



**INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO
TOCANTINS**

CAMPUS PALMAS

CURSO SUPERIOR LICENCIATURA EM FÍSICA

THALES VINÍCIUS DA SILVA

**CÁLCULO DA CONSTANTE DE REDE DO SAL DE CLORETO DE POTÁSSIO (KCL)
ATRAVÉS DA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X PELO MÉTODO DO PÓ**

Palmas - TO

2023

THALES VINÍCIUS DA SILVA

**CÁLCULO DA CONSTANTE DE REDE DO SAL DE CLORETO DE POTÁSSIO (KCL)
ATRAVÉS DA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X PELO MÉTODO DO PÓ**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Coordenação do Curso de Licenciatura em Física da
Unidade - Campus Palmas, do Instituto Federal de
Ciência e Tecnologia do Estado do Tocantins, como
exigência à obtenção do título de Licenciado em Física

Orientador: Prof. Dr. Ademar Paulo Júnior

Palmas - TO

2023

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Bibliotecas do Instituto Federal do Tocantins

S586c Silva, Thales Vinícius da
Cálculo da constante de rede do sal de Cloreto de Potássio (KCl) através da difração de raios-x pelo Método do Pó / Thales Vinícius da Silva. – Palmas, TO, 2023.
42 p. : il. color.

Trabalho de Conclusão de Curso (Licenciatura em Física) – Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Tocantins, Campus Palmas, Palmas, TO, 2023.

Orientador: Dr. Ademar Paulo Junior

1. Difração de raio-x. 2. Cloreto de Potássio (KCl). 3. Método do pó. I. Junior, Ademar Paulo. II. Título.

CDD 530

A reprodução total ou parcial, de qualquer forma ou por qualquer meio, deste documento é autorizada para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Elaborado pelo sistema de geração automática de ficha catalográfica do IFTO com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).



Ministério da Educação
Secretaria de Educação Profissional e Tecnológica
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Tocantins
Campus Palmas

FOLHA DE APROVAÇÃO

TÍTULO: CÁLCULO DA CONSTANTE DE REDE DO SAL DE CLORETO DE POTÁSSIO (KCL) ATRAVÉS DA DIFRAÇÃO DE RAIOS-X PELO MÉTODO DO PÓ

AUTOR: THALES VINÍCIUS DA SILVA

ORIENTADOR(A): PROF. DR. ADEMAR PAULO JUNIOR

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Tocantins, Campus Palmas, como parte das exigências para a conclusão do curso de Licenciatura em Física.

Aprovado em 04/12/2023.

Prof. Dr. Ademar Paulo Junior
IFTO - Orientador

Prof. Me. Francisco Romero Araújo Nogueira
IFTO - Membro

Prof.ª Ma. Jeane Silveira de Oliveira
SEDUC/GO - Membro



Documento assinado eletronicamente por **Ademar Paulo Junior, Servidor**, em 12/12/2023, às 17:47, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Francisco Romero Araujo Nogueira, Servidor**, em 12/12/2023, às 18:11, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



Documento assinado eletronicamente por **Jeane Silveira de Oliveira, Usuário Externo**, em 18/12/2023, às 19:58, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site http://sei.ifto.edu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **2199021** e o código CRC **EC275C90**.

Quadra 310 Sul, Lo 5, s/n, esquina com a Avenida NS 10 - Plano Diretor Sul — CEP 77.021-090
Palmas/TO — (63) 3236-4000
portal.ifto.edu.br — reitoria@ifto.edu.br

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer a minha família que me apoiou durante a minha longa jornada em espacial, aos meus pais Luiz e Neuza, minha tia Sassá que me acolheu e me ajuda até hoje.

Agradecer a todo o corpo docente do curso em especial aos professores de física.

Agradecer meu orientador e amigo Dr. Ademar Paulo Junior, que me ajudou durante minha graduação, me apoiando e ainda por cima não ter desistido de mim mesmo eu, tendo demorado a defender meu TCC.

Agradecer aos meus amigos que adquiri durante o curso em especial, André, Leonado, Lohan e Marco Vinícius.

Agradecer aos grandes amigos da família Gilson e Chicão por sempre me ajudar durante as viagens para a minha casa.

Por fim, gostaria de agradecer ao IFTO por ter me proporcionado tudo isso além de, uma formação profissional e para a vida.

RESUMO

A organização da matéria é estudada desde os antigos gregos. No início do século XX, no nascer da Física moderna, Laue e Bragg propuseram estudar a estrutura da matéria a partir da difração de raio-x em cristais, nascendo assim a cristalografia. Este trabalho visa por procedimento experimental embasado em uma sólida revisão bibliográfica explicitar a difração de raio-x em materiais cristalinos. Neste trabalho, utiliza-se de uma máquina própria para a difração em cristais com a técnica Debye-Scherrer conhecida como *método do pó* para a realização de difração de raio-x no cristal de Cloreto de Potássio (KCl) e, por meio da Lei de Bragg obter a distância interplanar dos átomos que o compõem. Este experimento ajudou na compreensão sobre a interação radiação e matéria, além de compreender experimentalmente a Lei de Bragg. Através do experimento realizado foi possível medir a distância entre os planos do cristal estudado que por sua vez, comprova a eficácia da Lei de Bragg no estudo dos cristais.

Palavras-chave: Lei de Bragg, *Método do pó*, Cloreto de Potássio (KCl), Difração de raio-x.

ABSTRACT

The organization of matter has been studied since the ancient greeks. In the early 20th century, at the birth of modern Physics, Laue and Bragg proposed to study the structure of matter using x-ray diffraction in crystals, thus giving rise to crystallography. This work aims at an experimental procedure based on a solid literature review explaining x-ray diffraction in crystalline materials. In this work, the Debye-Scherrer technique, known as the powder method, was used with a crystal diffraction machine to perform x-ray diffraction in the Potassium Chloride (KCl) crystal and, through the Law Bragg method obtains the interplanar distance of the atoms. This experience helped in understanding the interaction of radiation and matter, in addition to experimentally understanding Bragg's Law. Through the experiment carried out, it was possible measure the distance between the trained crystal planes, in turn, proving the effectiveness of Bragg's Law in the study of crystals.

Keywords: Bragg Law, *Powder method*, Potassium Chloride (KCl), X-ray diffraction.

Sumário

Sumário

1. Introdução	9
2.Fundamentação Teórica.....	11
2.1. Aspectos históricos da natureza da luz	11
2.2 Aspecto histórico sobre o raio-x	14
2.3 Produção de raio-x	16
2.3.1 Espectro de <i>Bremsstrahlung</i> (Radiação de frenagem)	18
2.3.2 Espectro característico.....	18
2.4 Estrutura Cristalina	21
2.4.1 Redes Bravais	23
2.4.2 Índice de Miller	25
2.5 Difração	25
2.5.1 Difração por uma fenda.....	25
2.5.2 Difração de dupla fenda.	26
2.5.3 Redes de Difração	27
2.6 Lei de Bragg e Difração de raio-x	28
2.7 Técnicas de difração de raio-x	30
2.7.1 O Método de Laue.....	30
2.7.2 Método do Pó	31
3 Equipamentos, Materiais, Procedimentos Metodológicos e Manufatura	33
3.1 Metodologia	33
3.2 Equipamento	34
3.3 Materiais, Manufatura e Coleta de Dados	35
4 Resultados e Discussões.....	39
4.1 Resultados	39
4.2 Análise dos dados	39
5 Considerações Finais	41
REFERÊNCIAS	42

1. Introdução

Desde os estudiosos gregos sempre houve a pergunta sobre a composição da matéria, a definição do bloco fundamental da natureza, o átomo que significa indivisível, a natureza da luz e a como a matéria se organiza sempre assolaram esses pensadores clássicos. Sobre a natureza da matéria em questão, os cristais (pedras preciosas) sempre cobiçavam a mente humana, pois seu brilho intrigava os pensadores. Estes sábios, como Demócrito acreditavam que a organização da matéria se devia a sua estrutura macroscópica, ou seja, um tijolo em seu estado fundamental era constituído de inúmeros “tijolinhos” e uma pedra preciosa de incontáveis “pedrinhas” até formar o todo visível a olho nu (ROCHA, 2011).

Milhares de anos após a proposta dos gregos sobre o bloco fundamental da matéria, apresentou-se ideias mais “corretas” sobre a natureza do átomo. John Dalton (1766 - 1844) foi pioneiro, ele acreditava que o átomo era uma espécie de bola maciça que não podia ser dividida, como uma bola de bilhar. Em 1897 Joseph John Thomson (1856 - 1940), descobriu a 1ª partícula subatômica, o elétron. O átomo para Thomson também era uma bola maciça, entretanto agora com os elétrons “grudados” a ele que poderia ser arrancado, como em um famoso *pudim de passas* britânico. Ernest Rutherford (1871 - 1937) criou um novo modelo atômico baseado em um sistema planetário, sendo o núcleo atômico com carga positiva representado pelo Sol e os elétrons orbitando esse “Sol” sendo os planetas. Mais tarde em 1913, Niels Bohr (1885 - 1962) aperfeiçoou este modelo com os elétrons em órbitas específicas, diferente do modelo de Thomson o átomo era quase em sua totalidade espaços vazios (BRADY, RUSSELL, HOLUM, 2006).

Então, com a estrutura básica da matéria de certa forma conhecida, voltou-se à pergunta, como um corpo é organizado? Para isso era preciso visualizar mais a fundo, ou seja, viu-se necessário o uso de um “microscópio” mais potente. A difração já era um fenômeno conhecido desde o século XIX, mas a descoberta dos raios-x no final deste mesmo século abriu um novo leque de possibilidades. Max von Laue (1879-1960) teve a ideia de usar os raios-x como a luz para um “microscópio” a fim de estudar os cristais.

Ao mesmo tempo que estrutura da matéria era revelada uma nova luz nasceu. Em meados de 1895 Wilhelm Conrad Röntgen (1845-1923) descobriu de maneira totalmente acidental um novo tipo de raio, o mesmo não era afetado por campos magnéticos e nem elétrico assim Röntgen deduziu que se tratava de uma onda eletromagnética, ele a chamou de Raio-X (MARTINS, 1998).

O estudo apresentado neste trabalho, é discutido de forma teórica e experimental sobre a difração de raio-x e a estrutura cristalina. Toda a matéria é organizada de algumas formas, podendo ser periódica ou não. A cristalografia estuda os materiais que se arranjam de formas periódicas dadas certas condições como temperatura e pressão. Para a ciência, “enxergar” como as mais diversas substâncias se compunham, abriu-se um novo ramo de estudo, a ciência dos materiais.

Este trabalho teve como meta medir a constante de rede do KCl além de, expor um breve apanhado histórico acerca da natureza dual da luz e a interação radiação-matéria. Ademais, o estudo apresenta a relação da teoria com a experimentação do assunto.

O presente trabalho está dividido em cinco capítulos. No primeiro, é discutida uma pequena introdução acerca do tema, com uma breve revisão bibliográfica além do objetivo do trabalho. No segundo capítulo é apresentado o referencial teórico acerca do tema proposto, no qual são explorados os principais pontos do assunto. No terceiro capítulo é apresentada toda metodologia, materiais e equipamentos utilizados neste trabalho. No quarto, são exibidos os resultados bem como as discussões acerca dele. Por fim, no quinto e último, são apresentadas as considerações finais sobre o estudo.

2.Fundamentação Teórica

2.1. Aspectos históricos da natureza da luz

Na idade clássica, havia diversas explicações sobre a natureza da luz, todas elas sendo que a luz era corpuscular. Demócrito, acreditava que a luz era provinda dos objetos através de um feixe de partículas e se seguia até nossos olhos e formava a imagem. Pitágoras por sua vez, acreditava em que a luz era provinda de nossos olhos até os objetos por meio que ele chamou de “fluxo visual”, e por sua vez, Platão acreditava em uma espécie de misturas das duas teorias na qual tanto um feixe de luz provinha dos olhos do observador quanto do objeto e a imagem era formada no encontro desses raios (ROCHA, 2011).

Durante o Século XVII e XVIII houve discussões sobre a natureza da luz, se seria uma onda ou partícula, cada uma das teorias possuía seus defensores, sendo Christiaan Huygens (1629 - 1695) um grande defensor da teoria ondulatória da luz e Isaac Newton (1643 – 1727) defensor da natureza corpuscular da luz. A teoria da luz como partícula prevaleceu, até Thomas Young (1773 – 1829) em 1802 realizar seu experimento da dupla fenda que corroborou com a teoria ondulatória da luz (SILVA, 2006).

Durante o século XIX, os cientistas compreendiam os fenômenos elétricos e magnéticos e suas interações entre si, entretanto, um jovem inglês chamado James Clerk Maxwell (1831 – 1879) compreendeu que as interações entre campos elétricos e magnéticos era muito maior que se acreditava na época. Era sabido que a variação do campo magnético produzia um campo elétrico e por sua vez, a variação do elétrico fazia surgir um magnético, mas Maxwell levou em consideração ambos os campos variando no tempo simultaneamente percorrendo o espaço. Este, por sua vez, induz a aparição de outro também variável que por sua vez fazia surgir o anterior e assim por diante em uma indução mútua. Maxwell chamou este fenômeno de onda eletromagnética pois a mesma apresentava as características das ondas mecânicas (SEARS & ZEMANSKY, 2009).

