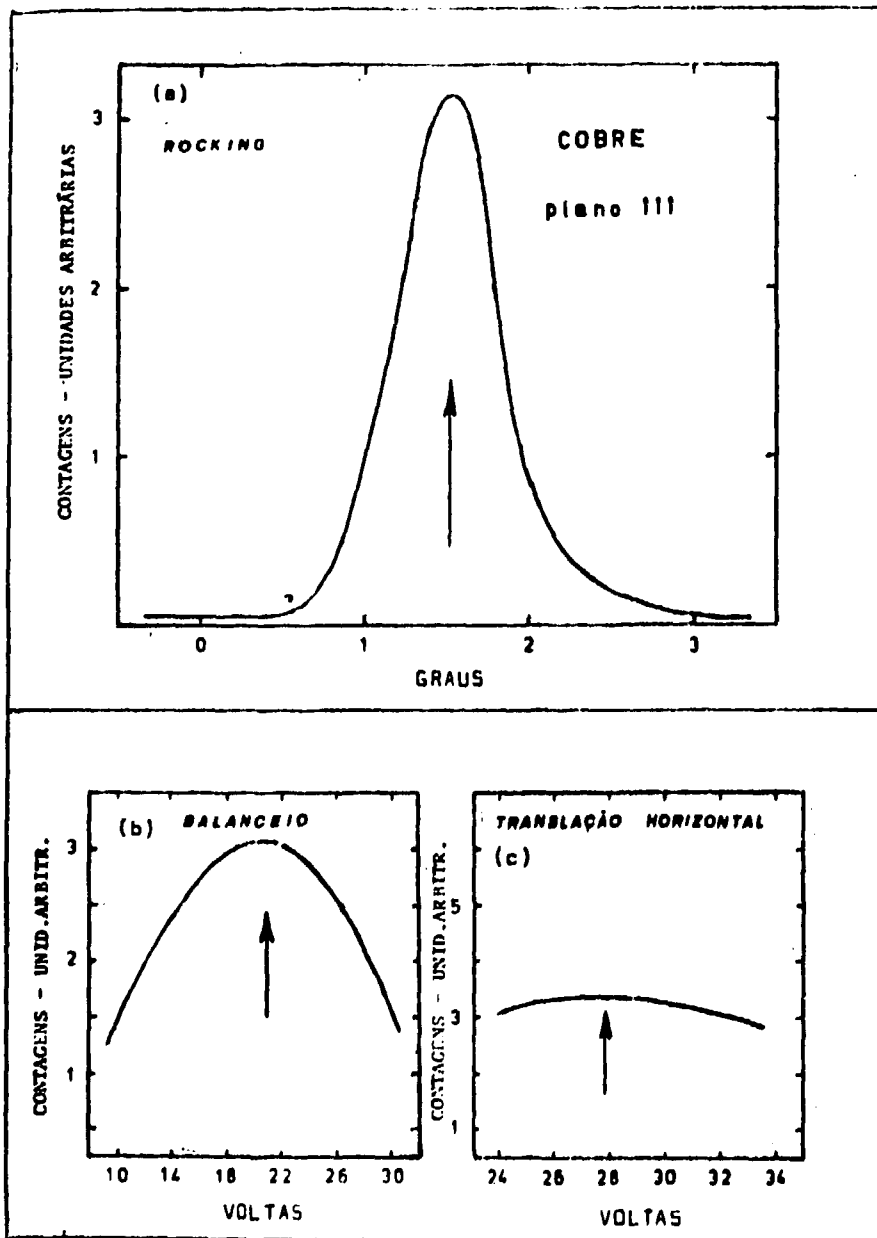


Figura 6 - Curvas para Posicionamento do Cristal Monocromador de Cobre. (a) Curva de "Rocking", (b) Movimento de Balaceio e (c) Movimento de Translação Horizontal. As Setas Indiciam as Posições Finais Escolhidas



são mostrados na Figura 6, onde as setas indicam a posição final escolhida para o posicionamento do cristal.

### III.1.2.5 – O 2º Colimador

O feixe de nêutrons térmicos monoenergéticos obtido por reflexão de Bragg no cristal monocromador de Cobre é extraído pelo canal de saída nº 1, através do 2º colimador do espectrômetro, totalmente análogo ao 1º colimador, descrito na seção III.1.2.1. A divergência angular horizontal é de 27', da mesma forma que para o 1º colimador. O fluxo de nêutrons monocromáticos, medido na posição da amostra, é da ordem de  $10^5$  nêutrons/cm<sup>2</sup>.s.

Esse colimador aloja-se perfeitamente ao interior de uma caixa receptora de latão instalada na região central de um cilindro de cimento amianto, colocado no interior do canal de saída nº 1. Para efeito de blindagem da radiação gama e nêutrons espalhados no interior da blindagem principal, todo o volume compreendido entre a região interna do tubo e externa à caixa receptora, foi preenchido com concreto de alta densidade.

Na parte externa dessa blindagem foi colocado um anel construído com um tubo de diâmetro maior, cujo interior foi preenchido com chumbo, para eliminar o possível "efeito de coroa" resultante de imperfeições nas superfícies laterais dos tubos.

### III.1.2.6 – Unidade de Monitoração do Feixe Monoenergético

Com a finalidade de controlar o fluxo de feixe de nêutrons monocromáticos durante o decorrer das experiências, foi instalado junto a saída do 2º colimador, um monitor do tipo câmara de fissão, de baixa eficiência. O monitor tem a forma de um quadrado com 4.1/2" de aresta, e região sensível circular com 4" de raio. Essa região é circunscrita ao quadrado que determina a área da seção transversal do feixe de nêutrons monocromáticos definida pelo 2º colimador, de modo que a câmara é atravessada por todo o feixe de nêutrons.

### III.1.3 – O 2º Eixo do Espectrômetro

O 2º eixo do espectrômetro é correspondente ao eixo vertical que passa pelo ponto de intersecção das linhas que definem os feixes incidente e espalhado pela amostra. A esse eixo estão associados os conjuntos de movimentação da amostra e do braço principal do espectrômetro.

Esses conjuntos de equipamentos encontram-se montados sobre uma plataforma construída em chapa de ferro de 3/4", fixa ao carro que suporta a blindagem principal, e situada junto à extremidade externa do canal de saída nº 1. Essa plataforma foi projetada de modo a permitir que todo o espectrômetro de três eixos se mova como um único conjunto, sobre os trilhos fixos ao piso do reator.

Os equipamentos de movimentação mencionados estão descritos nas seções III.1.3.1 e III.1.3.2.

#### III.1.3.1 – Sistema de Movimentação da Amostra e do Braço Principal

O movimento de giro da amostra em torno de seu eixo vertical, é feito por uma mesa de freza, cuja superfície é colocada paralelamente ao plano de espalhamento, e possui base circular com 9" de diâmetro. O movimento angular da mesa é efetuado manualmente por uma manivela de eixo horizontal e a leitura angular é feita por uma escala que permite precisão de 15".

Essa mesa foi instalada sobre uma chapa retangular de ferro fixada à plataforma descrita na abertura desta secção. Nos cantos dessa chapa retangular, encontram-se montados quatro suportes de ferro alguns milímetros mais altos que a altura total da mesa de freza, aos quais se fixou uma segunda chapa de ferro, de dimensões iguais às da primeira. Essa chapa superior apoia todo o conjunto de movimentação do braço principal do espectrômetro. A Figura 7 mostra uma vista de todo esse conjunto.

Um eixo vertical de aço, instalado no centro da mesa de freza passa por um furo existente na chapa superior; esse eixo suporta uma pequena plataforma circular projetada para apoiar a mesa goniométrica de posicionamento da amostra (veja secção III.1.3.2).

Sobre a chapa superior de ferro, apoiou-se uma segunda mesa de freza, semelhante à primeira, mas muito maior, com diâmetro de 25", e mesma precisão de leitura da anterior. Sua fixação foi efetuada de modo que seu eixo de giro ficasse na direção do 2º eixo, e portanto, concêntrico ao eixo de giro da mesa de freza menor.

Na mesa maior, foi então apoiado e fixado paralelamente, um par de vigas de ferro com perfis em forma de "I" e comprimento de 1,90 m cada uma; esse par de vigas constitui o braço principal do espectrômetro.

#### III.1.3.2 – Mesa de Ajuste da Amostra

No espectrômetro de cristal de três eixos, o posicionamento da amostra é feito por uma mesa goniométrica de fabricação polonesa, apoiada sobre a plataforma circular que é fixa ao eixo vertical preso à mesa de freza inferior. Essa mesa goniométrica possui 5 graus de liberdade:

- dois movimentos lineares executados perpendicularmente entre si, no plano horizontal, chamados "deslocamento X" e "deslocamento Y", com liberdade de até  $\pm 25$  mm em torno da posição central.
- dois movimentos angulares,  $\varphi_x$  e  $\varphi_y$ , com liberdade de  $\pm 15^\circ$  em torno da posição central, e com os centros de giro coincidentes em um ponto localizado a 100 mm da base superior da mesa.
- um movimento de rotação em torno de seu eixo vertical central (movimento de "rocking"), chamado "eixo  $\omega$ ".

A altura e o nivelamento da mesa são regulados por três parafusos fixos a sua base inferior e dispostos  $120^\circ$  uns em relação aos outros. Esses parafusos permitem um deslocamento vertical máximo de 5 mm.

De todos esses 5 graus de liberdade, os três angulares são comandados por servo-mecanismo, com um módulo de comando contendo controles que permitem a movimentação nos dois sentidos e com duas velocidades; os dois movimentos lineares são efetuados manualmente.

#### III.1.4 – O 3º Eixo do Espectrômetro

O 3º eixo do espectrômetro é o eixo vertical que passa pelo ponto de intersecção das linhas que definem os feixes incidente e espalhado pelo cristal analisador. A distância entre o 2º e 3º eixos é de 70 cm.

Os equipamentos que compõem o 3º eixo são a blindagem do sistema analisador, o 3º e 4º colimadores, o cristal analisador e as mesas para sua movimentação, além do detetor com sua blindagem própria. Esse equipamento é descrito nas secções III.1.4.1 a III.1.4.6.

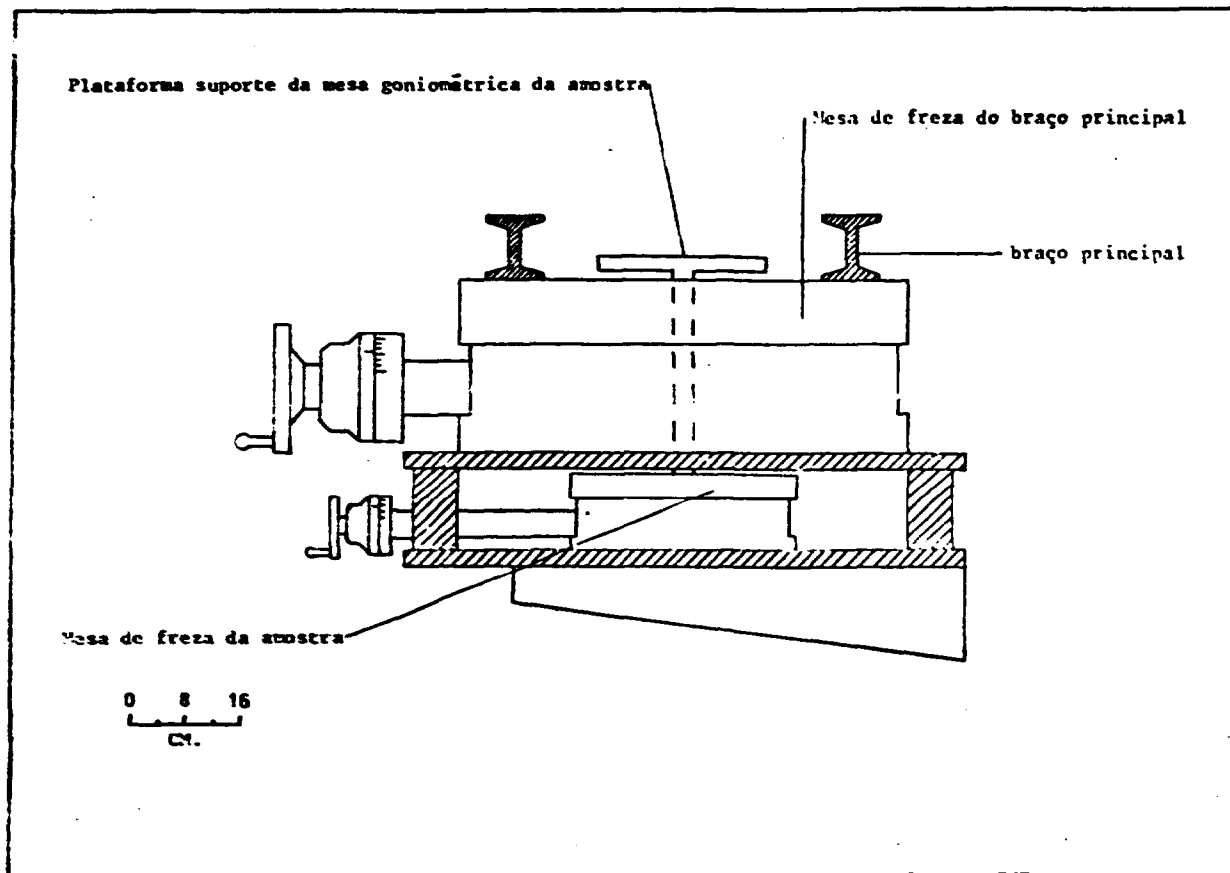


Figura 7 - Vista do Conjunto de Movimentação da Amostra e do Braço Principal do Espectrômetro

### III.1.4.1 – Sistema Analisador

Na extremidade do braço principal do espectrômetro, descrito na seção anterior, foi instalado um difratômetro de Raio-X adaptado, construído pela "Picker Corporation", EEUU. Esse difratômetro permite o movimento de rotação de sua mesa central em torno do 3º eixo  $\epsilon$ , ainda, o movimento de um pequeno braço horizontal, que convencionou-se chamar "braço do sistema analisador", colocado radialmente em relação ao mesmo eixo. Esses dois movimentos são feitos manualmente por duas pequenas manivelas acopladas a um sistema mecânico que permite a leitura dos ângulos com precisão de  $0,01^\circ$ . Uma das manivelas gira a mesa central de um ângulo que chamamos  $\omega_A$ . A segunda manivela faz girar a mesma mesa central, porém, nesse caso, conectada com o braço do sistema analisador numa relação  $\theta_A : 2 \theta_A$  onde  $\theta_A$  é o ângulo de posicionamento do cristal analisador.

Para ajuste do cristal analisador, foi instalado sobre a mesa central do difratômetro, uma pequena mesa goniométrica de fabricação polonesa. Essa mesa possui quatro graus de liberdade de movimentos, mas como um todo possui o movimento angular " $\omega_A$ " do cristal analisador ao redor do 3º eixo, que é executado por uma das manivelas de controle do difratômetro adaptado. Dos quatro movimentos possíveis dessa mesa goniométrica apenas um dos movimentos angulares,  $\varphi_x$  (ou  $\varphi_y$ ), é comandado por servo-mecanismo. Os centros de giro dos movimentos angulares são pontos coincidentes localizados a 40 mm da base superior da mesa.

Todo o sistema analisador do espectrômetro, está envolvido por uma blindagem cilíndrica de 53 cm de altura, 68 cm de diâmetro interno e 1 m de diâmetro externo, cujas paredes laterais foram preenchidas com uma mistura de parafina com borax. Esse anel de blindagem possui duas aberturas localizadas diametralmente em sua parede lateral, por uma das quais passa o 3º colimador do espectrômetro (veja seção III.1.4.2). A finalidade dessa blindagem é impedir que os nêutrons do ambiente atinjam o sistema analisador. Para reforçar sua eficiência contra nêutrons térmicos, suas paredes internas foram totalmente revestidas com folhas de Cádmiio, de 0,8 mm de espessura, elemento esse de alta seção de choque de absorção para nêutrons de baixa energia. Esse revestimento foi feito para evitar que os nêutrons rápidos do ambiente, termalizados pela parafina das paredes, entrem para o interior da blindagem. Ele é útil ainda como blindagem radiológica para os nêutrons lentos que eventualmente sigam um caminho inverso, ou seja, saiam do interior da blindagem para o ambiente.

A blindagem do sistema analisador é ainda completada por uma tampa circular, de espessura aproximada de 15 cm de parafina e borax, revestida internamente com folhas de Cádmiio. Na parte inferior, uma caixa do mesmo material foi colocada sob o sistema analisador, fixa ao braço principal.

Em vista do extenso volume dessa blindagem, foi necessária a construção de dois eixos extensores para o sistema mecânico de leitura e movimentação dos ângulos do difratômetro adaptado. Os eixos extensores apoiam-se sobre mancais de rolamentos, rigidamente fixos a uma barra presa ao braço principal. Todo o conjunto foi cuidadosamente projetado e montado de modo a manter a precisão do conjunto analisador.

Para minimizar ao máximo as tensões sofridas pela mesa de freza que movimenta o braço principal, em cuja extremidade está o conjunto analisador com toda a sua blindagem, foi colocado na outra extremidade do braço, um contra-peso composto por tijolos de chumbo apoiados sobre uma chapa de ferro presa às vigas. O equilíbrio do conjunto foi verificado pela constatação de que o movimento da mesa de freza é executado suavemente.

### III.1.4.2 – O 3º Colimador

O feixe de nêutrons espalhado pela amostra incide sobre o sistema analisador após ser definido pelo 3º colimador do espectrômetro. A menos de seu comprimento, 45 cm, esse colimador é exatamente análogo ao 2º colimador descrito na seção III.1.2.5 e possui divergência angular horizontal de  $48'$ .

Esse colimador é colocado na abertura radial feita na blindagem e seu alinhamento é feito por dois suportes: um colocado no lado externo e outro no lado interno da blindagem do sistema analisador.

#### III.1.4.3 – Cristal Analisador e seu Ajuste

Um cristal de grafite pirolítico é utilizado para analisar as energias dos nêutrons do feixe espalhado pela amostra; essa análise é feita da mesma forma que para o cristal monocromador (visto na secção III.1.2.4), ou seja, a partir do espalhamento coerente elástico, que por sua vez é governado pela equação de Bragg.

O cristal de grafite pirolítico, fabricado pela "Union Carbide Corporation", em forma de placa com 3.1/2" de largura, 2" de altura e 3/16" de espessura, possui a família de planos (002) paralela à face maior e distância interplanar  $d_{002} = 3,354 \text{ \AA}$ ; foi escolhido como cristal analisador para o espectrômetro de três eixos, principalmente por causa de sua alta refletividade<sup>(22)</sup>.

Esse cristal é posicionado sobre a pequena mesa goniométrica do sistema analisador, por meio de um berço receptor, que permite a retirada e o reposicionamento do cristal quando necessário, sem perda da reprodutibilidade de sua posição correta.

Da mesma forma que para o caso do monocromador de Cobre, o ajuste final do cristal analisador foi efetuado inicialmente pela medida da curva de "rocking". Depois com a ajuda dos dois movimentos de balanceio da cabeça goniométrica, o cristal foi colocado na posição de máxima reflexão do feixe incidente. A Figura 8 mostra a curva de "rocking" para o cristal analisador, onde a seta indica a posição final do seu ajuste.

#### III.1.4.4 – O 4º Colimador

Para definir o feixe analisado de nêutrons e também para evitar que nêutrons da radiação de fundo que conseguiram eventualmente penetrar na blindagem atinjam o detetor, foi construído o 4º colimador do tipo "Soller", semelhante aos outros três anteriores. Dimensões do 4º colimador: 10 cm de comprimento, 13 canais retangulares de 1/8" de espaçamento, separados por lâminas de bronze fosforoso de 0,6 mm de espessura; a divergência angular horizontal é de 1º49'.

O 4º colimador foi instalado em um suporte de alumínio adaptado ao braço do sistema analisador. O colimador foi alinhado e preso ao suporte, por meio de quatro parafusos fixados às suas paredes laterais.

#### III.1.4.5 – Detetor e sua Blindagem

O conjunto de detecção para o feixe analisado está fixado na extremidade do braço do sistema analisador.

O detetor utilizado é de alta eficiência para nêutrons térmicos, da marca "Tetrium", preenchido com  $^3\text{He}$  pressurizado a 4 atmosferas e possui forma cilíndrica: 2" de diâmetro e 5" de altura. Esse detetor aloja-se no interior de uma blindagem própria, constituída por um cilindro de 22 cm de altura, 10 cm de diâmetro externo e paredes de aproximadamente 2 cm, feita de uma mistura de resina com carbeto de boro, sendo este último material um excelente absorvedor de nêutrons térmicos. A superfície interna do cilindro foi revestida com uma folha fina de Cádmio para reforçar o efeito de blindagem. A blindagem é coberta por uma tampa de alumínio preenchida com a mesma mistura, e em sua parte inferior existe um orifício para passagem do cabo de alta tensão do detetor.

