



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA
CAMPUS DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE FÍSICA
CURSO DE LICENCIATURA PLENA EM FÍSICA**

CARLOS BRUNO BARRETO LUNA

DIFRAÇÃO DE RAIOS-X: ESTUDOS TEÓRICOS À APLICAÇÃO TECNOLÓGICA

**CAMPINA GRANDE
2019**

CARLOS BRUNO BARRETO LUNA

DIFRAÇÃO DE RAIOS-X: ESTUDOS TEÓRICOS À APLICAÇÃO TECNOLÓGICA

Trabalho de Conclusão de Curso (Artigo) apresentado ao Departamento do Curso de Licenciatura Plena em Física da Universidade Estadual da Paraíba, como requisito parcial à obtenção do título de licenciado em Física.

Orientadora: Dr.^a Ana Paula Bispo da Silva

**CAMPINA GRANDE
2019**

É expressamente proibido a comercialização deste documento, tanto na forma impressa como eletrônica. Sua reprodução total ou parcial é permitida exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, desde que na reprodução figure a identificação do autor, título, instituição e ano do trabalho.

L961d Luna, Carlos Bruno Barreto.
Difração de raios-x [manuscrito] : estudos teóricos à aplicação tecnológica / Carlos Bruno Barreto Luna. - 2019.
27 p. : il. colorido.

Digitado.

Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Física) - Universidade Estadual da Paraíba, Centro de Ciências e Tecnologia, 2021.

"Orientação : Profa. Dra. Ana Paula Bispo da Silva, Coordenação do Curso de Física - CCT."

1. Raio-X. 2. Evolução histórica. 3. Difração de Raios-X. I.
Título

21. ed. CDD 539.7


CARLOS BRUNO BARRETO LUNA

DIFRAÇÃO DE RAIOS-X: ESTUDOS TEÓRICOS À APLICAÇÃO TECNOLÓGICA


Trabalho de Conclusão de Curso (Artigo) apresentado ao Departamento do Curso de Licenciatura Plena em Física da Universidade Estadual da Paraíba, como requisito parcial à obtenção do título de licenciado em Física.

Aprovada em: 28/11/2019.

BANCA EXAMINADORA


Prof. Dr.^a Ana Paula Bispo da Silva (Orientador)
Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)


Prof. Dr.^a Tâmara Pereira Ribeiro de Oliveira Lima e Silva
Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)


Profa. Dr.^a Ivonete Batista dos Santos
Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIGURA 1. WILHELM CONRAD RÖNTGEN (1845-1923).	8
FIGURA 2 - APARATO EXPERIMENTAL UTILIZADO POR RÖNTGEN EM 1895, SENDO: A UMA BOBINA DE INDUÇÃO E B UM TUBO EVACUADO DE HITTORF-CROOKES.	10
FIGURA 3 - (A) APARATO EXPERIMENTAL UTILIZADO POR RÖNTGEN EM 1895, SENDO: B UMA BOBINA DE INDUÇÃO, T É UM TUBO EVACUADO DE HITTORF-CROOKES E C É UMA PLACA FOTOGRÁFICA. (B) IMPRESSÃO DE UM DOS PRIMEIROS RAIOS-X DE RÖNTGEN DA MÃO ESQUERDA DE SUA ESPOSA BERTHA.	11
FIGURA 4 - ESQUEMA BIDIMENSIONAL DE UMA ESTRUTURA CRISTALINA E AMORFA, RESPECTIVAMENTE.....	12
FIGURA 5 - AS 14 REDES DE BRAVAIS. DIZEM QUE A, B E C REPRESENTAM PARÂMETROS DE REDE DA CÉLULA UNITÁRIA (REZENDE, 2015).	13
FIGURA 6 - ESPECTRO ELETROMAGNÉTICO.	14
FIGURA 7 - DETERMINAÇÃO DA ESTRUTURA CRISTALINA ATRAVÉS DE RAIOS-X. (A) EQUIPAMENTO EXPERIMENTAL PARA ANÁLISE DE DRX. (B) PADRÃO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X OBSERVADO NO ANTEPARO.	14
FIGURA 8 - DIFRAÇÃO DE RAIOS-X POR PLANOS DE ÁTOMOS, ONDE 2θ REPRESENTA O ÂNGULO DE DIFRAÇÃO.	15
FIGURA 9 - ESQUEMA DA SEÇÃO LONGITUDINAL DE UMA AMPOLA DE RAIOS X DE FILAMENTO.	16
FIGURA 10 - ESPECTRO DE EMISSÃO E RAIOS X, ONDE OS PICOS CORRESPONDEM ÀS TRANSIÇÕES $K_{\text{BETA}} (K_B)$ E $K_{\text{ALFA}} (K_A)$	17
FIGURA 11 - DIAGRAMA ESQUEMÁTICO DE UM DIFRATÔMETRO DE RAIOS-X, ONDE T = FONTE DE RAIOS-X; S = AMOSTRA; C = DETECTOR E O = EIXO DE ROTAÇÃO ENTRE AMOSTRA E O DETECTOR.	18
FIGURA 12 - DIFRATOGRAMAS DE RAIOS X DAS AMOSTRAS: (A) ARGILA A; (B) ARGILA B. CADA PICO REPRESENTA A DIFRAÇÃO DO FEIXE DE RAIOS X POR UM CONJUNTO DE PLANOS CRISTALINOS PARALELOS.	19
FIGURA 13 - DIFRATOGRAMAS DE RAIOS -X DAS AMOSTRAS APÓS TRATAMENTO TÉRMICO: (A) 750 °C; (B) 850 °C; (C) 950 °C E (D) 1150 °C..	20
FIGURA 14 - DIFRATOGRAMAS DE RAIOS-X DO BIOPE E SUAS MISTURAS POLIMÉRICAS.	21
FIGURA 15 - ESPECTRO DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X AÇO ISO 5832-9.....	22
FIGURA 16 - PADRÕES REPRESENTATIVOS DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X PARA (A) UM ÚNICO CRISTAL; (B) UM MATERIAL POLICRISTALINO.	22

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	5
2 A DESCOBERTA DO FENÔMENO DOS RAIOS-X: RONTGEN.....	8
2.1 Wilhelm Conrad Röntgen.....	8
2.2 A Descoberta dos Raios-x por Röntgen.....	9
3 A FÍSICA ENVOLVIDA NO EQUIPAMENTO	12
3.1 Organização Estrutural dos Sólidos.....	12
3.2 Fenômeno Físico Envolvido no Equipamento.....	16
4 APLICAÇÃO DA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X EM MATERIAIS.....	18
5 CONCLUSÃO	23
REFERÊNCIAS	24
AGRADECIMENTOS	27

DIFRAÇÃO DE RAIOS-X: ESTUDOS TEÓRICOS À APLICAÇÃO TECNOLÓGICA

X-RAY DIFFRACTION: THEORETICAL STUDIES TO TECHNOLOGICAL APPLICATION

Carlos Bruno Barreto Luna*
Ana Paula Bispo da Silva**

RESUMO

Em 1895, o físico Wilhelm Conrad Röntgen descobriu o fenômeno dos raios X, o qual contribuiu de forma significativa para o avanço científico na área da física do estado sólido. A descoberta e o entendimento do fenômeno foram fundamentais para o avanço tecnológico, gerando equipamentos capazes de caracterizar os materiais por meio da técnica de difração de raios X (DRX). Esta é uma análise não destrutiva, que fornece informações precisas sobre a estrutura cristalográfica, composição química e propriedades físicas dos materiais. Historicamente, a compreensão entre os arranjos atômicos nos sólidos foi possibilitada com a técnica de DXR, impactando no aprimoramento e desenvolvimento de novos materiais. Assim, visando ampliar e aprofundar os conhecimentos na física envolvida na técnica de DRX, este trabalho teve como objetivo fornecer uma revisão bibliográfica, com destaque para a evolução histórica dos raios x, a física envolvida na técnica e as aplicações de DRX para caracterizar os materiais.

Palavras-chave: Raios-X. Evolução Histórica. Difração de Raios-X. Aplicação.

ABSTRACT

In 1895, physicist Wilhelm Conrad Röntgen discovered the X-ray phenomenon, which contributed significantly to scientific advances in the field of solid-state physics. The discovery and understanding of this phenomenon were fundamentals for technological advances, giving rise to the apparatus capable of characterizing materials through X-ray diffraction technique (XRD). It is a non-destructive analysis that provides accurate information on the crystallographic structure, chemical composition, and physical properties of materials. Historically XRD technique made it possible to understand atomic arrangement in solids, thereby impacting the development and improvement of new materials. Thus, aiming to broaden and deepen the knowledge in physics involved in the XRD technique, this work aimed to provide a bibliographic review, highlighting the historical evolution of x-rays, the physics associated with XRD technique to characterization of materials.

Keywords: X-ray. Historic Evolution. X-ray Diffraction. Application.

* Graduação, Universidade Estadual da Paraíba. E-mail: brunobarretodemaufcg@hotmail.com.

