



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO OESTE DO PARÁ – UFOPA
INSTITUTO DE ENGENHARIA E GEOCIÊNCIAS – IEG
BACHARELADO INTERDISCIPLINAR EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA**

MARCELLO FRANKLIN FIGUEIREDO DE SOUSA

**ESTUDO DOS CRISTAIS E DIFRAÇÃO DE RAIOS X VOLTADOS A FÍSICA
DOS MATERIAIS**

SANTARÉM

2019

MARCELLO FRANKLIN FIGUEIREDO DE SOUSA

**ESTUDO DOS CRISTAIS E DIFRAÇÃO DE RAIOS X VOLTADOS A FÍSICA
DOS MATERIAIS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Bacharelado Interdisciplinar em Ciência e Tecnologia para obtenção do grau de Bacharel em Ciência e Tecnologia na Universidade Federal do Oeste do Pará, Instituto de Engenharia e Geociências.

Orientador: Raphael Pablo Tapajos Silva

SANTARÉM

2019



UNIVERSIDADE FEDERAL DO OESTE DO PARÁ

Pró-reitoria de Ensino de Graduação -PROEN

Coordenação de Projetos Educacionais -CPE

Instituto Engenharia e Geociências

MARCELLO FRANKLIN FIGUEIREDO DE SOUSA

**RELATÓRIO DA MOBILIDADE ACADÊMICA EXTERNA TEMPORÁRIA NACIONAL
2015**

Apresentação de Relatório como requisito para comprovação do desenvolvimento das atividades e obtenção do certificado de participação no Programa de Mobilidade Acadêmica Externa Temporária Nacional desenvolvida na Universidade Federal do Pará no Programa de Pós Graduação em Física- PPGF, na cidade de Belém-Pará.

Prof. Orientador da UFOPA: Raphael Pablo Tapajós Silva

Prof. Orientador da UFPA: Cláudio Márcio Rocha Remédios

SANTARÉM-PARÁ
2015

I-IDENTIFICAÇÃO	
Discente: Marcello Franklin Figueiredo de Sousa	Matrícula: 201301028
Curso/Instituto do discente: Bacharelado Interdisciplinar em Ciências e Tecnologia	
Semestre: 3º	
Email: marcellofranklin@gmail.com	Telefone: (93) 98101-3800
Período de Realização da Mobilidade: 15 de junho a 14 de julho.	
Título do Projeto de Mobilidade: Estudo dos cristais e difração de raios x voltados à física dos materiais.	
Diretor do Instituto: Manoel Roberval Pimentel	
Instituto de vínculo da bolsa: Instituto de Engenharia e Geociências	
Coordenador do Curso: Ubiraelson Ruela	
II – INTRODUÇÃO	
<p>Neste relatório mostramos os resultados do projeto de mobilidade acadêmica externa temporária nacional, do estudo de cristais e difração de raios x voltados à física dos materiais.</p> <p>As técnicas desenvolvidas durante os anos agregam valor as aplicações de análises dos monocristais. O estudo para criação de novos materiais a custo baixo leva a uma crescente demanda para uso dos monocristais de aminoácidos, que são relativamente fáceis de crescer.</p> <p>A cristalização ocorre especificamente em dois passos que chamamos de nucleação e posterior o desenvolvimento do cristal. A nucleação designa um conjunto de processos que conduz à formação de uma nova fase estável dentro de uma fase de origem instável.</p> <p>A caracterização dos cristais é obtida por meio do Difratometro de Raios X com o equipamento D8 ADVANCE, marca Bruker, contendo detector rápido LYNXEYE e câmara de temperatura. O processo de caracterização é importante para conhecer as propriedades que os monocristais são compostos, e como se dá a sua estrutura cristalina.</p>	
<p>1. Objetivo Geral;</p> <p>Caracterização de cristais através da técnica de difração de Raios X.</p>	
<p>2. Objetivos Específicos;</p> <p>Estudar teórica e experimentalmente o crescimento e a caracterização estrutural de monocristais. Assim como também será abordado o estudo de cristais de aminoácidos, do comportamento de cristais. Após o crescimento, os cristais serão caracterizados por difração de raios X. O estudo concilia disciplinas de química e física, e servirá de base para ampliação de conhecimentos do aluno.</p>	
III – DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES DESENVOLVIDAS DURANTE A MOBILIDADE	
<p>As atividades aconteceram no prédio do Programa de Pós Graduação em Física- PPGF, mais</p>	

especificamente no laboratório de preparação de amostras, no laboratório de crescimento de cristais e laboratório de Raios X, Análise Térmica e Dielétrica.