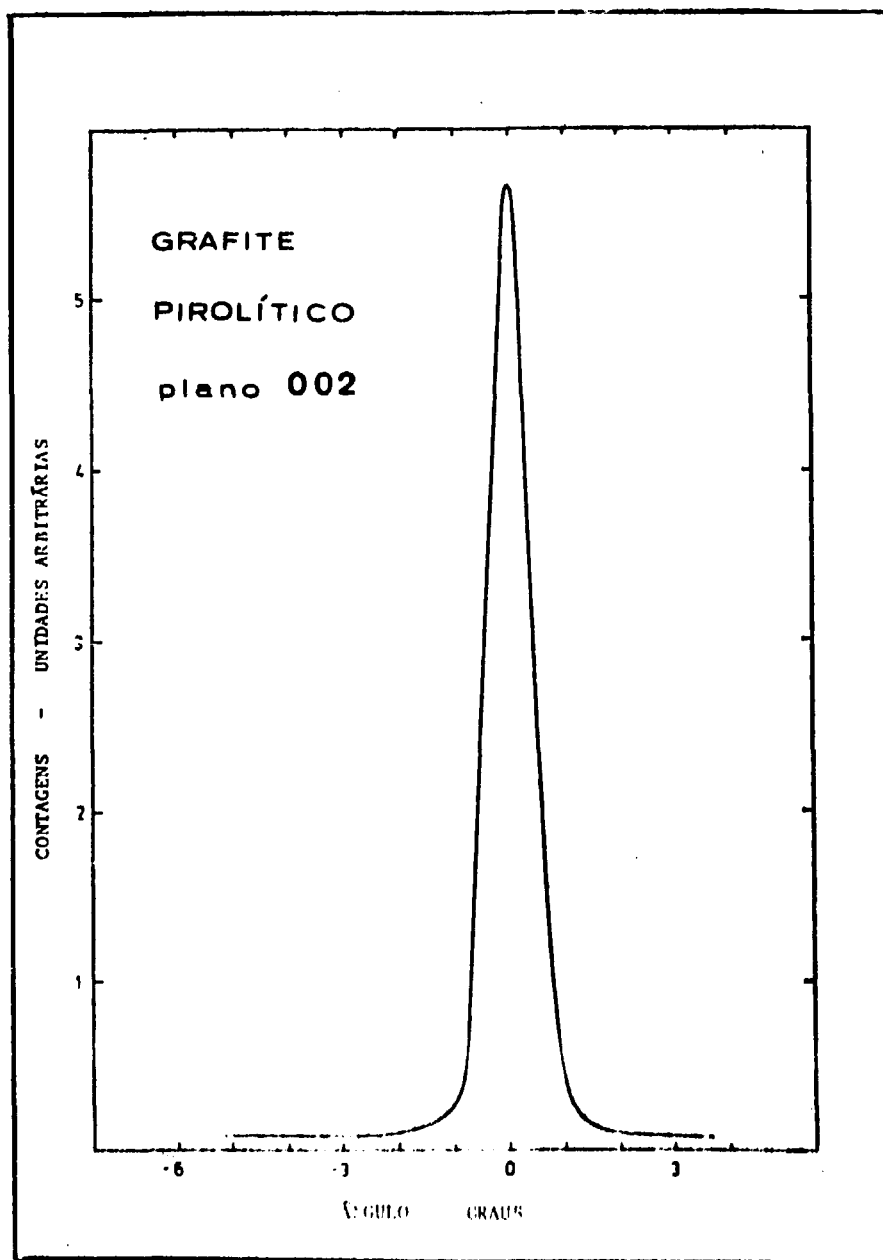


Figura 8 -- Curva de "Rocking" do Cristal Analisador de Grafite Pirolítico

Uma abertura quadrada de 45 mm de lado, feita na superfície lateral da blindagem, permite que o feixe analisado de nêutrons, emergentes do 4º colimador, atinja o detetor em sua região sensível.

### III.1.5 – Equipamento eletrônico

O equipamento eletrônico do espectrômetro de cristal de três eixos do IEA, é composto por um sistema convencional de detecção de nêutrons, possuindo dois canais de contagens: um para monitoração do feixe monoenergético incidente sobre a amostra e outro para detecção de feixe analisado.

Os módulos eletrônicos: pré-amplificadores, amplificadores, discriminadores, contadores, "timer", fontes de alta e baixa tensão e medidor de taxa de contagem, são todas unidades "Ortec", para o canal do monitor; para o canal do detetor, o amplificador e o discriminador são unidades "RIDL" e os demais módulos, unidades "Ortec". Os dados de contagens de monitor, detetor e tempo de medida, são registrados por uma impressora marca "Teletype", conectada ao equipamento através de uma unidade de controle de impressão, marca "Ortec". Um diagrama de bloco do equipamento eletrônico é mostrado na Figura 9.

### III.2 – Características Operacionais do Espectrômetro

Para a montagem final do espectrômetro de cristal de três eixos, uma série de cuidados foram tomados quanto ao posicionamento das mesas goniométricas para suporte dos cristais, quanto ao alinhamento e nivelamento dos colimadores e para a determinação precisa das origens para as posições angulares.

Tomando como ponto de partida a reta horizontal que passa pelo centro do cristal monocromador e cuja direção é a do eixo do canal de saída nº 1, foram alinhados e nivelados o 2º, 3º e 4º colimadores, bem como as mesas goniométricas da amostra e do cristal analisador.

A linha central de cada colimador foi obtida por meio da fixação de dois finíssimos fios dispostos em diagonal, em ambas as extremidades retangulares, formando um "X" em cada face. A reta que passa pelos pontos de cruzamento do par de fios em cada face, define a linha central para cada colimador.

O 2º colimador foi então alinhado utilizando um teodolito, pela focalização de cada um dos pontos centrais das faces do colimador. Por procedimento análogo foram feitos os alinhamentos do 3º e 4º colimadores. Os três colimadores foram considerados alinhados quando os seis pontos centrais às suas faces, coincidiram com o ponto central observado visualmente na luneta do teodolito.

Para alinhamento das mesas goniométricas, foram construídos dois pinos de alumínio, que se encaixam verticalmente no ponto central das mesas. Cada pino possui usinada em sua extremidade, uma pequena esfera localizada exatamente sobre o ponto de giro dos dois movimentos angulares  $\varphi_x$  e  $\varphi_y$ , de cada uma das mesas.

As mesas foram então ajustadas de modo que as esferas ficassem, sobre a linha central dos colimadores e, após efetuadas essas operações, foram executados todos os movimentos angulares das mesas, sendo constatado que as esferas não sofreram deslocamentos, por observação na luneta do teodolito; isso comprovou o perfeito alinhamento das mesas goniométricas.

#### III.2.1 – Determinação do Comprimento de Onda dos Nêutrons do Feixe Monoenergético

Na seção III.1.2.4, foi determinado teoricamente o comprimento de onda dos nêutrons do

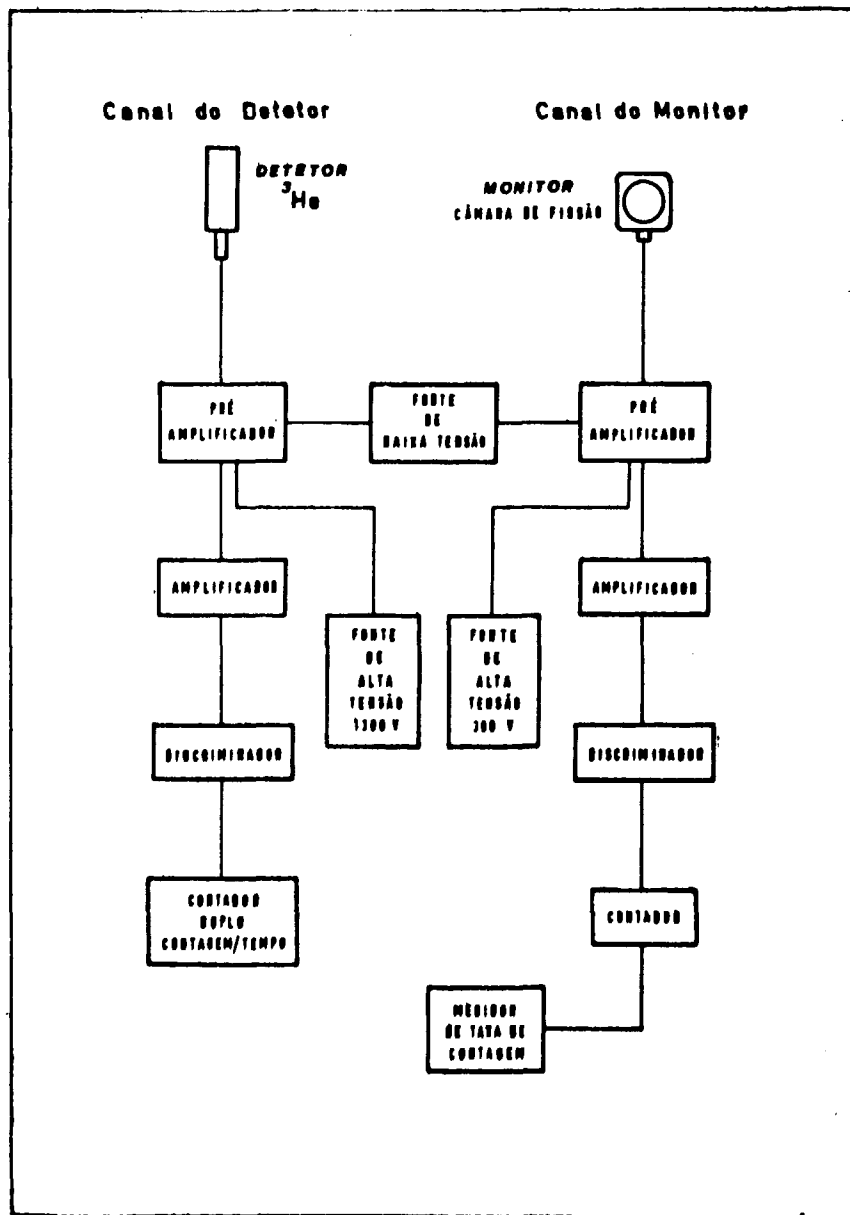


Figura 9 – Diagrama Esquemático do Equipamento Eletrônico de Contagens do Espectrômetro



feixe monocromático, obtendo-se o valor  $\lambda_0 = 1,428 \text{ \AA}$ . Entretanto decidiu-se medir esse parâmetro experimentalmente por meio da obtenção da figura de difração de uma amostra de Níquel em pó, que foi usada como padrão. Para isso, o espectrômetro de cristal de três eixos foi operado como um difratômetro de dois eixos, isto é, sem o cristal analisador e com o detetor fixo na posição angular  $2\theta_A = 0^{(21)}$ . Nesse experimento, foi também possível determinar com precisão o desvio na origem do ângulo  $\psi$  do braço principal do espectrômetro.

Num diagrama de difração, as posições angulares dos picos obtidos, dependem fundamentalmente da estrutura cristalina da amostra, do comprimento de onda dos nêutrons do feixe monocromático e evidentemente da posição da origem dos ângulos do difratômetro, uma vez que qualquer imprecisão nessa origem, causará um deslocamento nessas posições angulares.

Na montagem do espectrômetro, foram tomados todos os cuidados com o objetivo de determinar as origens com a máxima precisão; nessas condições pode-se supor que o erro nessas origens seja considerado como sendo pequeno. Dessa forma pode-se aplicar o tratamento de dados conforme a referência bibliográfica citada<sup>(21)</sup>, para se obter uma reta de calibração que fornecerá o valor de  $\lambda_0$ :

$$y = \lambda_0 - \alpha x$$

onde  $y = 2 d_{hkl} \sin \psi_i$ ,  $x = 2 d_{hkl} \cos \psi_i$ ,  $d_{hkl}$  são as distâncias interplanares dos planos da amostra de Níquel e  $2\psi_i$  as posições angulares de cada um dos picos na figura de difração medida. O coeficiente angular da reta de calibração,  $-\alpha$ , fornecerá a correção na origem dos ângulos  $\psi$  do espectrômetro; o coeficiente linear representa o comprimento da onda  $\lambda_0$  dos nêutrons do feixe monoenergético.

A Figura de difração obtida experimentalmente para o Níquel em pó pode ser vista na Figura 10. A reta de calibração obtida desses dados está mostrada na Figura 11.

O comprimento de onda dos nêutrons do feixe monoenergético obtido nessa experiência foi:

$$\lambda_0 = (1,436 \pm 0,001) \text{ \AA}$$

e a correção na origem foi de  $1'$ .

O valor do comprimento de onda e do correspondente erro experimental foram obtidos a partir do cálculo das posições angulares  $2\psi_i$  de cada um dos picos da figura de difração do Níquel em pó. Essas posições foram calculadas por triangulação dos picos da figura de difração, traçando-se duas retas em cada um deles, através de um programa de ajuste de retas pelo método dos mínimos quadrados. A reta de calibração (Figura 11) foi traçada também por mínimos quadrados.

Para determinação da correção na origem angular do sistema analisador, a experiência foi repetida, agora com o ângulo corrigido  $\psi = 0$  e a amostra de Níquel em pó na posição do cristal analisador. A experiência revelou uma correção de  $0,11^\circ$  nessa origem.

Os pequenos valores para as correções nas origens angulares, mostraram a validade do método empregado, além de comprovar a perfeita determinação preliminar das origens, durante a montagem do espectrômetro.

Por outro lado, a pequena diferença, entre o valor de  $\lambda_0$  obtido teoricamente e o valor experimental, pode ser explicada pelo fato do ângulo de monocromatização  $2\theta_M$  não ser precisamente  $40^\circ$  conforme o projeto, contendo uma certa imprecisão. O ângulo  $2\theta_M$  correto foi calculado pela

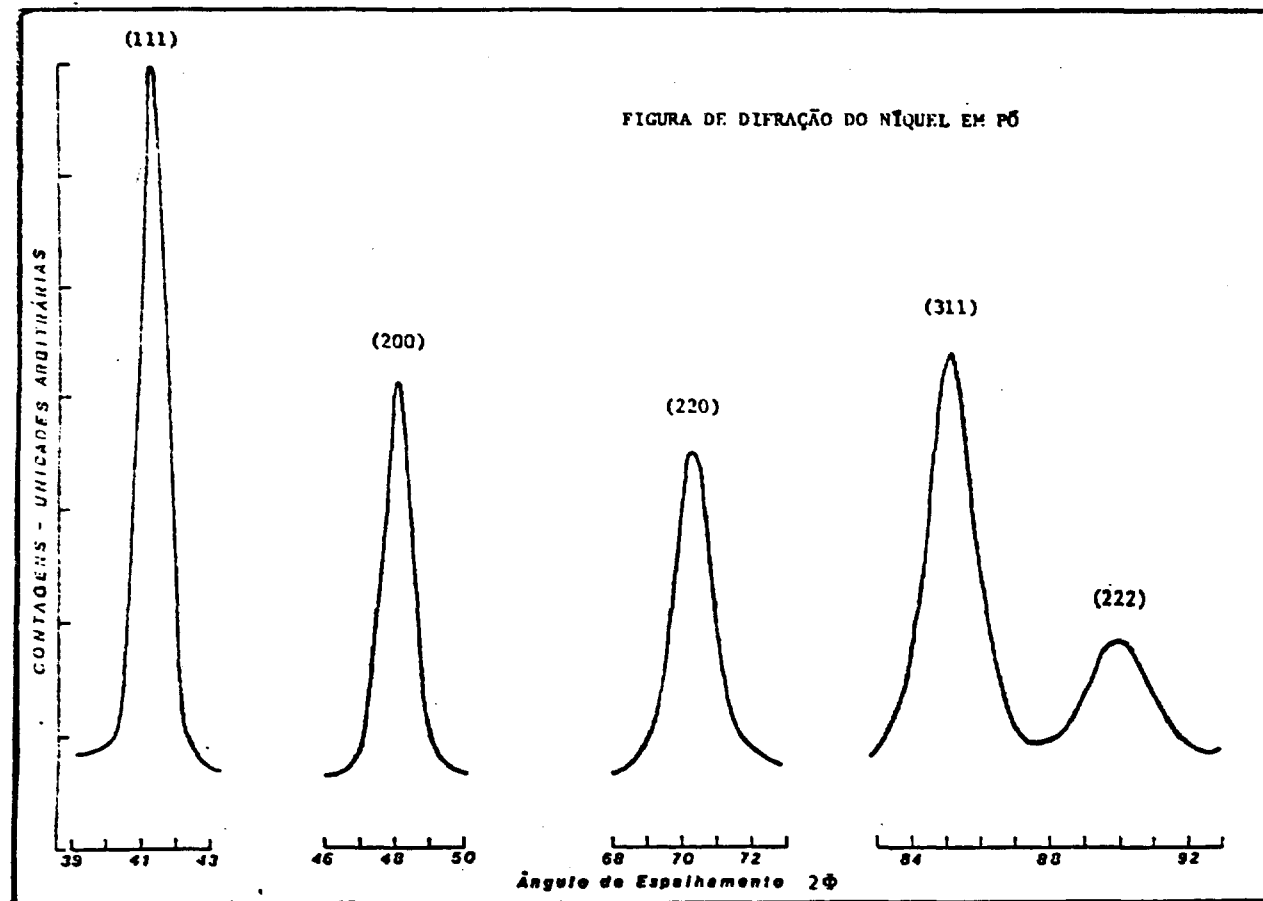


Figura 10 — Figura de Difração do Níquel em Pó, Mostrando Apenas as Regiões dos Picos

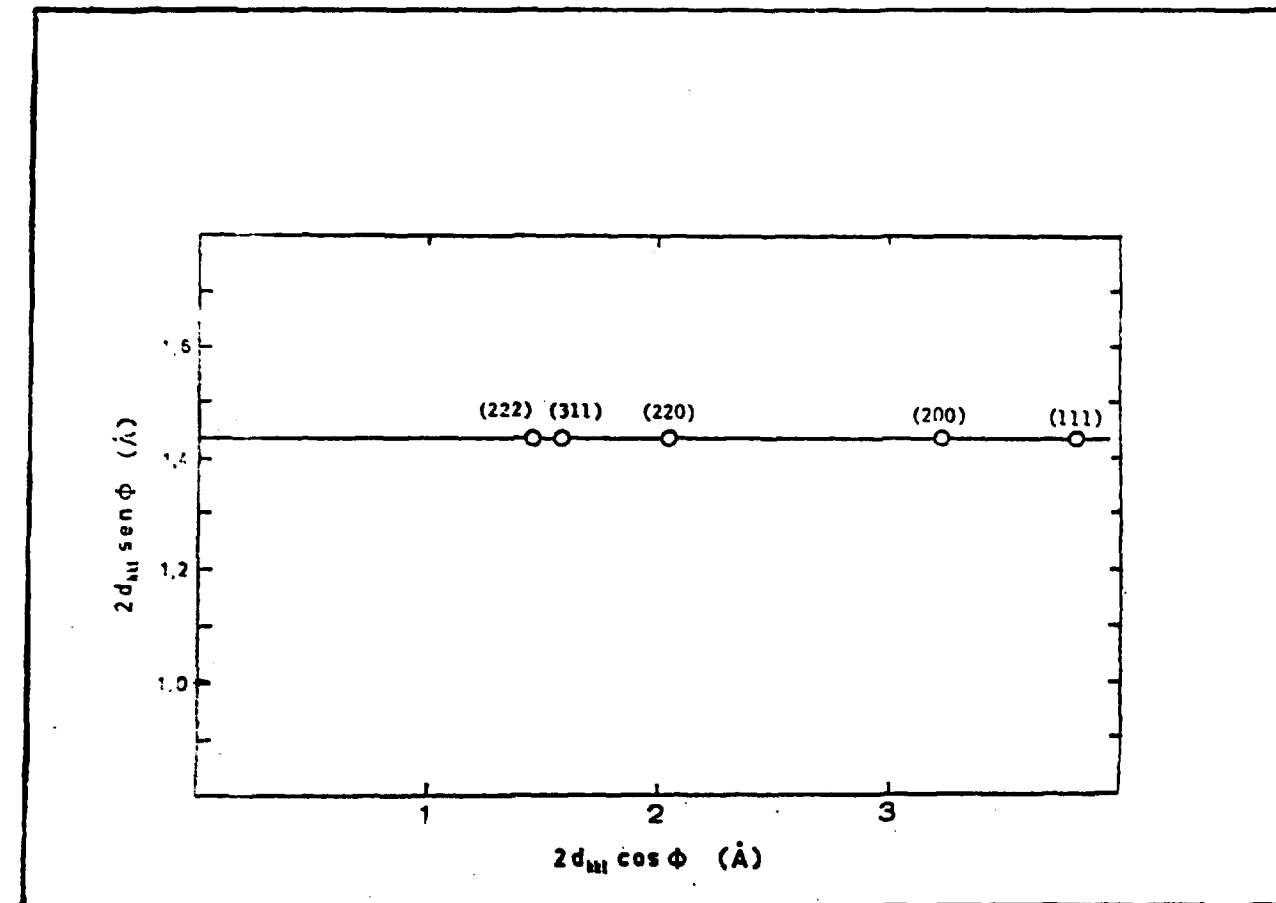


Figura 11 – Reta de Calibração do Espectrômetro, para Determinação de  $\lambda_0$

aplicação da lei de Bragg, utilizando-se o comprimento de onda  $\lambda_0$  obtido experimentalmente, tendo sido encontrado o valor  $2\theta_M = 40,24^\circ$ .

### III.2.2 – Avaliação Experimental da Resolução

Uma avaliação experimental da resolução do espectrômetro de cristal de três eixos, foi feita por meio da medida do espectro dos nêutrons espalhados por uma amostra metálica de Vanádio, para algumas posições do ângulo de espalhamento do espectrômetro<sup>(6,7)</sup>. O Vanádio é usualmente escolhido para esse tipo de determinação, pois apresenta um espalhamento essencialmente incoerente, e tem um espalhamento quase-elástico desprezível<sup>(1,24)</sup>. Nessas condições, o alargamento verificado no espectro dos nêutrons espalhados pelo Vanádio, será inteiramente decorrente da resolução instrumental do espectrômetro.

Foram medidos os espectros dos nêutrons espalhados elasticamente pela amostra de Vanádio, para os seguintes ângulos de espalhamento  $\Phi$  :  $10^\circ$ ,  $15^\circ$ ,  $30^\circ$ ,  $45^\circ$  e  $70^\circ$ , com a amostra (que tem a forma de uma placa retangular) colocada com a face maior formando em cada caso, um ângulo  $\Psi = \Phi / 2$ , em relação a direção do feixe incidente. O ângulo  $\theta_A$  do cristal analisador, foi variado em intervalos iguais ao redor da posição  $2\theta_A = 24,72^\circ$  (que corresponde a posição de detecção de nêutrons espalhados elasticamente pela amostra), para medir o alargamento em energia da linha incidente. A fim de ilustrar, o resultado obtido para  $\Phi = 30^\circ$  ( $\Psi = 15^\circ$ ) é mostrado na Figura 12.