** Professora Doutora, Universidade Estadual da Paraíba. E-mail: anabispouepb@gmail.com

1 INTRODUÇÃO

A humanidade, os materiais e a engenharia evoluíram no decorrer do tempo e ainda continuam a fazê-lo. Historicamente, o avanço das civilizações dependeu do aprimoramento dos materiais existentes, visando uma evolução e maximização do desempenho dos produtos manufaturados (SMITH e HASHEMI, 2012a). A ciência dos materiais é a base de todos os avanços tecnológicos, e uma compreensão dos fundamentos que relacionam a composição, síntese, processamento e a microestrutura dos materiais pode auxiliar no aperfeiçoamento de suas propriedades (ASKELAND e PHULÉ, 2008). Todavia, a evolução do conhecimento dessas variáveis e como manipulá-las para o desenvolvimento de novos materiais ou para aprimorar os existentes não foi instantâneo. Houve um período de latência para elucidar a descrição detalhada do arranjo de átomos, ou seja, a microestrutura. Para Santos (2009),

A evolução científica e tecnológica do século XVII ao final do século XIX não se refletiu em mudanças profundas na compreensão da estrutura dos materiais. Após a segunda metade do século XX, houve um grande crescimento no entendimento da microestrutura dos materiais, e só foi possível por meio da descoberta de novas técnicas de caracterização de materiais. Atualmente, há um número considerável de técnicas diretas e indiretas para caracterizar amostras, como por exemplo, a difração do raio-x.

O conhecimento que se tem atualmente sobre a estrutura cristalina dos materiais foi obtido, principalmente, pela técnica de difração de raios-x, cujo comprimento de onda tem valor próximo aos das distâncias entre os planos cristalográficos (SMITH e HASHEMI, 2012b), conforme será discutido no tópico 3.2. A localização dos raios-x no espectro eletromagnético fica na faixa $\lambda_{\text{radiação gama}} < \lambda_{\text{raios-x}} < \lambda_{\text{UV}}$, com energia entre 100 eV e 100 keV (KITTEL, 2006). Este método por difração de raios-x fornece informações sobre a natureza e os parâmetros do reticulado cristalino, assim como detalhes a respeito do tamanho, da perfeição (homogeneidade) e da orientação dos cristais (PADILHA, 2000a). Ao mesmo tempo, o tamanho e a geometria da célula unitária podem ser determinados a partir das posições angulares dos picos de difração, enquanto o arranjo dos átomos dentro da célula unitária está associado com a intensidade relativa desses picos (CALLISTER JÚNIOR, 2002). A identificação dos elementos presentes nos materiais é de grande relevância, uma vez que pode direcionar sua síntese para determinada aplicação prática (SILVA et al., 2018). Conforme Albers et al. (2002),

A técnica de difração de raios-x é a mais indicada na determinação das fases cristalinas presentes em materiais cerâmicos. Isto é possível porque na maior parte dos sólidos (cristais), os átomos se ordenam em planos cristalinos separados entre si por distâncias da mesma ordem de grandeza dos comprimentos de onda dos raios-x.

A técnica de difração de raios-x (DRX) também é utilizada para análise e prevenção de falhas prematuras na indústria do vidro, embora seja um material amorfo e não forneça padrões de difração de raios-x. Nesse caso, a análise é utilizada na identificação de partículas cristalinas contaminantes que causam pequenas falhas no vidro, bem como alterações e inconformidades em

revestimentos cristalinos para textura, tamanho de cristalito e cristalinidade (BUNACIU, UDRISTIOIU e ENEIN, 2015).

Geralmente, as indústrias de semicondutores utilizam como matéria-prima o silício, germânio e arseneto de gálio. Esses materiais se tornaram extremamente importantes em muitas tecnologias modernas, em particular nos microcircuitos eletrônicos, que empregam monocristais de silício e outros semicondutores (CALLISTER JÚNIOR, 2002). A condutividade elétrica dos materiais semicondutores, situa-se entre a dos isoladores cerâmicos e a dos condutores metálicos. Portanto, necessita-se de um controle rigoroso nos defeitos estruturais para não prejudicar o desempenho da peça e, nesse caso, a análise de DRX pode contribuir no controle da qualidade (SHACKELFORD, 2008). Conforme Murray et al. (2010),

A indústria de microeletrônica usa materiais monocristalinos de silício e arseneto de gálio, visando o desenvolvimento de circuitos integrados. Conseqüentemente, a caracterização por DRX é de grande importância para detectar a presença de defeitos dentro de um cristal. Entre as técnicas comumente utilizadas para caracterização, a difração é uma poderosa ferramenta de avaliação não destrutiva para fornecer informações do cristal.

Desde a II segunda guerra mundial tem havido uma grande expansão das indústrias de polímeros e produtos plásticos (RABELLO, 2000a). Os polímeros, em sua forma "bulk", não apresentam uma cristalinidade total, pois são macromoléculas (BILLMEYER, 1971). Todavia, torna-se de grande relevância mensurar o grau de cristalinidade dos polímeros, uma vez que isso afeta as propriedades de dureza, módulo elástico, resistência à tração, tensão de escoamento e temperatura de deflexão térmica (RABELLO, 2000b). Um método para determinação da fração cristalina de polímeros semicristalinos dá-se por meio da difração de raios-x (POLIZZI et al., 1991).

O impulso para aumentar a eficiência no rendimento de combustível levou a indústria aeroespacial a desenvolver materiais mais resistentes e leves, aumentando simultaneamente o tempo de vida útil dos componentes. Por sua vez, esses materiais devem passar por processos de normalização para garantir a qualidade. Nesse contexto, a análise de DRX pode ser utilizada para materiais cristalinos, policristalinos e semicristalinos, visando medidas de tensão residual. A difração de raios-x é um método não destrutivo para monitorar e comparar as tensões em uma peça (ANDEROGLU, 2004).

Na indústria automobilística, a análise de DRX é aplicada para caracterizar e avaliar desempenho de peças e partes metálicas do carro, visando identificar a estrutura cristalina e se há tensão interna, como também se o cristal é único ou agregado (CLARK, ABORN e BRUGMANN, 1927).

Assim, frente a grande importância da técnica de difração de raios-x (DRX) para o desenvolvimento tecnológico, torna-se conveniente seu estudo a fim de agregar conhecimento sobre a evolução histórica e a física envolvida nessa tecnologia, conectando-o à área da física do estado sólido.

2 A DESCOBERTA DO FENÔMENO DOS RAIOS-X: RONTGEN

2.1 Wilhelm Conrad Röntgen

Wilhelm Conrad Röntgen nasceu em Lennep, na Alemanha, tendo como pai Friedrich Conrad Röntgen, comerciante de tecidos, que também nasceu em Lennep, enquanto sua mãe Charlotte Frowein era de Amsterdã, na Holanda. Em março de 1848 muitos países europeus, incluindo a Alemanha, foram abalados pela revolução (primavera dos povos). Então a família de Röntgen mudou-se para Apeldoorn, na Holanda, quando ele tinha 3 anos e, conseqüentemente, foi onde ele se criou e desenvolveu seus estudos. Aos 17 anos, ele foi matriculado na Escola Técnica de Utrecht. Posteriormente, em 1866, se qualificou aos 23 anos como engenheiro mecânico do Polytechnikum e em 1869 recebeu seu doutorado, em Zurique (PANCHBHAI, 2015). A Figura 1 mostra Wilhelm Conrad Röntgen (1845-1923).

Figura 1. Wilhelm Conrad Röntgen (1845-1923).



Fonte: PANCHBHAI, 2015.

Arruda (1996) relata que as exigências das universidades alemãs eram rigorosas, principalmente quando se tratava da formação escolar e ao conhecimento de latim, língua utilizada na época em trabalhos acadêmicos. Nesse caso, o grau de exigência frustrou as pretensões de Röntgen na almejada carreira universitária e, conseqüentemente, em obter uma posição permanente.

Visando o aperfeiçoamento, em 1872, Röntgen mudou-se para Estrasburgo, com Kundt. Entre 1873 e 1875, publicou 5 trabalhos experimentais com o físico austríaco Franz Serafin Exner (1849-1926). Em 1874, recebeu a designação "Privatdozent", ou seja, um título acadêmico em que indicava algumas qualificações formais que o habilitava e permitia ensinar uma disciplina no nível universitário. Ao mesmo tempo, na Universidade de Estrasburgo, em 1876, Röntgen assume uma vaga como professor extraordinário em Física. Na Alemanha, em 1879, foi um período marcante de Röntgen, pois ele assumiu a cadeira de Física na Universidade de Gießen durante 8 anos, alcançando 18 trabalhos publicados e, contribuindo assim, para elevar o status como pesquisador renomado e de credibilidade (ARRUDA, 1996).

Em 1888, Roentgen tornou-se professor de física na universidade de Würzburg, na Alemanha. No universo de investigações experimentais de Röntgen, notam-se trabalhos sobre o calor específico dos gases; a influência da pressão nos índices relativos de vários fluidos e a condutividade térmica dos cristais. Ao mesmo tempo, também examinou as características do quartzo e a modificação dos planos de luz polarizada por influências eletromagnéticas (HAAS, 2001; PANCHBHAI, 2015). Todavia, Röntgen obteve o maior reconhecimento pela comunidade científica, principalmente, pela descoberta dos raios-X, inclusive recebendo o Prêmio Nobel de Física em 1901 (GLASSER, 1995).

A descoberta dos raios-x por Röntgen, em 28 de dezembro de 1895, foi uma das contribuições mais marcantes na história da física, bem como para o avanço tecnológico visando o desenvolvimento de equipamentos que utilizam esse tipo de radiação. A descoberta dos raios-x teve um impacto científico, econômico e social para a população. Conforme Haas (2001),

O anúncio ao mundo de um dos eventos mais dramáticos da história da ciência, realizado em 6 de janeiro de 1896, foi recebido com entusiasmo universal. A fotografia do raio-x estava na mão de sua esposa.