Inicialmente, até mesmo o grande Isaac Newton acreditava que a luz era um corpo, o mesmo afirmava sua ideia a partir dos princípios de refração e reflexão na qual objetos mais densos atraíam a luz de forma mais intensa fazendo assim o feixe de luz curvar mais se o objeto fosse mais denso, ou menos, se o objeto for de pouca densidade (SILVA, 2006).

A teoria corpuscular da luz foi abandonada por cerca de um século. O experimento da dupla fenda, e mais tarde as equações de Maxwell, ocasionaram esse esquecimento, até que um

jovem físico austríaco influenciado pelos trabalhos de Philipp Eduard Anton von Lenard (1862 – 1947) e Max Karl Ernst Ludwig Planck (1858 – 1947) voltou a discussão para a natureza corpuscular da Luz. Em 1905, Albert Einstein (1879 – 1955) publicou cinco artigos e em um deles uma nova visão sobre a natureza da Luz a partir do efeito fotoelétrico. Einstein, propôs, que a luz era formada de pacotes de energia, posteriormente foram denominados de fóton, com a ideia de quantização postulada por Planck e pela descoberta de Lenard que a energia não depende da intensidade da onda no efeito fotoelétrico, considerou que a energia carregada por cada partícula dessa era proporcional a frequência da luz emitida e, como feito por Planck, os pacotes de energia não poderiam ser fracionados (EISBERG & RESNICK, 1994).

A luz sempre foi estudada sendo tratada como onda ou partícula e posteriormente graças aos esforços de Young, Maxwell e Hertz apenas como onda. Com Einstein revitalizando a natureza corpuscular da Luz e mais tarde Compton a comprovando, houve então um dilema: a luz era onda ou matéria?

As teorias anteriores foram possíveis de estudar assumindo a luz apenas com uma onda, mas, os estudos envolvendo a interação da radiação com a matéria se tornaram impossíveis de serem explicadas. Compton em seu experimento cita a necessidade dos *quantas* (fótons) para explicar como o espalhamento afeta o comprimento de onda, entretanto as medidas do comprimento de onda são utilizadas com a luz em sua natureza ondulatória. Houve um alvoroço na comunidade científica da época. Havia aqueles que não poderiam crer na hipótese que a luz possuísse um comportamento dual, mas com os primeiros trabalhos da mecânica quântica surgindo a “dupla-personalidade” da luz, foi aos poucos sendo aceita (EISBERG & RESNICK, 1994).

Em torno dos anos de 1886-1887 o físico Heinrich Hertz (1857 – 1894) realizou um experimento que comprovou a natureza ondulatória prevista por Maxwell anos antes, utilizando um aparato experimental que consistia de um emissor e de um receptor de ondas de rádio. De modo simplificado, o emissor produz uma centelha elétrica e depois o receptor captava um pequeno sinal que só poderia ser produzido pelo aparato anterior. Durante estes experimentos Hertz descobriu que incidir luz ultravioleta sobre o centelhador produzia uma centelha maior e mais brilhante (EISBERG & RESNICK, 1994).

Einstein, percebeu que os *quanta* descritos por Planck para a radiação de corpo negro poderiam ser na verdade uma descrição universal da luz. A luz sendo tratada com uma onda no espaço, deveria ser espalhada por igual em todo o local, entretanto, sendo composta por pacotes

definidos de energia que mais tarde foi-se denominado de fótons. Quando estes pacotes (fótons) atingissem o cátodo carregado de um metal, toda a energia seria absorvida pelos elétrons do mesmo e se a energia máxima do fóton fosse superior a energia que mantém o elétron “preso” (função trabalho) em seu átomo, ele seria ejetado com a energia do fóton menos a quantidade de energia necessária para removê-lo do átomo, conforme a expressão abaixo (TIPLER & LLEWELLYN, 2017):

$$eV_0 = hf - \phi . \quad (2.1)$$

Como pode se verificar na equação 2.1, a energia do elétron ejetado do material é o produto da carga elementar representada por e e V_0 , que é a tensão que se opõe à corrente gerada pelo fluxo de elétrons, ambos sendo diretamente proporcionais a constante de Planck (h) multiplicado pela frequência (f) da luz incidente, ressaltando, que é necessária uma frequência mínima para que isto aconteça. A função trabalho representada por ϕ é o que impede que qualquer frequência de luz ocasione o efeito fotoelétrico, vale salientar que cada elemento possui uma função trabalho diferente (EISBERG & RESNICK, 1994).

O efeito fotoelétrico apresentava uma série de questões que geraram muitas dúvidas na época. O fato de que a energia do elétron arrancado não dependia da intensidade do feixe de luz e sim de sua frequência, ou seja, independente de quão intenso fosse o feixe de luz, não afetava a energia que os elétrons tinham ao serem medidos, mas diminuindo o comprimento de onda da luz, a energia aumentaria. Além do fato de que os elétrons só podiam ser captados a partir de uma frequência mínima e que segundo a teoria clássica deveria existir um tempo mínimo na qual os elétrons deveriam receber a energia e só assim ser ejetado do material, mas isso não ocorria experimentalmente (EISBERG & RESNICK, 1994).

Com a notável contribuição de Einstein em 1905 sobre o efeito fotoelétrico que o agraciou com o prêmio Nobel de 1921, a Física sofreu um pequeno abalo que por sua vez, abriu um leque de novas possibilidades.

Em 1923, Arthur Holly Compton (1892 – 1962) realizou sua experiência que comprovou a natureza corpuscular da Luz. Compton utilizou um feixe de raio – x monocromático fazendo-o colidir em um alvo feito de um cristal de grafite em vários ângulos diferentes que por sua vez, era espalhado e depois captado por um sensor. O grande X da questão é que o feixe captado possuía uma energia ligeiramente menor que o emitido. Do ponto de vista eletromagnético clássico isso era impossível pois a frequência original da luz deveria

fazer os elétrons vibram na mesma frequência. Compton percebeu que, o feixe de raio-x não poderia ser uma onda mas sim um conjunto de partículas (fótons), concluindo que o parte da energia do feixe era absorvido pelos elétrons do material, perdendo um pouco de sua energia, acarretando um aumento ligeiro de seu comprimento de onda (EISBERG & RESNICK, 1994), dada pela expressão:

$$\lambda' - \lambda = \frac{h}{mc} (1 - \cos \theta). \quad (2.2)$$

A expressão 2.2 exemplifica matematicamente o que Compton descobriu que, o comprimento de onda inicial (λ) é ligeiramente menor que o comprimento de onda medido (λ') após a interação com o material. O termo $\frac{h}{mc}$, que também é chamado de comprimento de onda Compton¹, é invariável sendo composto pela constante de Planck (h), a massa (m) da partícula, na qual o feixe vai interagir, e a velocidade da luz (c). A mudança no comprimento de onda é devido a diferença angular (θ) da trajetória inicial do feixe de luz incidente em relação ao medido.

2.2 Aspecto histórico sobre o raio-x

O raio-x foi descoberto de forma “acidental” por Röntgen em 1895 durante seus estudos com tubos de Crookes². Röntgen, ao estudar os trabalhos de Lenard, com o objetivo de melhor visualizar a centelha produzida no centelhador, cobriu o tubo com uma cartolina preta. Durante seu experimento havia um pedaço de papel feito de platino cianeto de bário sobre a mesa. Röntgen percebeu que enquanto o tudo estivesse ligado e mesmo coberto com a cartolina, o papel sobre a mesa brilhava de forma fluorescente, como mostra a figura 01 (MARTINS, 1998).

Röntgen, intrigado com o fenômeno passou semanas estudando-o, e descobriu que esta manifestação não era afetada por campo magnético e se propagava em linha reta, o mesmo a batizou de raio-x. Raio pois havia a percebido nos tubos de raios catódicos e X remetente a incógnita de desconhecido. No final de 1896 ele publicou sua pesquisa a um número seletivo de

¹ Cada partícula possui um diferente, no caso específico do experimento foi utilizado elétrons, neste caso, a massa m é a do elétron.

² Tubo de Crookes também conhecido como tubo de raios catódicos. Consiste basicamente em uma ampola de vidro contendo polo negativo (cátodo) e positivo (ânodo) que um raio fluía do cátodo ao ânodo quando submetidos a uma alta tensão.

peessoas, junto com uma imagem da mão de sua esposa (figura 02) e de outros objetos (MARTINS, 1998).

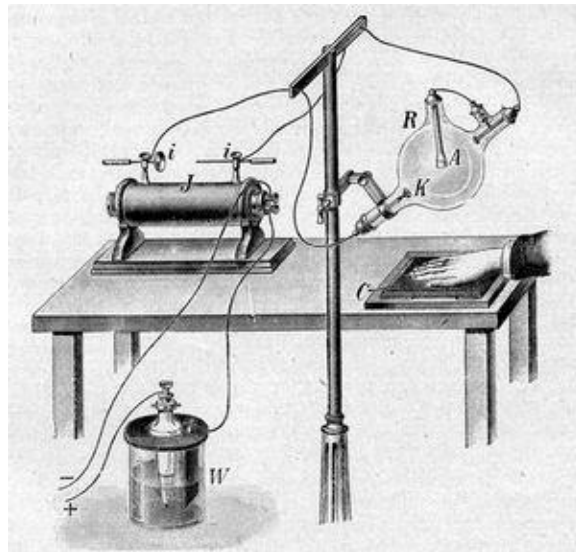


Figura 01. Aparato experimental de Röntgen. Fonte: A Idade do Elétron



Figura 02. Radiografia da mão da esposa de Röntgen. Fonte: UW Medicine

Muitos ficaram aficcionados pela descoberta feita por Röntgen especialmente pela capacidade dos raios-x “enxergarem” dentro do corpo humano. A medicina fez uso desta ferramenta de imediato, entretanto, pela falta de pesquisa e entendimento sobre o assunto, logo muitos médicos sofreram de “queimaduras” por usar desta descoberta. Não se sabia na época,

mas os raio-x são uma radiação ionizante, sendo a mesma capaz de gerar necrose (com uma alta dose) na região afetada e até mesmo câncer a longo prazo (OKUNO & YOSHIMURA, 2010).

O raio-x é uma onda eletromagnética e como toda onda desse gênero possui campos magnético e elétrico oscilantes, possuindo as mesmas propriedades (refração, interferência entre outras) das “luzes” já conhecidas. Entretanto, o que a diferencia das demais é seu comprimento de onda baixo acarretando numa frequência mais elevada (HALLIDAY, WALKER, RESNICK, 2016).

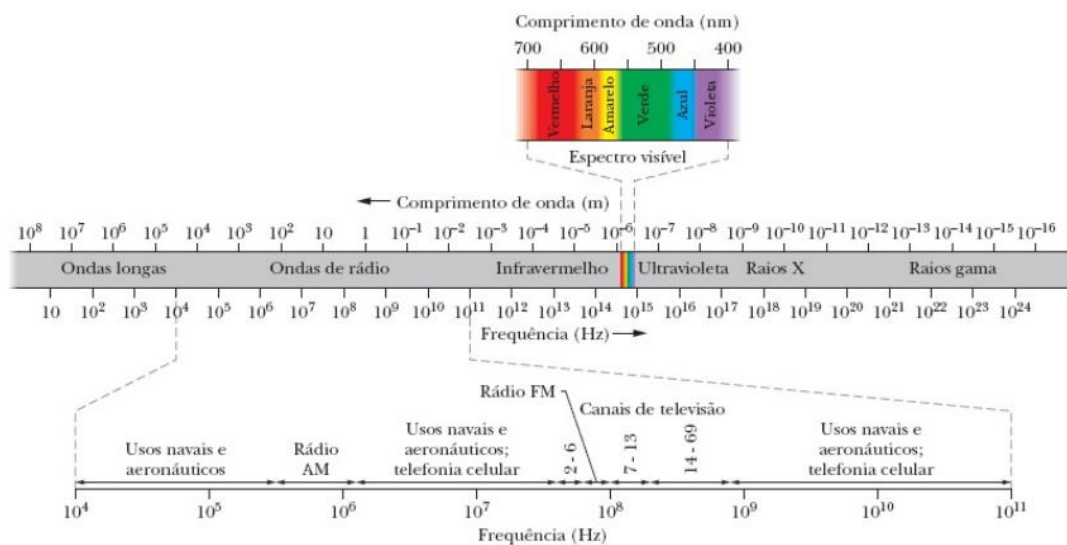


Figura 03: Espectro Eletromagnético. Fonte: (HALLIDAY, WALKER, RESNICK, 2016).

Como pode ser visualizado na figura 03, o raio – x está situado numa região do espectro eletromagnético após o ultravioleta, o que o garante um grau elevado de energia e poder de penetração. Possui um comprimento de onda inicial na ordem de 10^{-9} m até por volta de 10^{-15} m (RODRIGUES, 2005).