A determinação da largura total da meia altura,  $\Delta\theta_A$ , para cada um dos picos medidos, pode ser colocada em termos da largura em frequência  $\Delta\nu$ , em unidades de THz, por meio da expressão:

$$\nu(\text{THz}) = 0.439 \frac{1}{\sin^2 \theta_A}$$

essa expressão é deduzida a partir da lei de Bragg:  $\lambda = \frac{2\pi}{k} = 2d_{002} \sin \theta_A$  e da expressão para a frequência do nêutron  $\hbar^2 k^2 / 2m_N = \hbar \nu_N$ .

A Figura 13 mostra a curva que descreve a variação da largura na meia altura (em THz) dos picos do Vanádio em função do ângulo de espalhamento; essa curva permite uma avaliação da resolução do espectrômetro.

Observando-se a curva da Figura 13, verifica-se um mínimo ao redor da posição  $\Phi = 30^\circ$ ; essa é uma informação útil para determinar a posição angular do espectrômetro, quando se deseja efetuar medidas experimentais que necessitam uma melhor resolução.

## CAPÍTULO IV

### VERIFICAÇÃO DO DESEMPENHO DO ESPECTRÔMETRO: MEDIDA DAS RELAÇÕES DE DISPERSÃO DO COBRE

A avaliação do desempenho do espectrômetro de cristal de três eixos do IEA, foi feita por meio da medida das relações de dispersão de uma amostra monocristalina de Cobre.

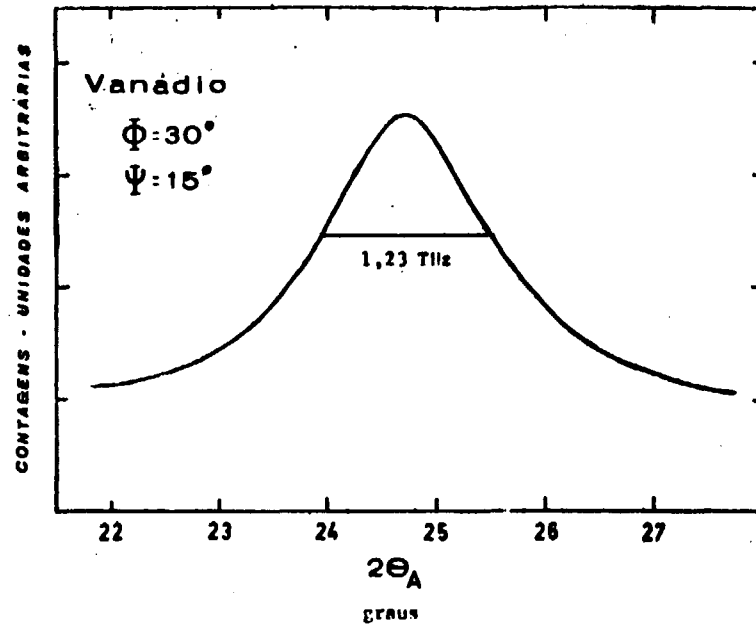


Figura 12 - Espalhamento Elástico de Nêutrons pelo Vanádio

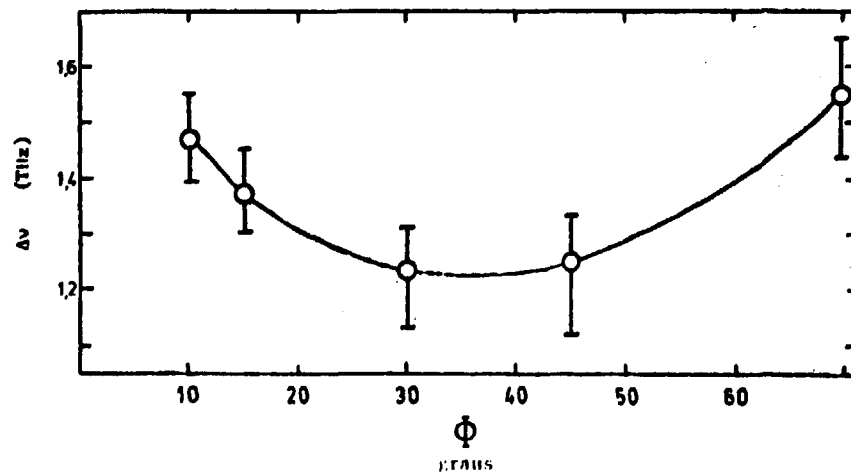


Figura 13 - Largura à Meia Altura dos Picos do Vanádio em Função do Ângulo de Espalhamento

A principal razão para a escolha do Cobre como amostra padrão, reside no fato de que para esse material são encontradas na literatura, medidas das relações de dispersão obtidas com espectrômetros de três eixos de alta precisão<sup>(20,25)</sup>. Dessa forma, o desempenho do espectrômetro do IEA, foi avaliado pela comparação direta dos resultados experimentais com aqueles existentes na literatura.

Além disso, o Cobre possui um retículo cristalino relativamente simples, ou seja, estrutura cúbica de face centrada (f.c.c), que permite algumas simplificações na análise dos resultados experimentais.

#### IV.1 – Procedimento Experimental

De acordo com as equações de conservação 9 e 10, um ponto  $(\nu, \vec{q})$  de um ramo das relações de dispersão para uma dada amostra, pode ser determinado pela medida do valor da energia  $E_1$  e do vetor de onda  $\vec{k}_1$  do nêutron espalhado, a partir do conhecimento da energia  $E_0$  e do vetor de onda  $\vec{k}_0$  do nêutron incidente.

Quando no processo de espalhamento, um modo normal de vibração dos átomos do cristal é excitado ou desexcitado, há um aumento na seção de choque coerente inelástica (equação 11) e portanto um aumento na intensidade do feixe de nêutrons espalhados. Isto significa que a frequência  $\nu$  e o vetor de onda  $\vec{q}$ , juntamente com  $E_0$ ,  $E_1$ ,  $\vec{k}_0$  e  $\vec{k}_1$ , estão satisfazendo as equações 9 e 10.

Em um espectrômetro de cristal de três eixos, a experiência é executada posicionando-se sistematicamente o espectrômetro para determinar vários valores de  $E_1$  e  $\vec{k}_1$  consequentemente várias transferências de energia e quantidade de movimento entre o nêutron e a amostra. Então, de acordo com o que foi discutido no parágrafo anterior, um pico no conjunto de medidas de intensidade do feixe de nêutrons espalhados, será obtido quando um modo normal de vibração dos átomos do cristal for atingido. Quando isso ocorre, diz-se que foi detectado um "grupo de nêutrons". A frequência do fonon será determinada pela frequência correspondente à dentróide do pico e um ramo completo da relação de dispersão será obtido pela medida de um certo número de grupos de nêutrons.

##### IV.1.1 – Método "Q-Constante"

Existem vários métodos para operar um espectrômetro de cristal de três eixos, de modo a obter experimentalmente as relações de dispersão. Entre os mais importantes estão os métodos do "Q-constante" da energia constante e o de varredura linear<sup>(10)</sup>.

Nas experiências para a medida das relações de dispersão do Cobre, o espectrômetro do IEA foi utilizado operando pelo método Q-constante, elaborado por Brockhouse, em 1961<sup>(5)</sup>. Nesse método o vetor  $\vec{Q}$ , transferência de vetor de onda, é mantido inalterado durante a medida de um grupo de nêutrons.

Várias razões contribuem para tornar o método Q-constante o mais importante e o mais utilizado método de operação para um espectrômetro de cristal de três eixos<sup>(11)</sup>. Entre essas razões está o fato do método possibilitar, através de uma análise do fator de estrutura (equação 12), a escolha da zona da rede recíproca conjugada com a escolha do modo de vibração, transversal ou longitudinal, do fonon que deverá ser predominantemente excitado (ou desexcitado) nessa zona; essa predominância por sua vez, dependerá do vetor de onda  $\vec{q}$  e dos vetores de polarização  $\vec{e}_T$  e  $\vec{e}_L$ . Isso proporciona uma grande vantagem, pois a seção de choque coerente inelástica, e portanto, a intensidade dos grupos de nêutrons a serem medidos, é diretamente proporcional ao termo  $\vec{Q}$ , e presente no fator de estrutura (vide equação 12).

Na maioria dos casos, o vetor  $\vec{Q}$  pode ser escolhido experimentalmente, de modo a ser

aproximadamente paralelo a um dos vetores de polarização e em consequência, quase perpendicular ao outro. Por exemplo, quando o vetor de polarização  $\vec{e}_L$ , do modo longitudinal é perpendicular a  $\vec{Q}$ , o vetor  $\vec{e}_T$  será paralelo a  $\vec{Q}$ ; nesse caso a secção de choque coerente será nula para o modo longitudinal e máxima para o modo transversal, por causa do produto escalar  $\vec{Q} \cdot \vec{e}$  existente na equação 12, e somente este último modo poderá ser excitado. Isso pode ser visualizado com auxílio da Figura 14, que mostra um plano da rede recíproca de uma amostra genérica, para a qual deseja-se planejar uma experiência para detecção de um fonon no ponto  $(Q_x, Q_y)$  da rede. O fonon de vetor de onda  $\vec{q}$  está se propagando na direção Y; o vetor de polarização  $\vec{e}_L$  estará então na mesma direção e o vetor  $\vec{e}_T$  na direção X. Nesse caso, em virtude do vetor  $\vec{Q}$  ser aproximadamente paralelo a  $\vec{e}_T$ , é esperado que o modo transversal seja predominantemente excitado. Esta seria então uma condição experimental favorável para a detecção de um fonon que se propague transversalmente a direção Y<sup>(26)</sup>.

Na Figura 15, é mostrado um grupo de nêutrons típico obtido na medida do processo descrito acima. A seta indica a posição da centróide do pico, ou seja, o valor da frequência  $\nu$  do fonon transversal a direção Y e que possui vetor de onda  $\vec{q}$ , permitindo a obtenção de um ponto  $(\nu, \vec{q})$  desse ramo da relação de dispersão.

O exemplo mencionado acima constitui uma segunda vantagem na utilização do método  $\vec{Q}$ -constante, que é exatamente a própria simplificação na sistemática das medidas: um ponto da relação de dispersão é obtido diretamente da determinação da centróide do pico no grupo de nêutrons medido.

Finalmente, uma última vantagem consiste em ser o método  $\vec{Q}$ -constante o único a permitir a obtenção de resultados experimentais para valores de  $\vec{Q}$  previamente selecionados, o que é extremamente conveniente na comparação dos resultados experimentais com aqueles obtidos por cálculos teóricos<sup>(11)</sup>.

#### IV.1.1.1 – Princípio do Método

Na medida de um grupo de nêutrons pelo método  $\vec{Q}$ -constante, o vetor  $\vec{Q}$  (e portanto o vetor  $\vec{q}$ ) é previamente escolhido de modo a corresponder a uma particular posição na rede recíproca e é mantido constante durante toda a medida do grupo de nêutrons. Como pode ser visto através da equação 9, o vetor de onda  $\vec{q}$  do fonon, pode sempre ser referido à 1ª zona de Brillouin, subtraindo-se de  $\vec{Q}$  o vetor apropriado  $\vec{G}$  da rede recíproca. Na Figura 16, é mostrado um exemplo de um processo típico de criação de um fonon de vetor de onda  $\vec{q}$ , referido a zona (220) e propagando-se na direção  $[00\frac{1}{2}]$ .

A operação do espectrômetro de cristal de três eixos pelo método  $\vec{Q}$ -constante, exige que os ângulos do espectrômetro — ângulo  $\Psi$  de orientação da amostra,  $\Phi$  de posicionamento do braço principal e  $\theta_A - 2\theta_B$  do cristal analisador e detetor respectivamente — sejam todos variados, de modo a satisfazer as equações 9 e 10, com a imposição de que o vetor  $\vec{Q}$  seja mantido constante.

Por outro lado, para uma total definição dos ângulos  $\Phi$  e  $\Psi$ , é necessária a escolha de uma convenção para os sentidos desses ângulos. A convenção adotada para o espectrômetro do IEA é a seguinte:  $\Phi$  positivo representa uma rotação horária de  $\vec{k}_1$  com relação a  $\vec{k}_0$ ;  $\Psi$  positivo representa uma rotação horária de um eixo arbitrário de simetria da amostra, por exemplo Y, em relação a  $\vec{k}_0$  (essas convenções são escolhidas para o caso de um observador colocado em uma posição com vista superior do espectrômetro). Essa é a convenção usualmente adotada em espectrômetro de três eixos, como por exemplo para o espectrômetro do Laboratório Nuclear de Chalk River, no Canadá<sup>(11)</sup>.

#### IV.1.1.2 – Equações para os Ângulos de Posicionamento do Espectrômetro

Geralmente, todos os espectrômetros de três eixos operam em um plano horizontal, definido como sendo o "plano de espalhamento", ou seja, o plano que contém os feixes incidente e espalhado pela amostra.

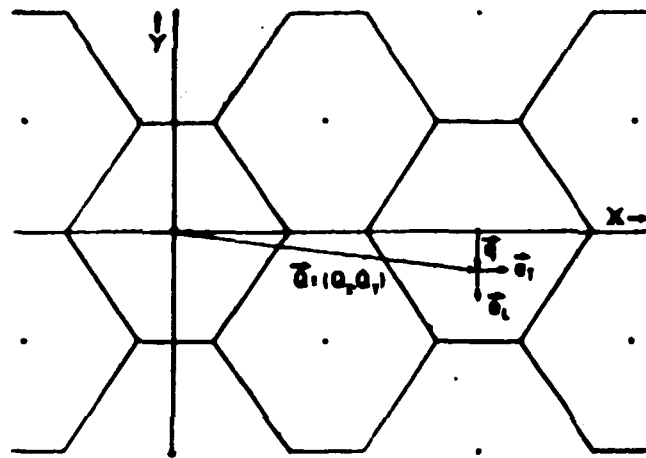


Figura 14 – Plano de uma Rede Recíproca Mostrando um Processo Típico de Espalhamento Inelástico de Nêutrons

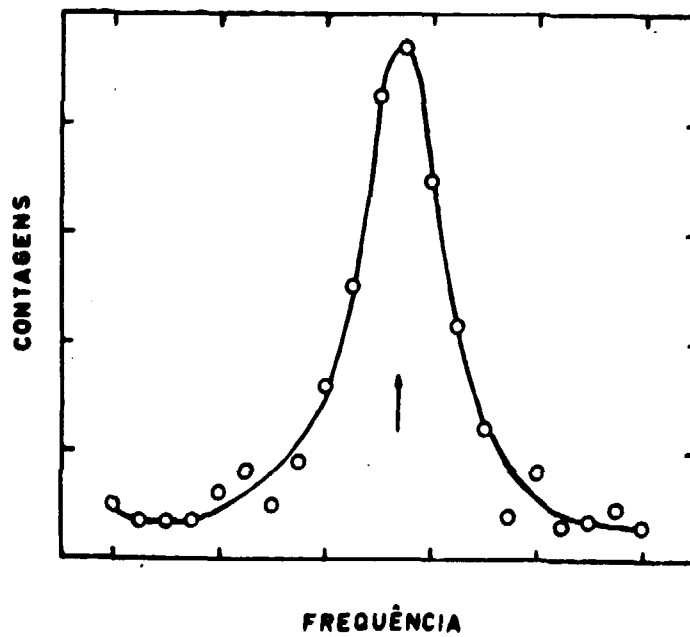


Figura 15 – Grupo de Nêutrons Medido pelo Método “ $\dot{Q}$ -constante”, Correspondente a Detecção de um Fônion Propagando-se Transversalmente à Direção Y



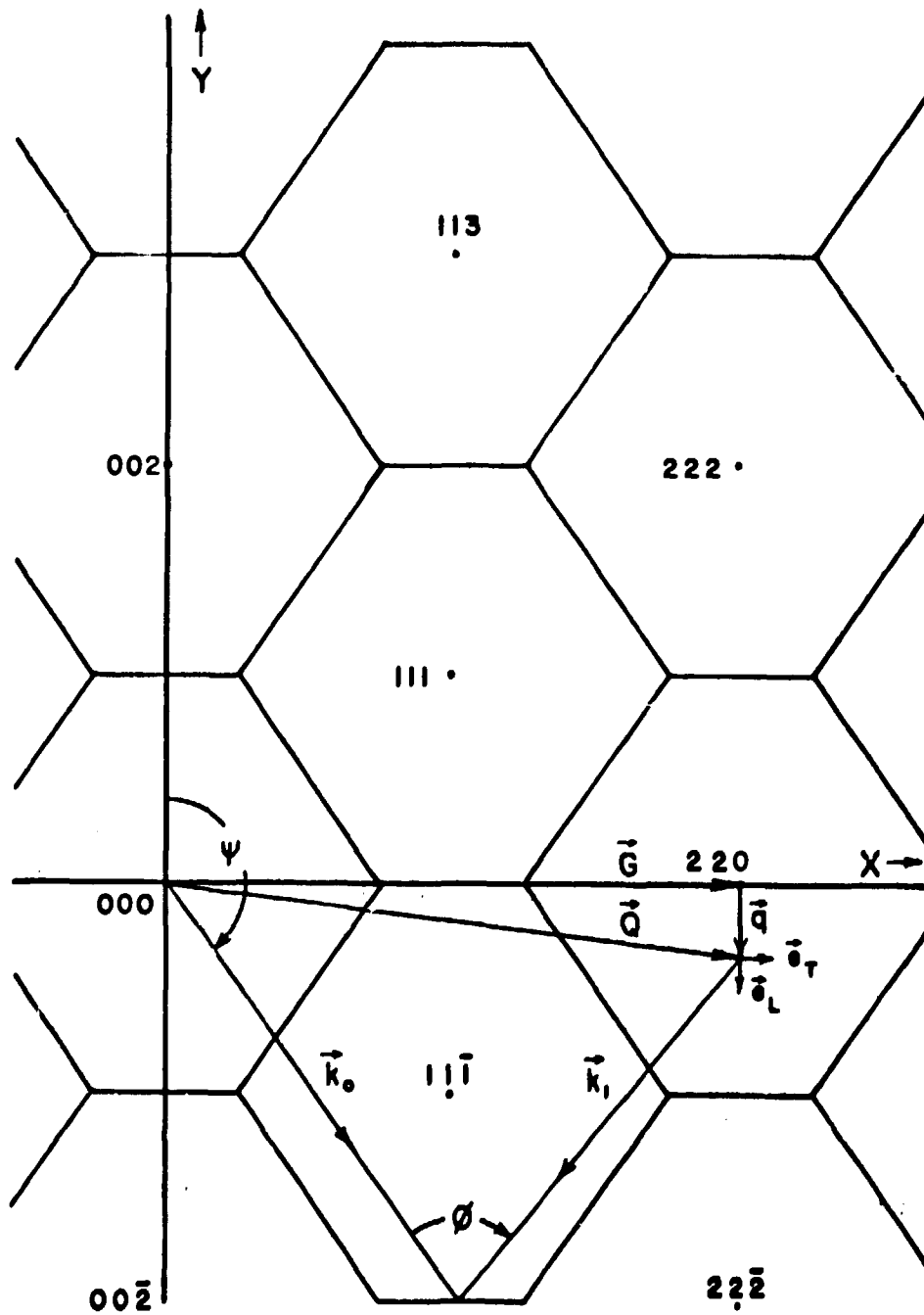


Figura 16 - Processo Típico de Criação de um Fónon de Vetor de Onda  $\vec{q}$ , Referido à Zona (220) e Propagando-se na Direção  $[00\bar{1}]$

Para obter as equações para os ângulos de posicionamento do espectrômetro, considera-se um sistema de coordenadas ortogonais (xyz), de tal forma que os eixos x e y estejam contidos no plano horizontal de operação do espectrômetro (coincidente com o plano de espalhamento) e o eixo z coincida com o eixo de rotação da amostra (2º eixo). A equação 9 poderá ser escrita em suas componentes cartesianas:

$$k_{0x} - k_{1x} = Q_x = G_x + q_x \quad 13$$

$$k_{0y} - k_{1y} = Q_y = G_y + q_y \quad 14$$

Com auxílio da Figura 17 que mostra um caso onde, segundo as convenções de sinais adotadas na seção IV.1.1.1,  $\Psi < 0$  e  $\Phi < 0$ , as equações 13 e 14 podem ser escritas em função dos ângulos do espectrômetro, na forma:

$$Q_x = -k_0 \sin \Psi - k_1 \sin (\Phi - \Psi) \quad 15$$

$$Q_y = k_0 \cos \Psi - k_1 \cos (\Phi - \Psi) \quad 16$$

Uma expressão para o ângulo  $\Phi$  é obtida a partir do triângulo formado pelos vetores  $\vec{Q}$ ,  $\vec{k}_0$  e  $\vec{k}_1$ , como mostrado na Figura 17:

$$\cos \Phi = \frac{k_0^2 + k_1^2 - R^2 Q_x^2 - Q_y^2}{2 k_0 k_1} \quad 17$$

onde foi introduzido um fator multiplicativo R na coordenada  $Q_x$ , conforme discutido no Apêndice. Para o espectrômetro do IEA, decidiu-se girar o braço principal sempre no sentido horário, o que de acordo com a convenção de sinais escolhida, resulta em ângulos  $\Psi$  sempre positivos.