Os cristais foram crescidos em solução aquosa, onde usamos o método de crescimento por evaporação lenta do solvente, onde a solução evapora lentamente em um ambiente com temperatura controlada. Outro método é o abaixamento temperatura (ou variação lenta de temperatura) em uma cuba térmica, onde a solução foi lacrada em banho térmico e com decréscimo de temperatura que é controlada por um controlador de temperatura da marca Eurotherm e modelo 2416. Dentro do Becker com a solução temos uma plataforma ligada a uma haste de PVC acoplada a um motor. Esta haste gira com alternância de sentido para homogeneizar a solução.

Os materiais utilizados para preparação das soluções foram: Becker, bureta, proveta, termômetro, barra magnética, pinça, papel filme PVC, papel toalha, chapa de aquecimento, água destilada. Os reagentes utilizados foram os seguintes: L-Asparagina P.A Monohidratada ($C_4H_6N_2O_3H_2O$), L-Arginina Base P.A ($C_6H_{14}N_4O_2$), Glicina Pura ($C_2H_5NO_2$) Cloreto de Cobre II P.A Dihidratado ($CuCl_2 \cdot 2H_2O$), Cloreto Férrico P.A Hexahidratado ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$), KDP Fosfato de Potássio Monobásico P.A (KH_2PO_4).

Nos primeiros dias ficamos observando algumas atividades no laboratório, onde amostras foram preparadas por um aluno de Iniciação Científica, assim como a análise dessas amostras. Onde conhecemos os equipamentos e os laboratórios que usamos durante as atividades.

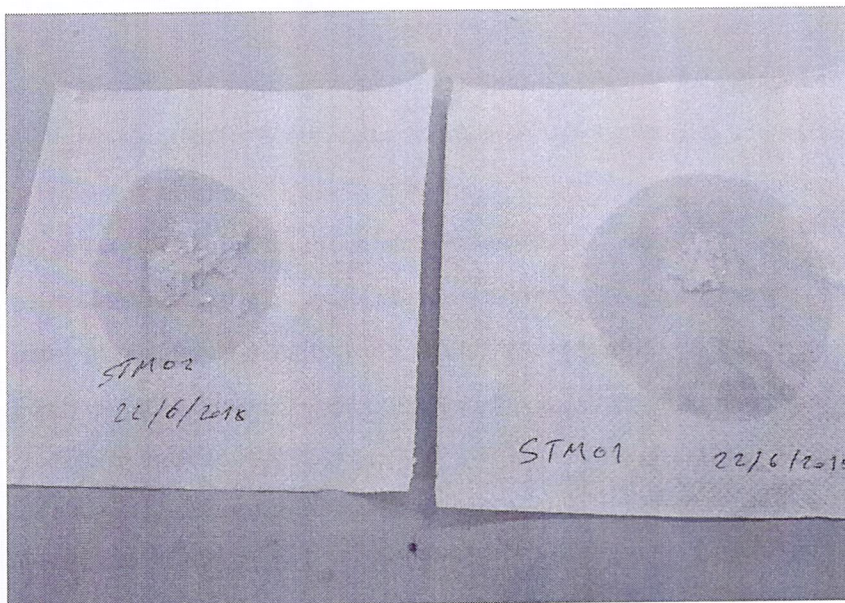
Durante a preparação das cinco primeiras soluções observamos a curva de solubilidade, sendo seu principal objetivo identificar as áreas de não saturação e supersaturação. A solução saturada é a fase sólida ou líquida onde se mantém um equilíbrio por tempo indeterminado, enquanto a área de não saturação corresponde a uma fase líquida ou sólida onde há condição para o material ser dissolvido. Para obter um bom monocristal é necessário manter a solução numa região que identificamos como metaestável, para isso que isso aconteça alteramos a concentração ou temperatura da solução.

No dia 19 de junho preparamos a solução que denominamos de SSTM01, com a L-Asparagina P.A Monohidratada ($C_4H_6N_2O_3H_2O$), sendo utilizada uma massa de 2,90241g, volume de água de 100 ml na temperatura de 28° C. Após o soluto ser dissolvido, o Becker foi fechado com papel filme com 39 furos, o método usado foi o de evaporação lenta. Preparamos a amostra do cristal no dia 08 de junho, para análise de difração de Raios-X.

A solução SSTM02 foi usando a Glicina Pura ($C_2H_5NO_2$), com a massa de 25,07032g, um volume de 100 ml de água e uma temperatura de 28° C. Após o soluto ser dissolvido, o Becker foi fechado com papel filme com 47 furos, o método usado foi o de evaporação lenta.