2.3 Produção de raio-x

O raio-x pode ser produzido de duas maneiras: naturais e artificiais, sendo os primeiros originados de decaimentos de núcleos radioativos, por estrelas e outros fenômenos cósmicos. Fontes artificiais podem ser provindas do que chamamos de “tubo de raio-x”, que são baratas, de baixa manutenção, simples construção, porém, não podem produzir radiações de alta energia e possuem baixa intensidade. Por outro lado, há também a “luz síncrotron” raio-x de alta energia da ordem de GeV^3 (Giga Elétron-Volt) e com alta intensidade relativa à sua energia, entretanto,

³ 1 eV = $1,6021 \cdot 10^{-19}$ J.

as máquinas capazes de gerá-los são extremamente caras e de um alto custo de manutenção e operação (RODRIGUES, 2005).

No caso do tubo de raio-x, a partir do aquecimento da lâmpada, elétrons são liberados pelo efeito termiônico, alguns se tornam livres, por sua vez, são acelerados por uma tensão da ordem de kV em direção a um alvo (os alvos são metais, normalmente com um alto ponto de fusão como Fe, Cu, W, Mo, Au entre outros) positivamente carregado. Grande parte desses elétrons perdem sua energia ao atingir o alvo gerando assim uma grande quantidade de calor no processo, motivo pelo qual o alvo da lâmpada é geralmente feito de um material com um alto ponto de fusão, além da máquina possuir alguns mecanismos para resfriar o tubo. Durante este meio de produção dois tipos de raio-x são gerados, sendo eles: raio-x de *bremsstrahlung*⁴ e existe o raio-x característico gerado pela emissão de raio-x da camada mais interna do átomo (OKUNO & YOSHIMURA, 2010).

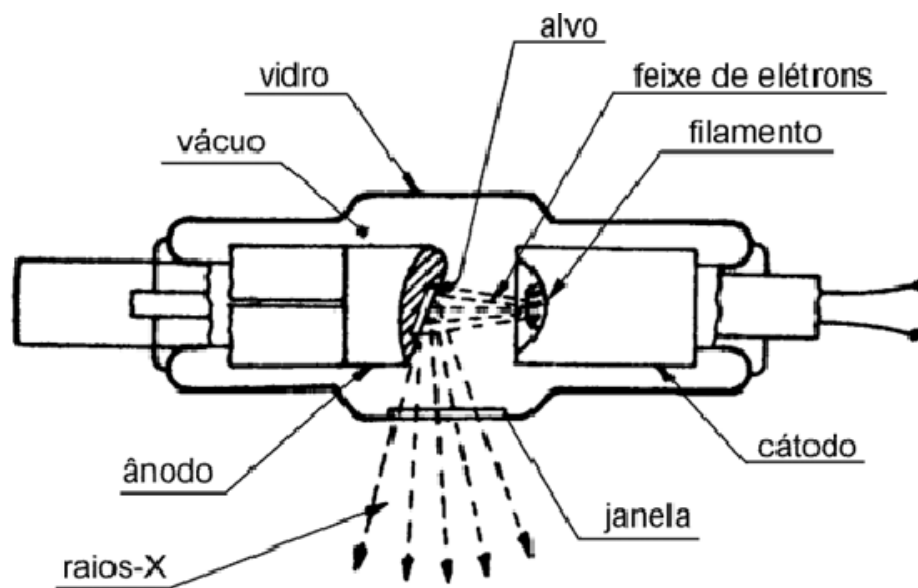


Figura 04. Diagrama simplificado da produção de raio-x. Fonte: Radiação e Saúde

Como podemos visualizar na figura 04, este é o esquema básico de um tubo de raio-x. Nota-se que existe vácuo dentro da lâmpada para que não queime o filamento, semelhante a uma lâmpada incandescente comum. Os raios-x produzidos são direcionados para uma janela por onde mais tarde serão utilizados. A seguir uma explicação mais detalhada da produção e dos tipos de raio-x produzidos artificialmente.

⁴ Um termo em alemão que em tradução livre é “radiação de frenagem” alguns autores definem este tipo de interação como espectro branco ou contínuo.

2.3.1 Espectro de *Bremsstrahlung* (Radiação de frenagem)

Uma parte dos elétrons que colidem com o alvo se aproximam do núcleo dos átomos (figura 05) sendo atraídos por eles sofrendo assim uma desaceleração e como a energia se conserva, essa energia perdida é convertida em fótons de raio-x. A energia do fóton depende da aproximação do elétron com o núcleo do átomo, de sua velocidade que leva a esses fótons possuírem qualquer energia, sendo a energia máxima igual a energia cinética máxima dos elétrons que por sua vez é igual à tensão aceleradora (OKUNO & YOSHIMURA, 2010).

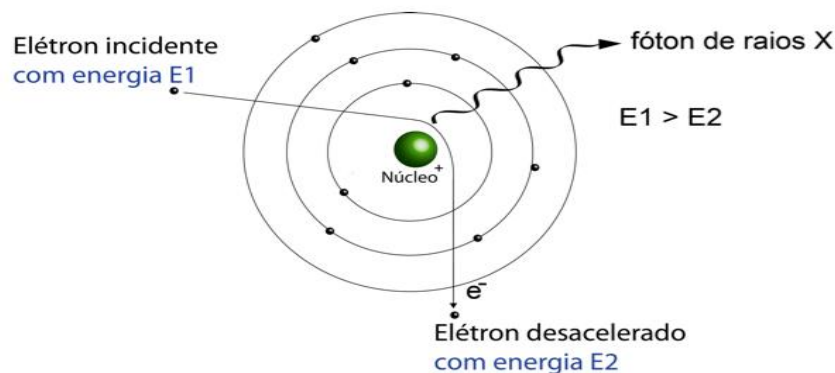


Figura 05. raio-x de freamento. Fonte: Estudo Radiográfico

2.3.2 Espectro característico

Ao mesmo tempo que os raio-x de frenagem são produzidos, os raio-x característicos também podem ser produzidos, diferentemente do anterior que podem assumir qualquer energia respeitando a energia cinética máxima dos elétrons. Os característicos possuem níveis bem energia definidos e dependem do material utilizado como alvo. Essa descoberta rendeu o prêmio Nobel de Física em 1917 a Charles Glover Barkla (1877-1944). O processo é semelhante ao de um gás excitado, mas, com uma ressalva, que neste caso a energia é maior, da ordem de keV. Além de ocorrer na camada mais interna do átomo, exatamente como um gás excitado exibe suas linhas espectrais, o elétron ganha energia e salta de órbita de maior energia e quando volta libera um fóton de luz, só que nesse caso um fóton de raio-x (OKUNO & YOSHIMURA, 2010).

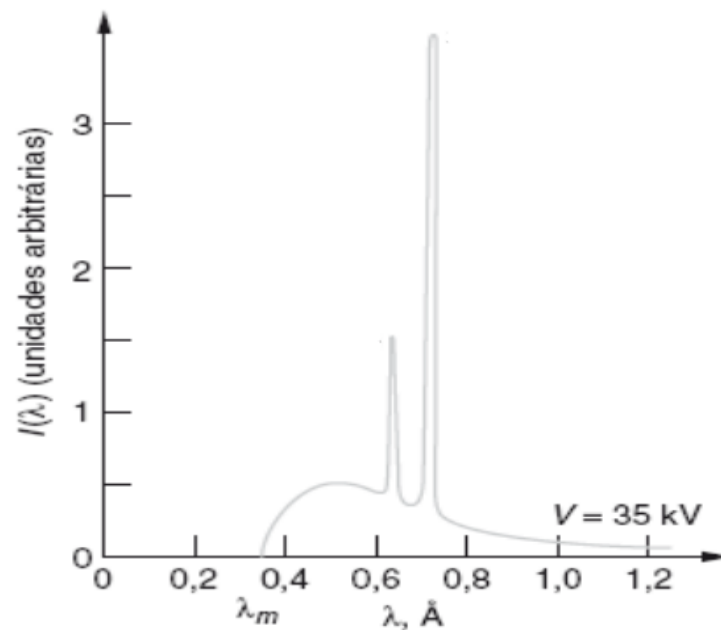


Figura 06 (adaptada). Exemplo de uma típica difração de raio-x. Fonte: (TIPLER & LLEWELLYN, 2017).

A figura 06 é uma difração de raio-x do Molibdênio (MO). Podemos visualizar, tanto o espectro de frenagem representado pela parte contínua do gráfico quanto o espectro característico exemplificados pela picos no gráfico.

Todo átomo é formado pelo núcleo atômico composto de prótons com carga positiva e nêutrons sem carga e uma nuvem de elétrons com carga negativa que engloba o núcleo atômico. A nuvem de elétrons possui um conjunto estável de níveis de energia, conhecidos como níveis eletrônicos, a camada mais próxima do núcleo e a mais energética é chamada de K seguida pelas camadas L, M, N, O, P e Q em ordem de energia sendo Q, a menos energética (BRADY, RUSSELL, HOLUM, 2006). A figura 07 demonstra o arranjo de forma simplificada.

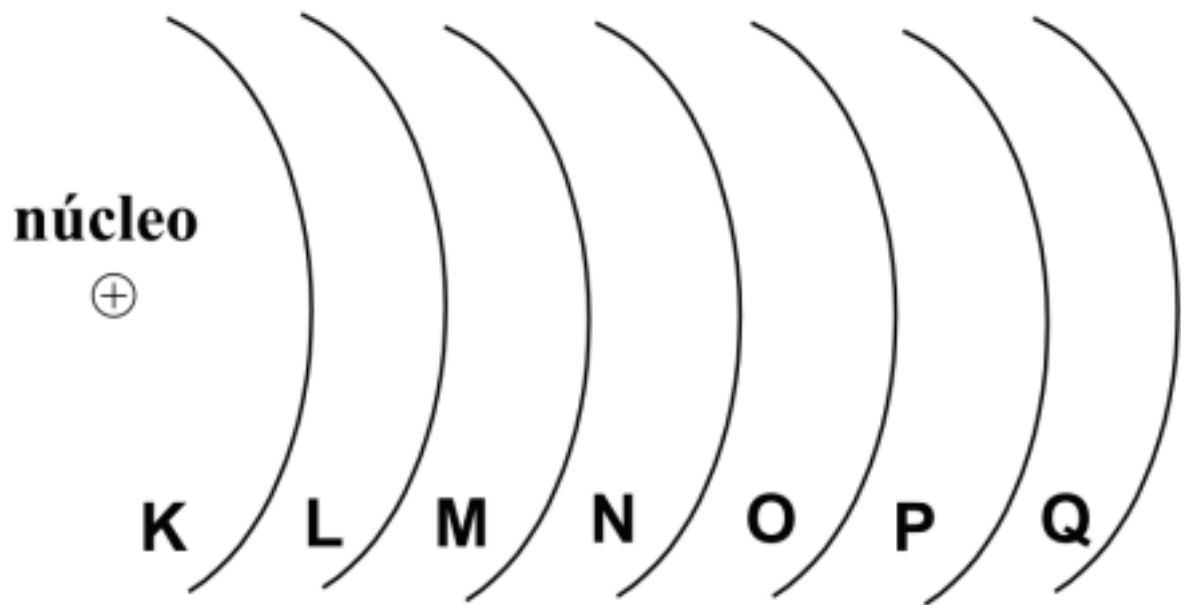


Figura 07. Camada eletrônica. Fonte: (FEITOSA, BARBOSA, FORTE, 2016.)

Quanto mais próximo do núcleo atômico, mais fortemente o elétron está “preso” ao seu núcleo. A energia necessária para retirar elétrons das camadas mais internas é consideravelmente maior do que os mais externos. Quando a radiação eletromagnética possui a exata energia para fazer um elétron saltar de um plano orbital para outro, ele salta, mas o novo nível eletrônico não é o seu natural, assim ele libera a energia absorvida anteriormente na forma de luz, similar a um gás excitado, só que nesse caso é um fóton de raio-x (TIPLER & LLEWELLYN, 2017).

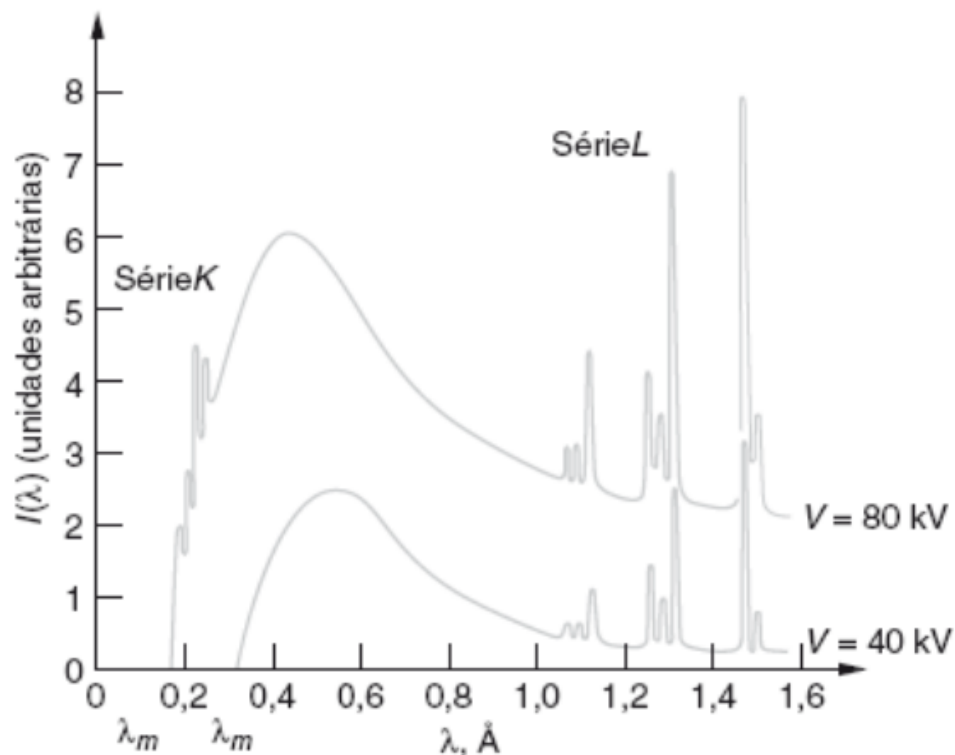


Figura 08. Difração de raio-x do Tungstênio (W) em duas tensões distintas. Fonte: (TIPLER & LLEWELLYN, 2017).