Para a determinação do ângulo  $\Psi$  deve-se retornar as equações 15 e 16, evidenciando  $\cos \Psi$  em cada uma delas, da seguinte maneira:

$$\cos \Psi = \frac{k_1 \sin \Psi \cos \Phi - k_0 \sin \Psi - Q_x}{k_1 \sin \Phi}$$

$$\cos \Psi = \frac{Q_y + k_1 \sin \Psi \sin \Phi}{k_0 - k_1 \cos \Phi}$$

Igualando-se as duas últimas expressões obtém-se:

$$\sin \Psi = \frac{-R Q_x (k_0 - k_1 \cos \Phi) - Q_y k_1 \sin \Phi}{k_0^2 + k_1^2 - 2 k_0 k_1 \cos \Phi} \quad 18$$

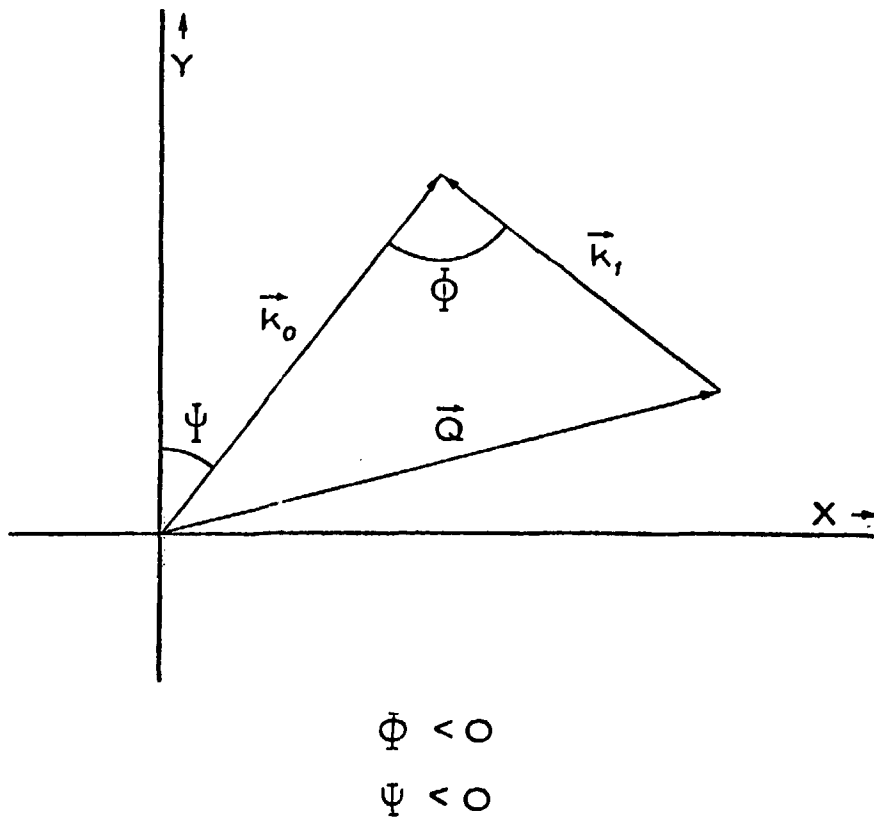


Figura 17 – Construção Vetorial para Determinação das Equações de Posicionamento do Espectrômetro

Por um procedimento análogo, obtém-se:

$$\cos \Psi = \frac{-RQ_x k_1 \sin \psi + Q_y (k_0 - k_1 \cos \psi)}{k_0^2 + k_1^2 - 2 k_0 k_1 \cos \psi} \quad 19$$

onde foi introduzido novamente o fator R. As equações 18 e 19 determinam univocamente o ângulo  $\Psi$ .

Os ângulos  $\theta_A - 2\theta_A$  do sistema analisador são obtidos com auxílio da lei de Bragg,  $\lambda_1 = 2 d_A \sin \theta_A$ , onde  $\lambda_1 = 2\pi/k_1$  e  $d_A$  é a distância interplanar da família (002) do cristal analisador de grafite pirolítico (ver secção III.1.4.3):

$$2\theta_A = 2 \arcsen \left[ \frac{\pi}{d_A k_1} \right] \quad 20$$

Dessa forma, as equações 17, 18, 19 e 20, permitem a determinação única dos ângulos  $\Phi$ ,  $\Psi$  e  $2\theta_A$  do espectrômetro, em função do módulo do vetor de onda do nêutron espalhado, uma vez que  $Q_x$  e  $Q_y$  são preseleccionados e  $k_0$  é conhecido ( $k_0 = 2\pi/\lambda_0$ ) por construção do espectrômetro (ver secção III.2.1).

#### IV.1.1.3 – Determinação do Módulo do Vetor de Onda do Nêutron Espalhado

O módulo do vetor de onda  $k_1$ , pode ser colocado em função da frequência  $\nu$  do fonon, pela condição de conservação da energia (equação 10):

$$E_0 - E_1 = h\nu \quad 21$$

$$\text{onde para o nêutron } E = \frac{\hbar^2 k^2}{2m_N} \quad 22$$

Dessa forma, substituindo a equação 22 em 21, obtém-se:

$$\frac{\hbar^2}{2m_N} (k_0^2 - k_1^2) = h\nu$$

$$k_1 = \sqrt{k_0^2 - \frac{4\pi m_N}{\hbar} \nu} \quad 23$$

Para a determinação de  $k_1$ , é necessário o conhecimento prévio da ordem de grandeza da frequência do fonon ( $\nu$ ). Entretanto, se isso não for possível, como no caso de uma medida inédita, um grupo de nêutrons é medido variando-se ponto a ponto a frequência  $\nu$ , em intervalos iguais e para um determinado  $\Omega$  (ou  $q$ ), até que se obtenha o pico na medida da intensidade de nêutrons espalhados pela amostra, correspondendo a um pico no grupo de nêutrons.

#### IV.1.2 – Amostra e sua Orientação

A amostra monocristalina de Cobre utilizada tem a forma de um cilindro com 1" de diâmetro e 3" de altura e possui eixo de zona  $\langle 110 \rangle$  paralelo ao eixo do cilindro. Para o Cobre o parâmetro da rede é  $a_{Cu} = 3,61496 \text{ \AA}$ .

Para a obtenção da orientação angular da amostra (ângulo  $\Psi$ ) em relação ao vetor de onda  $\vec{k}_0$  do nêutron incidente, foram calculados os ângulos de posicionamento do espectrômetro no caso particular do espalhamento coerente elástico (espalhamento de Bragg) de nêutrons pelos planos cristalinos da amostra.

No caso de espalhamento de Bragg,  $|\vec{k}_0| = |\vec{k}_1|$  as equações de conservação 9 e 10 reduzem-se à seguinte forma:

$$\vec{k}_0 - \vec{k}_1 = \vec{Q} = \vec{G}$$

$$E_0 = E_1$$

Nessas condições as expressões 17, 18 e 19 podem ser escritas como:

$$\cos \psi = \frac{2k_0^2 - R^2 Q_x^2 - Q_y^2}{2k_0^2}$$

$$\sin \Psi = \frac{-RQ_x (1 - \cos \psi) - Q_y \sin \psi}{2k_0 (1 - \cos \psi)}$$

$$\cos \Psi = \frac{-RQ_x \sin \psi + Q_y (1 - \cos \psi)}{2k_0 (1 - \cos \psi)}$$

A partir dessas equações, foram calculadas as posições angulares do espectrômetro para detecção dos feixes de nêutrons que sofreram espalhamento coerente elástico pelos planos (002), (111), (220), (222) e (113) da rede do Cobre. Os resultados dos cálculos dos ângulos estão apresentados na Tabela I.

Tabela I

Plano	$Q_x$	$Q_y$	$RQ_x$	$(RQ_x)^2$	$(Q_y)^2$	$\psi$	$\Psi$
002	0	2	0	0	4	46° 46' 46"	- 66° 36' 38"
111	1	1	$\sqrt{2}$	2	1	40° 13' 00"	-124° 37' 12"
220	2	0	$2\sqrt{2}$	8	0	68° 18' 29"	-145° 50' 24"
222	2	2	$2\sqrt{2}$	8	4	86° 52' 48"	-101° 18' 00"
113	1	3	$\sqrt{2}$	2	9	82° 20' 38"	- 74° 04' 12"

$Q_x$  e  $Q_y$  em unidades de  $2\pi/a_{Cu} \text{ \AA}^{-1}$

A construção vetorial para cada uma dessas reflexões é mostrada na Figura 18.

Para efetuar a medida das intensidades dos nêutrons que sofreram espalhamento de Bragg na amostra, o cristal analisador foi colocado na posição angular  $2\theta_A = 24,72^\circ$ , calculada a partir da equação 20 com  $k_0 = k_1$ .

Para identificação da reflexão do plano (002), a mesa do braço principal e a mesa de freza da amostra foram colocadas nas posições  $\psi$  e  $\Psi$  calculadas e a amostra foi colocada sobre a mesa goniométrica, com eixo de zona  $\langle 111 \rangle$  coincidente com o eixo vertical das mesas. Nessas condições, variando-se os ângulos  $\omega$ ,  $\varphi_x$  e  $\varphi_y$  (veja secção III.1.3.2) foram feitas iterativamente medidas das intensidades dos nêutrons espalhados, até que se obtivesse a máxima intensidade refletida por esse plano (plano (002)).

Uma vez identificado a reflexão do plano (002) e efetuado o ajuste mencionado acima, colocou-se as mesas nas posições angulares  $\psi$  e  $\Psi$  relativamente as posições dos outros planos, conforme já calculado (Tabela I). Os feixes de nêutrons com  $k_0 = k_1$ , difratados por espalhamento de Bragg em cada plano discriminado na Tabela I, foram identificados experimentalmente com a amostra de Cobre, tendo sido conseguida ótima reprodutibilidade, obtendo-se um máximo de intensidade para cada reflexão exatamente nas posições calculadas.

Convém salientar que após passar de uma posição para outra, correspondendo a um outro plano difrator, efetuou-se o ajuste de máximo de intensidade para esse novo plano (variando os ângulos  $\omega$ ,  $\varphi_x$  e  $\varphi_y$ ) da mesma maneira como foi feito inicialmente para o plano (002).

Finalmente, em seguida a identificação dos 5 planos do Cobre considerados, efetuou-se uma média para as posições finais de ajuste  $\omega^F$ ,  $\varphi_x^F$  e  $\varphi_y^F$ , o que garante a verticalidade do eixo de zona  $\langle 111 \rangle$  da amostra ao se efetuar o giro da mesma, para atingir qualquer plano de reflexão desejado.

Todos os ótimos resultados experimentais obtidos durante essa orientação da amostra, revelam a consistência das equações e parâmetros utilizados, bem como a precisão de movimentos do espectrômetro de três eixos do IEA.

A curva de "rocking" da amostra para a reflexão do plano (111), está mostrada na Figura 19. Pode observar-se da figura, que a largura da curva é estreita, demonstrando que o cristal possui perfeição suficiente para permitir medidas de pontos da relação de dispersão em posições próximas da origem das zonas de Brillouin.

## IV.2 – Resultados Experimentais e Discussão

Foram medidas as relações de dispersão do Cobre à temperatura ambiente, para fonons acústicos (veja secção II.2) propagando-se de maneira transversal e longitudinal em relação às direções de mais alta simetria do cristal, ou seja, direções  $[00\xi]$ ,  $[\xi\xi 0]$  e  $[\xi\xi\xi]$ . Essas direções numa rede recíproca da estrutura f.c.c. como é o caso do Cobre, são chamadas  $\Delta$ ,  $\Sigma$  e  $\Lambda$  respectivamente (ver Apêndice – Figura A1), segundo a notação de Koster<sup>(19)</sup>.

De acordo com essa notação, a posição de um ponto no plano da rede recíproca é definido em termos de uma quantidade denominada "módulo do vetor de onda reduzido", dado pela relação  $\xi = k^2/q_{\max}$ , onde  $q_{\max}$  representa a distância do centro ao limite da zona de Brillouin, para cada direção de simetria do cristal.

### IV.2.1 – Medida dos Grupos de Nêutrons

Como exemplo, será feita a descrição do procedimento para calcular o valor dos ângulos para

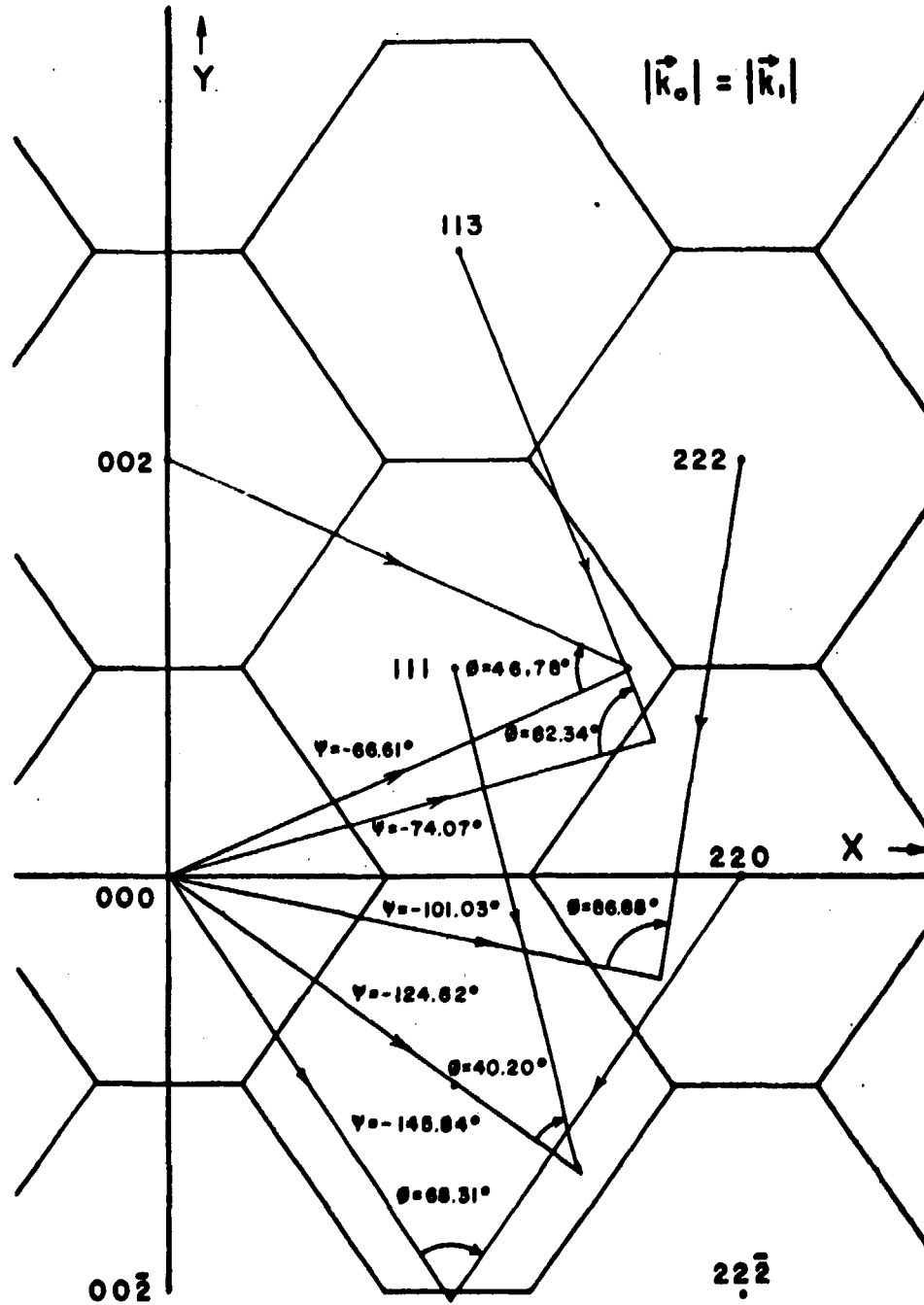


Figura 18 — Plano  $(110)$  da Rede Recíproca de Cobre com as Construções Vetoriais da Lei de Bragg para os Planos Listados na Tabela I

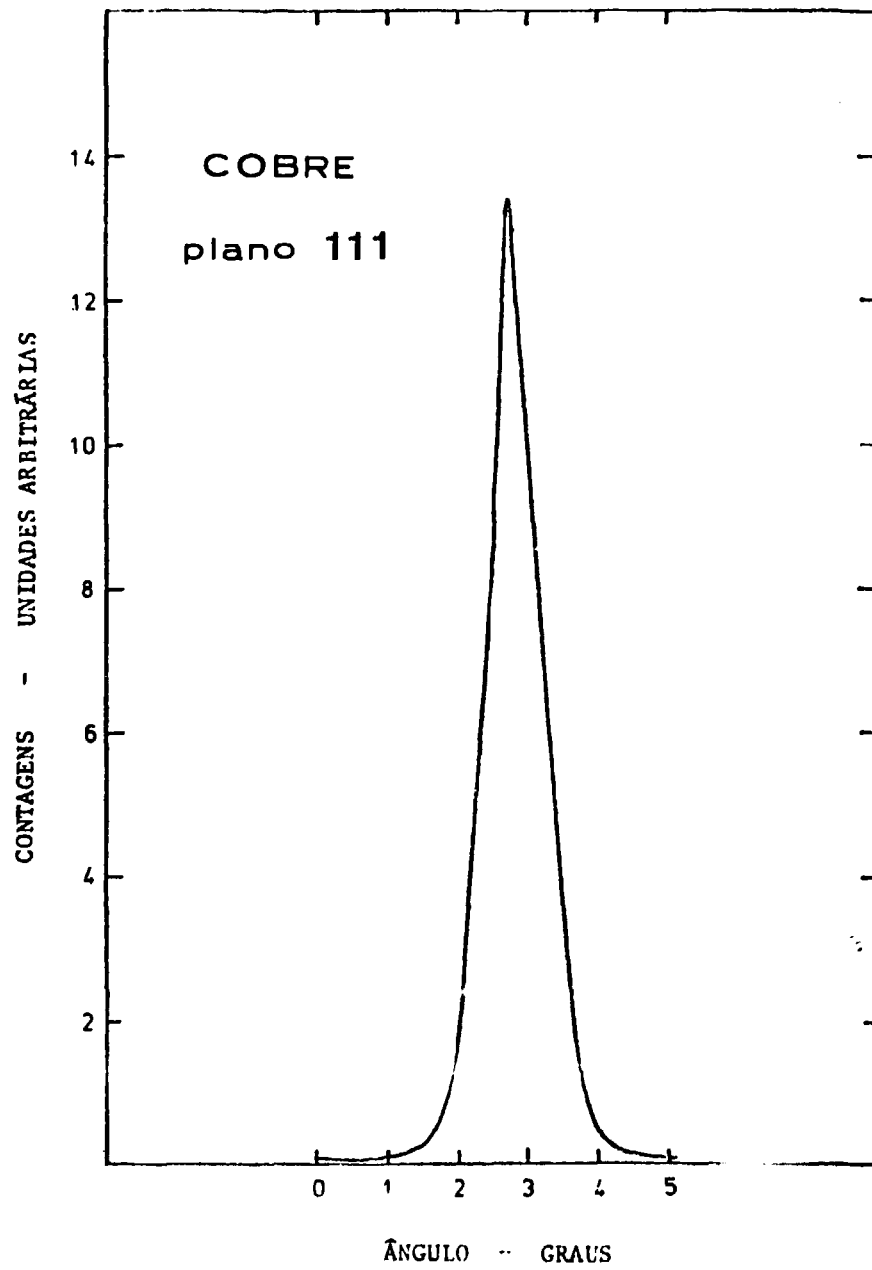


Figura 19 - Curva de "Rocking" Referente ao Plano (111) da Amostra de Cobre



posicionamento do espectrômetro, visando a medida de um grupo de nêutrons correspondente a um fonon propagando-se transversalmente à direção de simetria  $\Delta \equiv [00\xi]$  (denominada  $[00\xi]T$ ); a posição escolhida refere-se a um fonon que possui módulo do vetor de onda reduzido  $\xi = 0,35$  e corresponde ao ponto  $(Q_x, Q_y) = (2,0; -0,35)$  do plano da rede recíproca. O valor encontrado na literatura<sup>(25)</sup> para a frequência desse fonon é  $\nu = 2,64 \pm 0,04$  THz.

Para definir o intervalo de medida, foi escolhido um intervalo conveniente, centrado em torno da frequência dada na literatura, composto por 21 valores de frequência; especificamente para a frequência já mencionada o intervalo escolhido foi de 1,60 a 3,60 THz com incrementos sucessivos de 0,10 THz. Para cada um desses valores de frequência, foi calculado o módulo do vetor de onda  $k_1$  do nêutron espalhado a partir da equação 23, e também, os ângulos  $\Phi$ ,  $\Psi$  e  $2\theta_A$  de posicionamento do espectrômetro a partir das equações 17, 18, 19 e 20. Os valores calculados são mostrados na Tabela II, enquanto que, na Figura 20 estão marcados os vetores  $\vec{k}_0$  e  $\vec{k}_1$  e os ângulos  $\Phi$ ,  $\Psi$  e  $2\theta_A$  para a primeira e última posições desse particular intervalo de frequências considerado.

Para cada um dos valores de frequência marcados na Tabela II, o espectrômetro foi posicionado e efetuou-se a medida da intensidade do feixe espalhado, sempre para um valor pré-estabelecido de contagens do monitor (80.000 contagens). Para cada ponto, o tempo de medida foi de aproximadamente 30 minutos. Nas últimas colunas dessa tabela estão apresentados os valores das contagens obtidas e os respectivos erros estatísticos definidos como a raiz quadrada do número de contagens.

A partir dos resultados da Tabela II, construiu-se a figura do grupo de nêutrons, colocando-se em um gráfico a frequência na abcissa e as contagens na ordenada. A Figura 21 mostra o gráfico do grupo de nêutrons construído com os dados da Tabela II.

Por meio do procedimento descrito na seção IV.1, determinou-se a centróide do pico e a frequência correspondente  $\nu = 2,67 \pm 0,05$  THz para o fonon em estudo (direção  $[00\xi]T$  com  $\xi = 0,35$ ). Esse valor concorda, dentro do erro experimental, com a frequência encontrada na literatura. Isso indica que o espectrômetro está em condições de medir outros grupos de nêutrons, correspondentes a frequência de fonons propagando-se nessa mesma direção, para completar o ramo  $[00\xi]T$  das relações de dispersão.