Realizamos o filtro das soluções SSTM01 e SSTM02, ambas já estavam com precipitado de cristais. A solução SSTM01 depois de ser filtrada foi colocada uma semente de cristal extraído do

precipitado, sendo devolvida ao laboratório de crescimento de cristais. O precipitado desta solução possuía vários cristais com 1 mm de comprimento aproximadamente. A solução SSTM02 após o filtro foi retirado pequenos cristais de aproximadamente 3 mm de comprimento, desses foi escolhido um pequeno e colocado na solução que foi devolvida ao laboratório.



A solução SSTM03 foi preparada com L-Asparagina P.A Monohidratada ($C_4H_6N_2O_3H_2O$), com uma massa de 2,01782g, volume de água de 110 ml em uma temperatura ambiente de 26° C. Esta solução houve uma precipitação, e a massa precipitada foi de 1,26612g. A solução foi devolvida ao laboratório para evaporação lenta.

A solução SSTM04 foi preparada com L-Asparagina P.A Monohidratada ($C_4H_6N_2O_3H_2O$), a massa utilizada foi 4,50986g para um volume de 100 ml de água, dissolvida em uma temperatura de 38,7° C. A solução foi filtrada e lacrada com papel filme, com 156 furos e levado ao laboratório para crescimento por evaporação lenta. Houve precipitação nesta solução a massa do precipitado foi de 3,172253g.

A solução SSTM05 foi preparada com L-Asparagina P.A Monohidratada ($C_4H_6N_2O_3H_2O$), massa utilizada foi 3,5056g, para um volume de água de 108 ml, a temperatura final da solução foi de 28° C. A solução começou a ser dissolvida com massa de 3,00555g e adicionamos na solução mais 0,50005g. O volume de água no início era de 100 ml e foi acrescentado mais 8 ml de água. A solução foi fechada com papel filme, com 80 furos para evaporação lenta em temperatura ambiente de 23° C. No dia 30 de junho, a solução foi filtrada para separar a massa que havia precipitada.

A solução SSTM06 foi preparada com L-Asparagina P.A Monohidratada ($C_4H_6N_2O_3H_2O$), a massa utilizada foi 2,716491g, para um volume de 100 ml de água em uma temperatura de 20 ° C. Após a dissolução total da massa a solução foi fechada com papel filme e com 70 furos. Sendo levada ao laboratório para crescimento por evaporação lenta, em temperatura ambiente.

A solução SSTM07 foi preparada com L-Asparagina P.A Monohidratada ($C_4H_6N_2O_3H_2O$), a

massa utilizada foi 4,10176g, para um volume de 100 ml de água em uma temperatura de 36° C. A solução dissolveu e se estabilizou em 36 ° C. A solução foi fechada com papel filme com 80 furos, em seguida deixado no laboratório para crescimento pelo método de evaporação lenta.

A solução SSTM08 foi preparada com Fosfato de Potássio Monobásico P.A KDP (KH_2PO_4), a massa utilizada foi de 112,835g o volume de água de 400 ml em uma temperatura de 36° C. Esta solução foi deixada em banho térmico, e para o crescimento de cristal foi usado o método de abaixamento de temperatura em uma cuba térmica. A solução foi filtrada para retirar a massa precipitou com peso de 6,60348g, em seguida devolvemos a solução para o laboratório. No dia 8 de julho realizamos a preparação da amostra do cristal para análise e caracterização de difração de Raios-X. No dia 13 de julho, observamos que a solução já tinha precipitado novamente e havia pequenos cristais, então filtramos para novamente devolver ao laboratório.

A solução SSTM09 foi preparada com L-Asparagina P.A Monohidratada ($\text{C}_4\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_3\text{H}_2\text{O}$), com massa de 1,62954g e Cloreto Férrico P.A Hexahidratado ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), com massa de 0,59795 para um volume de 100ml de água, a solução dissolveu em temperatura ambiente de 22,5 ° C. A solução foi fechada com papel filme e com 80 furos para evaporação lenta no frigobar.

A solução SSTM10 foi preparada com L-Asparagina P.A Monohidratada ($\text{C}_4\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_3\text{H}_2\text{O}$), a massa usada foi de 1,62996g e Cloreto de Cobre II P.A Dihidratado ($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) massa de 0,09752g, para um volume de 75 ml de água em uma temperatura de 36° C. Após a dissolução total da massa a solução foi fechada com papel filme PVC e 71 furos para ajudar na evaporação lenta no frigobar. No dia 03 de julho, foi retirada a solução para filtrar a precipitação de um pó azul. Em seguida devolvemos a ao frigobar. Abaixo a imagem da preparação da solução.