Na figura 08 é possível visualizar uma difração de raio-x no elemento Tungstênio (W). O gráfico exemplifica uma típica análise experimental de um material. Nota-se que é possível visualizar ambos os espectros (contínuo e característico). A variação da tensão ocasiona apenas um aumento no gráfico, pois o pico que é a radiação característica possui um valor fixo.

2.4 Estrutura Cristalina

Acreditava-se que um cristal era de fato um por causa de sua estrutura regular macroscópica. Assim, presumia-se que ele era formado por inúmeros pedaços menores e regulares. Em 1912 o físico alemão Max von Laue realizou pela primeira vez a difração de raio-x (sendo agraciado com Nobel de Física em 1914) em cristais como NaCl (Cloreto de Sódio) e KCl (Cloreto de Potássio) dentre outros, assim confirmando a hipótese que cristais são formados por unidades bem pequenas e regulares (KITTEL, 2006).

Em suma, um cristal é definido por uma estrutura regular que se repete indefinidamente. Todos os cristais podem ser definidos por uma base (estrutura fundamental), uma rede e a estrutura do cristal. A base é simplesmente a estrutura básica do cristal podendo ser um único ou mais átomos, por sua vez, a rede é o conjunto destas bases se repetindo infinitamente, e já.

A estrutura do cristal é a maneira como os átomos que compõem a base estão posicionados. A figura 09 demonstra isso (KITTEL, 2006).

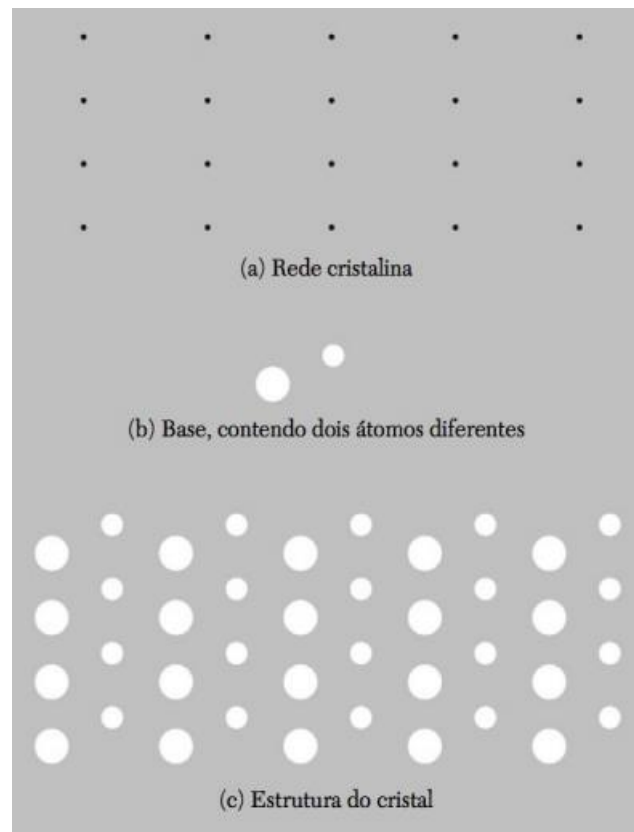


Figura 09. Definição de Cristal. Fonte: (KITTEL, 2006).

Tomemos uma base qualquer da rede sendo a origem de vetores a_1 , a_2 e a_3 que são chamados de eixos cristalinos. A área formada pelos vetores a_1 , a_2 e a_3 define um volume que quando repetido irá formar todo o cristal, tal área é chamada de célula unitária. A figura 10 demonstra o processo em um paralelepípedo. (KITTEL, 2006).

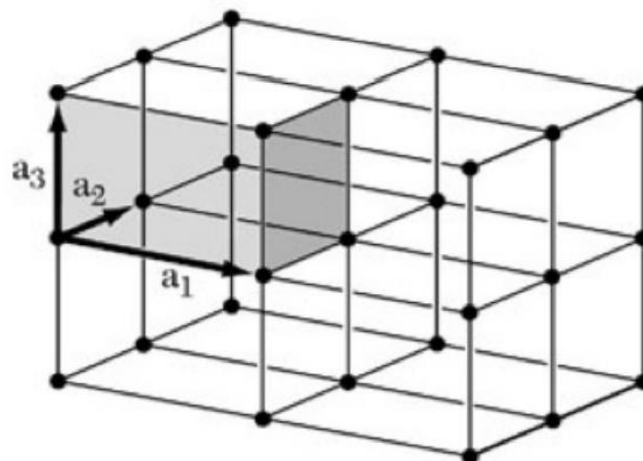


Figura 10. Exemplo da célula unitária em um paralelepípedo. Fonte: (KITTEL, 2006).

2.4.1 Redes Bravais

Como as estruturas cristalinas dependem essencialmente da regularidade e simetria, acomete-se restrições para que os arranjos possam ser considerados cristais. Essas restrições nas redes cristalinas podem ser bidimensionais ou tridimensionais e são denominadas de redes bravais. Os 4 tipos de redes bidimensionais (quadrada, hexagonal, retangular e retangular centrada), nota-se que a pentagonal não está inclusa, pois, ao montar uma figura a mesma sempre possuirá lacunas na rede e isso não existe na realidade. Já as redes tridimensionais possuem uma maior variedade sendo 14 no total, definidos conforme mostrado na tabela 1. (KITTEL, 2006).

SISTEMA CRISTALINO	NÚMERO DE REDES	RESTRIÇÕES PARA CADA REDE
Triclínico	1	$a_1 \neq a_2 \neq a_3$ $\alpha_1 \neq \alpha_2 \neq \alpha_3$
Monoclínico	2	$a_1 \neq a_2 \neq a_3$ $\alpha_1 = \alpha_2 = 90^\circ \neq \alpha_3$
Ortorrômbico	4	$a_1 \neq a_2 \neq a_3$ $\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3 = 90^\circ$
Tetragonal	2	$a_1 = a_2 \neq a_3$ $\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3 = 90^\circ$
Cúbico	3	$a_1 = a_2 = a_3$ $\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3 = 90^\circ$
Trigonal	1	$a_1 = a_2 = a_3$ $\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3 < 120^\circ, \neq 90^\circ$
Hexagonal	1	$a_1 = a_2 \neq a_3$ $\alpha_1 = \alpha_2 = 90^\circ$ $\alpha_3 = 120^\circ$

Tabela 1. Tipos de Redes Tridimensionais.

Obs.: número de redes: são as variações da estrutura de cada sistema.

Para melhor visualização, a figura 11 exemplifica as variações das Redes Bravais.

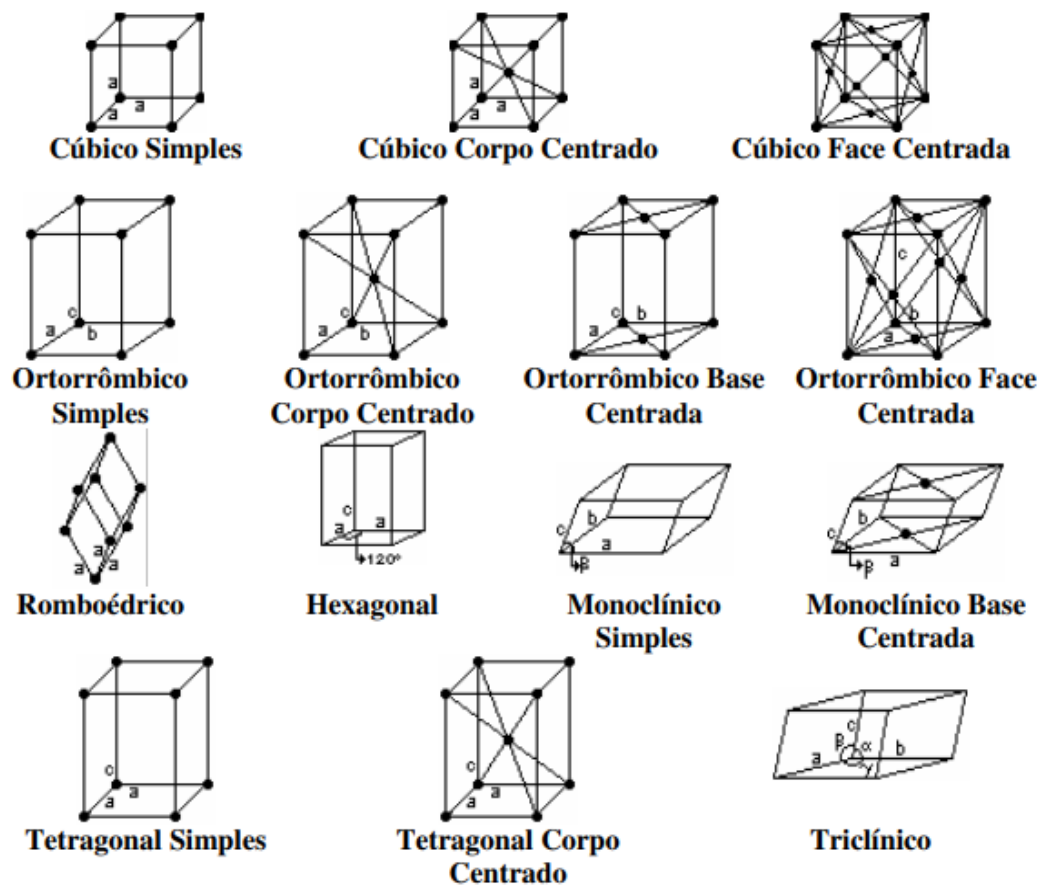


Figura 11. Tipos de Redes Bravais. Fonte: SASAKI, J. M.; BLEICHER, L, 2000.

Os termos α_1 , α_2 e α_3 são os ângulos formados pelos eixos cristalinos sendo: α_1 o ângulo formado pelo a_1 e a_2 , α_2 o ângulo entre a_2 e a_3 e por fim α_3 o ângulo entre a_3 e a_1 . Iremos dar atenção especial nas redes do padrão cúbico, pois, são o foco deste trabalho.

Conforme visto na tabela 1, os comprimentos e ângulos dos vetores que compõem a célula unitária (menor arranjo possível de um cristal) são iguais, isso resulta numa facilidade de sua compressão. As redes cúbicas são divididas em 3 categorias: Cúbica Simples (cs), Cúbica de Corpo Centrado (ccc) e Cúbica Faces Centradas (cfc). A figura 12 ilustra as suas estruturas.

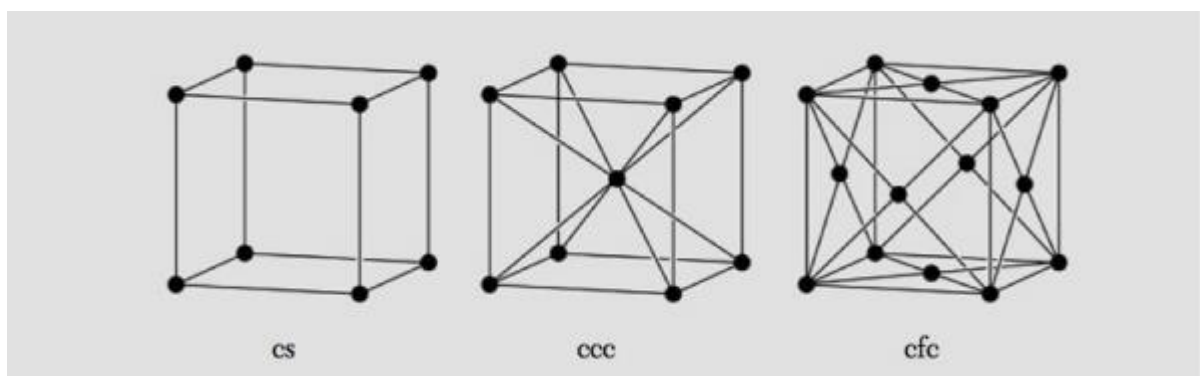


Figura 12. Estrutura das redes cúbicas. Fonte: KITTEL, 2006.