A mesma sistemática foi adotada para a medida dos grupos de nêutrons nas outras direções de simetria. A Figura 22 mostra as posições da rede recíproca do Cobre nas quais esses grupos de nêutrons foram medidos. Nessa figura os pontos A1, A2, A3, A4 e A5 correspondem aos pontos da direção de simetria  $[00\xi]T$ , cujos vetores de onda reduzidos possuem módulos  $\xi = 0,20; 0,35; 0,50; 0,65$  e  $0,80$  respectivamente; os pontos B1 e B2 para a direção  $[00\xi]L$  com  $\xi = 0,20$  e  $0,40$ ; o ponto C1 para a direção  $[\xi\xi 0]T_2$  com  $\xi = 0,30$ ; os pontos D1, D2 e D3 para a direção  $[\xi\xi 0]L$  com  $\xi = 0,20; 0,40$  e  $0,60$  e finalmente os pontos E1, E2 e E3 para a direção  $[\xi\xi\xi]T$  com  $\xi = 0,20; 0,30$  e  $0,40$ . O critério adotado para escolha desses pontos da rede recíproca, foi estabelecido levando-se em conta a dependência da intensidade dos grupos de nêutrons com o fator  $\Omega$ , e, conforme discutido na seção IV.1.1.

Os grupos de nêutrons medidos nas posições da rede recíproca indicadas na Figura 22, correspondentes às três direções de simetria do cristal de Cobre, são apresentados nas Figuras de 23 a 31. Nessas figuras, estão indicadas a direção de simetria, o modo de vibração T ou L, o módulo do vetor de onda reduzido  $\xi$  e o carácter alfanumérico (A1, B2, etc.). Esses caracteres indicam as posições da rede recíproca nas quais os grupos de nêutrons foram medidos, em correspondência com a Figura 22. As curvas sobre os pontos experimentais foram traçadas à mão, não correspondendo portanto a nenhum ajuste calculado. Em cada figura está também indicada a frequência  $\nu$  associada a cada grupo de nêutrons e obtida a partir da determinação da centróide do pico. Nas Figuras 30 e 31 (grupos de nêutrons E1 e E2) podem ser vistos à direita dos picos de fonons, os chamados "picos espúrios", que ocorrem em medidas de processos de um fonon com o espectrômetro de cristal de três eixos, e são resultado de contaminações de ordens superiores nos cristais monocromador e analisador<sup>(10,11)</sup>; os picos espúrios podem ser distinguidos dos picos de fonons principalmente por sua alta intensidade e simetria.

Tabela II

Tabela das Posições Angulares do Espectrômetro para Medida de um Grupo de Nêutrons.  
 Nas Duas Últimas Colunas Estão Listadas as Contagens Obtidas (N) e os Respetivos  
 Erros Estatísticos N. O Gráfico desse Grupo de Nêutrons está Mostrado na  
 Figura 21. ( $k_1$  em Unidades de  $2\pi/a_c \text{ \AA}^{-1}$ )

$\nu$ (THz)	$k_1$	$2\theta_A$	$\Phi$	$\Psi$	N	$\sqrt{N}$
1,6	2,299	27,10°	72° 22'06"	212° 42'08"	249	16
1,7	2,258	27,27°	72° 35'30"	213° 02'10"	234	15
1,8	2,270	27,45°	72° 49'54"	213° 23'36"	234	15
1,9	2,256	27,63°	73° 03'22"	213° 43'35"	234	15
2,0	2,241	27,83°	73° 17'49"	214° 04'58"	262	16
2,1	2,226	28,02°	73° 32'18"	214° 26'20"	281	17
2,2	2,212	28,21°	73° 45'51"	214° 46'15"	248	16
2,3	2,197	28,40°	74° 00'24"	215° 07'33"	288	17
2,4	2,181	28,61°	74° 15'57"	215° 30'15"	358	19
2,5	2,166	28,81°	74° 30'35"	215° 51'30"	451	21
2,6	2,151	29,02°	74° 45'15"	216° 12'44"	624	25
2,7	2,136	29,23°	74° 59'57"	216° 33'57"	670	26
2,8	2,120	29,45°	75° 15'41"	216° 56'32"	547	23
2,9	2,104	29,68°	75° 31'27"	217° 19'06"	414	20
3,0	2,089	29,91°	75° 46'17"	217° 40'14"	322	18
3,1	2,073	30,14°	76° 02'10"	218° 02'45"	240	15
3,2	2,057	30,38°	76° 18'06"	218° 25'14"	280	17
3,3	2,041	30,63°	76° 34'05"	218° 47'42"	231	15
3,4	2,024	30,88°	76° 51'08"	219° 11'32"	236	15
3,5	2,008	31,14°	77° 07'14"	219° 33'57"	247	16
3,6	1,992	31,40°	77° 23'24"	219° 56'20"	233	15

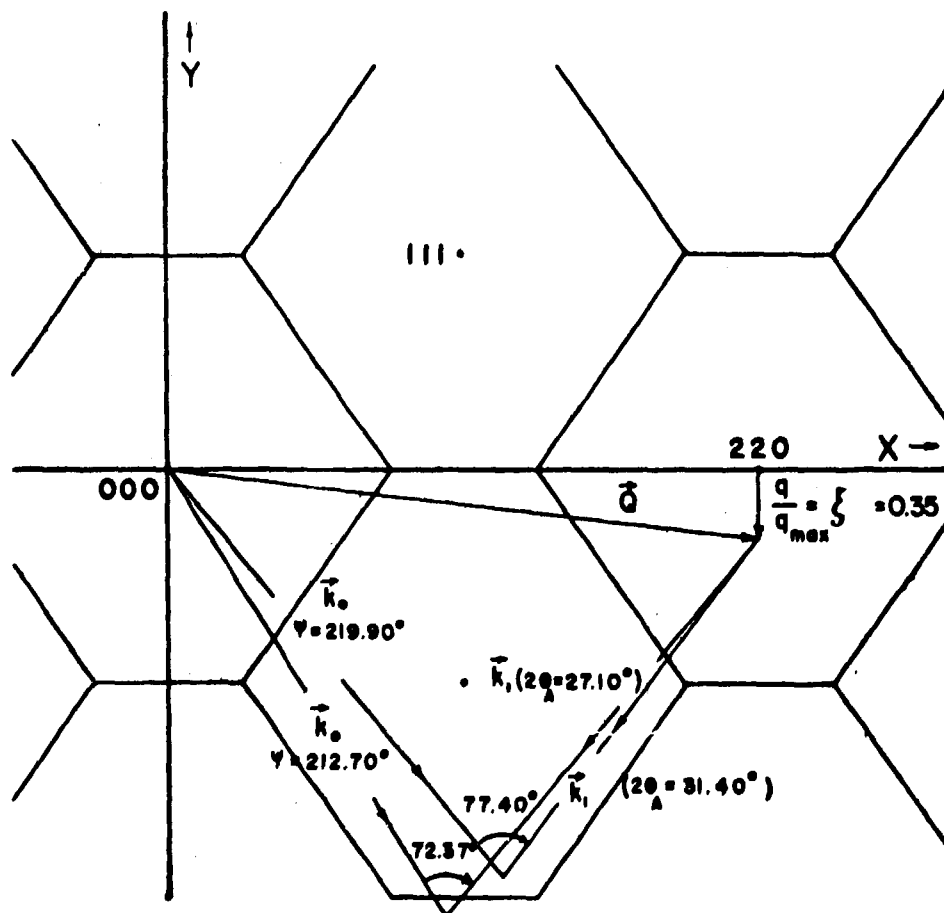


Figura 20 - Plano (110) da Rede Recíproca do Cobre Mostrando as Construções Vetoriais para as Posições Extremas da Medida de um Grupo de Nêutrons Realizada pelo Método  $\Omega$ -Constante. O Exemplo Mostrado é Referente à Determinação da Frequência de um Fônons Transversal à Direção [00 $\bar{1}$ ]

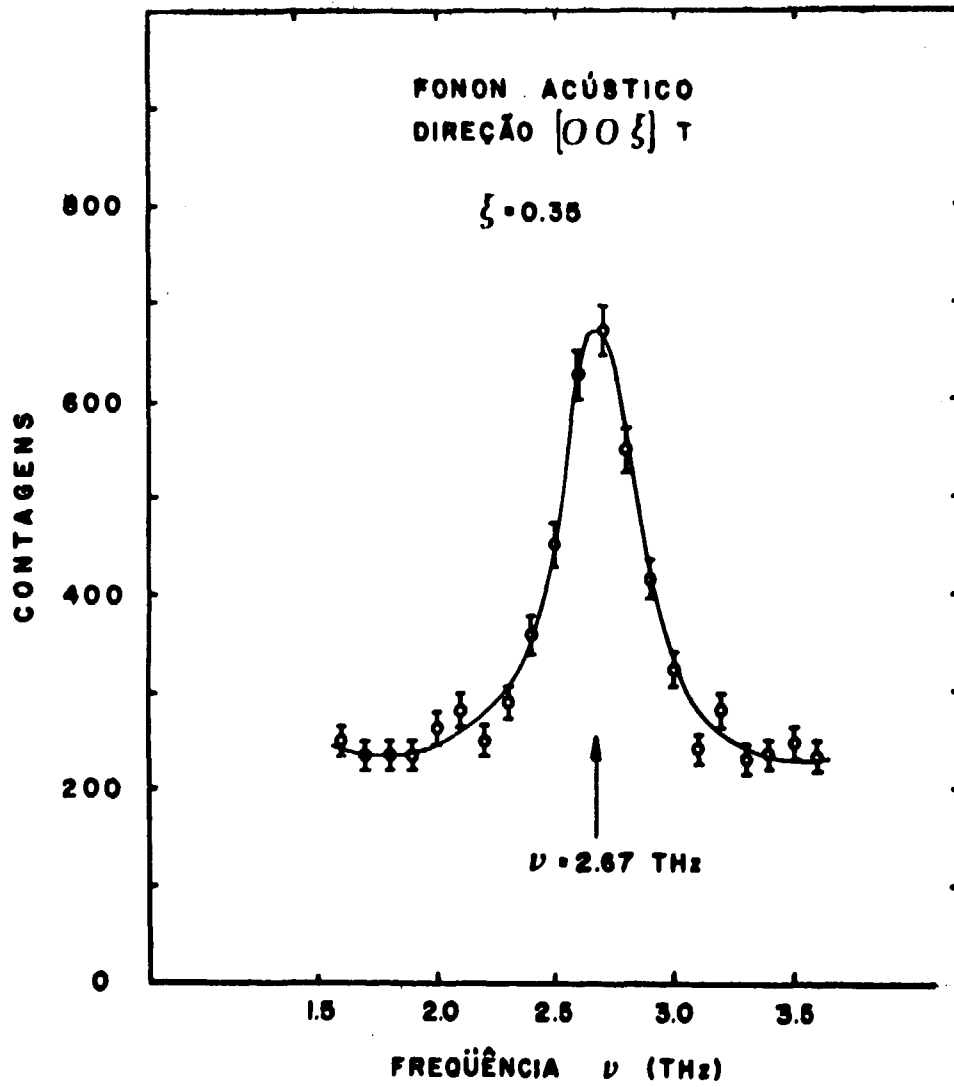


Figura 21 - Um Grupo de Nêutrons Típico Obtido pelo Método  $\hat{Q}$ -Constante para um Fonon Acústico Propagando-se Transversalmente à direção  $[00\xi]$

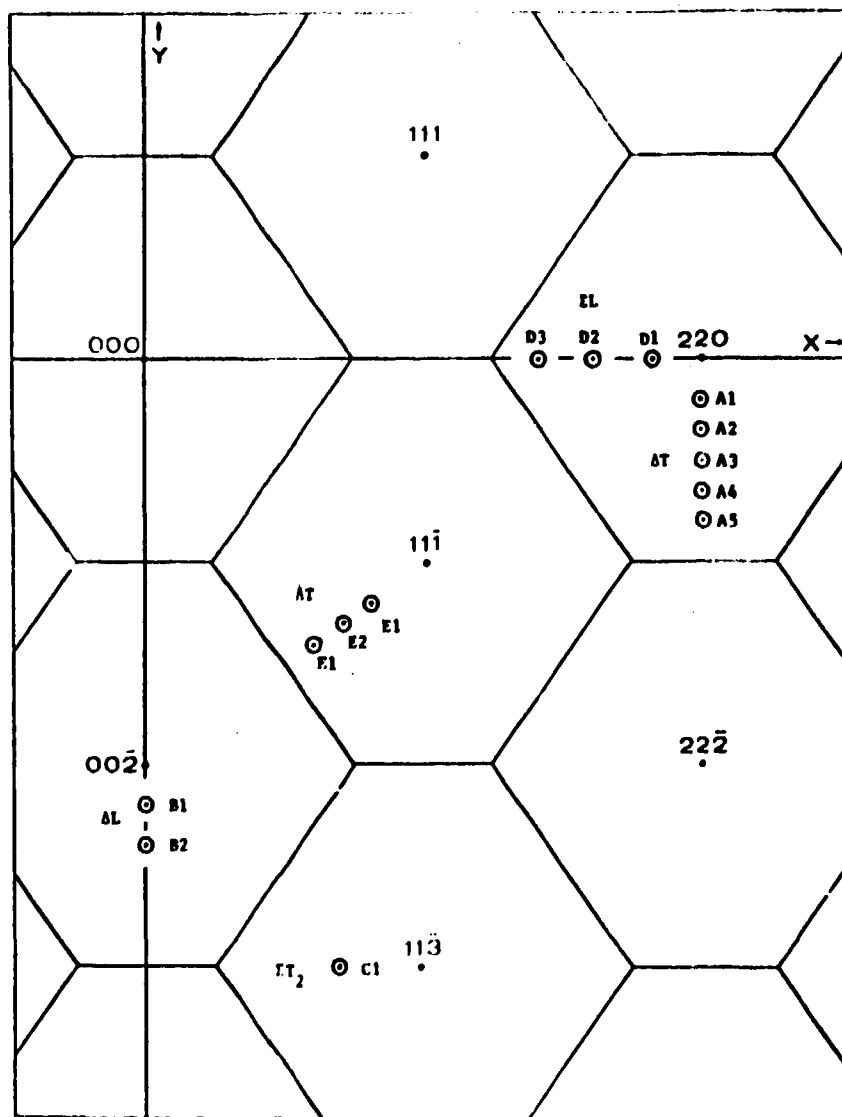


Figura 22 - Plano  $(110)$  da Rede Recíproca do Cobre Mostrando as Posições nas quais Foram Efetuadas as Medidas dos Pontos das Relações de Dispersão do Cobre

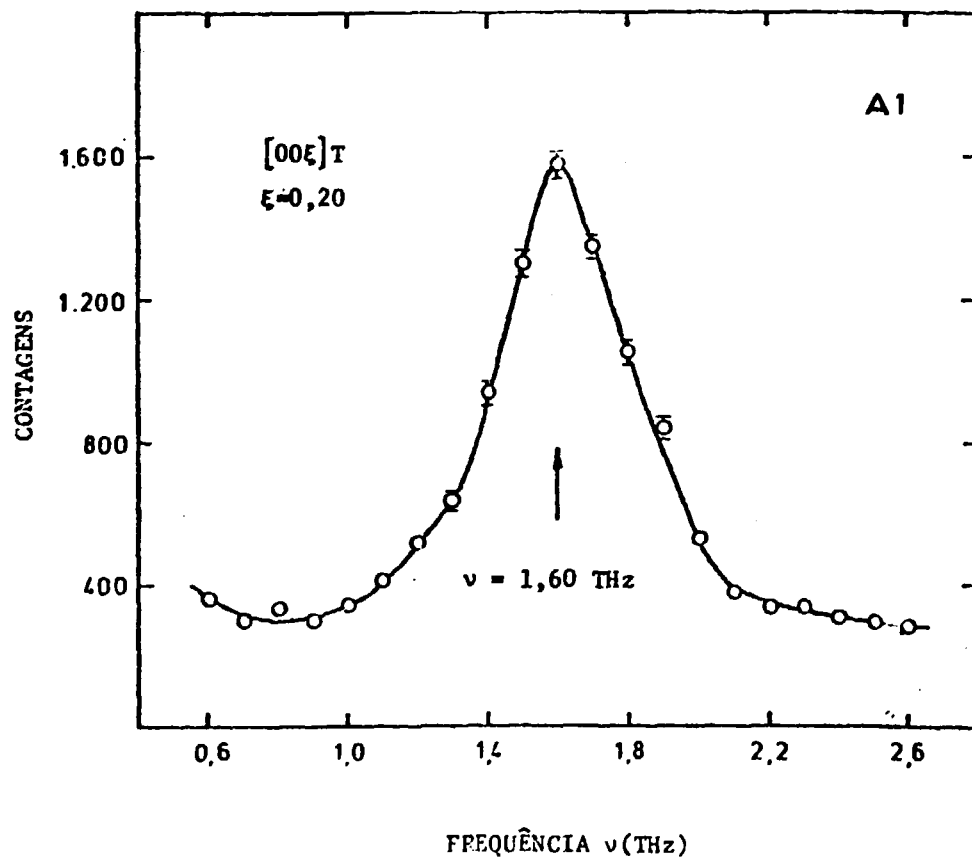


Figura 23 - Grupos de Nêutrons Medidos para as Três Direções de mais Alta Simetria do Cristal de Cobre. Os Caracteres Alfanuméricos Correspondem às Posições Indicadas na Figura 22.

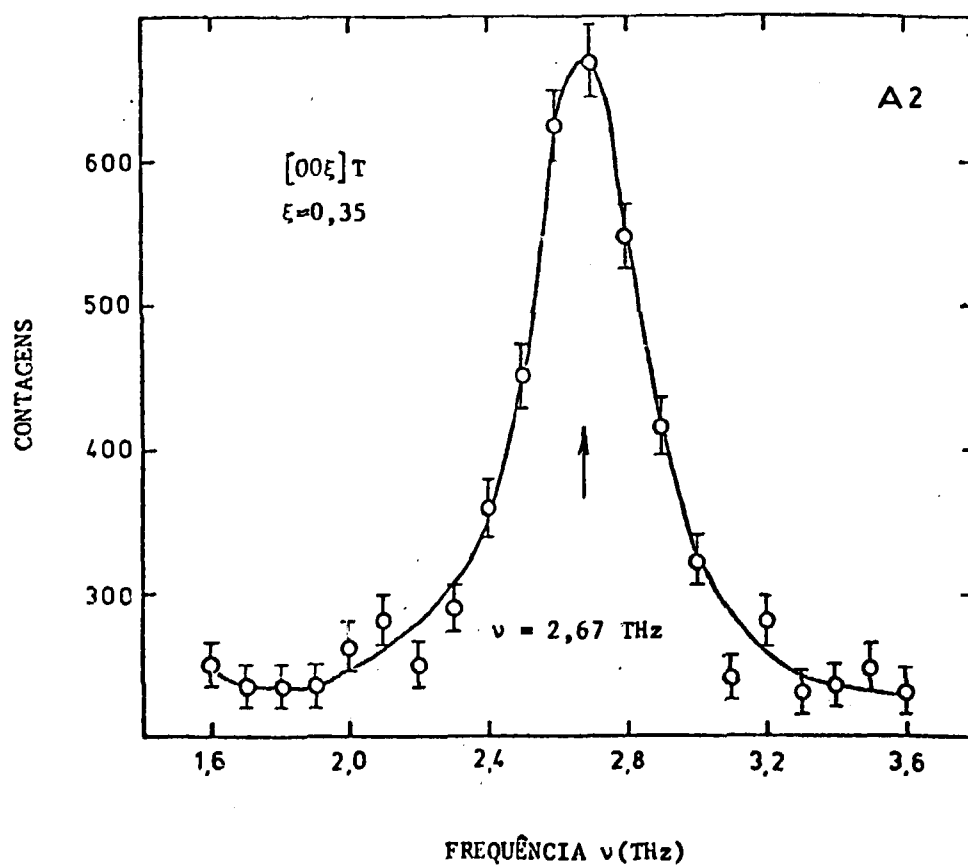


Figura 24 — Grupos de Nêutrons Medidos para as Três Direções de mais Alta Simetria do Cristal de Cobre. Os Caracteres Alfanuméricos Correspondem às Posições Indicadas na Figura 22.

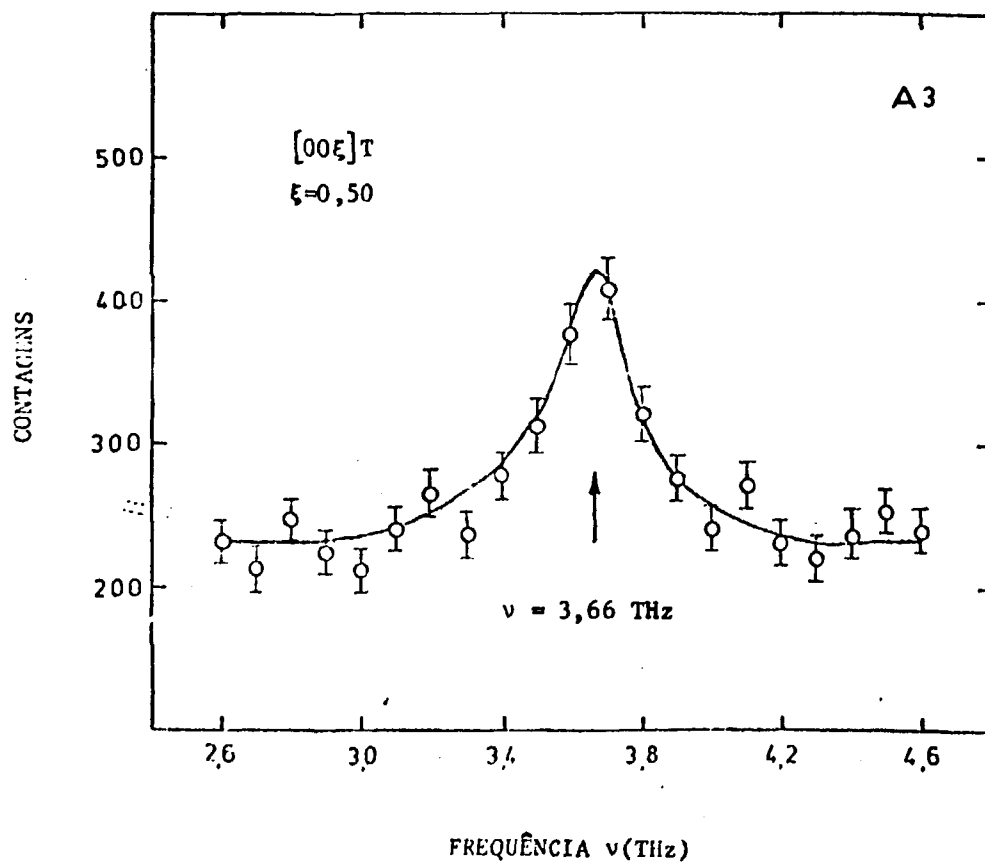


Figura 24 – Grupos de Nêutrons Medidos para as Três Direções de mais Alta Simetria do Cristal de Cobre. Os Caracteres Alfanuméricos Correspondem às Posições Indicadas na Figura 22.