A solução SSTM11 foi preparada com L-Asparagina P.A Monohidratada ($\text{C}_4\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_3\text{H}_2\text{O}$), com a massa de 1,62841g e Cloreto de Cobre II P.A Dihidratado ($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) massa de 0,09793g para um volume de 77 ml de água e uma temperatura de 36° C. Após a dissolução total da massa a solução foi fechada com papel filme e com 80 furos para ajudar na evaporação lenta em temperatura

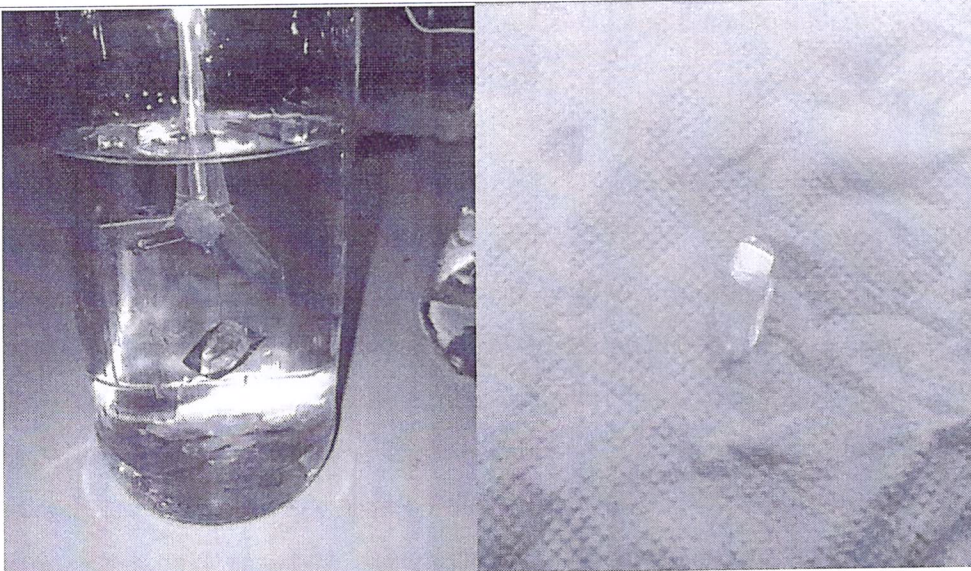
ambiente na mesa do laboratório. No dia 03 de julho, foi retirada a solução para filtrar a precipitação de um pó azul. Em seguida devolvemos a mesa para crescimento do cristal.

A solução SSTM12 foi preparada com L-Asparagina P.A Monohidratada ($C_4H_6N_2O_3H_2O$), com massa de 1,62929g e Cloreto Férrico P.A Hexahidratado ($FeCl_3.6H_2O$), com massa de 1,02121 para um volume de 100ml de água dissolúvel em temperatura ambiente de 22,5 ° C. A solução foi fechada com papel filme PVC, com 75 furos para evaporação lenta na estufa de 32 ° C.

A solução SSTM13 foi preparada com L-Arginina Base P.A ($C_6H_{14}N_4O_2$), usamos uma massa de 5.001g e um volume de 30,5 ml de água, e a temperatura de 26 ° C para dissolução. A solução foi fechada com papel filme com 40 furos para evaporação lenta na mesa do laboratório em temperatura ambiente de 22 ° C. No dia 03 de julho, foi retirada a solução para filtrar, ocorreu que havia pequenos cristais. Em seguida devolvemos a mesa para crescimento do cristal.

A solução SSTM14 foi preparada com L-Arginina Base P.A ($C_6H_{14}N_4O_2$), usamos uma massa de 5.5g e um volume de 26 ml de água, e a temperatura de 26 ° C para dissolução. A solução foi fechada com papel filme com 40 furos para evaporação lenta na mesa do laboratório em temperatura ambiente de 22 ° C.

A solução SSTM15 foi preparada com Fosfato de Potássio Monobásico P.A KDP (KH_2PO_4), com massa de 112.8351g, para um volume de 400 ml de água com uma temperatura de 36 ° C. Após a dissolução total do soluto a solução foi dividida em dois recipientes com 200 ml cada, onde denominamos SSTM15.01 e SSTM15.02. Então foi deixado em banho térmico, para uso do método de abaixamento de temperatura. No dia 06 de julho, a solução SSTM15.01 não precipitou, porém retiramos do banho térmico e colocamos em um Becker com uma semente do próprio material para o cristal crescer a partir dele, foi deixado em cima da mesa em temperatura ambiente para evaporação lenta. No mesmo dia observamos que a solução precipitou resultando em pequenos cristais de massa total de 5.07746g. A solução SSTM15.02, que estava em movimentação teve uma precipitação e a formação de um cristal com pouco defeito. Para obter este resultado foi colocado uma semente amarrada em um fio que ficou suspenso dentro da solução sem contato com as extremidades do recipiente, o cristal tem aproximadamente 3 cm de comprimento e 1cm de largura, sendo a forma de um prisma. A massa do precipitado foi de 7.69470g. No dia 08 de julho, preparamos a amostra do monocristal para análise e caracterização de difração de Raios-X. No dia 13 de julho, foi possível vê a que a solução SSTM15.01 tinha pequenos cristais com poucas deformações de tamanho de 3cm de comprimento com 1cm de largura, em seguida a solução foi fechada com papel filme e devolvida para o laboratório. Imagem do Cristal de KDP.