Röntgen foi, sem dúvida, um dos físicos mais destacados e importantes do século XIX, devido à sua contribuição na área da física experimental. Entretanto, mesmo com a grande descoberta dos raios-x, Roentgen só publicou três trabalhos científicos dedicados a esse fenômeno. Conforme Martins (1998),

Röntgen publicou três artigos sobre raios X: um no final de dezembro de 1895; o segundo em março de 1896; e o terceiro em março de 1897. Porém, o primeiro trabalho foi o mais relevante e famoso, porque apresenta uma descrição do contexto em que se deu a descoberta dos raios-x.

A descoberta de Röntgen teve grande repercussão e divulgação em jornais de todos os tipos. Ao mesmo tempo, cientistas replicaram seus experimentos, corroborando os seus resultados e, como consequência, aumentando sua reputação (MARTINS, 1998). Para Panchbhai (2015),

Röntgen foi homenageado de uma maneira sem precedentes em diversas partes do mundo, incluindo várias cidades, em que ruas receberam o nome dele. Ele foi premiado com numerosas associações honorárias, medalhas e outras decorações. Mas, sendo surpreendentemente trabalhador e reticente, ele nunca aceitou esses elogios pessoalmente.

Diante desse contexto, torna-se interessante conhecer como se deu a descoberta do fenômeno.

2.2 A Descoberta dos Raios-x por Röntgen

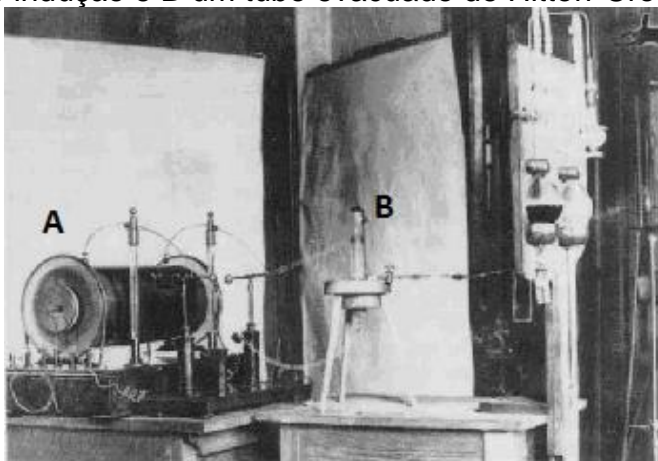
A história da descoberta dos raios-x não é considerada uma verdade absoluta, visto que são escassas as informações confiáveis sobre o tema, embora haja indícios do interesse de Röntgen por pesquisas relacionadas aos raios catódicos em tubos de vácuo, principalmente investigados por Hertz e Lenard (MARTINS, 1998a). De fato, Martins (1998b) relata que:

Röntgen estava interessado nos fenômenos chamados “raios catódicos” e, mais especialmente na descoberta de Philipp Lenard de que era possível fazer com que os raios catódicos produzidos em um tubo evacuado saíssem do tubo, através de uma folha fina de alumínio. Resolveu estudar raios catódicos, adquiridos em 1894 – 1895 e aparelhagem necessária, como uma bobina de indução, capaz de produzir pulsos de alta voltagem, e tubos de vidro especiais (tubos de Hittorf-Crookes), onde os raios catódicos eram produzidos.

Em 1895, Röntgen estava investigando os fenômenos externos que acompanham a passagem de uma corrente elétrica por meio de um gás no interior de vários tipos de tubos de vácuo. Ao mesmo tempo, já existiam trabalhos relacionados com o uso dos mesmos tubos realizadas por Varley, Plucker, Hittorf, Hertz, Goldstein, Guericke, Lenard e Crookes. Porém, foi Goldstein quem denotou o nome raio catódico para o feixe de elétrons gerado em gases altamente rarefeitos dentro de tubos de vácuo, utilizando bobinas de indução Ruhmkorff. Há destaque, também, para Hittorf com seus estudos sobre os raios catódicos e o desenvolvimento de um tubo com maior precisão ao ser submetido com vácuo, ou seja, o mais ideal entre os disponíveis para a época. Por outro lado, William Crookes construiu uma diversidade de tubos de vácuo e, portanto, o termo tubo de Crookes era praticamente usado para qualquer tipo de tubo de vácuo. Röntgen também se referiu a Lenard, que recebeu o Prêmio Nobel por seu engenhoso trabalho com raios catódicos. Em 1892, ele construiu um tubo com os raios direcionados para uma fina película de alumínio, permitindo, pela primeira vez, o estudo dos raios catódicos fora do tubo em que foram produzidos (PANCHBHAI, 2015).

O trabalho de Röntgen usando raios catódicos levou-o à descoberta da radiação de raios-x (anteriormente desconhecida) em 1895, com tubos de raios catódicos evacuados de Hittorf-Crookes, conforme a Figura 2 (PADILHA, 2000a).

Figura 2 - Aparato experimental utilizado por Röntgen em 1895, sendo: A uma bobina de indução e B um tubo evacuado de Hittorf-Crookes.

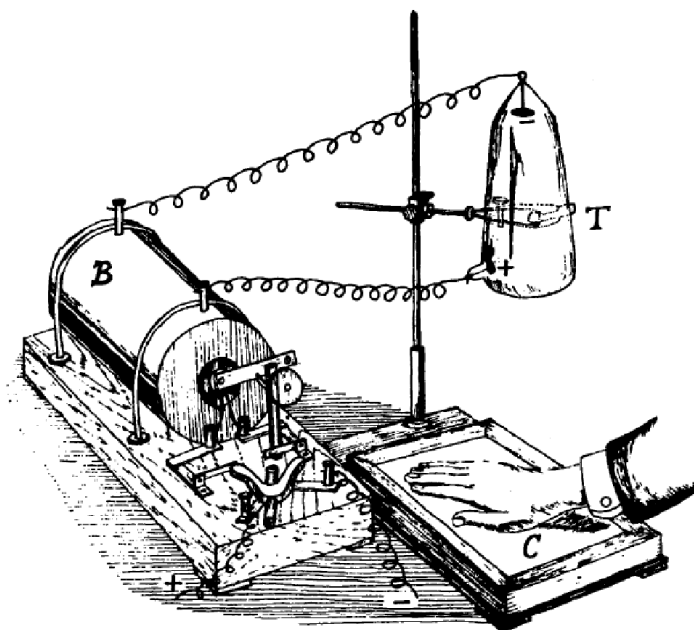


Fonte: <http://www.akisrx.com/inglese/htm/roentgen.htm>

No início de novembro, Röntgen reproduzia um experimento com vários tubos de vácuo, principalmente os de Hittorf-Crookes e Lenard. Uma cobertura de papelão preto foi adicionada para proteger uma película fina de alumínio contra danos causados pelo forte campo elétrico necessário para produzir raios catódicos, bem como para minimizar os efeitos da luminosidade nas observações. Havia, também, sobre a mesa do experimento uma cobertura com platino-cianeto de bário

(MARTINS, 1998b; PANCHBHAI, 2015). Quando Röntgen ligou o tubo, um fato curioso aconteceu: um brilho foi notado no material platino-cianeto de bário. Porém, quando ele desligou o tubo, o brilho sumiu. Ao ligar novamente, o brilho foi verificado. A luminosidade persistiu mesmo quando Röntgen colocou um livro e uma folha de alumínio entre o tubo e a cobertura. Röntgen percebeu que algo saía do tubo, atravessava barreiras e atingia o platino-cianeto de bário. Durante seis semanas, Röntgen viveu em seu laboratório buscando entender o que estava acontecendo e como podia explicá-lo. Então, Röntgen no dia 22 de dezembro realizou o experimento e conseguiu que a radiação atravessasse a mão de sua mulher, Bertha, atingindo, do outro lado, uma chapa fotográfica, conforme a Figura 3. Quando foi revelada a chapa, podiam ser visualizadas as sombras dos ossos de Bertha, sendo um dos achados mais importantes, uma vez que é considerada a primeira radiografia da história. Röntgen deslumbrado com a descoberta, porém ainda confuso, decidiu chamar os raios de “x”, símbolo usado em ciência para designar o desconhecido (ANÔNIMO, 2009).

Figura 3 - (a) Aparato experimental utilizado por Röntgen em 1895, sendo: B uma bobina de indução, T é um tubo evacuado de Hittorf-Crookes e C é uma placa fotográfica. (b) Impressão de um dos primeiros raios-x de Röntgen da mão esquerda de sua esposa Bertha.



Fonte: Padlha, 2000; Panchbhai, 2015.

Röntgen era um físico experimental dedicado e minucioso, o que possivelmente favoreceu à descoberta dos raios-x. Ao mesmo tempo, a investigação continuou tendo como objetivo compreender o fenômeno mais profundamente. Conforme Glasser (1995),

Após a primeira observação dos efeitos fluorescentes dos raios-x, Röntgen seguiu com todo empenho e, nas próximas semanas, realizou um número surpreendente de experimentos cuidadosamente planejados. A esposa que Röntgen raramente aparecia em seu laboratório durante essas semanas de investigação, inclusive até suas refeições eram feitas lá. Até no laboratório

Roentgen dormia, visando não se perturbar e para ficar pronto dia ou noite para experimentar qualquer coisa.