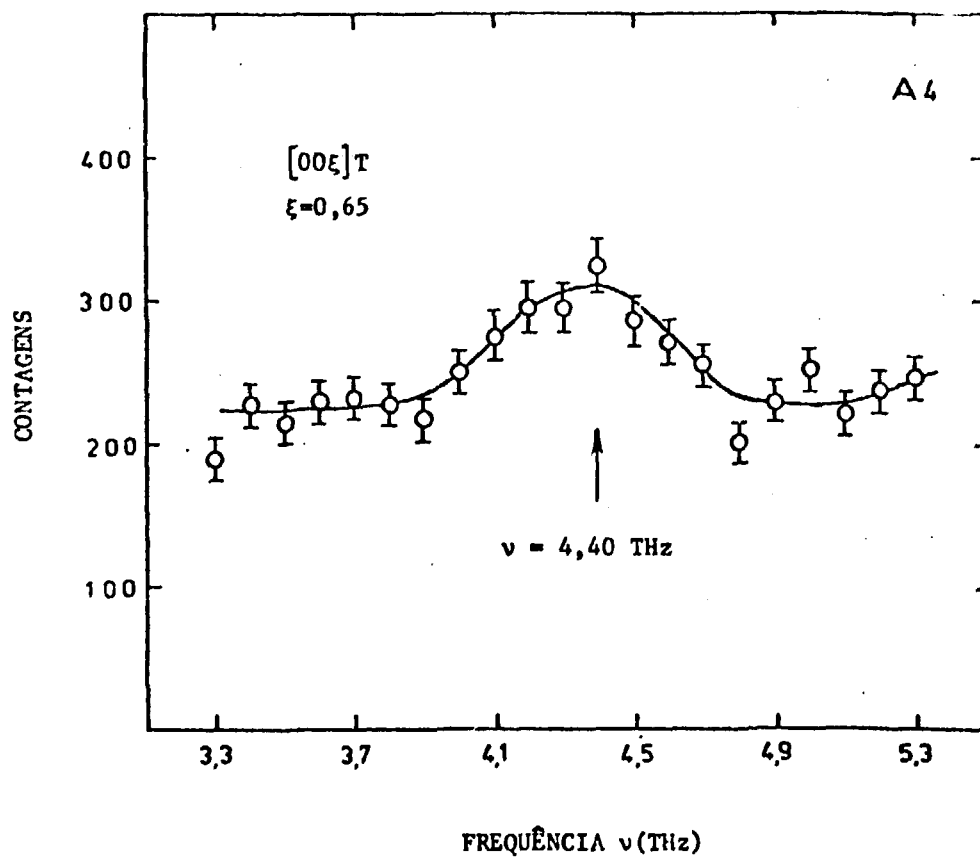


Figura 25 - Grupos de Nêutrons Medidos para as Três Direções de mais Alta Simetria do Cristal de Cobre. Os Caracteres Alfanuméricos Correspondem às Posições Indicadas na Figura 22.

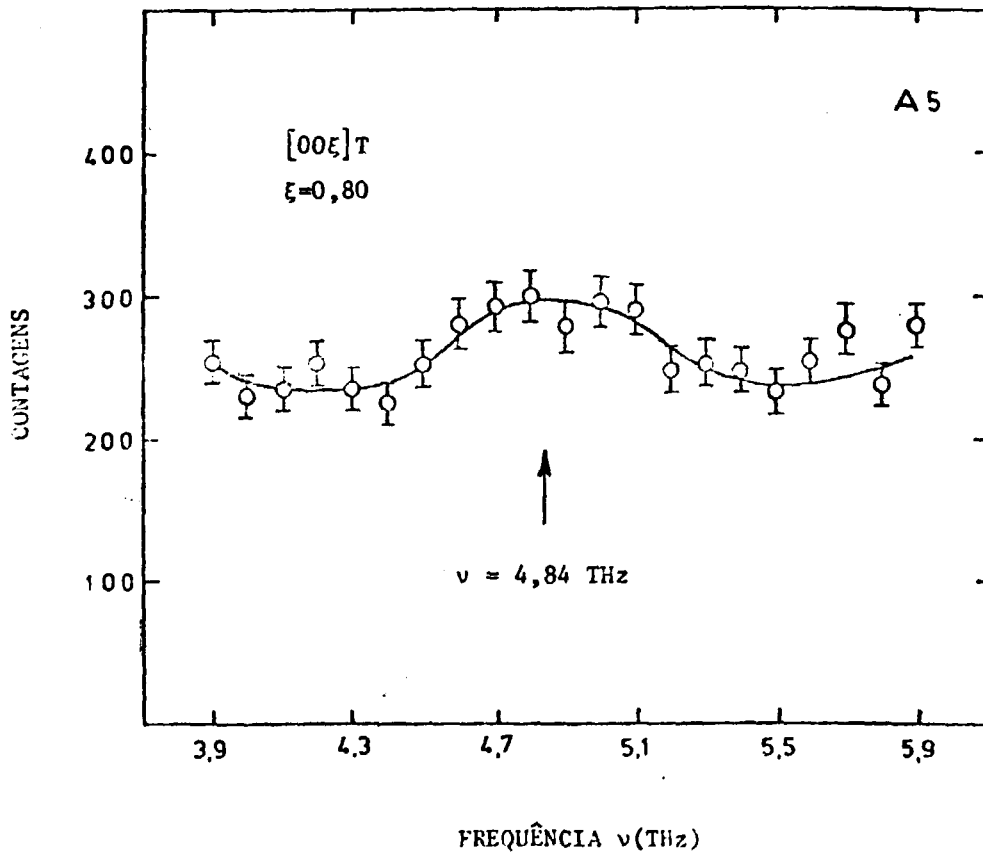


Figura 25 – Grupos de Nêutrons Medidos para as Três Direções de mais Alta Simetria do Cristal de Cobre. Os Caracteres Alfanuméricos Correspondem às Posições Indicadas na Figura 22.

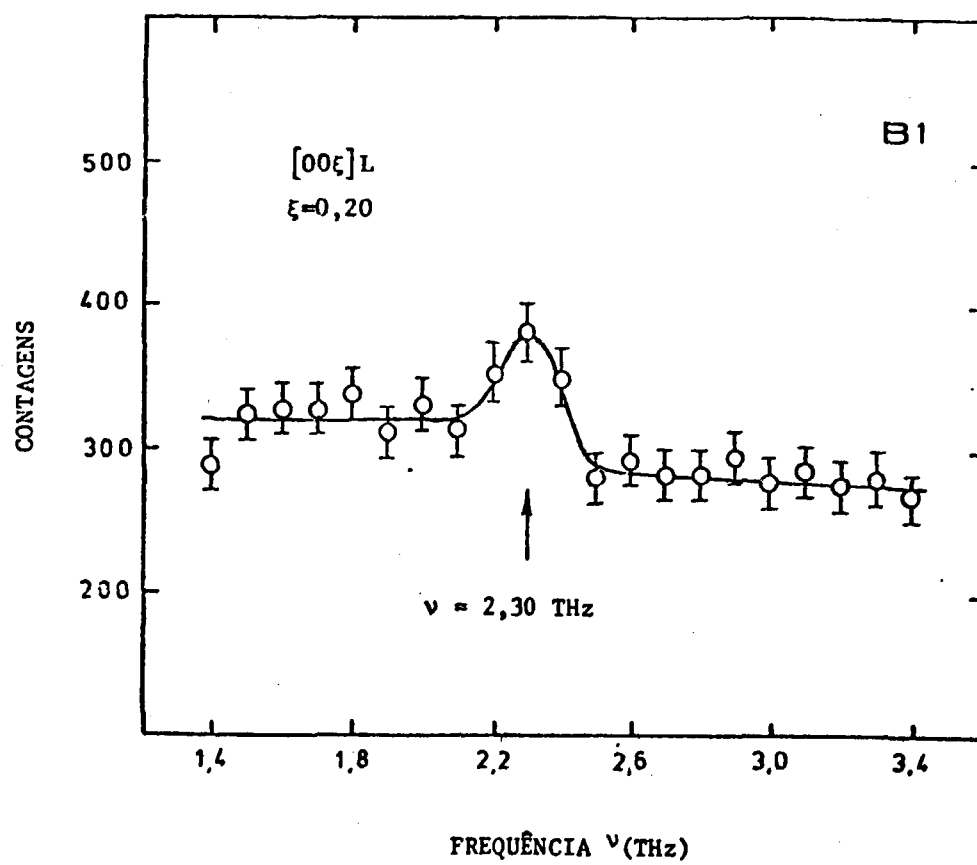


Figura 26 – Grupos de Nêutrons Medidos para as Três Direções de mais Alta Simetria do Cristal de Cobre. Os Caracteres Alfanuméricos Correspondem às Posições Indicadas na Figura 22.

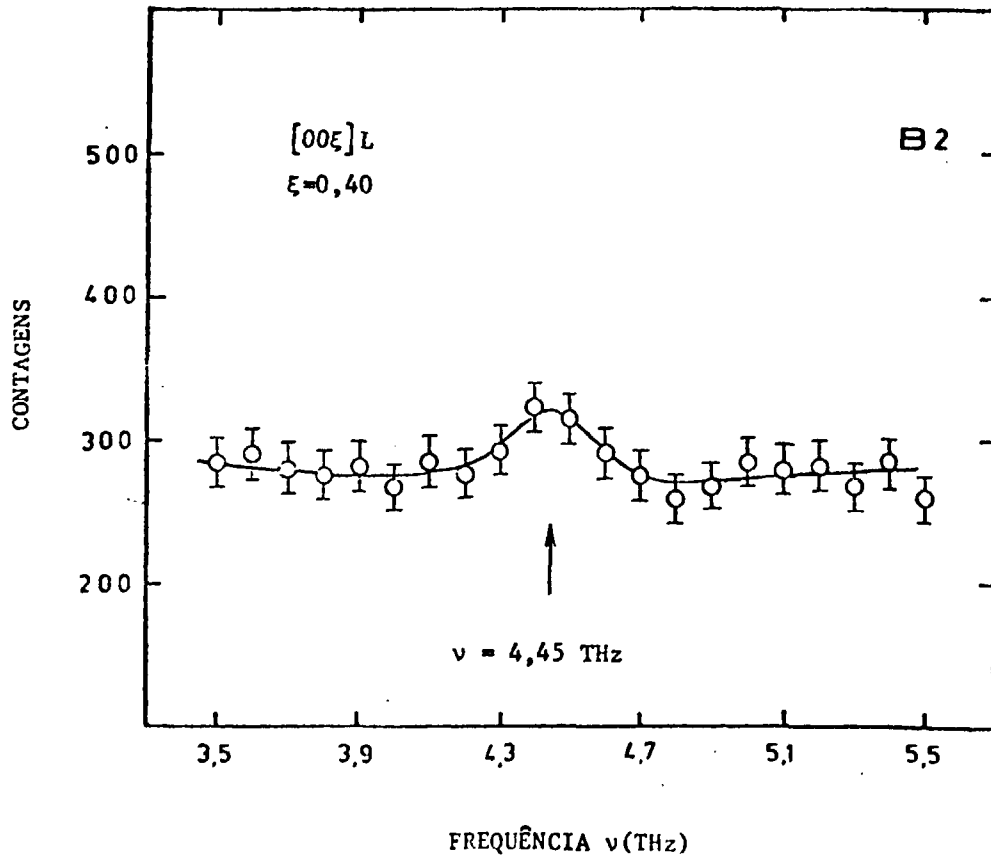


Figura 26 -- Grupos de Nêutrons Medidos para as Três Direções de mais Alta Simetria do Cristal de Cobre. Os Caracteres Alfanuméricos Correspondem às Posições Indicadas na Figura 22.

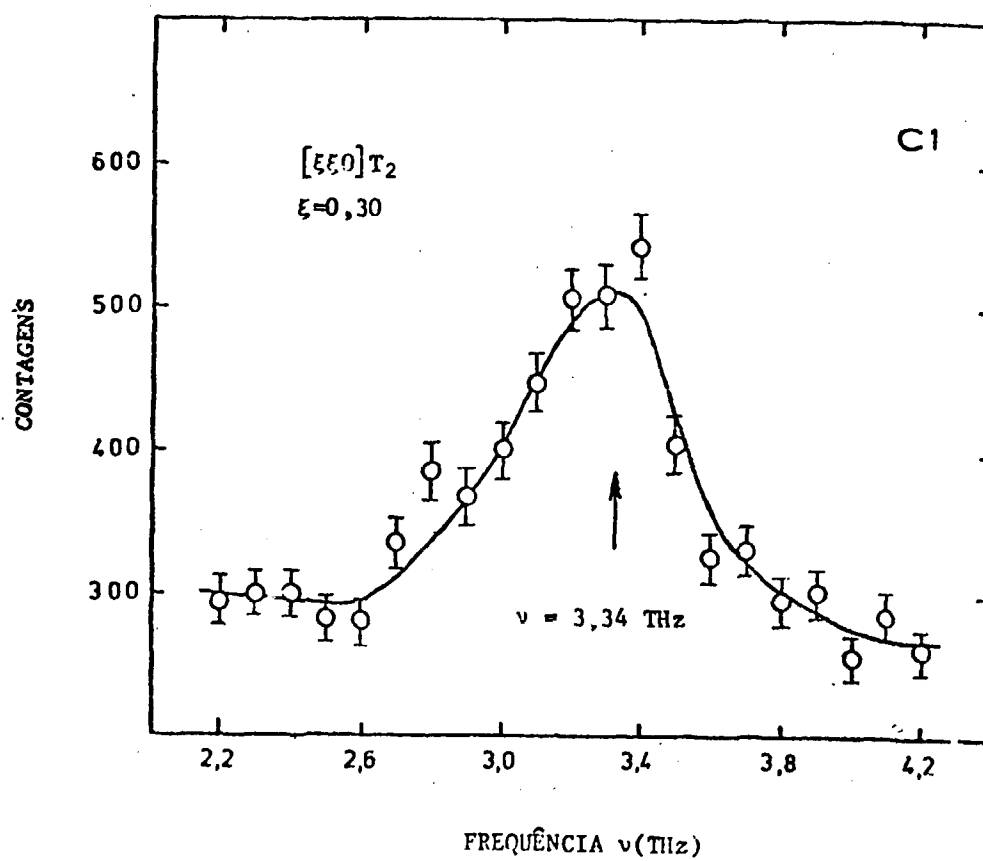


Figura 27 - Grupos de Nêutrons Medidos para as Três Direções de mais Alta Simetria do Cristal de Cobre. Os Caracteres Alfanuméricos Correspondem às Posições Indicadas na Figura 22.

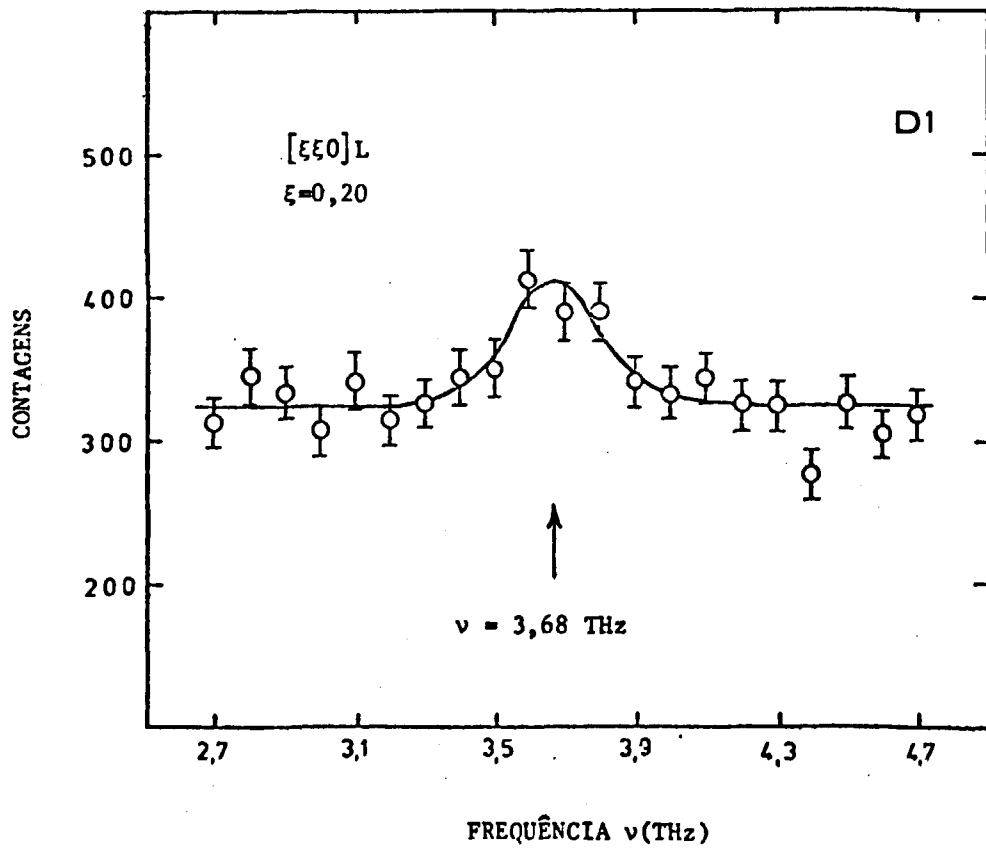


Figura 28 - Grupos de Nêutrons Medidos para as Três Direções de mais Alta Simetria do Cristal de Cobre. Os Caracteres Alfanuméricos Correspondem às Posições Indicadas na Figura 22.

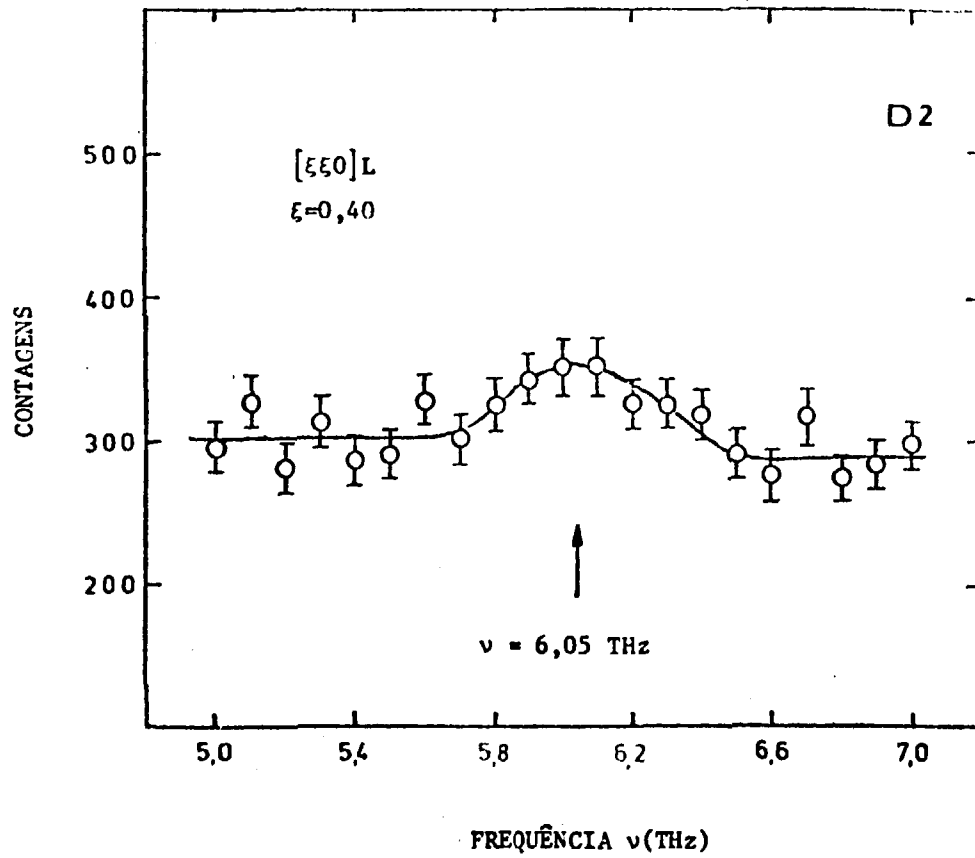


Figura 29 - Grupos de Nêutrons Medidos para as Três Direções de mais Alta Simetria do Cristal de Cobre.  
 Os Caracteres Alfanuméricos Correspondem às Posições Indicadas na Figura 22.