A solução SSTM16 foi preparada com Fosfato de Potássio Monobásico P.A KDP (KH_2PO_4), com massa de 112.837g, para um volume de 400 ml de água com uma temperatura de 36 ° C. Após a dissolução total do soluto, a solução foi dividida em dois recipientes com 200 ml cada, com uma semente em cada recipiente. Esta solução foi colocada no banho térmico para uso do método de abaixamento de temperatura. No dia 13 de julho observamos que ambas continham cristais com poucos defeitos.

A solução SSTM17 foi preparada com Fosfato de Potássio Monobásico P.A KDP (KH_2PO_4), com massa de 112.837g, para um volume de 400 ml de água com uma temperatura de 36 ° C. Esta solução foi deixada no Becker na caixa térmica para crescimento do cristal por abaixamento de temperatura. Foi observado que não tinha crescido o cristal, apenas um alongamento da ponta da semente.

Difração de raios-X (DRX)

Para usar a técnica de difração de raios-X (DRX) foram utilizadas amostras maceradas em pó bem fino para o estudo da estrutura cristalina. Esse método consiste na interferência dos raios-X incidentes sobre a amostra, refletindo parte dos raios e transmitindo a outra parte. A interferência construtiva entre os raios refletidos dá origem aos picos no padrão de difração. Para determinar as estruturas cristalinas na difração de raios-X é utilizado um contador de radiação para detectar o ângulo e a intensidade do feixe difratado. Assim, podemos registrar simultaneamente os ângulos dos feixes difratados em função dos ângulos de difração 2θ . Como um cristal atua como uma grade de difração tridimensional, então, para que haja difração, os feixes de raios x espalhados por planos cristalinos adjacentes precisam estar em fase. Caso contrário, ocorreria interferência destrutiva de ondas e basicamente nenhuma intensidade espalhada é observada.

A condição de refração é dada pela Lei de Bragg,

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

θ = ângulo de Bragg

2θ = ângulo de difração

onde λ é o comprimento de onda da radiação incidente, d é o espaçamento entre planos cristalinos adjacentes e θ é o ângulo de incidência do feixe.

IV - CONSIDERAÇÕES FINAIS

A Universidade Federal do Pará (UFPA) foi acolhedora na pessoa do professor orientador, que nos recebeu no período da mobilidade. Agradecemos o professor pela paciência e compreensão em compartilhar seus conhecimentos para o desenvolvimento das atividades executadas. O uso da Difração Raios-X se torna essencial para análise de amostras não somente para cristais em pó, mais para demais materiais.

1. Dificuldades enfrentadas

As atividades de ensino, propostas no projeto não foi possível serem desenvolvidas, por motivos de paralisação dos professores de ensino no período da greve. Assim como o acompanhamento das soluções em que os monocristais não cresceram, houve algumas complicações como falta de energia assim aumentando bruscamente a temperatura do ambiente onde estava crescendo os cristais, e atrapalhando o processo de crescimento dos cristais e a qualidade da transparência dos mesmos.

2. Contribuições para a formação acadêmica/profissional;

O conhecimento adquirido pelo aluno será de grande valor para sua carreira, pois essas atividades de crescer e caracterizar cristais de aminoácidos se torna um avanço positivo, o trabalho desenvolvido abre portas para novos conhecimentos na área de materiais. Assim como desenvolvimento de novos experimentos, sendo possível comparar a teoria com a prática. E como trabalho futuro participar de um treinamento de qualificação em análises de DRX.

3. Resultados Alcançados;

Apresentamos os resultados do trabalho proposto mostrando as análises de Difração de Raios-X, feitas no pó fino dos cristais das amostras SSTM08 de Fosfato de Potássio Monobásico P.A KDP (KH_2PO_4) e SSMT15.02 Fosfato de Potássio Monobásico P.A KDP (KH_2PO_4) e SSTM01 L-Asparagina P.A Monohidratada ($\text{C}_4\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_3\text{H}_2\text{O}$).