2.4.2 Índice de Miller

Dada a periodicidade dos cristais é possível trabalhá-los com índices em vez de formas geométricas, com isso simplificando a matemática necessária para entendê-los. Os Índices de Miller, representados pelas letras h, k e l, são números inteiros que representam o inverso do valor de um plano interceptando os eixos a_1 , a_2 e a_3 respectivamente da célula unitária (SASAKI, J. M. & BLEICHER, L, 2000).

Para calcular a distância d_{hkl} entre dois planos de um cristal qualquer é utilizada a equação

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2}{a_1^2} + \frac{k^2}{a_2^2} + \frac{l^2}{a_3^2}}} . \quad (2.3)$$

Como nas redes do padrão cúbico os parâmetros a_1 , a_2 e a_3 são iguais, assumimos todos como a , assim a equação 2.3 pode ser escrita como (KITTEL 2006)

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}}} . \quad (2.4)$$

Nas redes do tipo, cfc os índices de Miller só podem ser todos pares⁵ ou todos ímpares.

2.5 Difração

2.5.1 Difração por uma fenda

De maneira simples, difração é um fenômeno físico que ocorre quando uma onda encontra uma fenda com dimensões próximas ao seu comprimento de onda, as ondas se espalham. Esse efeito gera, em uma tela de observação, um pico central e uma série de pontos claros e escuros a partir dele (HALLIDAY, WALKER, RESNICK, 2016), como demonstra a figura 13.

⁵ Zero é considerado par nesse caso.

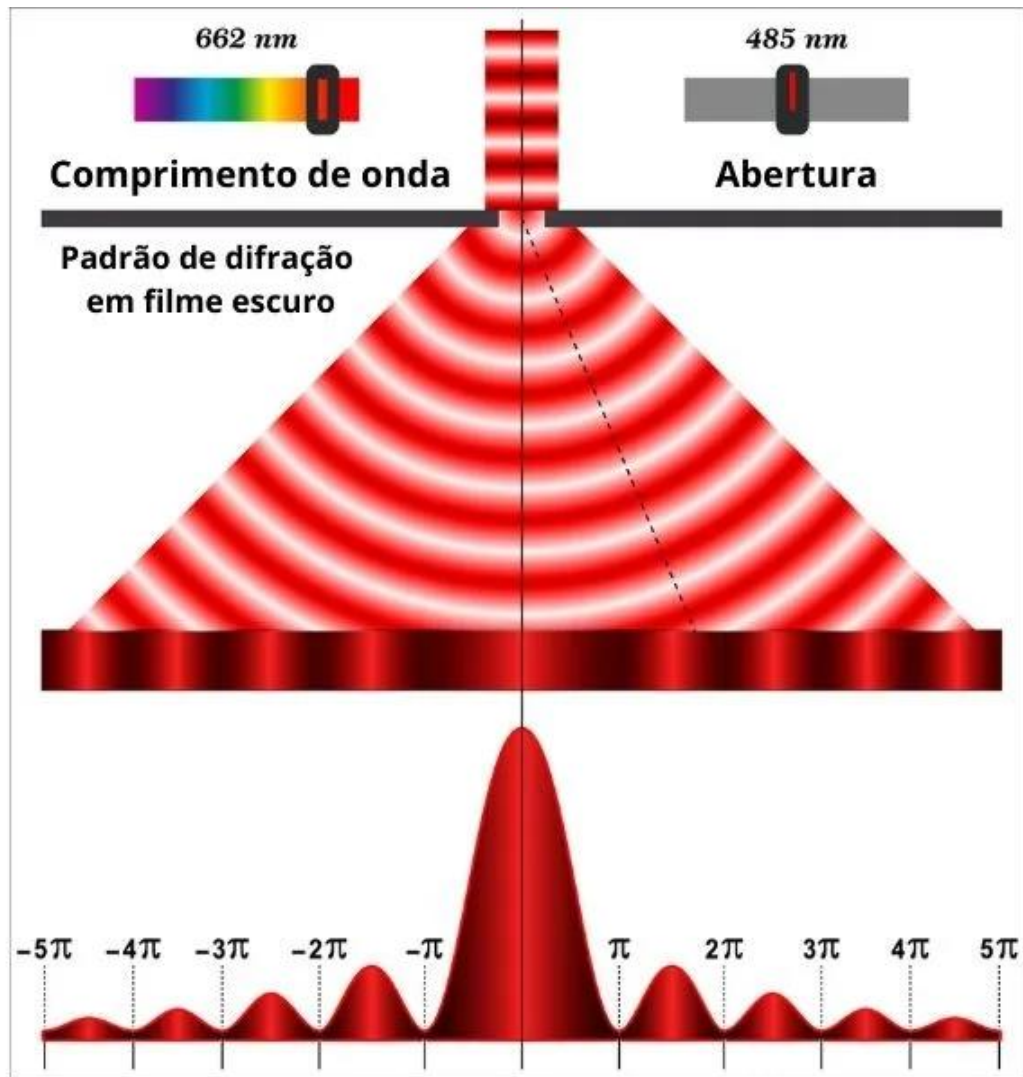


Figura 13. Exemplo de difração. Fonte: Mundo da educação

Como podemos visualizar na figura 13, o comprimento de onda é próximo do tamanho da fenda, sendo possível assim ocorrer a difração. O pico de intensidade central que é a trajetória da onda caso não ocorresse a difração é seguido por intervalos regulares separados por uma distância angular de π de pontos vazios e preenchidos, à medida que se afasta do intervalo a intensidade diminui.

2.5.2 Difração de dupla fenda.

A figura 16 ilustra o famoso experimento da dupla fenda de Young, há o mesmo fenômeno de difração, entretanto aqui existem duas fendas. A onda incidente monocromática incide na primeira fenda S_0 que tem como objetivo fazer a onda se tornar uma fonte pontual para melhores resultados posteriores, ao chegar no anteparo que contém as duas fendas S_1 e S_2 , são geradas novas frentes de ondas em cada uma das fendas, entretanto, como as duas ondas geradas acabam por sofrer interferência entre si, ocasionado intervalos de máximo, onde for

construtiva, e mínimos, onde for destrutiva, no anteparo final (HALLIDAY, WALKER, RESNICK, 2016)

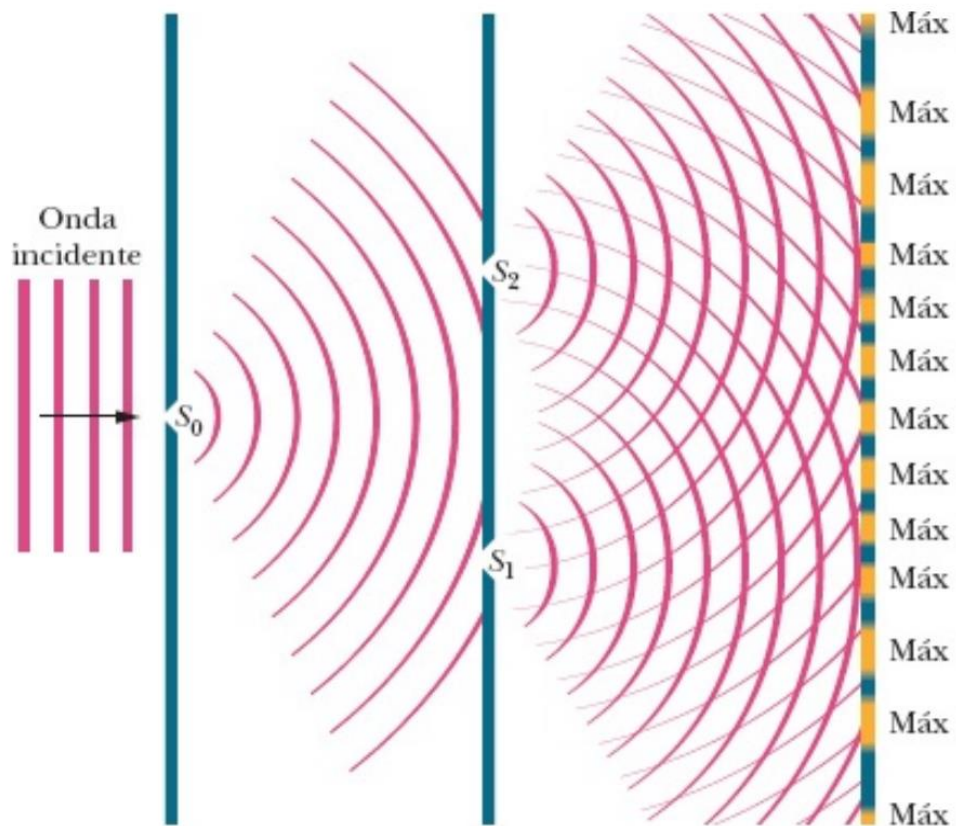


Figura 14. Exemplo de difração em dupla fenda. Fonte: (HALLIDAY, WALKER, RESNICK, 2016).

2.5.3 Redes de Difração

Em suma, uma rede de difração é um conjunto de fendas separadas por distâncias fixas com a intenção de separar os comprimentos de onda que compõem um feixe de luz incidente. Assim como na dupla fenda, ocorrem interferências nas ondas após atravessarem o obstáculo com as fendas, a figura 17 ilustra o descrito num arranjo simplificado de cinco fendas.

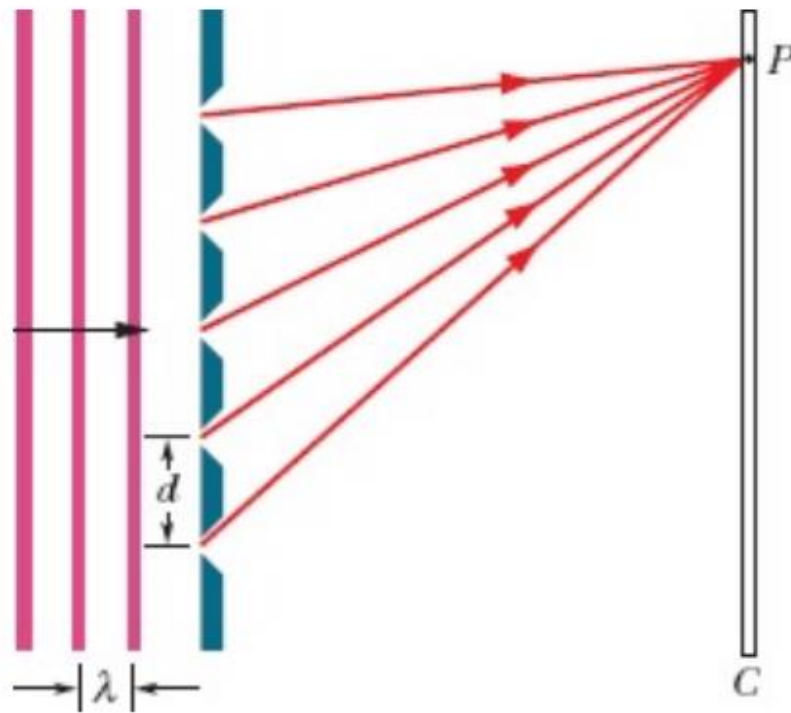


Figura 15. Exemplo de uma rede de difração. Fonte: (HALLIDAY, WALKER, RESNICK, 2016).

As redes de difração normalmente são compostas por milhares de fendas por unidade de área, como em um disco óptico (da sigla em inglês CD), por exemplo.

2.6 Lei de Bragg e Difração de raio-x

No início do século XX, logo após a descoberta do raio-x por Röntgen, a comunidade científica estava eufórica sobre a nova radiação altamente penetrante em relação às já conhecidas. Ao mesmo tempo, a ciência dos materiais estava avançando com o advento de novas descobertas de elementos e novos processos de beneficiamento deles. Outros cientistas, por sua vez, concentravam-se em descobrir do que o átomo era feito. Um grupo dedicava a entender como os átomos se arranjam, ou seja, como os átomos formam moléculas ou no caso, como formam os cristais.