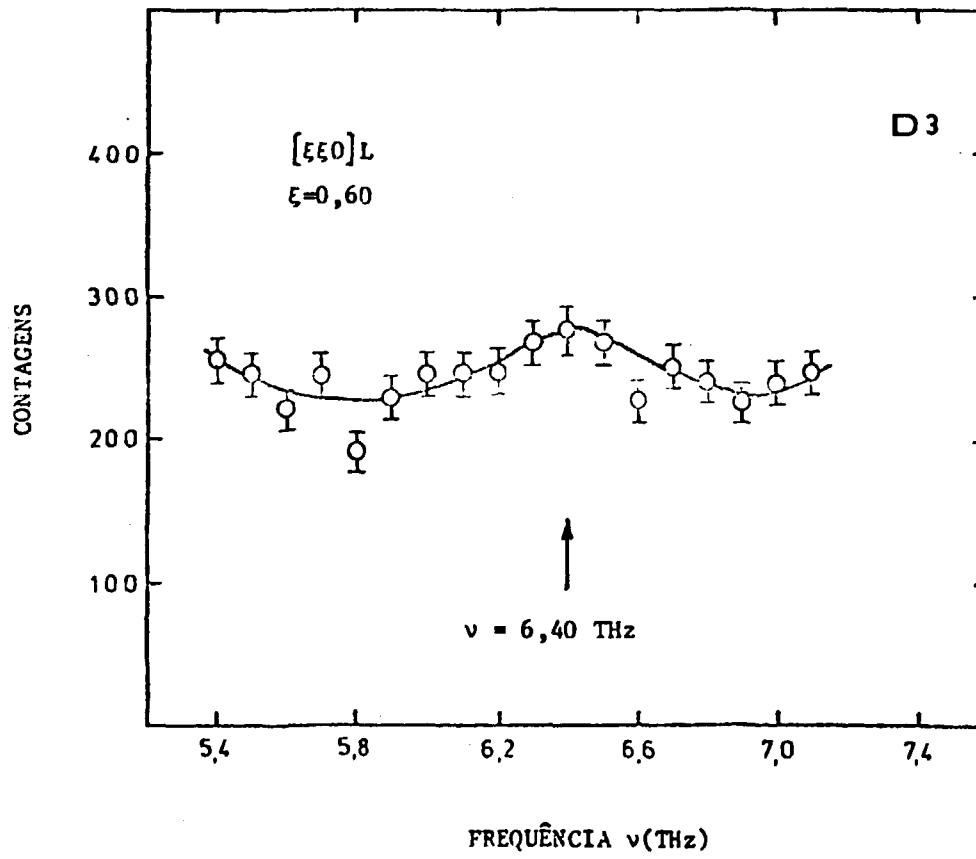


Figura 29 - Grupos de Nêutrons Medidos para as Três Direções de mais Alta Simetria do Cristal de Cobre. Os Caracteres Alfanuméricos Correspondem às Posições Indicadas na Figura 22.



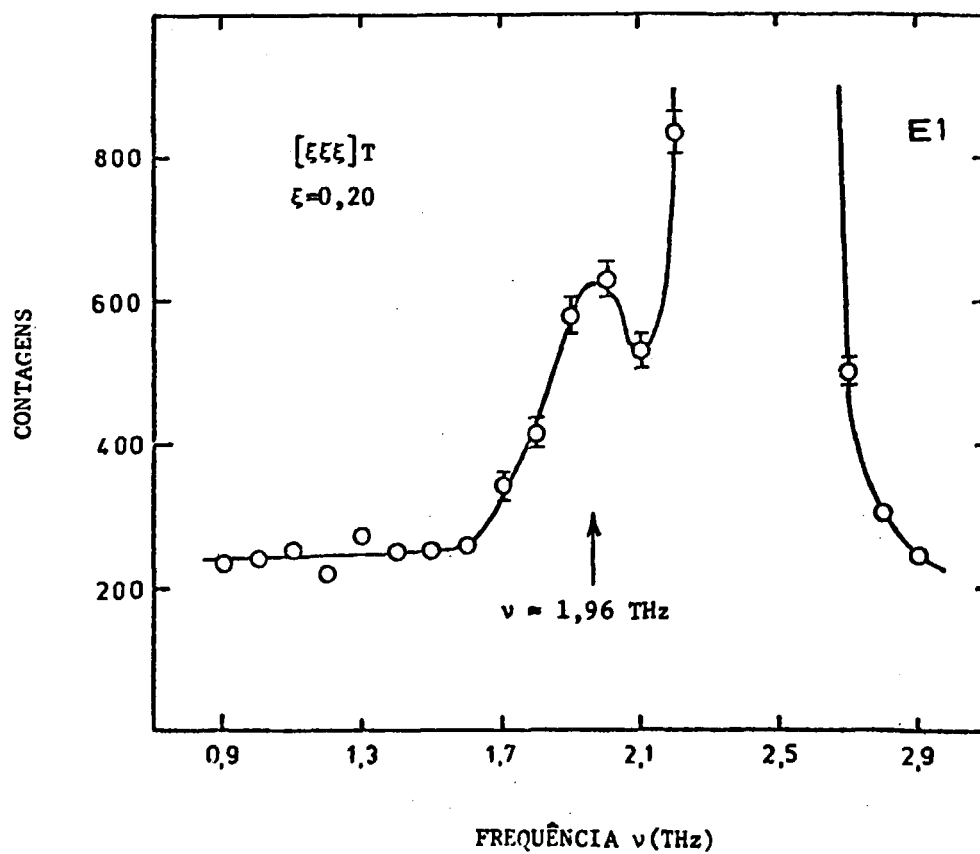


Figura 30 – Grupos de Nêutrons Medidos para as Três Direções de mais Alta Simetria do Cristal de Cobre. Os Caracteres Alfanuméricos Correspondem às Posições Indicadas na Figura 22.

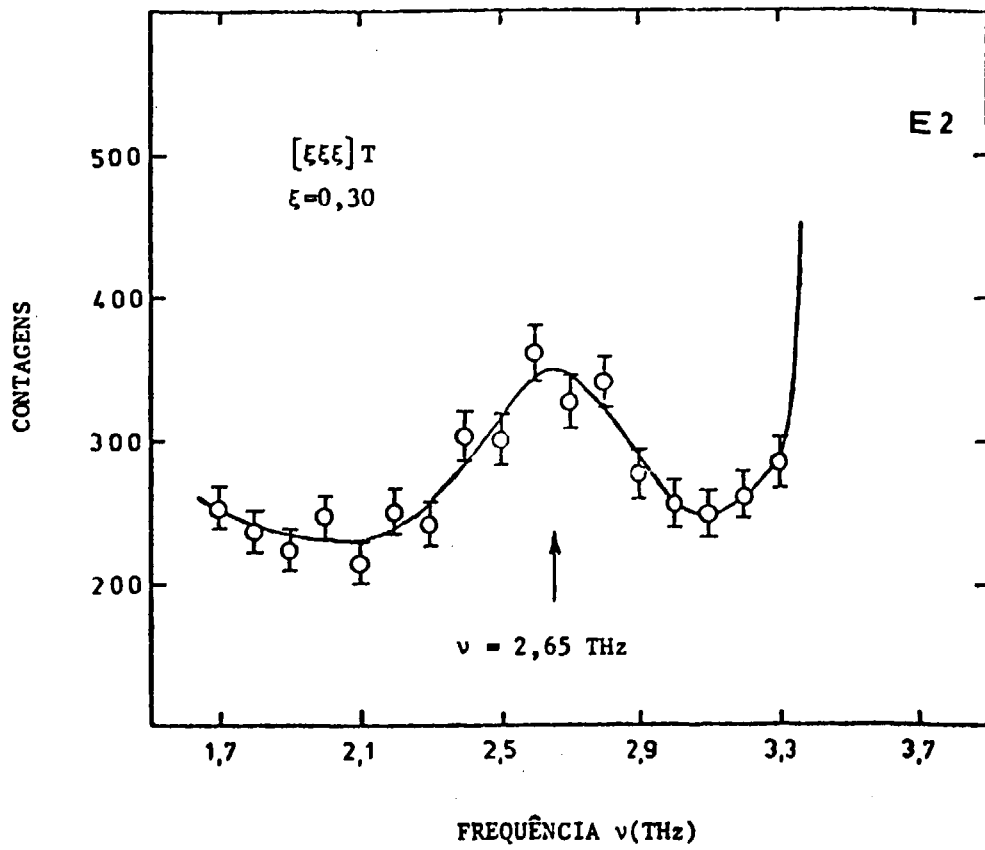


Figure 31 – Grupos de Nêutrons Medidos para as Três Direções de mais Alta Simetria do Cristal de Cobre. Os Caracteres Alfanuméricos Correspondem às Posições Indicadas na Figura 22.

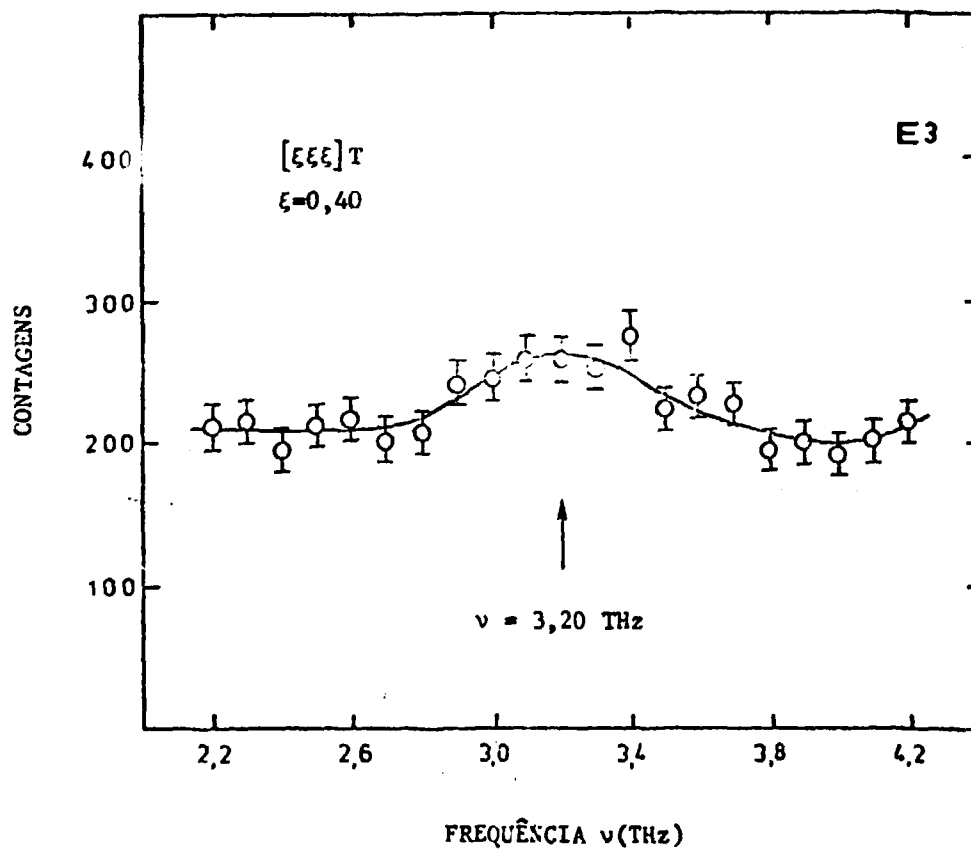


Figura 31 – Grupos de Nêutrons Medidos para as Três Direções de mais Alta Simetria do Cristal de Cobre. Os Caracteres Alfanuméricos Correspondem às Posições Indicadas na Figura 22.

Convém notar que as larguras na meia altura dos picos nos grupos de nêutrons são comparáveis com as larguras na meia altura dos picos do Vanádio (Figuras 12 e 13), as quais fornecem indicações da resolução experimental do instrumento.

#### IV.2.2 – Relações de Dispersão do Cobre

Os valores das frequências obtidos experimentalmente no presente trabalho, para as três direções de alta simetria do cristal de Cobre, estão listadas na Tabela III. Essa tabela apresenta também os valores de frequência encontrados na literatura<sup>(20,25)</sup> para as mesmas direções de simetria, obtidas com espectrômetros de três eixos semelhantes ao do IEA, operando pelos métodos "Q-constante" e energia constante. Os caracteres alfanuméricos listados na segunda coluna dessa tabela correspondem aos pontos da rede recíproca do Cobre, indicados na Figura 22, nos quais foram medidos os grupos de nêutrons deste trabalho.

A qualidade dos grupos de nêutrons medidos depende do particular ramo da relação de dispersão em estudo<sup>(26)</sup>. Neste trabalho os grupos de nêutrons obtidos para a direção  $[00\xi]$  foram particularmente fortes e bem definidos em comparação com os dados de outras direções. Em alguns casos foram medidos alguns picos de baixa intensidade, com máximos somente da ordem do dobro da radiação de fundo.

Em cada grupo de nêutrons, são diversas as razões que provocam incertezas nas frequências determinadas experimentalmente, e não há uma regra simples para determinar precisamente os erros experimentais nessas frequências<sup>(25)</sup>. Uma das principais fontes de incertezas é a dificuldade existente na determinação da centróide do pico no grupo de nêutrons, nos casos onde o pico é pobremente definido por causa da excessiva largura, falta de simetria e alta contagem de radiação de fundo. Analisando os resultados experimentais, verificou-se que no melhor dos picos medidos consegue-se estimar um erro próximo a 2,5% e no caso mais desfavorável esse erro não ultrapassa a 6%. Em média tem-se um erro próximo a 3%.

O erro em cada frequência foi obtido marcando na ordenada na figura do grupo de nêutrons, o ponto onde a intensidade cai até 10% do valor máximo. Esse foi o procedimento adotado para a marcação dos erros nas frequências mostradas na Tabela III.

As incertezas provenientes de flutuações estatísticas, as quais afetam a reprodutibilidade dos dados, foram estimadas efetuando-se por mais de uma vez medidas de um mesmo grupo de nêutrons e tentando-se notar qualquer desvio na frequência observada. Por esse procedimento não foi revelado nada de significativo, concluindo-se que o erro proveniente dessa fonte pode ser estimado como menor que 2%.

Os resultados experimentais da Tabela III estão apresentados no gráfico da Figura 32. Essa figura mostra os pontos das relações de dispersão do Cobre a temperatura ambiente, medidos neste trabalho, para fonons se propagando transversal e longitudinalmente às direções de simetria  $\Delta$ ,  $\Sigma$ ,  $\Lambda$  ( $[00\xi]$ ,  $[\xi\xi 0]$  e  $[\xi\xi\xi]$  respectivamente). Esses pontos estão indicados na figura por círculos brancos. Na mesma figura são mostrados alguns dos pontos obtidos por Svensson (círculos negros) e as curvas representam as relações de dispersão do Cobre, calculadas teoricamente nessa última referência.

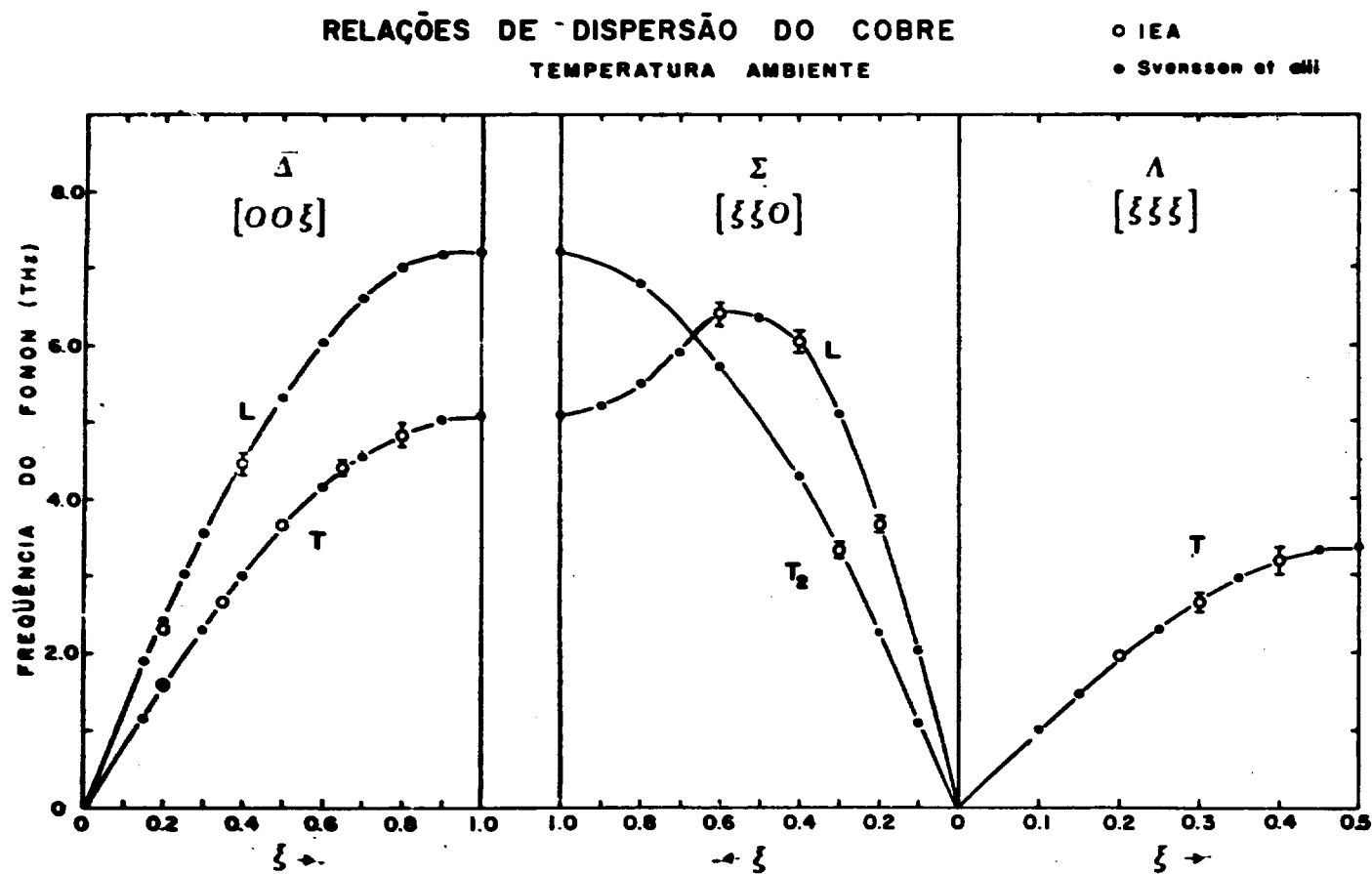
Observando-se a Tabela III e a Figura 32, pode-se verificar que os pontos das relações de dispersão do Cobre, obtidos experimentalmente com o espectrômetro do IEA, estão em excelente concordância com os resultados experimentais encontrados na literatura.

À vista do exposto, pode-se considerar que o espectrômetro de cristal de três eixos do IEA está com suas características operacionais inteiramente determinadas, e mostrou-se suficientemente preciso para ser considerado apto para a determinação experimental de relações de dispersão inéditas em materiais de interesse.

Tabela III

Frequências Obtidas Neste Trabalho, Comparadas com as Encontradas na Literatura

	$\xi$	Presente Trabalho $\nu$ (THz)	SVENSONN et alii $\nu$ (THz)	NICKLOW et alii $\nu$ (THz)	
DIREÇÃO $\Delta$	[00 $\xi$ ] T				
	A1	0,20	1,60 $\pm$ 0,04	1,56 $\pm$ 0,04	1,60 $\pm$ 0,02
	A2	0,35	2,67 $\pm$ 0,05	2,64 $\pm$ 0,04	$\pm$
	A3	0,50	3,66 $\pm$ 0,06	3,62 $\pm$ 0,04	3,67 $\pm$ 0,03
	A4	0,65	4,40 $\pm$ 0,10	4,34 $\pm$ 0,05	$\pm$
	A5	0,80	4,84 $\pm$ 0,14	4,86 $\pm$ 0,07	4,88 $\pm$ 0,10
	[00 $\xi$ ] L				
	B1	0,20	2,30 $\pm$ 0,06	2,42 $\pm$ 0,07	2,44 $\pm$ 0,04
B2	0,40	4,46 $\pm$ 0,15	4,47 $\pm$ 0,07	4,50 $\pm$ 0,05	
DIREÇÃO $\Sigma$	[ $\xi\xi$ 0] T <sub>2</sub>				
	C1	0,30	3,34 $\pm$ 0,10	3,37 $\pm$ 0,04	3,41 $\pm$ 0,03
	[ $\xi\xi$ 0] L				
	D1	0,20	3,68 $\pm$ 0,08	3,70 $\pm$ 0,08	3,67 $\pm$ 0,03
	D2	0,40	6,05 $\pm$ 0,15	5,97 $\pm$ 0,08	6,00 $\pm$ 0,10
	D3	0,60	6,40 $\pm$ 0,15	6,38 $\pm$ 0,12	6,35 $\pm$ 0,15
DIREÇÃO $\Lambda$	[ $\xi\xi\xi$ ] T				
	E1	0,20	1,98 $\pm$ 0,06	1,87 $\pm$ 0,06	1,89 $\pm$ 0,06
	E2	0,30	2,65 $\pm$ 0,12	2,66 $\pm$ 0,06	2,69 $\pm$ 0,05
	E3	0,40	3,20 $\pm$ 0,18	3,17 $\pm$ 0,07	3,21 $\pm$ 0,07



**Figura 32** — Relações de Dispersão do Cobre à Temperatura Ambiente para as Três Direções de maior Simetria. Os Resultados Experimentais Obtidos Neste Trabalho (círculos brancos) são Comparados com os Obtidos por Svensson et alii (círculos negros). A Curva Cheia Representa o Cálculo Teórico Apresentado Nessa Referência

## CAPÍTULO V

### CONCLUSÕES

O Espectrômetro de Cristal de Três Eixos é o instrumento mais adequado para o estudo das propriedades dinâmicas dos estados condensados da matéria, quando se utiliza a técnica de espalhamento de nêutrons lentos, e sem dúvida o mais apropriado para estudo da dinâmica de redes cristalinas.

De maneira global, a principal contribuição desta dissertação consiste no projeto, na construção e na colocação do espectrômetro em condições de operação.