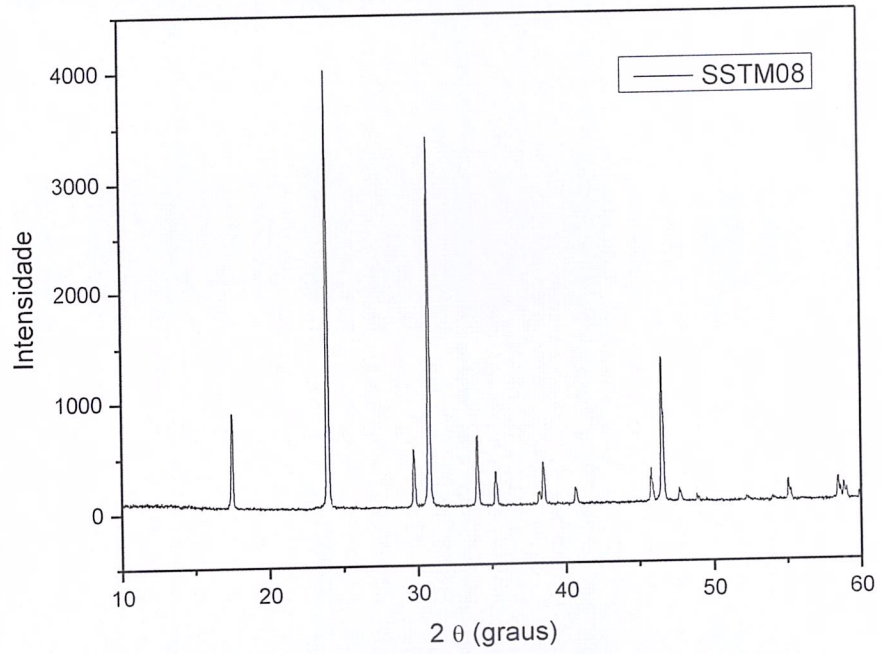


Figura 1: Difratoograma do cristal de KDP obtido da solução SSTM08.

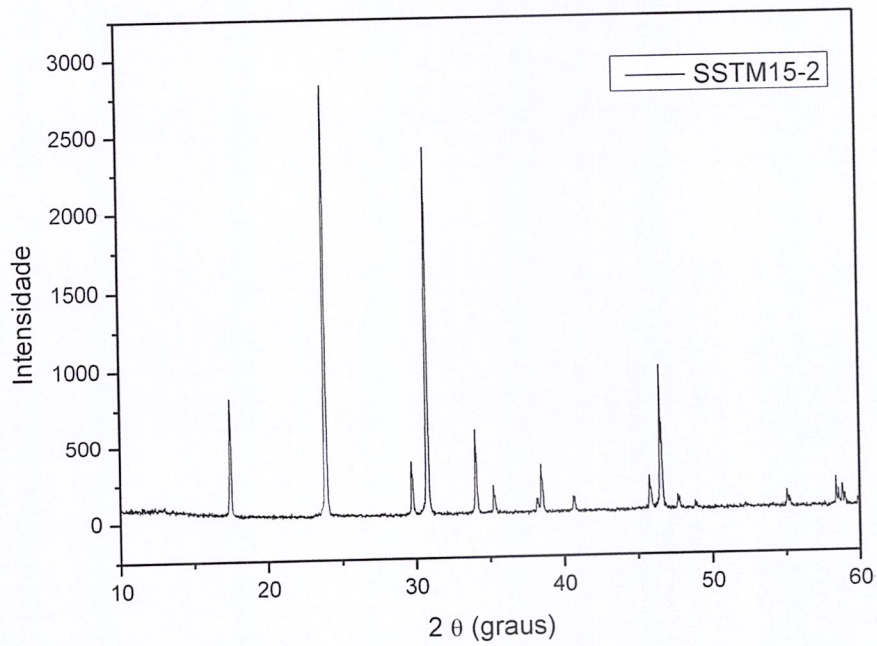


Figura 2: Difratoograma do cristal de KDP obtido da solução SSTM15.02.