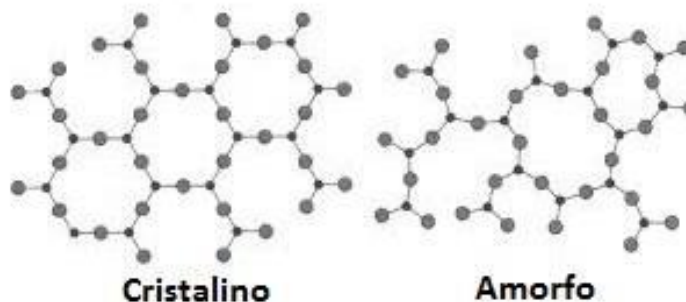
A descoberta dos raios-x por Röntgen, sem dúvida, contribuiu de forma significativa para o avanço tecnológico e, conseqüentemente, o desenvolvimento de equipamentos sofisticados posteriormente. Em especial, a técnica de difração de raios-x foi uma das mais importantes para o entendimento das características dos sólidos cristalinos, inclusive podendo identificar os elementos constituintes dos sólidos, os quais favorecem o direcionamento para aplicações práticas em ciência dos materiais e áreas afins.

3 A FÍSICA ENVOLVIDA NO EQUIPAMENTO

3.1 Organização Estrutural dos Sólidos

Os materiais sólidos podem ser classificados conforme a regularidade dos átomos ou íons no interior de um arranjo sólido. Dentro desse contexto, pode-se encontrar os materiais cristalinos e não cristalinos (habitualmente chamados de amorfos). Um material cristalino é aquele em que os átomos ou íons estão formando uma estrutura periódica (rede cristalina) ao longo de grandes distâncias atômicas, o que não acontece em um sólido amorfo, embora este possua uma rede regular de curto alcance (CALLISTER JÚNIOR, 2002). A Figura 4 ilustra o esquema bidimensional de uma estrutura cristalina e amorfa, respectivamente.

Figura 4 - Esquema bidimensional de uma estrutura cristalina e amorfa, respectivamente.



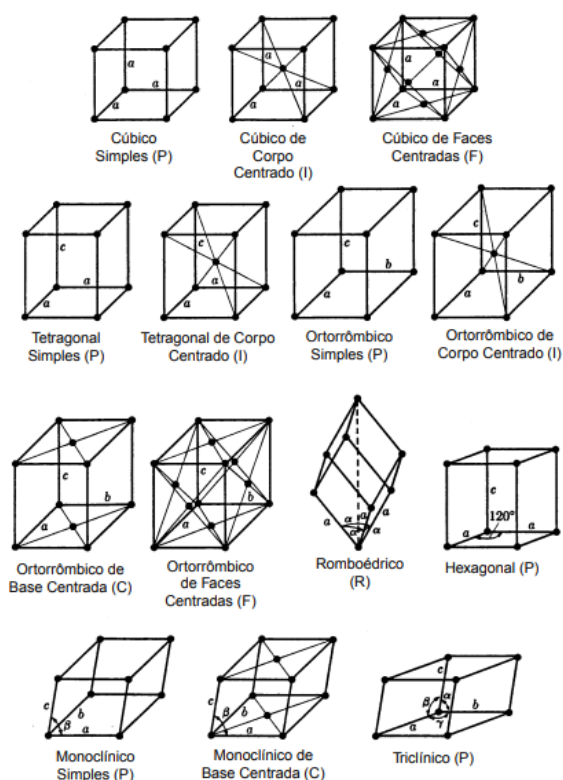
Fonte: <https://engenhariadeelite.wordpress.com/tag/microestrutura/>

Kittel (2006) relata que o estudo da física do estado sólido ganhou grande proporção com a descoberta da difração de raios-x em cristais, uma vez que as propriedades eletrônicas são mais intensas nos materiais cristalinos. Geralmente, as propriedades dos materiais dependem do arranjo cristalino, pois os elétrons apresentam comprimentos de onda da mesma magnitude que as distâncias interatômicas, com ordem de grandeza de 10^{-12} m. Por isso, as propriedades dos materiais são afetadas essencialmente pela periodicidade e o tipo de estrutura cristalina, posto que haja interações entre os raios-x e a estrutura do material.

Existem muitas estruturas cristalinas diferentes e, com isso, torna-se conveniente dividi-las em grupos, conforme suas configurações e de seus arranjos atômicos (SHACKELFORD, 2008). O alemão Moritz Ludwig Frankenheim (1801-

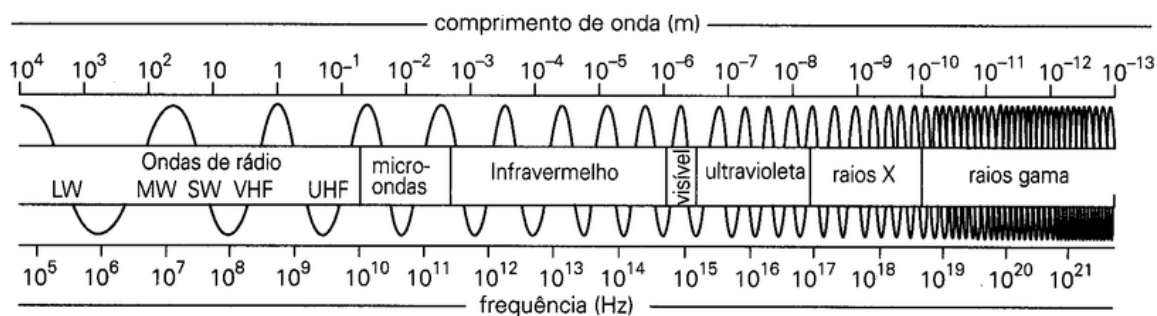
1869), em 1835, realizou o primeiro trabalho metódico descrevendo e enumerando 15 redes espaciais. Entretanto, em 1848, Auguste Bravais (1811-1863) sugeriu que Frankenheim tinha cometido um equívoco ao contabilizar duplamente duas redes cristalograficamente equivalentes. Segundo Bravais, os pontos da rede podem estar arrançados de 14 maneiras diferentes, chamadas redes de Bravais, e constituídos por 7 sistemas distintos (PADILHA, 2000). Esses sete sistemas cristalinos são os cúbicos, tetragonal, hexagonal, ortorrômbico, romboédrico (trigonal), monoclinico e triclinico. A Figura 5 mostra as 14 redes de Bravais.

Figura 5 - As 14 redes de Bravais. Dizem que a, b e c representam parâmetros de rede da célula unitária (REZENDE, 2015).



Fonte: Padilha, 2000

Distâncias interatômicas típicas em um sólido cristalino são da ordem de um Angström (10^{-8} cm). Uma sonda eletromagnética da estrutura microscópica de um sólido deve, portanto, ter um comprimento de onda, no mínimo, tão curto quanto este, o que corresponde a uma energia da ordem de $12,3 \times 10^3$ eV (ASHCROFT e MERMIN, 2011). Os raios-x são uma forma de radiação eletromagnética que possui alta energia e comprimentos de onda curtos (Figura 6), cujos valores são próximos aos das distâncias entre os planos cristalográficos (TIPLER e MOSCA, 2012).

Figura 6 - Espectro eletromagnético.

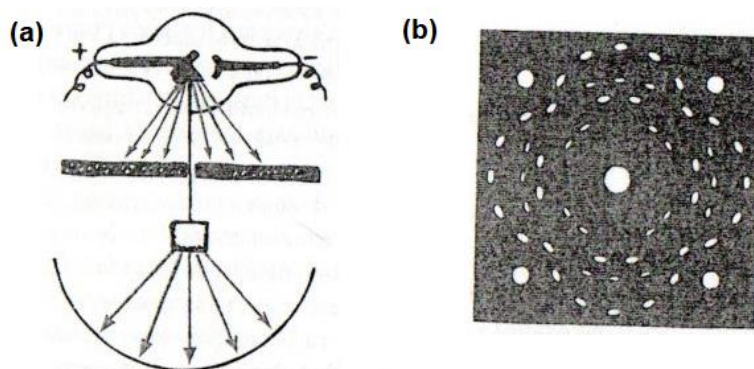
Fonte: Leite e Prado, 2012.

O tipo de raio-x utilizado para a difração é aquele que possui ondas eletromagnéticas com comprimentos entre 0,05 e 0,25 nm (SMITH e HASHEMI, 2012). Os raios-x foram utilizados em 1912 para confirmar que todo o cristal é um arranjo ordenado e tridimensional, ou seja, uma rede cristalina de átomos. As medidas mostraram que os átomos de um cristal estavam muito próximos uns dos outros, com distâncias entre eles aproximadamente igual ao comprimento de onda dos raios-x (HEWITT, 2002).

Há dois métodos de visualizar o espalhamento de raios-x por uma estrutura cristalina periódica perfeita, conforme os métodos de Von Laue e Bragg (HILL, 1982). O trabalho de Laue com os padrões de difração chamou a atenção dos cientistas ingleses William Henry Bragg e William Lawrence Bragg. Como consequência, eles desenvolveram o equacionamento matemático que mostrou exatamente como os raios-x deveriam espalhar através das várias camadas atômicas regularmente espaçadas no interior do cristal (HEWITT, 2002).

O físico alemão Max Von Laue descobriu que um feixe de raios-x direcionado para um cristal sofre difração, ou seja, é separado em feixes, produzindo um padrão característico (Figura 7). Os padrões de difração de raios X impressos em filme mostram que os cristais são como mosaicos bem definidos de átomos, situados sobre redes regulares (HEWITT, 2002).

Figura 7 - Determinação da estrutura cristalina através de raios-x. (a) Equipamento experimental para análise de DRX. (b) Padrão de difração de raios-x observado no anteparo.



Fonte: Hewitt, 2002.