William Henry Bragg (1862 - 1942) juntamente com o seu filho William Lawrence Bragg (1890 - 1971) desenvolveram uma explicação simples para analisar a estrutura cristalina de qualquer natureza, seja ela bidimensional ou tridimensional. Eles propuseram um experimento de difração de raio-x ao utilizar cristais como uma rede de difração. Partindo do pressuposto de que os raio-x são uma forma de onda eletromagnética, eles concluíram que esses raios sofrem difração. No entanto, para que a difração ocorresse, a fenda teria que ser muito

pequena. Foi assim que eles tiveram a ideia de usar cristais para desempenhar esse papel (TIPLER; LLEWELLYN, 2017). A equação que descreve esse processo é a seguinte

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (2.5)$$

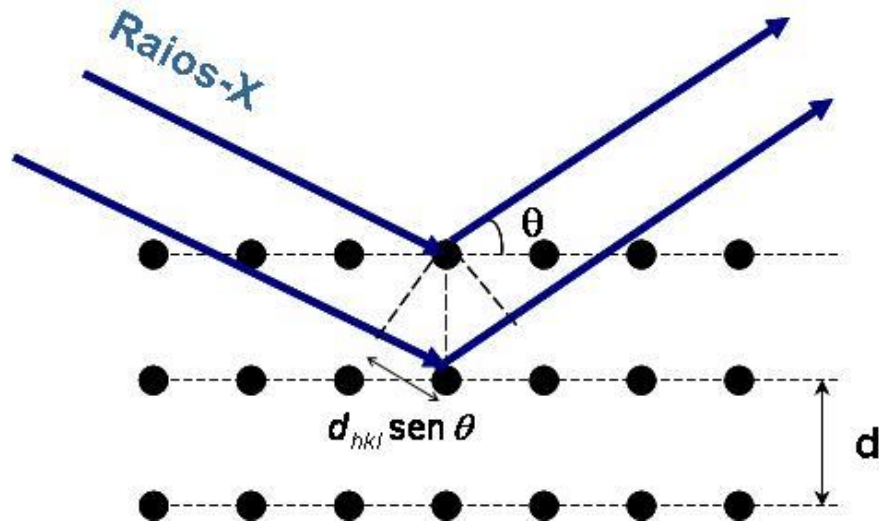


Figura 16. Diagrama esquemático da Lei de Bragg. Fonte: Rua, 2015

A expressão 2.5 explica matematicamente o que os Bragg's descobriram. Assim como ocorre com a luz visível. O feixe de raio-x de comprimento de onda λ é incidido na amostra, considerando d como a distância entre os planos do cristal e θ como o ângulo de incidência da luz sobre o cristal, que será o mesmo da reflexão, o caminho percorrido pelo feixe que atinge a primeira camada será ligeiramente diferente daquele que atinge a segunda camada do cristal, o que resulta em interferências construtivas quando as fases são iguais e destrutivas quando as fases são diferentes, o termo n sendo um número natural diferente de zero, indica o número de difrações.

Utilizando-se de um feixe monocromático de raio-x bem como conhecendo seu comprimento de onda foi possível encontrar a distância entre os átomos a partir do ângulo de espalhamento que gera interferências construtivas devido aos planos do cristal. Nas difrações de raio-x, os feixes monocromáticos utilizados são geralmente as linhas K_α e K_β , sendo o salto do elétron da camada K para a camada L e da camada K para a camada M respectivamente. A figura 17 ilustra a emissão de um fóton da linha K_α do átomo de Silício.

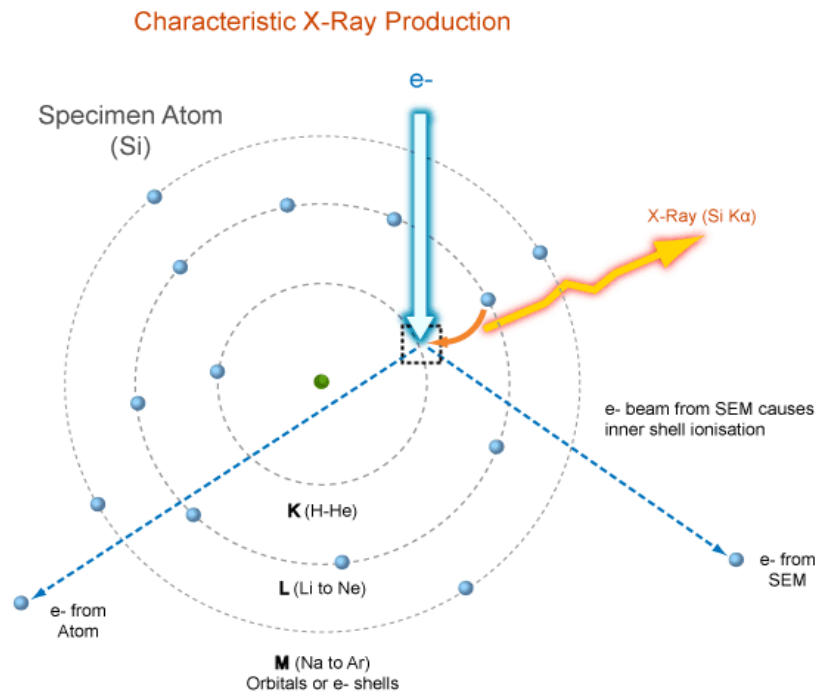


Figura 17. Raio-x característico. Fonte: XRD Data Analysis Service

2.7 Técnicas de difração de raio-x

Para medidas experimentais utilizando-se difração de raio-x, os principais métodos são: o método de Laue e o método Debye-Scherrer (*método do pó*).

2.7.1 O Método de Laue

Esta é a técnica mais antiga utilizada para estudar materiais cristalinos, criada por Max von Laue (1879 – 1960) em 1912 e agraciado com o Prêmio Nobel em 1914 pela descoberta da difração dos cristais. A técnica consiste em utilizar um feixe colimado de raio-x que incide em um monocristal e, posteriormente, é registrado em um filme fotográfico para capturar a interação do cristal com o feixe, contendo os máximos da difração que serão analisados posteriormente. No Lauegrama, como é conhecido o resultado da análise, é possível observar claramente a simetria de um cristal formado por comprimentos de onda discretos difratados pelo cristal (DO NASCIMENTO-DIAS, B. L., 2021). A figura 18 representa o que foi descrito.

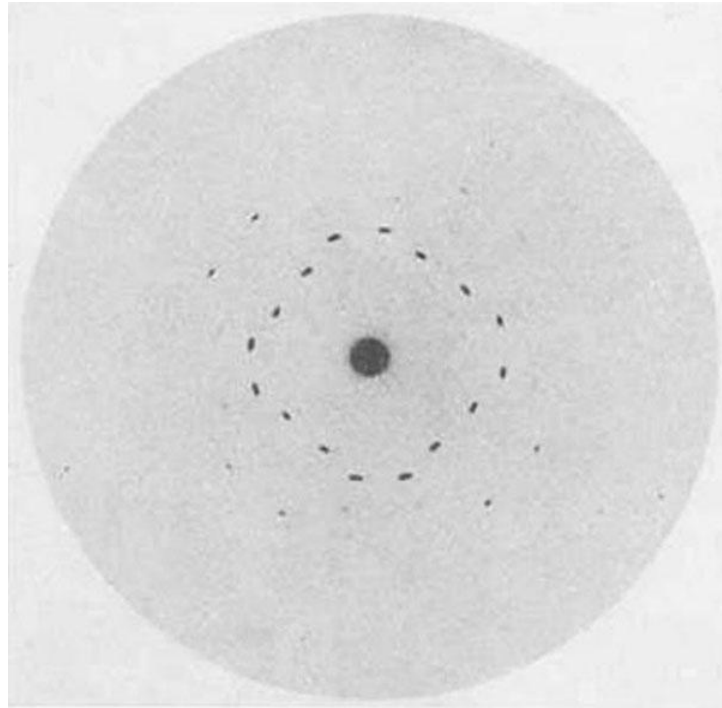


Figura 18. O primeiro registro da técnica realizada por Laue. Fonte: Lindahall

Os Lauegramas possuem a vantagem de visualizar a geometria dos cristais além de não precisar de um comprimento de onda específico de raio-x. Porém, há desvantagens nesta técnica, como a orientação da amostra tem um peso significativo na qualidade dos resultados além do fato de utilizar monocristais associados ao anterior torna a preparação mais complexa.

2.7.2 Método do Pó

Criado de forma independente por Peter Joseph Wilhelm Debye (1884 - 1966) e Paul Hermann Scherrer (1890 - 1969), consiste em uma amostra pulverizada de modo a possuir um conjunto de “micro cristais”. Assim, cada “micro cristal” agindo como um monocristal que no agregado torna-se um único cristal que gira em todos os sentidos (RODRIGUES, J. A, 2005).

A partir de um comprimento de onda incidente fixo de raio-x, o feixe é colimado para que a radiação incida de forma paralela na amostra. Após a interação com a amostra, o feixe difratado é captado por um detector que varia a taxa angular com o dobro do ângulo de incidência do feixe em relação a amostra em cada momento da captura. A figura 19 ilustra o explicado.

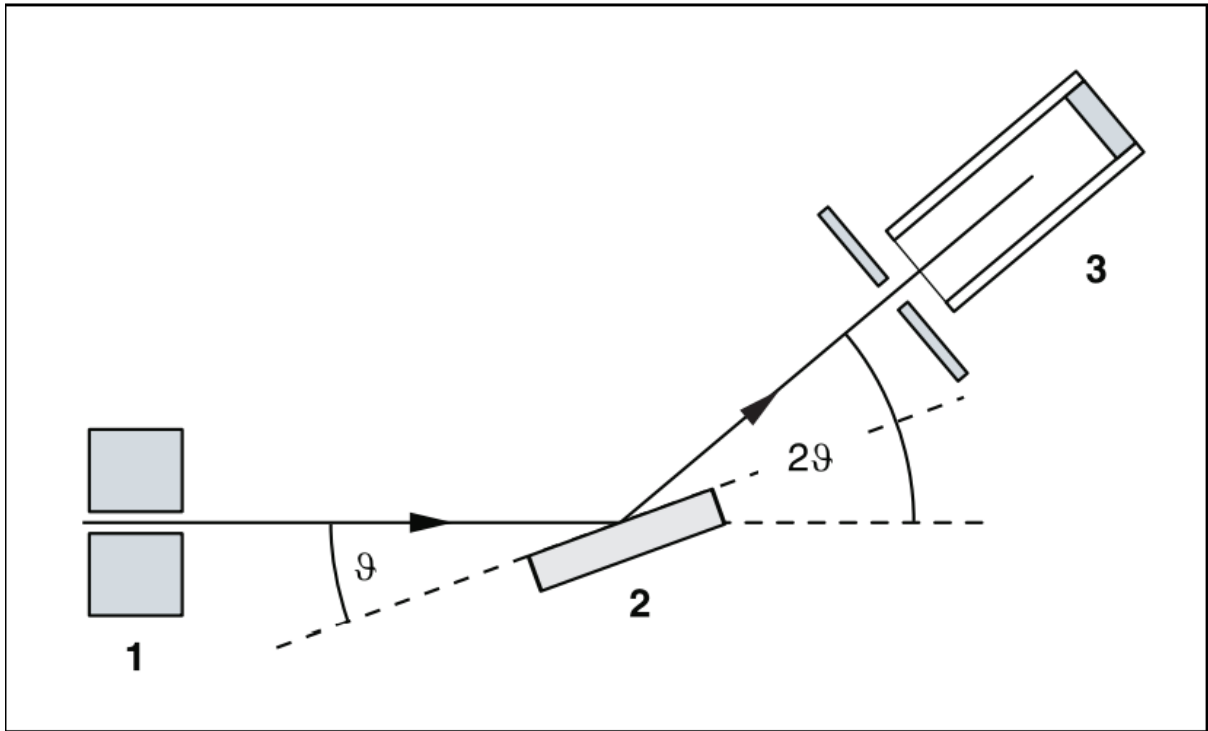


Figura 19: Esquema experimental da difração pela técnica $\theta - 2\theta$. 1: Colimador; 2: Amostra; 3: Detector. Fonte: Leybold LD.

A vantagem desse método é a fácil preparação da amostra, sendo necessária apenas triturá-la até atingir a granulação necessária. Outra vantagem é a capacidade de trabalhar com amostras desconhecidas com maior facilidade. Suas desvantagens estão associadas ao fato de precisar de um comprimento de onda específico, geralmente a linha K_{α} do ânodo. Além disso, ao contrário do lauegrama, não é possível visualizar a geometria do cristal.

3 Equipamentos, Materiais, Procedimentos Metodológicos e Manufatura

3.1 Metodologia

Do ponto de vista dos procedimentos metodológicos, este trabalho pode ser classificado como uma pesquisa bibliográfica, já que é fundamentada em conhecimentos prévios sendo de livros, artigos, *papers* entre outros. Além do mais, também se encaixa como um estudo experimental, pois consiste na análise de dados em ambientes naturais ou em laboratório. A abordagem desta pesquisa se enquadra como quali-quantitativa: quantitativa pois utiliza-se de métodos experimentais adjuntos de técnicas estatísticas, qualitativa, pois aborda as leis e teorias sobre o assunto (MARCONI & LAKATOS, 2003).

Este trabalho, de acordo com Gil (2008) é classificado como pesquisa aplicada, pois, diferente da ciência básica que tem como objetivo expandir os conhecimentos, a aplicada tem por sua vez, o objetivo de aplicar os conhecimentos acerca de um determinado assunto.

A pesquisa foi conduzida no laboratório de física do IFTO-Campus Palmas. O objetivo da pesquisa é a análise cristalográfica do sal Cloreto de Potássio (KCl). O estudo foi baseado na técnica conhecida como *método do pó*, desenvolvida por Debye e Scherrer, que utiliza a técnica $\theta - 2\theta$.

A escolha do Cloreto de Potássio (KCl) se justifica pela falta de trabalhos sobre o mesmo além de fato de possuir a mesma estrutura do Cloreto de Sódio (NaCl) que ambos são do tipo cúbica de faces centradas (cfc). A escolha do método do pó se justifica pela sua ampla aplicabilidade, permitindo o trabalho com inúmeras amostras com um preparo relativamente simples. A pesquisa utilizou métodos quantitativos para a análise dos dados.

A coleta e análise dos dados foi realizada por meio do software *X-ray Apparatus*, o qual foi utilizado para extrair as informações necessárias para futura análise e processamento de dados.