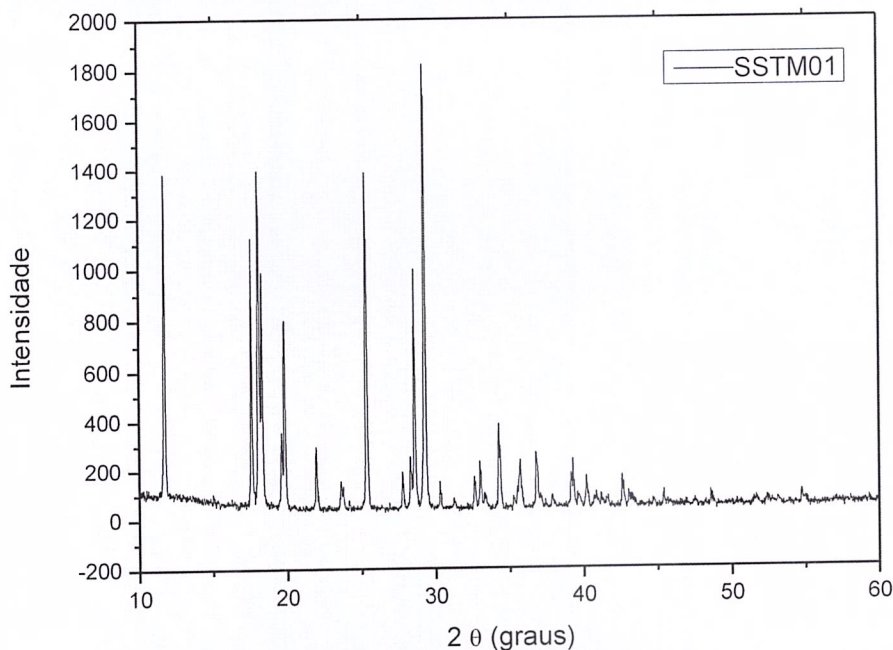


Figura 3: Difratoograma do cristal de L-Asparagina obtido da solução SSTM01.

V – REFERÊNCIAS

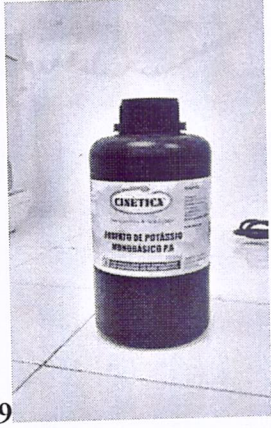
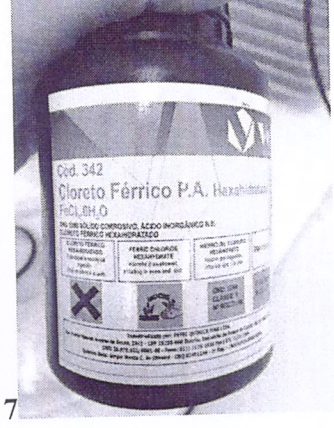
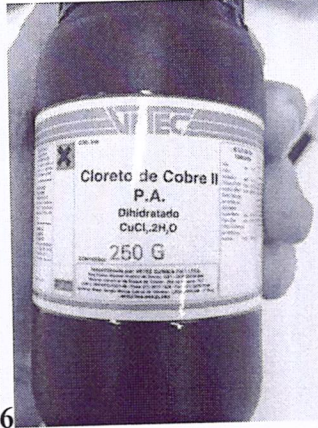
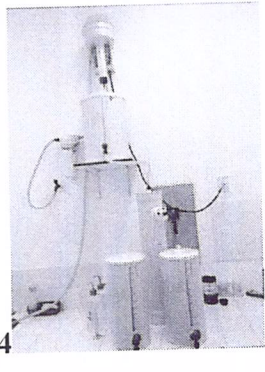
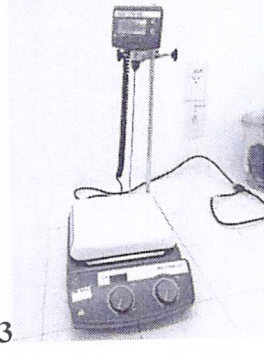
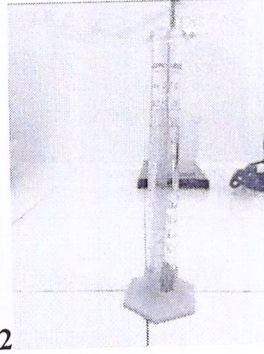
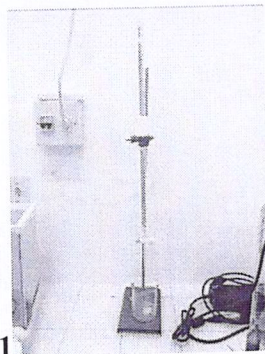
1. J. M. A Almeida, M. A. R. Miranda, C. M. R. Remédios, F. E. A. Melo, P. T. C Freire, J. M. Sasaki, L. P. Cardoso, A.O. dos Santos and S. Kycia, *J. Appl. Cryst.* **36** 1348 (2003).
2. Lucas Bleicher José Marcos Sasaki. INTRODUÇÃO À DIFRAÇÃO DE RAIOS-X EM CRISTAIS, Universidade Federal do Ceará. Setembro de 2000. <http://www.fisica.ufc.br/raiosx/LBRX.html>
3. Brown, Theodore L. Química, a ciência central/Theodore L. Brown, H. Eugene LeMay, Jr., Bruce E Burten; tradutor Robson Matos; consultores técnicos André Fernando de Oliveira e Astréa F. de Souza Silva.—São Paulo: Prentice Hall, 2005.
4. Rodrigues Junior, José Joatan, Crescimento e Caracterização Óptica de Cristais de L-Treonina e L-LisinaHCl/José Joatan Rodrigues Junior,--São Carlos , 1999.110 p.
5. Dissertação de Mestrado; Crescimento e Caracterização Óptica de Cristais de LAsparagina•H2O Pura e Irradiada por ALESSANDRA KEIKO LIMA FUJITA <http://200.17.141.35/npgfi/documentos/dissertacoes/AlessandraK.pdf>