Os métodos de difração dos raios-x de Laue fazem uso de um cristal com uma orientação fixa com relação ao feixe contínuo de raios-x. Existem duas técnicas básicas de Laue: (1) em uma são estudados os raios refletidos em direções próximas à do feixe de raios-x incidente; (2) na outra os feixes refletidos que passam através do cristal. O último método não pode ser aplicado a cristais de grande espessura, devido à perda de intensidade por absorção dos raios-x pelo material (HILL, 1982).

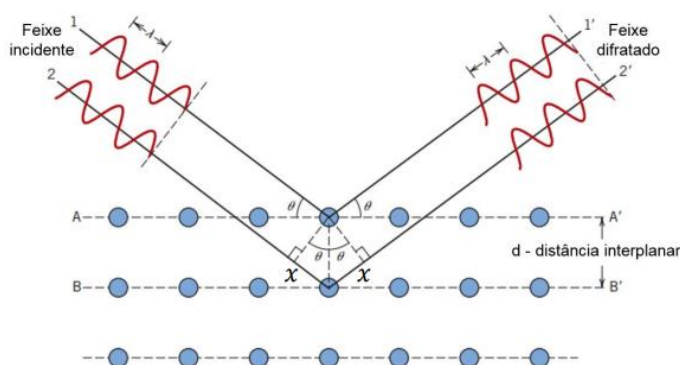
Shackelford (2008) indica que Max Von Laue sugeriu corretamente que os átomos em um cristal seriam uma grade de difração para raios X. Em 1912, ele verificou experimentalmente usando monocristal de sulfato de cobre e, com isso, estabeleceu a base para as primeiras determinações estruturais pelos Braggs.

William Lawrence Bragg explicou o fenômeno considerando um cristal formado por planos paralelos, separados por uma distância d . As condições para um pico pronunciado na intensidade de radiação espalhada eram: (1) que os raios-x devem ser refletidos de forma especular em qualquer um dos planos e (2) que os raios-x refletidos a partir de sucessivos planos devem interferir construtivamente (ASHCROFT e MERMIN, 2011). Os raios refletidos de forma especular a partir de ângulos adjacentes são apresentados na Figura 8. A diferença de caminho entre os dois raios é exatamente $2d\sin\theta$, onde θ é o ângulo de incidência e d representa a distância entre os dois planos atômicos adjacentes. Para que os raios interfiram construtivamente, essa diferença de caminho deve ser um número inteiro de comprimento de onda, que conduz à Equação (1) de Bragg:

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (1)$$

O número inteiro n é conhecido como a ordem da reflexão, sendo que para interferência construtiva o valor deve ser inteiro. A lei de Bragg é uma consequência da periodicidade da rede cristalina. Para determinar a intensidade relativa dos vários feixes difratados, precisa-se conhecer o poder de espalhamento dos átomos que compõem a rede, que depende, por sua vez, da distribuição espacial dos elétrons (KITTEL, 2006). O domínio do princípio que governa a técnica de difração foi de grande relevância, uma vez que contribuiu para o avanço na caracterização dos materiais, especialmente sobre a estrutura cristalina.

Figura 8 - Difração de raios-x por planos de átomos, onde 2θ representa o ângulo de difração.



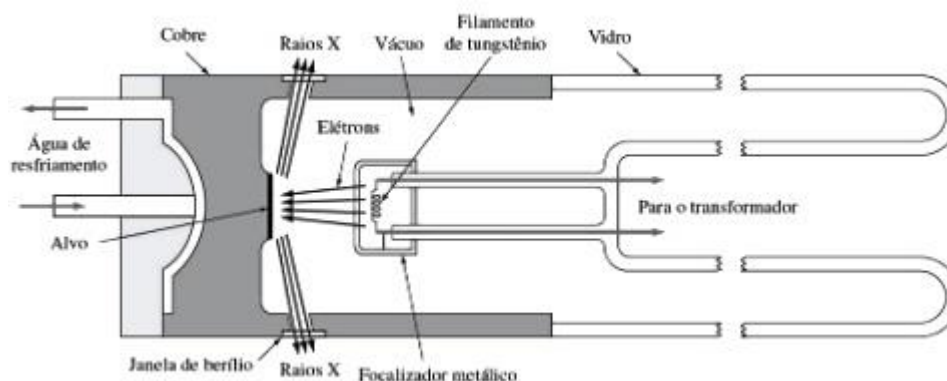
Fonte: Callister Júnior, 2002.

Em geral, quando os raios-x com uma dada frequência atingem um átomo, eles interagem com seus elétrons, fazendo-os vibrar com a mesma frequência do feixe de raios-x. Como os elétrons se tornam cargas elétricas em vibração, eles reirradiam os raios-x sem mudar de frequência. Esses raios refletidos saem dos átomos em muitas direções, ou seja, os elétrons espalham o feixe de raios-x em todas as direções (HILL,1982). A difração é a respostas da radiação espalhada por um conjunto regular de planos cujo espaçamento tem a mesma ordem de grandeza do comprimento de onda da radiação (OLIVEIRA, 2015).

3.2 Fenômeno Físico Envolvido no Equipamento

A difração por raios X (DRX) é uma técnica analítica rápida usada principalmente para a identificação de fases de um material cristalino. Essa técnica possibilitou a ampliação do uso de materiais em aplicações práticas e, por isso, torna-se interessante avaliar o fenômeno envolvido no equipamento, visando à formação dos raios X. A Figura 9 representa um esquema da seção longitudinal de uma ampola de raios X de filamento. Para a produção de raios X para difração, inicialmente, é necessário aplicar uma diferença de potencial, entre um cátodo e um alvo metálico, que funciona como ânodo, mantido em vácuo, conforme Figura 9. Quando o filamento de tungstênio do cátodo é aquecido, liberam-se elétrons, por efeito termoiônico, que são acelerados por meio do vácuo pela diferença de potencial entre o cátodo e o ânodo, ganhando, assim, energia cinética. Quando os elétrons se chocam com o alvo metálico, liberam-se raios X. Todavia, a maior parte da energia cinética é convertida em calor e, desse modo, o alvo metálico precisa ser resfriado (SMITH E HASHEMI, 2012b).

Figura 9 - Esquema da seção longitudinal de uma ampola de raios X de filamento.

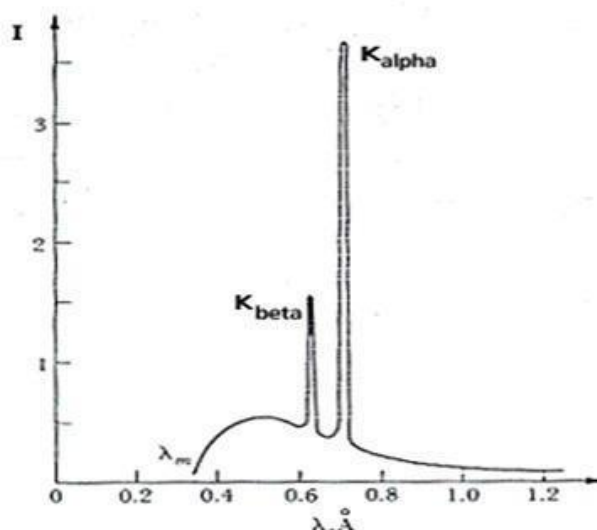


Fonte: Smith e Hashemi, 2012b.

Os alvos geradores de raios X mais utilizados são de cobre ($\lambda = 1,541 \text{ \AA}$), molibdênio ($\lambda = 0,709 \text{ \AA}$) e cobalto ($\lambda = 1,789 \text{ \AA}$). Conforme Canevarolo Júnior (2003), do ponto de vista atômico, ao bombardear o metal alvo com elétrons de alta energia, elétrons próximos ao núcleo (nível K) são ejetados para regiões afastadas do mesmo, seguindo-se um reordenamento eletrônico a partir do espaço gerado pela ejeção daquele elétron. Assim um elétron do nível L passa a ocupar a posição anteriormente ocupada pelo elétron do nível K, e ao fazer isto libera energia na forma de um fóton de radiação X. Uma vez que cada nível eletrônico possui diversos

subníveis, diversas emissões são possíveis em termos de energia. Assim, geralmente um espectro apresenta uma emissão contínua de baixa intensidade associada aos picos de maior intensidade de emissão, conforme a Figura 10. Os comprimentos de onda das linhas K_{β} e K_{α} são característicos de cada elemento. A técnica de raios-x exige que o feixe de radiação seja monocromático e, por isso, geralmente utilizam-se fontes com bandas de emissão intensas, as quais podem ser filtradas (K_{α}).

Figura 10 - Espectro de emissão e raios X, onde os picos correspondem às transições K_{β} (K_{β}) e K_{α} (K_{α}).

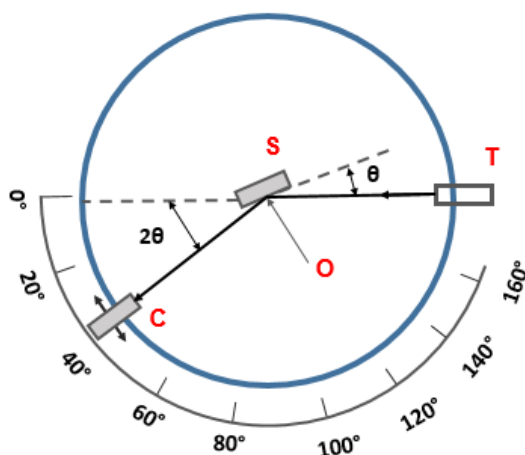


Fonte: <https://www.if.ufrgs.br/tex/fis142/raiosx/rxconc.html>

O conhecimento do fenômeno envolvido possibilitou a utilização de radiação X monocromática, visando à caracterização de amostras pulverizadas ou policristalinas. Nesse caso, pode-se utilizar um difratômetro, que consiste em um aparelho utilizado para determinar os ângulos nos quais ocorre difração em função do comprimento de onda incidente, em amostras cristalinas. A Figura 11 mostra um diagrama esquemático de um difratômetro de raios X.