O desenvolvimento do projeto e a construção do espectrômetro de cristal de três eixos do IEA, permitiram um estudo completo da trajetória dos nêutrons, desde a entrada no canal de irradiação até a detecção, passando pelos vários estágios de colimação, sendo selecionado pelo cristal monocromador, espalhados pela amostra e analisados pelo cristal analisador.

Uma contribuição importante do presente trabalho, é que o projeto desenvolvido permitiu a máxima simplicidade possível na construção e grande flexibilidade de operação do aparelho, sem perda da precisão instrumental. Foram utilizados preferencialmente componentes de aplicação industrial, de forma a permitir baixo custo de construção e maior facilidade de montagem. O espectrômetro foi em grande parte construído nas oficinas do IEA, sem necessidade de pessoal altamente especializado em engenharia mecânica e projeto, e ainda com os pesquisadores do grupo tendo uma participação ativa na construção de vários componentes do aparelho.

Para efetuar medidas com o espectrômetro, foi necessário determinar as características operacionais – comprimento de onda dos nêutrons do feixe monocromático e resolução – desenvolver uma sistemática de medidas e verificar o desempenho no estudo de vibrações de redes cristalinas. A avaliação do desempenho foi feita por meio da medida das relações de dispersão de uma amostra monocristalina de Cobre.

Os resultados obtidos nas experiências realizadas para orientar a amostra de Cobre e para determinar o comprimento de onda  $\lambda_0$ , por meio da medida do diagrama de difração do Níquel, revelaram que os cuidados tomados com a montagem resultaram no perfeito alinhamento e na precisão de movimento do espectrômetro.

Uma vez que os pontos experimentais das relações de dispersão do Cobre medidos neste trabalho, mostram concordância com valores existentes na literatura, pode-se concluir que o espectrômetro de cristal de três eixos do IEA está em excelentes condições de operação e portanto apto a ser utilizado para efetuar medidas de dispersão inéditas.

Além da construção do espectrômetro, uma outra contribuição importante desta dissertação é a descrição da sistemática de medidas de relações de dispersão com o espectrômetro, uma vez que geralmente não é encontrada discussão semelhante na literatura.

O espectrômetro de cristal de três eixos recém construído, amplia sobremaneira o campo de trabalho em espalhamento de nêutrons lentos na Área de Física Nuclear do IEA, pois permite a realização de pesquisas de vanguarda sobre a dinâmica de redes cristalinas. Além disso, possibilita um estudo preciso de aspectos da dinâmica de líquidos hidrogenados. Trabalho sobre esse último assunto mencionado, já foi realizado utilizando o espectrômetro de três eixos numa pesquisa sobre os movimentos difusivos no metano<sup>(13)</sup>.

Futuramente, dentro da linha de pesquisa sobre os estados condensados da matéria, o espectrômetro será utilizado em medidas de relações de dispersão em metais de transição e no estudo da dinâmica do hidrogênio nesses metais.

## APÊNDICE

## CONSTRUÇÃO DA REDE RECÍPROCA

A rede recíproca é uma rede definida no espaço de Fourier, de forma que uma família de planos de Miller da rede real é representada por um ponto na rede recíproca.

Os vetores  $\vec{A}$ ,  $\vec{B}$ ,  $\vec{C}$  da rede recíproca são definidos em termos dos vetores  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$ ,  $\vec{c}$  da rede real, por meio das relações<sup>(18)</sup>:

$$\vec{A} = 2\pi \frac{\vec{b} \wedge \vec{c}}{\vec{a} \cdot \vec{b} \wedge \vec{c}}, \quad \vec{B} = 2\pi \frac{\vec{c} \wedge \vec{a}}{\vec{a} \cdot \vec{b} \wedge \vec{c}}, \quad \vec{C} = 2\pi \frac{\vec{a} \wedge \vec{b}}{\vec{a} \cdot \vec{b} \wedge \vec{c}}$$

Para o caso de uma estrutura cúbica de face centrada como o Cobre, onde os vetores da base  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$ ,  $\vec{c}$ , são dados em função dos versores  $\hat{x}$ ,  $\hat{y}$ ,  $\hat{z}$  por:

$$\vec{a} = (a/2) (\hat{x} + \hat{y})$$

$$\vec{b} = (a/2) (\hat{y} + \hat{z})$$

$$\vec{c} = (a/2) (\hat{z} + \hat{x})$$

onde  $a$  é o parâmetro da rede, os vetores da rede recíproca podem ser escritos:

$$\vec{A} = \frac{2\pi}{a} (\hat{x} + \hat{y} - \hat{z})$$

$$\vec{B} = \frac{2\pi}{a} (-\hat{x} + \hat{y} + \hat{z})$$

$$\vec{C} = \frac{2\pi}{a} (\hat{x} - \hat{y} + \hat{z})$$

Esse conjunto de equações (A1) define completamente todos os pontos da rede recíproca.

A Primeira Zona de Brillouin é definida nesse espaço pela região de menor volume circunscrita pelos planos medianos aos segmentos que unem um ponto da rede recíproca a todos os demais pontos vizinhos.

A Figura A1 mostra o desenho da primeira zona de Brillouin<sup>(26)</sup> para a estrutura cúbica de face centrada, onde estão salientadas as três direções de mais alta simetria, segundo a notação de Koster: direções  $\Delta \equiv (00\xi)$ ,  $\Sigma \equiv (\xi\xi 0)$ , e  $\Lambda \equiv (\xi\xi\xi)$ . Nessa figura é ainda mostrado o traço do plano  $(1\bar{1}0)$  da rede recíproca em relação ao qual foram efetuadas as medidas com o Cobre neste trabalho.

Na Figura A2 é mostrado o corte da rede recíproca pelo plano  $(1\bar{1}0)$ . Nessa figura estão marcados alguns pontos da rede que correspondem às reflexões permitidas para esse tipo de estrutura;



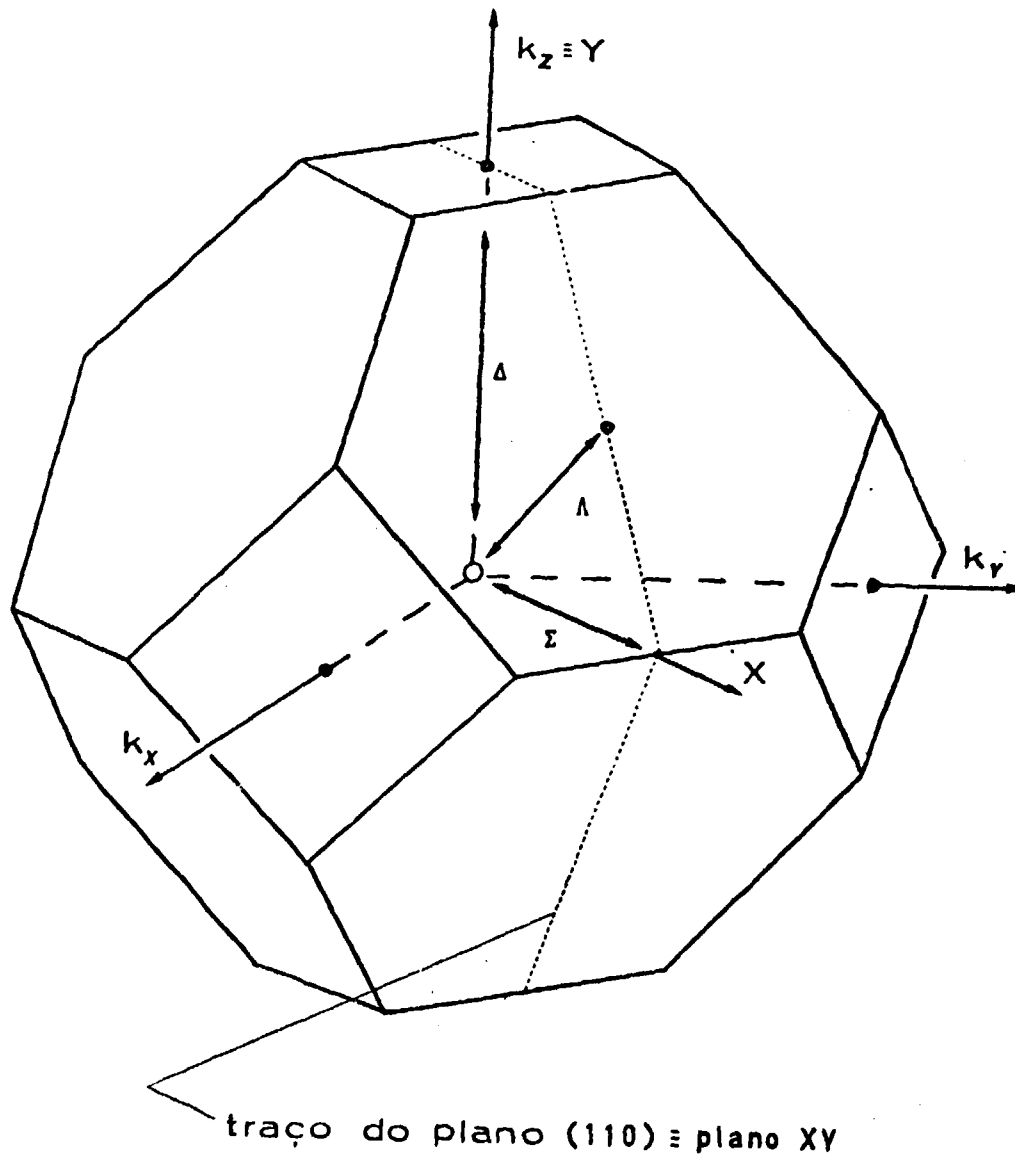


Figura A1 - Primeira Zona de Brillouin para a Estrutura Cúbica de Face Centrada, Mostrando as Três Direções de mais Alta Simetria:  $\Delta$ ,  $\Sigma$  e  $\Lambda$

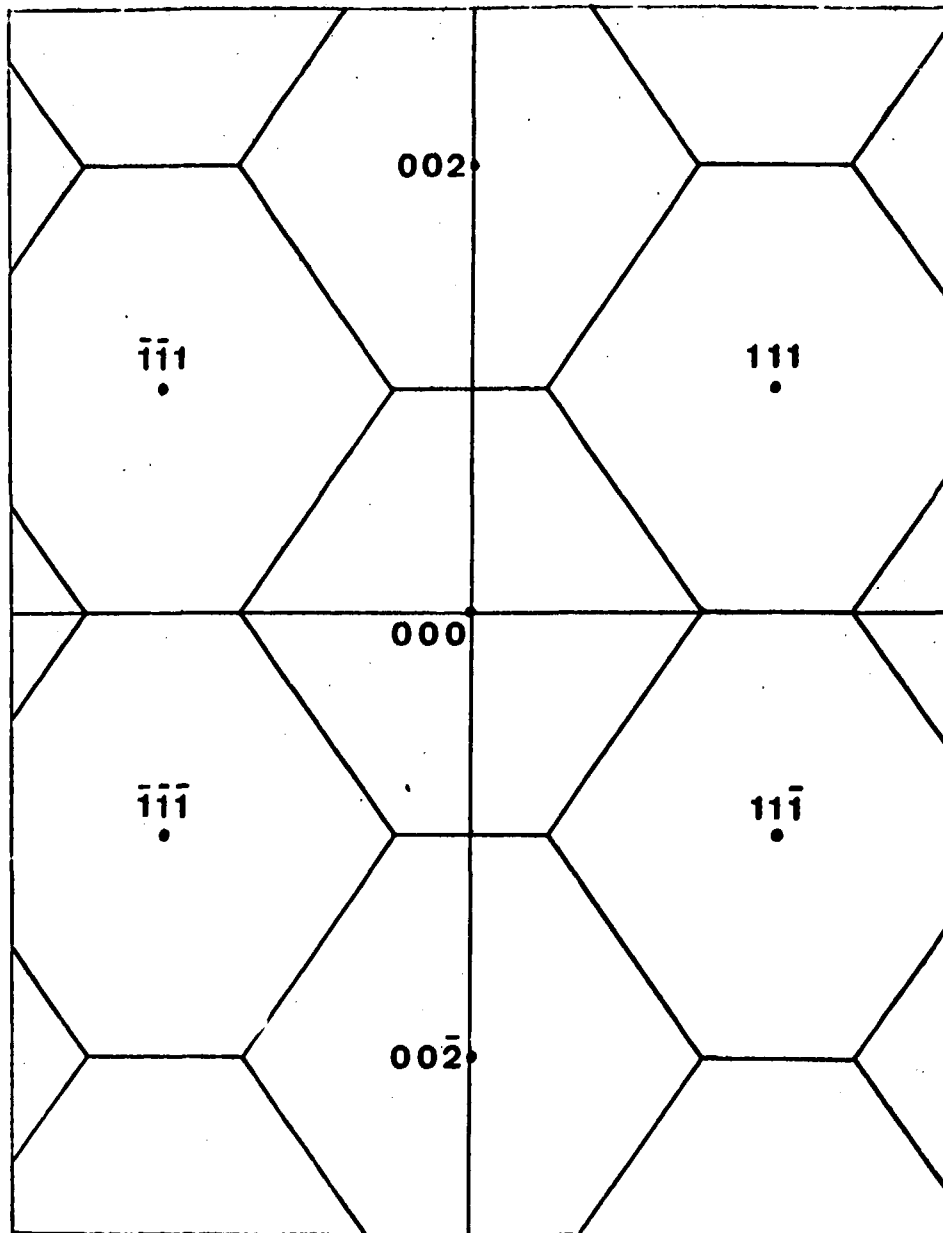


Figura A2 - Plano  $(110)$  da Rede Recíproca do Cobre

devido ao fator de estrutura para uma rede cúbica de face centrada, apenas os planos com índices de Miller hkl ou todos pares, ou todos ímpares, correspondem a reflexões permitidas.

Uma escala arbitrária foi escolhida para marcar-se os pontos da rede recíproca; na Figura A2,  $2\pi/a_{Cu}$  corresponde a uma distância de 4 cm, e os vetores devem ser desenhados em unidades de  $2\pi/a_{Cu}$ .

Deve-se notar ainda na Figura A1, que o sistema de coordenadas planas XY foi escolhido de forma que o eixo Y coincida com o eixo  $h_z$ , e o eixo X esteja na direção da bissetriz de  $k_x$  e  $k_y$ . Dessa forma, para representar um ponto  $(Q_x, Q_y)$  no plano XY da rede recíproca pelos índices de Miller, devemos multiplicar a coordenada  $Q_x$  por um fator de escala  $R = \sqrt{2}$ .

## ABSTRACT

The Triple-Axis Crystal Neutron Spectrometer is the best instrument for the study of lattice dynamics, when the neutron inelastic scattering technique is used. ~~The present work describes details about the design, construction and operation of a triple-axis crystal neutron spectrometer, which construction was recently finished at IEA. The design principles employed are directed to mechanical simplicity, facility of construction and flexibility in operation, with no loosing of the instrument accuracy. In order to minimize the cost of construction and to become the assembly easier adapted components for industrial applications were used in the construction, the operational characteristics of the spectrometer, as the neutron wavelength of the incoming beam and resolution have been determined.~~ <sup>whose</sup> <sup>rather</sup> <sup>rather</sup>

With the purpose to check the performance of IEA Triple-Axis Crystal Neutron Spectrometer, dispersion relation curves for copper, at room temperature, have been measured. The frequency of phonons propagating along three major symmetry directions  $[100]$ ,  $[110]$  and  $[111]$  have been determined. The measurements were carried out operating the Triple-Axis Spectrometer in the " $\vec{Q}$ -constant" mode. An excellent agreement could be observed between the results obtained in the present experiment and the data for copper presented in the literature. This comparison indicates that the IEA Triple-Axis Crystal Neutron Spectrometer is in good operational conditions and it is able to perform original experiments. ~~In this paper details on the experimental procedures for the case of a Triple-Axis Spectrometer operating in " $\vec{Q}$ -constant" mode are also presented.~~ <sup>(attached)</sup>

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS\*

1. AMARAL, L. Q. do *Estudo dos movimentos atômicos do t-butanol por espalhamento de nêutrons lentos*. São Paulo, 1972. (Tese de doutoramento).
2. BORGONOVÍ, G. M. *Selected topics in dynamics of crystals lattices*. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, 1971. (IEA-Inf-19).
3. BORN, M. & HUANG, K. *Dynamical theory of crystal lattices*. London, Oxford University, 1954. p. 59.
4. BORN, M. & KÁRMÁN, T. von. *Phys. Z.*, 13, 297, 1912.
5. BROCKHOUSE, B. N. Methods for neutron spectrometry. In: INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. *Inelastic scattering of neutrons in solids and liquids: proceedings of the symposium on... held in Vienna, 11-14 October, 1960*. Vienna, 1961. p.113.51. (Proceedings series).

(\* As referências bibliográficas relativas a documentos localizados pelo IEA foram revistas e enquadradas na NB-66 de ABNT.

6. CAGLIOTI, G. & TOCHETTI, D. Resolution and luminosity of a triple axis crystal spectrometer in experiments of elastic neutron diffraction. *Nucl. Instrum. Meth.*, 32:181-9, 1965.
7. COOPER, M. J. & NATHANS, R. The resolution function in neutron diffractometry. I. The resolution of a neutron diffractometer and its application to phonon measurements. *Acta Crystallogr.*, 23:357-67, 1967.
8. DEBYE, P. *Ann. Phys.*, 39:789, 1912.
9. DOLLING, G. The calculation of phonon frequencies. *Methods Comput. Phys.*, 15:1-40, 1976.
10. DOLLING, G. Neutron spectroscopy and lattice dynamics. In: MARADUDIN, A. E. & HORTON, E. K., eds. *Dynamical properties of solids, v.1: crystalline solids, fundamentals*. Amsterdam, North-Holland, 1974. p.541.
11. DOLLING, G. The theory and practice of neutron inelastic scattering. In: CALIFANO, S., ed. *Lattice dynamics and intermolecular forces: course LV, International School of Physics Enrico Fermi*. New York, N. Y., Academic, 1975. p.175.
12. EGELSTAFF, P. A., ed. *Thermal neutron scattering*. New York, N. Y., Academic, 1965.
13. FIGUEIREDO NETO, A. M. *Estudo da dinâmica molecular do metanol por meio do espalhamento de nêutrons lentos*. São Paulo, 1978. (Dissertação de mestrado).
14. FULFARO, R. *Estudo das reflexões de ordens superiores em cristais monocromadores de nêutrons*. São Paulo, 1970. (Tese de doutoramento).
15. FULFARO, R.; VINHAS, L. A. ; FUHRMANN, C.; LIGUORI NETO, R.; PARENTE, C. B. R. *Projeto, construção e características de um espectrômetro de cristal de 3 eixos para nêutrons*. São Paulo, Instituto de Energia Atômica, 1977. (IEA-Pub-477).
16. GUREVICH, I. I. & TARASOV, L. V. *Low-energy neutron physics*. Amsterdam, North-Holland, 1968.
17. JOSHI, S. K. & RAJAGOPAL, A. K. Lattice dynamics of metals. *Solid St. Phys.* 22:159-312, 1968.
18. KITTEL, C. *Introduction to solid state physics*. New York, N. Y., Wiley, 1967. p.52.
19. KOSTER, G. F. Space groups and their representation. *Solid St. Phys.*, 5:173-256, 1957.
20. NICKLOW, R. M.; GILAT, G.; SMITH, H. G.; RAUBENHEIMER, L. J.; WILKINSON, M. K. Phonon frequencies in copper at 49 and 298°K. *Phys. Rev.*, 164(3):922-8, Dec. 1967.
21. PARENTE, C. B. R.; HARADA, K.; KOISHI, Y.; WENZEL, R. G.; Determinação do comprimento de onda do feixe monocromático e correção do ângulo de espalhamento da amostra num difratômetro de nêutrons. In: INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA. *Trabalhos apresentados pela Divisão de Física Nuclear na 1 reunião anual da Sociedade Brasileira de Física: resumos*. São Paulo, 1977. p.121-4. (IEA-Pub-152).
22. RISTE, T. Oriented graphite as a neutron monochromator. In: INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. *Instrumentation for neutron inelastic scattering research; proceedings of a panel on . . . held in Vienna, 1-5 December 1969*. Vienna, 1970. p.91-104. (panel proceedings series).
23. SAILOR, V. L.; FOOTE JR.; H. L.; LANDON, H. H.; WOOD, R. E. High resolution crystal spectrometer for neutrons. *Rev. scient. Instrum.*, 27(1):26-34, Jan. 1956.

24. SAUNDERSON, D. H.; DUFFIL, C.; SHARP, R. I. *The DIDO triple axis crystal spectrometer*. Harwell, Berks, Engl., Atomic Energy Authority. Research Group. Atomic Energy Research Establishment, Aug. 1965. (AERE-R-4895).
25. SVENSSON, E. C.; BROCKHOUSE, B. N.; ROWE, J. M. Crystal dynamics of copper. *Phys. Rev.*, 155(3):619-32, Mar. 1967.
26. VERBLE, J. L. *Lattice dynamics of lithium hydride*. Los Alamos, N. M., Los Alamos Scientific Laboratory, July 1967. (LA-3750).
27. VINHAS, L. A. *Estudo da interação de nêutrons lentos com o ferro policristalino*. Campinas, 1970. (Tese de doutoramento).
28. WENZEL, R. G.; FULFARO, R.; STASIULEVICIUS, R. Determinação experimental de parâmetros característicos de cristais monocromadores de nêutrons. In: INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA. *Trabalhos apresentados pela Divisão de Física Nuclear na 1 reunião anual da Sociedade Brasileira de Física: resumos*. São Paulo, 1977. p.9-19. (IEA-Pub-152).



**INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA**  
Caixa Postal, 11049 – Pinheiros  
CEP 05508  
01000 – São Paulo – SP

**Telefone: 211-6011**  
**Endereço Telegráfico – IEATOMICA**  
**Telex – 011-23592 IENA BR**