Durante a análise foram realizadas diversas medidas com diferentes parâmetros até a configuração final utilizada no experimento como: tempo de exposição, distância do feixe em relação amostra, valores de energia e de intensidade.

O objetivo deste trabalho foi medir as distâncias entre átomos no cristal de KCl por meio da difração de raio-x.

3.2 Equipamento

Uma breve descrição do maquinário utilizado.

Fonte geradora de raio-x:

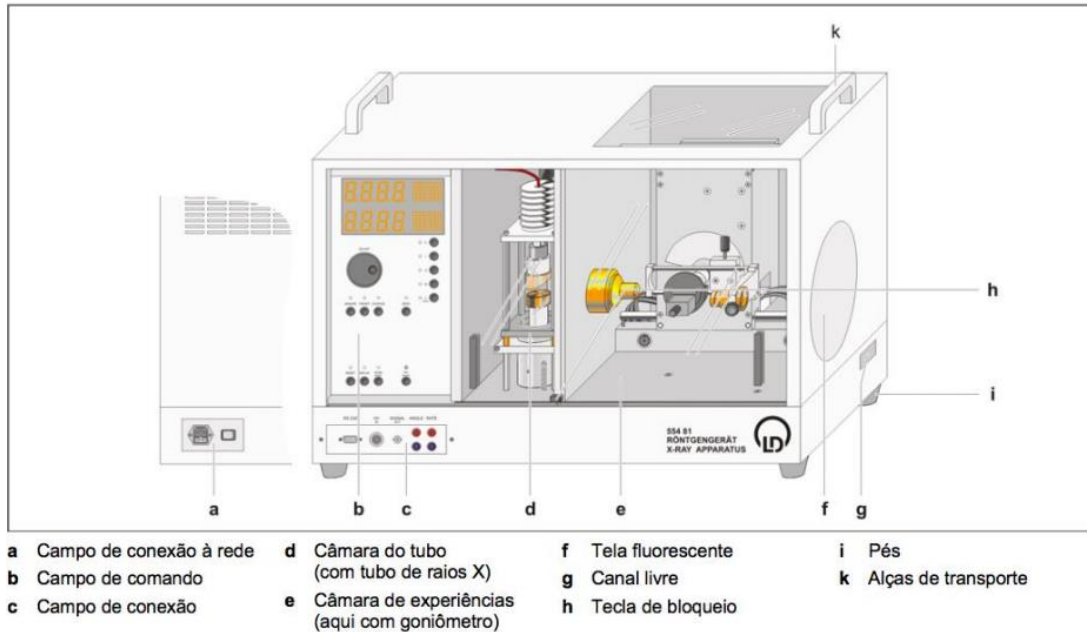


Figura 20. Diagrama esquemático da máquina. Fonte: KOGLER, J.; NEILDE, A.

O equipamento em questão está munido com um tubo de molibdênio (Mo) que possui linhas de emissão $K\alpha = 17,4 \text{ keV}$ e $K\beta = 19,6 \text{ keV}$, definindo sua capacidade de análise. O corpo do aparelho é fabricado em aço, com janelas constituídas de vidro com adição de chumbo e bário para proteção radiológica, o que permite a visualização segura do experimento. É importante mencionar que o equipamento possui um sistema de segurança que o impede de ser acionado sem as janelas estarem fechadas, garantindo que a radiação emitida pela máquina no exterior seja menor do que a radiação média ambiente.

O equipamento também está equipado com um goniômetro, um instrumento que mede um ângulo e/ou faz com que um objeto se mova para uma posição angular específica com precisão. Este goniômetro possui uma variação de ângulo de varredura que vai de -10° a 170° , com uma resolução da varredura angular de $0, 1^\circ$. Além disso, oferece diferentes modos de análise, podendo ser operado de forma independente ou acoplado a outros sistemas.

O detector de radiação do aparelho é do tipo Geiger-Muller⁶. Para o controle e coleta de dados, o equipamento possui um display digital para visualização de certos parâmetros e botões de ajuste (item b, figura 20). No entanto, é importante ressaltar que tanto a coleta de dados quanto ao controle do aparelho é realizada de maneira eficiente e precisa pelo software *X-ray Apparatus* em um computador conectado a ele por meio de uma interface USB-A, localizada no item c da figura 20. Além de todas essas descrições, o equipamento também está equipado com uma tela fluorescente de tungstato de cálcio (CaWO_4 – xilita) para a realização de certos experimentos.

O contador Geiger-Muller utilizado no experimento é calibrado para captar raio-x somente igual ou acima de 2,5 keV (Leybold LD).

3.3 Materiais, Manufatura e Coleta de Dados

A amostra utilizada neste trabalho é Cloreto de Potássio (KCl) 99% P.A – A.C.S.



Figura 21. Sal de Cloreto de Potássio utilizado. Fonte: Autor.

⁶ O contador Geiger-Muller é essencialmente uma câmara de ionização com uma pequena abertura, na qual uma pequena quantidade de gás ou gases é colocada para ser irradiada por algum tipo de radiação ionizante. Após a interação, alguns elétrons são arrancados pela radiação, gerando um pulso muito pequeno de corrente, que é amplificado para, finalmente, ser utilizado (CNEN).

O porta amostra é uma simples estrutura de alumínio quadrada dividida em duas partes: uma chapa reta utilizada como base para o mesmo e a outra, uma chapa de mesmas dimensões da anterior com um corte retangular no centro coberta por uma fita não reflexiva aos raio-x.

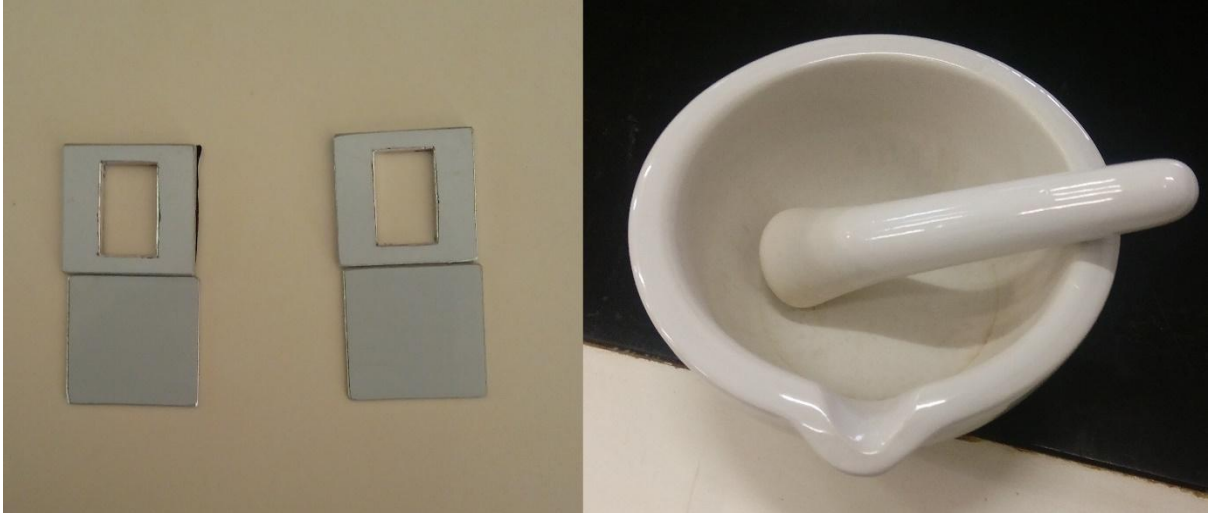


Figura 22: porta amostra e cadinho utilizados. Fonte: Autor

Para a trituração da amostra foi utilizado um cadinho de porcelana mais um socador de mesmo material para trabalhá-la. A figura 23 mostra a comparação do antes (esquerda) e depois (direita) da amostra triturada.



Figura 23: Comparação antes e depois da trituração. Fonte: Autor

O sal, após ser triturado é adicionado à porta amostra até preencher o espaço designado, com auxílio de uma pinça simples e pequenos solavancos, foi espalhado para assentar-se no recipiente de maneira uniforme, como mostra a figura 24.

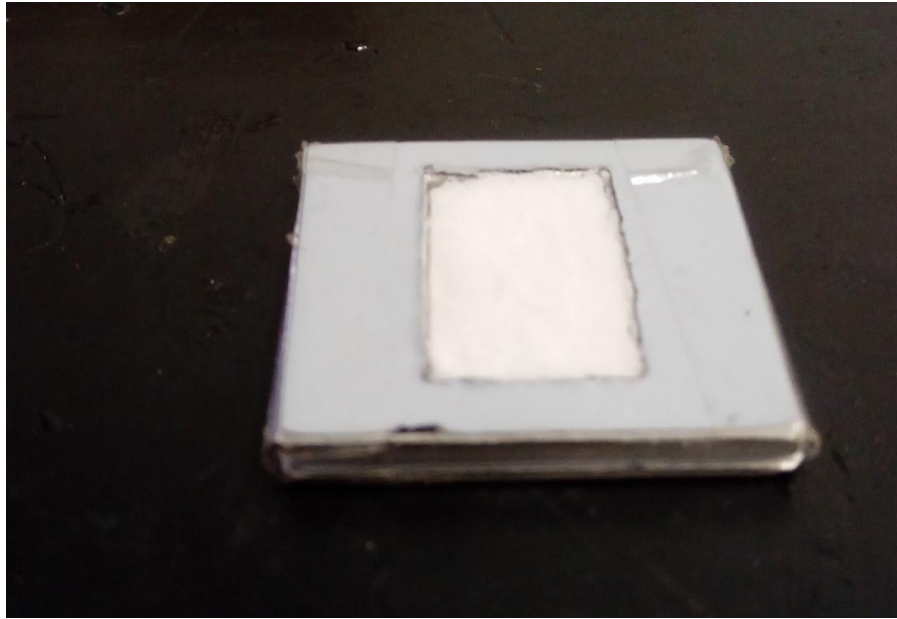


Figura 24: KCl (triturado) na porta amostra. Fonte: Autor

Antes de inserir a porta amostra contendo o material a ser analisado no equipamento para o estudo, é necessário acionar a função de calibração na máquina. Essa função tem como objetivo alinhar o feixe, o goniômetro e o sensor. Após o alinhamento, o recipiente com a amostra é colocado na baia de experimento (item *e* da figura 20) do equipamento. No software, são definidos os parâmetros nos quais a amostra em questão será trabalhada. Após a inserção de todas as configurações, a máquina realiza testes de segurança antes de iniciar o feixe de raio-x. Ao término do experimento, o equipamento desliga automaticamente para evitar sua degradação.

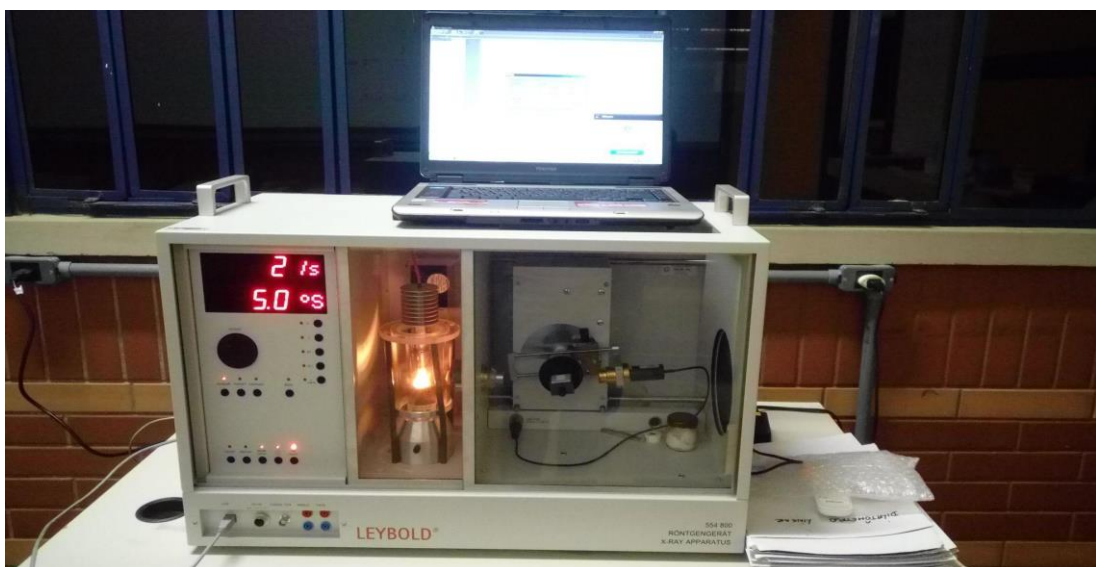


Figura 25. Montagem do aparato durante a coleta de dados. Fonte: Autor

Durante a coleta de dados, a amostra foi posicionada a 5 cm de distância em relação ao feixe colimado, também foi utilizado o modo acoplado. Os parâmetros utilizados no experimento foram os seguintes: a tensão aceleradora dos elétrons de 35 kV, com uma intensidade de corrente de 0,95 mA e um tempo de coleta em cada ângulo de 120 segundos. Além disso, a variação do ângulo de varredura foi de $0,1^\circ$, com o sensor varrendo um arco de $2,5^\circ$ a 50° . Adicionalmente foi utilizado um filtro de Zircônio (Zr) na saída do colimador com o objetivo de atenuar e/ou extinguir a emissão da linha K_β do alvo de Molibdênio (Mo), por fim. A análise levou cerca de 15 horas e 50 minutos.