VI - ANEXOS

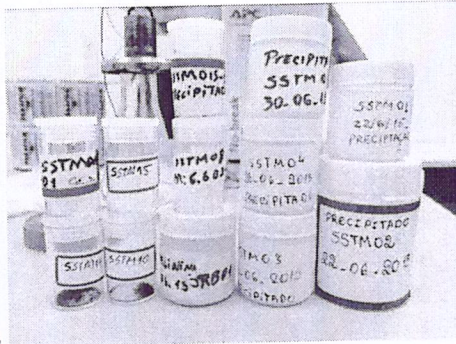
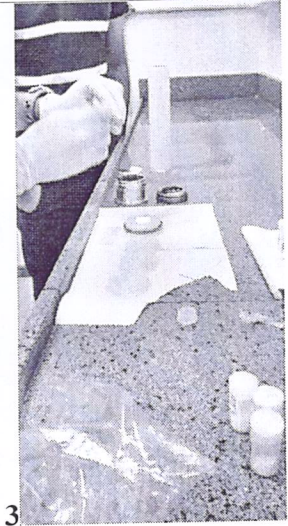
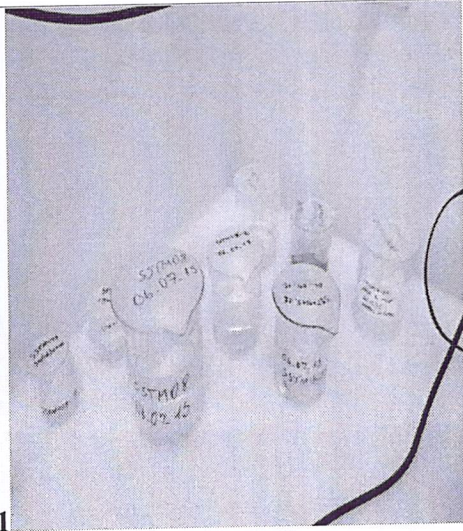
Fotos:

- **Materiais utilizados:** 1-Proveta, 2-Bureta, 3- Chapa de aquecimento, 4-Destilador,

5-Balança 6-Cloreto de Cobre, 7-Cloreto de Ferro, 8-L-Arginina, 9-KDP

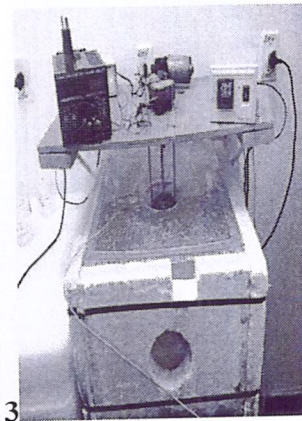


➤ Soluções: 1-Soluções em crescimento, 2- Solução sendo preparada, 3- Preparação da amostra, 4- Amostras de cristais.



➤ Métodos

1-Frigobar, 2- Banho Térmico, 3-Caixa Térmica, 4-DRX, 5-Panorâmica do Laboratório.





Marcello Franklin F. de Sousa

Assinatura do discente

Raphael Paulo Tapanós Sibe

Assinatura do Professor Orientador da UFOPA

ATENÇÃO:

ENVIAR: (01) cópia eletrônica do Relatório para a Coordenação de Projetos Educacionais/DE/PROEN, com assinatura digitalizada do professor orientador. Enviar para o e-mail: projetos.proen@ufopa.edu.br

ENTREGAR: (01) cópia impressa do Relatório na Coordenação de Projetos Educacionais/DE/PROEN, na sala 413, Campus Amazônia, 4º andar.