Conforme Callister Júnior (2002), uma amostra "S" no formato de uma chapa plana é posicionada de forma que são possíveis rotações ao redor do eixo identificado por "O", o qual é perpendicular ao plano. O feixe monocromático de raios X é gerado no ponto "T" e as intensidades dos feixes difratados são detectadas através de um contador "C". A amostra, a fonte de raios X e o contador estão todos sobre o mesmo plano. O contador é montado sobre uma plataforma móvel que também pode ser girada ao redor do eixo "O" e, ao mesmo tempo, a sua posição angular em termos de 2θ é marcada sobre uma escala graduada. A plataforma e a amostra estão acopladas mecanicamente, de tal forma que uma rotação da amostra de um ângulo θ é acompanhada de uma rotação de 2θ do contador, assegurando que os ângulos incidentes e de reflexão sejam mantidos iguais um ao outro (Figura 11). Colimadores são adicionados dentro da trajetória do feixe para produzir um feixe focado e bem definido, assim como um filtro para proporcionar um feixe monocromático.

Figura 11 - Diagrama esquemático de um difratômetro de raios-x, onde T = fonte de raios-x; S = amostra; C = detector e O = eixo de rotação entre amostra e o detector.



Fonte: https://www.researchgate.net/figure/Figura-3-15-Diagrama-esquemático-de-um-difratômetro-de-raios-X-T-fonte-de-raios-X-S_fig8_293826875

Callister Júnior (2002) relata, ainda, que à medida que o contador se move a uma velocidade constante, um registrador plota a intensidade do feixe difratado em função do valor 2θ (ângulo de difração). Os picos de altas intensidades resultam quando a condição de difração de Bragg é satisfeita por algum conjunto de planos cristalográficos.

O entendimento do fenômeno envolvido possibilitou um avanço na área da física do estado sólido, uma vez que se desenvolveram equipamentos para caracterização de materiais, ampliando-se suas aplicações em áreas da Física, medicina e engenharia.

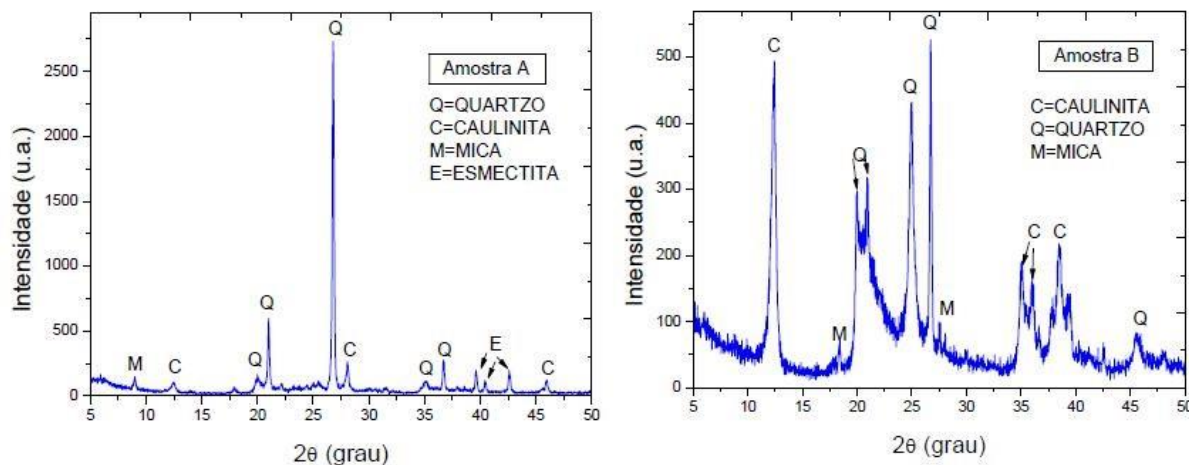
4 APLICAÇÃO DA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X EM MATERIAIS

O desenvolvimento de novos produtos é vinculado à pesquisa científica, a qual é impulsionada pelas necessidades industriais. A demanda por materiais eficientes requer propriedades aprimoradas e, para isso, investigações sobre caracterização dos materiais são essenciais. Nesse contexto, para atender às necessidades de novos produtos, é preciso desvendar as melhores correlações de processamento e propriedades da estrutura do material. Portanto, as técnicas de caracterização de materiais para o estudo da estrutura interna são necessárias como ferramentas no controle da qualidade.

A difração de raios-x é uma das técnicas amplamente utilizadas para o estudo da estrutura interna dos materiais. A análise é frequentemente utilizada na indústria cerâmica, visto que é a mais indicada na determinação das fases cristalinas presentes. Cada material cristalino apresenta diferentes parâmetros de células unitárias, implicando num fornecimento de um padrão de difração diferente. Portanto, com padrões adequados para comparação é possível determinar as fases presentes em um material (LI e SUN, 2017). Tal fato é de grande relevância, uma vez que serve como um controle de qualidade da matéria-prima, inclusive rejeitar

caso apresente contaminações que prejudiquem o desempenho do produto final. A Figura 12 mostra gráficos de DRX.

Figura 12 - Difratomogramas de raios X das amostras: (a) argila A; (b) argila B. Cada pico representa a difração do feixe de raios X por um conjunto de planos cristalinos paralelos.



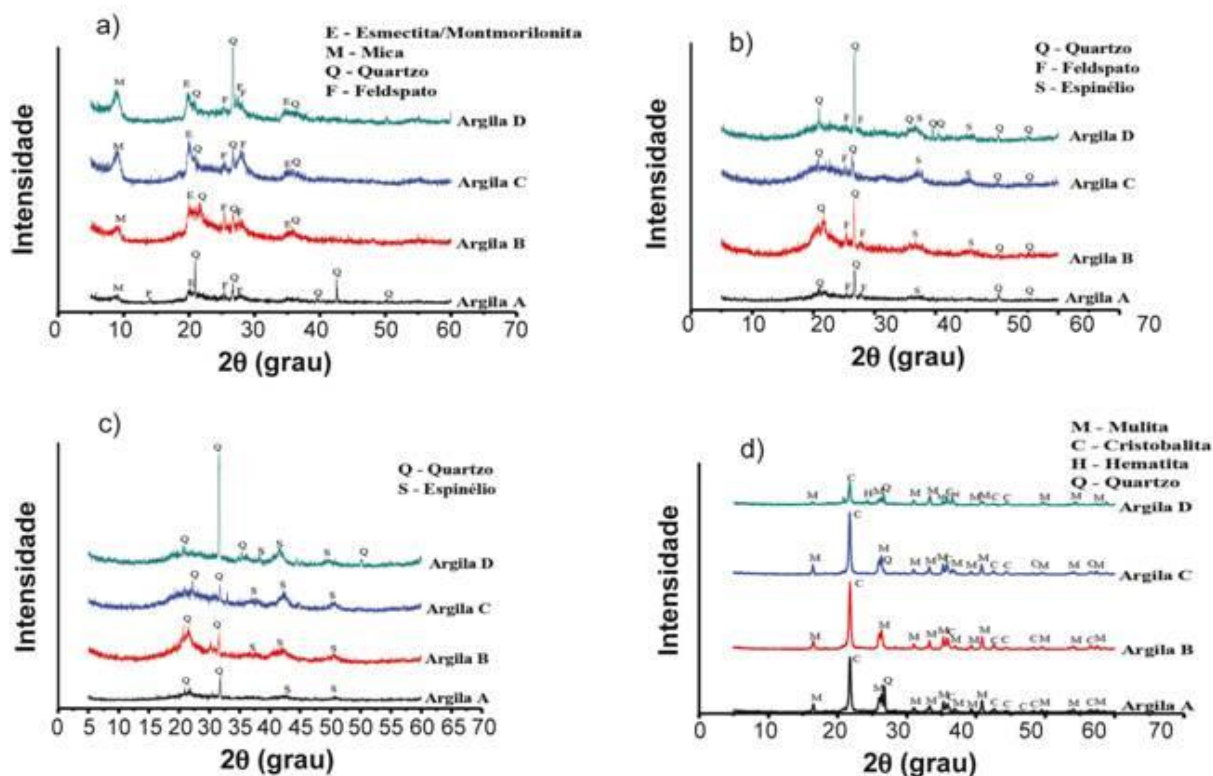
Fonte: Silva et al., 2017.

Na Figura 12, foi possível identificar os elementos presentes nas argilas que seriam utilizadas na indústria cerâmica (SILVA et al., 2017). Com base no padrão de difração da argila A, sugeriu-se a presença de caulinita mal cristalizada, pois as intensidades dos picos de difração são fracas.

Os materiais cristalinos podem variar suas propriedades dependendo das condições que forem submetidos, ou seja, dependendo do processo aplicado e dos parâmetros utilizados, uma transformação de fases pode ocorrer. Nesse caso, torna-se importante conhecer as novas fases desenvolvidas, visto que podem ocorrer alterações volumétricas. Esse fundamento é de grande preocupação na indústria cerâmica durante a etapa de tratamento térmico pois, dependendo da temperatura, novas fases se desenvolvem, o que pode acarretar o trincamento dos produtos finais. Porém, quando bem controlado o desenvolvimento das novas fases, as propriedades mecânicas podem ser aperfeiçoadas. A Figura 13 apresenta difratogramas de raios-x das argilas A, B, C e D, após tratamento térmico nas temperaturas de 750, 850, 950 e 1150 °C.