4 Resultados e Discussões

Para a análise dos dados, utilizou-se o comprimento de onda da linha $K_{\alpha} = 17,4$ keV do tubo de molibdênio (Mo), apesar de possuir uma energia menor do que a linha $K_{\beta} = 19,6$ keV, a primeira ocorre com maior intensidade do que a segunda.

4.1 Resultados

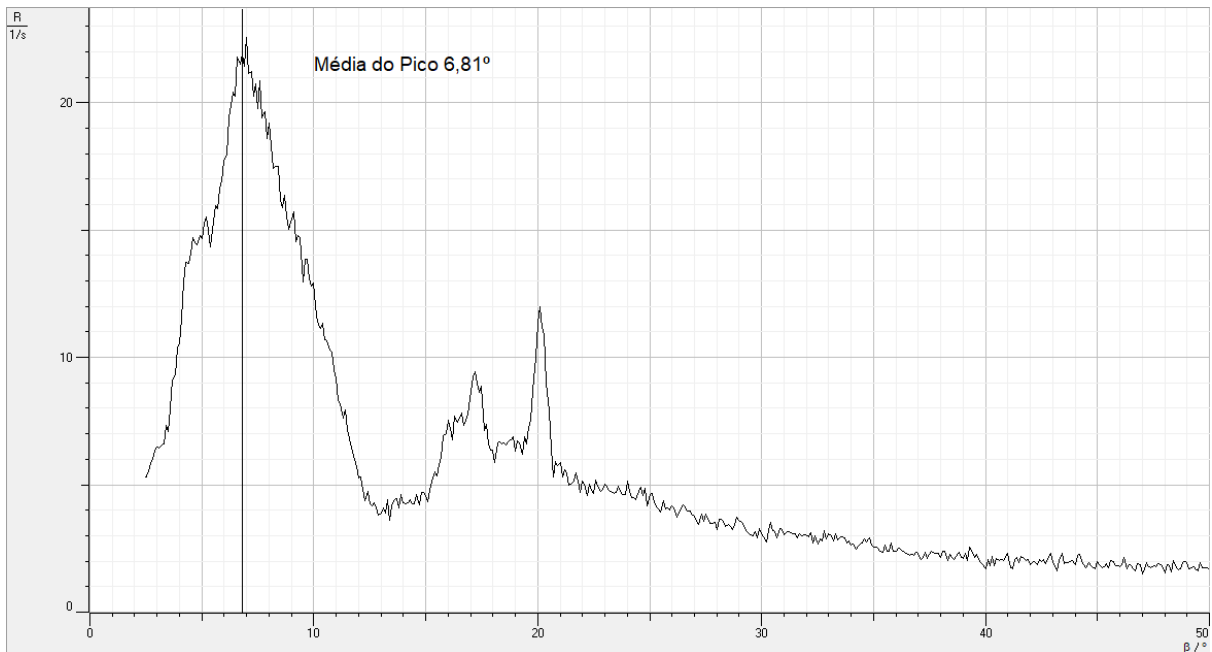


Gráfico 1: Resultado da difração do KCl. Fonte: Autor.

No gráfico 1, o eixo vertical representa a contagem de fótons por segundo, por sua vez, o eixo horizontal é a variação do ângulo ao decorrer do experimento.

O gráfico 1 mostra claramente o 1º máximo da difração ocorrendo na amostra estudada, com a média do pico do sendo de 6, 81°. Entretanto, como pode-se visualizar no mesmo gráfico, a resolução da difração ficou baixa acarretando um máximo de difração largo. Esta anomalia, pode ter sido acarretada por uma má distribuição do pó na porta amostra, mesmo com este inconveniente ainda sim, foi possível encontrar a distância entre os átomos do cristal.

4.2 Análise dos dados

Utilizando a equação 2.4 sendo a o valor do parâmetro de rede da literatura, que é de $3,145 \times 10^{-10}$ metros para o sal de KCl, encontramos que d_{hkl} , sendo que h, k e l todos valem 1, pois é referente ao primeiro plano cristalino possível da rede cfc. Temos que, a distância interplanar com esses preceitos é de: $1,05 \pm 0,01 \times 10^{-10}$ m.

A partir do valor de d_{hkl} podemos encontrar o valor do ângulo onde a difração correspondente ao plano do cristal deverá ocorrer a partir da equação a seguir:

$$\text{sen}^{-1} = \frac{n\lambda}{2d_{hkl}}. \quad (4.6)$$

Utilizando-se o valor calculado de d_{hkl} e o comprimento de onda referente a linha K_α do molibdênio (Mo), de $\lambda = 0,7107 \times 10^{-10}$ metros e $n = 1$, pois é o 1ª índice de difração. Dada a equação 4.6, encontramos o ângulo onde ocorre a difração referente ao plano 1,1,1 deve ocorrer, que é de: $6,48 \pm 0,1^\circ$.

$$d_m = \frac{n\lambda}{2\text{sen}\theta} \quad (4.7)$$

sendo d_m a distância interplanar medida ou encontrada em metros.

Na equação 4.7 utilizando o valor do ângulo de $6,81 \pm 0,1^\circ$ aferido no experimento, encontrou-se o valor de $3 \pm 0,01 \times 10^{-10}$ m. Com este dado é possível verificar o erro experimental em relação ao valor verdadeiro a partir da equação:

$$E = \left| \frac{d_m - a}{a} \right| \times 100 \quad (4.8)$$

Utilizando o valor encontrado d_m e realizando o erro percentual a partir da equação 4.8 com o valor da literatura para a , temos um erro experimental de cerca de 4,58% em relação ao valor real da distância interplanar para o sal de KCl.

5 Considerações Finais

Neste trabalho, procurou-se através do experimento de difração de raio-x encontrar o valor da distância inter atômica da amostra do sal de KCl além da validação da própria lei proposta pelos Bragg 's, utilizando-se de um equipamento gerador de raio-x em conjunto de softwares para obtenção e análise dos dados, como o *X-Ray Apparatus*.

A técnica *método do pó* escolhida mesmo com suas limitações, foi de fundamental importância para o sucesso do experimento, pois sua acessibilidade provou ser realmente a escolha correta durante a experimentação. O resultado obtido durante a realização do experimento foi de suma importância para a compreensão da estrutura cristalina, além de contribuir para o entendimento da interação entre radiação ionizante e a matéria.

Deste modo, o experimento realizado está de acordo com a literatura sobre o assunto, se aproximando do valor real dentro uma margem de erro aceitável de apenas 4,58%. A relevância do entendimento acerca da estrutura dos cristais, sobre a interação radiação-matéria e a difração da luz de um pequeno comprimento de onda que é o caso do raio-x, constrói uma ligação entre as teorias e/ou leis da física clássica com a física moderna. Os fundamentos teóricos e a experimentação são a base para a compreensão dos fenômenos físicos, evidenciando o papel da experimentação como forma de auxiliar o entendimento dos graduandos acerca do assunto.

REFERÊNCIAS

1. BRADY, Joel W.; RUSSELL, John W.; HOLUM, John R. Química: a Matéria e Suas Transformações, vol.1, 3ª edição, Rio de Janeiro: LTC, 2006.
2. COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR (CNEN). **Fundamentos de Radioproteção. Versão 10**. Disponível em: <http://appasp.cnem.gov.br/seguranca/documentos/FundamentosCORv10.pdf>. Acesso em: 20/08/2023.
3. DO NASCIMENTO-DIAS, B. L. **Aplicação da difração de raios X para caracterização mineralógica de meteoritos: Conceitos físicos e os processos experimentais**. Revista Brasileira de Física Tecnológica Aplicada, v. 8, n. 2, 2021.
4. ESIBERG, R; RESNICK, R. **Física Quântica –Átomos, moléculas, sólidos, núcleos e partículas**. Rio de Janeiro: Editora Campus, 1994.
5. ESTUDO RADIOGRÁFICO. **DIFERENÇA ENTRE A PRODUÇÃO DE RADIAÇÃO CARACTERÍSTICA E POR FREAMENTO (BREMSSTRAHLUNG)**. Disponível em: <http://estudoradiografico.blogspot.com/2016/10/diferenca-entre-producao-de-radiacao.html>. Acesso em: 07/11/2023
6. FEITOSA, E. M. A.; BARBOSA, F. G.; FORTE, C. M. S.; Química Geral I. 3a ed Fortaleza: EdUECE, 2016.
7. FAZANO, C.; **A Idade do Elétron**. Disponível em: 11.8.2 - A DESCOBERTA DOS RAIOS X (fazano.pro.br). Acesso em 07/11/2023
8. GIL, Antonio Carlos. **Métodos e técnicas de pesquisa social**. 6. ed. Editora Atlas SA, cap. 3, 2008.
9. HALLIDAY, D.; WALKER, J.; RESNICK R. **Fundamentos de Física. Vol 4: Ótica e Física Moderna**. 10. ed., Rio de Janeiro: LTC, 2016.
10. KITTEL, C. **Introdução à Física do Estado Sólido**. 8ª Ed. LTC, Rio de Janeiro, cap.1, 2006.
11. KOGLER, J.; NEILDE, A. **4323301- Física Experimental C - Experimentos com Raio X**. Disponível em: https://fap.if.usp.br/~jhsevero/Fisica_Experimental_C_Semestral_2022/4---experimento-com-raio-x-.pdf. Acesso em: 07/11/2023.

12. LINDA HALL. **MAX VON LAUE**. Disponível em: <https://www.lindahall.org/about/news/scientist-of-the-day/max-von-laue>. Acesso em: 07/11/2023.
13. LEYBOLD LD, **Instruction Sheet**, disponível em: <https://www.leybold-shop.com/x-ray-apparatus-mo-complete-554801.html>. Acesso em 07/11/2023.
14. MARCONI, Marina de Andrade; LAKATOS, Eva Maria. **Fundamentos de metodologia científica**. 5. ed. São Paulo: Atlas, 2003.
15. MARTINS, R, A. **A Descoberta dos Raios X: O Primeiro Comunicado de Röntgen**. Revista Brasileira de Ensino de Física, vol. 20, n. 4, p. 373, 1998.
16. MUNDO EDUCAÇÃO. **Difração: como ocorre, tipos de onda, fendas**. Disponível em: <https://mundoeducacao.uol.com.br/fisica/o-fenomeno-difracao.htm>. Acesso em: 07/11/2023.
17. NAPOLITANO, H. et al. **Análise da difração dos raios X**. Revista Processos Químicos Jan/Jul, p. 36, 2007.
18. OKUNO, E.; YOSHIMURA, E. **Física das Radiações**. Oficina de Textos. São Paulo, cap. 2, 2010.
19. OKUNO, E.; YOSHIMURA, E. **Física das Radiações**. Oficina de Textos. São Paulo, cap. 10, 2010.
20. RADIAÇÃO E SAÚDE; **Raios – X**. Disponível em: <https://radiacaoblog.wordpress.com/2016/04/22/raios-x/>. Acesso em: 07/11/2023
21. ROCHA, J. F.M. Origem e evolução do eletromagnetismo. In: ROCHA, J. F.M.(Org.). **Origens e evolução das ideias da Física**. Salvador: Edufba, 2011.
22. RODRIGUES, J. A.; **Raios X: difração e espectroscopia**. São Carlos: EdUFSCar, 2005.
23. RUA, João Luís dos Santos Heleno da. **Baterias de lítio em filme fino: fabrico e caracterização de LiCoO₂ para utilização no cátodo**. 2015. Tese de Doutorado.
24. SASAKI, J. M.; BLEICHER, L. **Introdução à Difração De Raios X Em Cristais**, 2000.
25. SILVA, Fabio W.O. **A evolução da teoria ondulatória da luz e os livros didáticos**. Revista Brasileira de Ensino de Física, v. 29, n. 1, p. 149-159, 2007.

26. SILVA, R. F. DA. **A Difração de Raios X: uma Técnica de Investigação da Estrutura Cristalina de Materiais**. Revista Processos Químicos, v. 14, n. 27, p. 73-82, 22 set. 2020.
27. TIPLER, Paul A.; LLEWELLYN, R. A. **Física Moderna**. 6ª ed. Rio de Janeiro: LTC Editora, 2017.
28. UW MEDICINE: **Featured History: Wilhelm Röntgen**. Disponível em: <https://rad.washington.edu/blog/featured-history-wilhelm-rontgen/>. Acesso em: 07/11/2023.
29. XRD Data Analysis Service. **XRD Data Analysis Service Cheap and Reliable in Philippines (Filipina)**. Disponível em: XRD Data Analysis Service Cheap and Reliable in Philippines (Filipina) | XRD Data Analysis Service (thinksphysics.com). Acesso 07/11/2023
30. YOUNG, Hugh D.; FREEDMAN, Roger A. **Física III – Eletromagnetismo**. São Paulo: Addison Wesley, 2009 12 edª.