Na Figura 13, os autores verificaram a evolução das fases cristalinas presentes nas argilas A, B, C e D, em função da temperatura de tratamento térmico. Cada elemento presente produz um efeito nas propriedades, inclusive melhorando o comportamento mecânico quanto mais severo o tratamento térmico. Além disso, o tempo ao qual uma amostra permanece sob tratamento térmico a uma temperatura específica influencia na intensidade dos picos de difração, ou seja, o tratamento térmico influencia no tipo de componente que predomina no material.

Figura 13 - Difratomogramas de raios -x das amostras após tratamento térmico: (a) 750 °C; (b) 850 °C; (c) 950 °C e (d) 1150 °C.

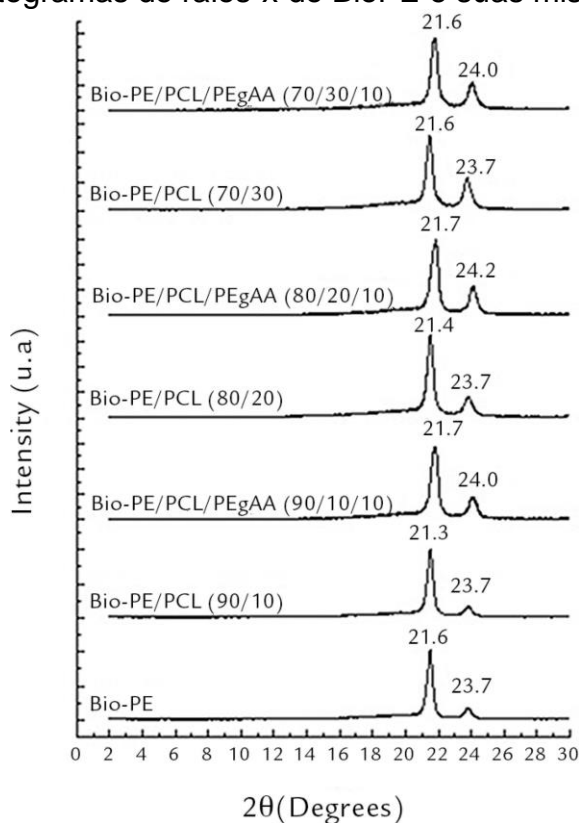


Fonte: Brito et al., 2015.

A técnica de DRX também é importante na área da tecnologia de plásticos, especificamente no desenvolvimento de novos polímeros. Geralmente, em vez de sintetizar um novo polímero que requer anos de pesquisas e altos investimentos, as indústrias realizam a mistura de polímeros diferentes para melhorar propriedades. Dentro dessa perspectiva, torna-se importante saber se a mistura de dois polímeros semicristalinos ou semicristalino com um amorfo altera as estruturas. A averiguação das modificações das estruturas cristalinas é conveniente, visto que afetam as propriedades mecânicas, térmicas e ópticas dos polímeros. A Figura 14 mostra os difratogramas de DRX de Biopolietileno (BioPE), as misturas binárias (Bio-PE /PCL) e as ternárias (Bio-PE/PCL/PEgAA). Esses materiais foram desenvolvidos visando um ciclo ambiental sustentável, uma vez que são derivados de matérias-primas naturais. Nesse caso, a investigação da estrutura cristalina foi crucial para o entendimento das propriedades.

Na Figura 14, os autores verificaram, a partir dos difratogramas que a adição de PCL e o copolímero funcionalizado (PEgAA) não modificou os padrões de difração de raios-x em comparação com a matriz de Bio-PE. No entanto, observou-se que, para misturas binárias com 20 e 30% de PCL, houve um aumento na intensidade do plano (200) da rede cristalina (BEZERRA et al., 2019), indicando um acréscimo na cristalinidade desses materiais.

Figura 14 - Difratomogramas de raios-x do BioPE e suas misturas poliméricas.

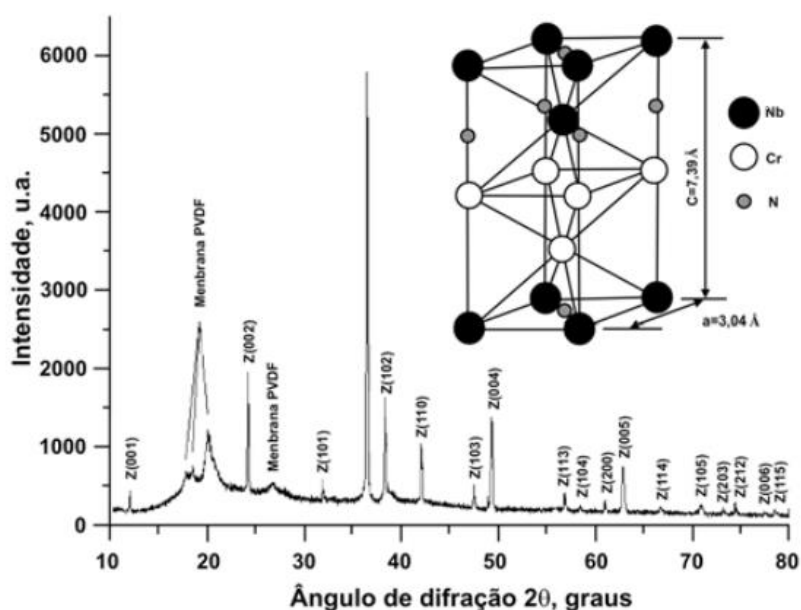


Fonte: Bezerra et al., 2019.

As aplicações da difração de raios-x para caracterizar materiais são abrangentes, inclusive com questões como análise de textura, deformação cristalina, análise de filme fino, etc. É uma técnica que revolucionou o aprimoramento dos materiais, contribuindo assim para ampliar a faixa de aplicações dos materiais existentes. Na área da metalurgia um grande número de ligas metálicas apresenta comportamento satisfatório quando usadas na fabricação de implantes para próteses de quadril. Todavia, as tais ligas devem estar em conformidades com as normatizações, visando assegurar sua qualidade por longos períodos e sem perder sua funcionalidade. A técnica de DRX é utilizada nos aços para verificar as fases presentes, inclusive servindo como análise para validar a qualidade do produto, uma vez que a composição detectada pode impactar no comportamento mecânico. A Figura 15 apresenta o espectro de difração de raios-x e a representação da célula unitária da fase Z ($\text{Cr}_2\text{Nb}_2\text{N}_2$), em aço ISO 5832-9 (GIORDANI et al., 2007).

Na Figura 15, os autores identificaram para o aço ISO 5832-9 precipitados da fase Z, com composição aproximada Cr-Nb-N e estrutura tetragonal, com parâmetros de rede $a = 3,035 \text{ \AA}$ e $c = 7,380 \text{ \AA}$. A presença de uma grande quantidade de partículas de precipitados é responsável pelo refino de grão desse material, quando comparado com o aço F 138 (material metálico mais utilizado na fabricação de implantes ortopédicos). Tal detecção das partículas de precipitados por DRX é de considerável importância, uma vez que aprimora o comportamento mecânico e eletroquímico.

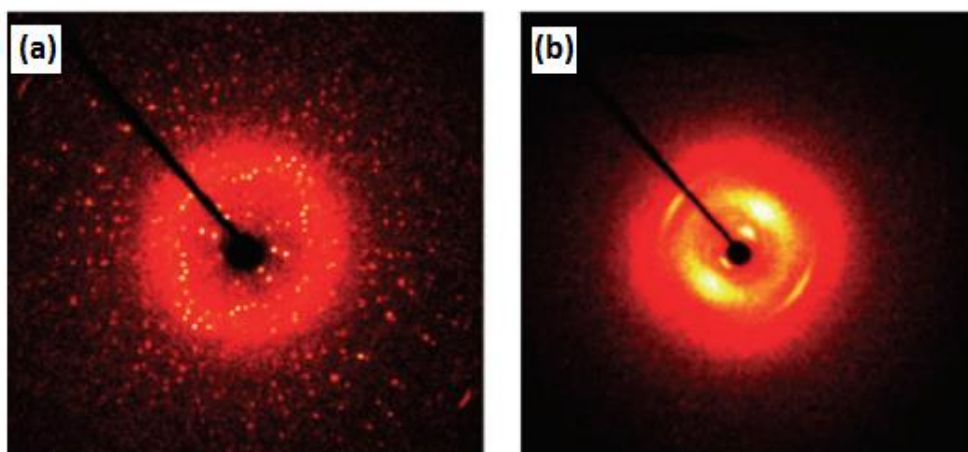
Figura 15 - Espectro de difração de raios-x aço ISO 5832-9.



Fonte: Giordani et al., 2007.

Por difração de raios-x pode-se investigar padrões de materiais monocristalinos ou policristalinos. As determinações mais precisas da estrutura são realizadas usando uma única amostra de cristal, na qual centenas a milhares de pontos Bragg separados podem ser usados (Figura 16a), visando a determinação das posições atômicas com uma grande precisão. Entretanto, na ciência dos materiais, com bastante frequência, o material está em uma forma policristalina e, nesse caso, arcos emparelhados aparecerão no padrão (Figura 16b). Isso não apenas pode fornecer informações sobre espaçamento intermolecular, mas também indicar uma atenção cuidadosa na preparação e alinhamento da amostra, pois fornece informação sobre a orientação das moléculas ou fibras longas (KVICK, 2017).

Figura 16 - Padrões representativos de difração de raios-x para (a) um único cristal; (b) um material policristalino.



Fonte: Skakle, 2005.

5 CONCLUSÃO

O aprimoramento da física do estado sólido desenvolve-se gradualmente ao longo do tempo, com o desenvolvimento de equipamentos capazes de identificar a estrutura do material sólido. Nesse caso, há destaque para a técnica de difração de raios-x, a qual contribuiu para o avanço científico e tecnológico, inclusive beneficiando a população com o desenvolvimento de novos materiais para aplicações práticas. A física, como uma ciência experimental, contribuiu de forma decisiva para o desenvolvimento de técnicas avançadas, uma vez que a descoberta dos raios-x por Röntgen, em 1895, foi um ponto de partida para o progresso da física do estado sólido. A difração de raios-x possibilitou a correlação entre a estrutura dos materiais com as suas propriedades, com mudanças e possibilidades de aprimoramento no desempenho dos mesmos. Enfim, a utilização da técnica de DRX aos materiais cristalinos representou um avanço tecnológico relevante e, nesse contexto, é possível observar a interdisciplinaridade da física com a engenharia por meio das ferramentas que a técnica oferece para a caracterização de amostras em ciência dos materiais.

REFERÊNCIAS

ALBERS, A. P. F.; MELCHIADES, F. G.; MACHADO, R.; BALDO, J. B.; BOSCHI, A. O. Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X. **Cerâmica**, vol. 48, n. 305, p. 34-37, 2002.

ASHCROFT, N. W.; MERMIN, N. D. **Física do estado sólido**. São Paulo: Cengage Learning, 2011. Cap 6, p. 103-119.

ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. **Introdução à ciência e engenharia dos materiais**. São Paulo: Cengage, 2008. Cap. 1, p. 1-18.

ANDEROGLU, O. **Residual stress measurement using x-ray diffraction**. Master of science, Texas University, Estados Unidos, 2004.

ANÔNIMO. Wilhelm Röntgen e a criação dos raios X. **Jornal Brasileiro de Patologia e Medicina Laboratorial**, vol. 45, n. 1, p. 1, 2009.

ARRUDA, W. O. Wilhelm Conrad Röntgen: 100 anos da descoberta do raios X. **Arquivos de Neuro-Psiquiatria**, vol. 54, n. 3, p. 525-531, 1996.

BEZERRA, E. B.; FRANÇA, D. C.; MORAIS, D. D. S.; SIQUEIRA, D. D.; ARAÚJO, E. M.; WELLEN, R. M. R. Toughening of bio-PE upon addition of PCL and PEgAA. **REM - International Engineering Journal**, vol. 72, n. 3, p. 469-478, 2019.

BILLMEYER, F. W. **Textbook of Polymer Science**. Nova Jersey: John Wiley & Sons, 2 Ed., 1971. 592 p.

BRITO, I. P.; ALMEIDA, E. P.; NEVES, G. A.; MENEZES, R. R.; SILVA, V. J.; SANTANA, L. N. L. Assessment of new clay deposits of Paraíba State for application as ceramic raw materials. **Cerâmica**, v.61, n.360, p. 391-398, 2015.

BUNACIU, A. A.; UDRISTIOIU, E. G.; ENEIN, H. Y. A. X-Ray diffraction: instrumentation and applications. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, vol. 45, n. 4, 289–299, 2015.

CALLISTER JÚNIOR, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. Rio de Janeiro: LTC, 2002. Cap. 3, p. 20-44.

CLARK, G. L.; ABORN, R. H.; BRUGMANN, E. W. Applications of x-rays in the automotive industry. **SAE Transactions**, v. 22, n. 1, p. 85-101, 1927.

GLASSER, O. W. C. Röntgen and the discovery of the Röntgen rays. **American Journal of Roentgenology**, v. 165, n. 5, p.1033-1040, 1995.

GIORDANI, E. J.; FERREIRA, I.; BALANCIN, O. Propriedades mecânicas e de corrosão de dois aços inoxidáveis austeníticos utilizados na fabricação de implantes ortopédicos. **Rem: Revista Escola de Minas**, v. 60, n. 1, p. 55-62, 2007.

HAAS, L.F. Wilhelm Conrad Von Röntgen (1845–1923). **Jornal de Neurologia, Neurocirurgia e Psiquiatria**, v. 70, n. 1, p. 126, 2001.

HEWITT, P. G. **Física conceitual**. Porto Alegre: Bookman, 2002. Cap. 12, p. 215-230.

HILL, R. E. R. **Princípios de metalurgia física**. Rio de Janeiro: Guanabara, 1982. Cap.2, p. 31-49.

JÚNIOR CANEVAROLO, S. V. **Técnicas de caracterização de polímeros**. São Paulo: Artliber Editora, 2003. Cap. 2, p. 41.

KVICK, A. X-Ray Diffraction, materials science applications. **Encyclopedia of Spectroscopy and Spectrometry**, v. 1, n. 1, p. 648–655, 2017.

KITTEL, C. **Introdução à física do estado sólido**. Rio de Janeiro: LTC, 2006. Cap. 1, p. 3.

LEITE, D. O.; PRADO, R. J. Espectroscopia no infravermelho: uma apresentação para o ensino médio. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 34, n. 2, p. 2504, 2012.

LI, J.; SUN, J. Application of x-ray diffraction and electron crystallography for solving complex structure problems. **Accounts of Chemical Research**, v. 50, n. 11, p. 2737-2745, 2017.

MARTINS, R. A. A Descoberta dos raios-X: O Primeiro comunicado de Rontggen. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, vol. 20, n. 4, p. 373-391, 1998.

MARTINS, R. A. Jevons e o papel da analogia na arte da descoberta experimental: o caso da descoberta dos raios-x e sua investigação pré-teórica. **Episteme**, vol. 3, n. 6, p. 222-249, 1998b.

MURRAY, C. E.; YING, A. J.; POLVINO, S. M.; NOYAN, I. C.; CAI, Z. Nanoscale strain characterization in microelectronic materials using X-ray diffraction. **Powder Diffraction**, vol. 25, n. 2, p. 108-113, 2010.

OLIVEIRA, L. R. **A influência do aquecimento na estrutura semicristalina da polianilina sal de esmeraldina**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2015.

PADILHA, A. F. **Materiais de engenharia**. Curitiba: Hemus, 2000a. Cap. 6, p 89-102.

PADILHA, A. F. **Materiais de engenharia**. Curitiba: Hemus, 2000b. Cap. 4, p 59-76.

PANCHBHAI, A. S. Wilhelm Conrad Röntgen and the discovery of X-rays: Revisited after centennial. **Journal of Indian Academy of Oral Medicine & Radiology**, vol. 27, n. 1, p. 90-95, 2015.

POLIZZI, S.; FAGHERAZZI, G.; BENEDETTI, A.; BATTAGLIARIN, M.; ASANO, T. Crystallinity of polymers by x-ray diffraction: a new fitting approach. **European Polymer Journal**, vol. 27, n. 1, p. 85-87, 1991.

RABELLO, M. **Aditivação de polímeros**. São Paulo: Artliber Editora, 2000a. Cap. 1, p.17-28.

RABELLO, M. **Aditivação de polímeros**. São Paulo: Artliber Editora, 2000b. Cap. 1, p.159-170.

REZENDE, S. M. **Materiais e dispositivos eletrônicos**. São Paulo: Editora Livraria da Física, 2015.

SANTOS, W. J. Materials characterization techniques: applications and features. **Scientia Plena**, v. 5, n. 6, p. 1-6, 2009.

SHACKELFORD, J. F. **Ciência dos materiais**. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2008. Cap. 4, p. 80-93.

SILVA, A. L.; LUNA, C. B. B.; CHAVES, A. C.; NEVES, G. A. Avaliação de novos depósitos de argilas provenientes da região sul do Amapá visando aplicação na indústria cerâmica. **Cerâmica**, vol. 64, n. 369, p. 69-78, 2018.

SILVA, A. L.; LUNA, C. B. B.; CHAVES, A. C.; NEVES, G. Technological characterization of new clay deposits in the south region of Amapá aiming applications in the ceramic industry. **Matéria (Rio J.)**, vol. 22, n. 1, p. e11797, 2017.

SKAKLE, J. Applications of X-ray powder diffraction in materials chemistry. **The Chemical Record**, v. 5, n. 1, p. 252-262, 2005.

SMITH, W.F.; HASHEMI, J. **Fundamentos de engenharia e ciência dos materiais**. Porto Alegre: AMGH, 2012a. Cap 1, p. 1-14.

SMITH, W.F.; HASHEMI, J. **Fundamentos de engenharia e ciência dos materiais**. Porto Alegre: AMGH, 2012b. Cap 3, p. 58-95.

TIPLER, P. A.; MOSCA, G. **Física para cientista e engenheiros**. Rio de Janeiro: LTC, 2012. Cap. 30, p. 331.

AGRADECIMENTOS

A Deus que me deu a vida, a coragem e a força para eu não desistir da caminhada.

Aos meus pais, que sempre me deram apoio, e me conduziram para o caminho do bem e da felicidade.

À professora Ana Paula Bispo pelas leituras sugeridas ao longo dessa orientação e pela dedicação.

Aos meus amigos de graduação em Física, especialmente aos da turma de 2016.2.

Gostaria de deixar o meu agradecimento às professoras Tâmara e Ivonete, que aceitaram participar como avaliadoras desse trabalho.

A Universidade Estadual da Paraíba, por oportunizar um ensino gratuito e de qualidade.