

SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
UNIVERSIDADE FEDERAL DE SERGIPE
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA

PROGRAMA INSTITUCIONAL DE BOLSAS DE INICIAÇÃO
CIENTÍFICA – PIBIC

**SÍNTESE, CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL E MAGNÉTICA DE
NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS**

Área do conhecimento: Física

Subárea do conhecimento: Física da matéria condensada

Especialidade do conhecimento: Materiais magnéticos e propriedades magnéticas

Relatório Final

Período da bolsa: de setembro de 2021 a 31 de agosto de 2022

Este projeto é desenvolvido com bolsa de iniciação científica

PIBIC/CNPQ

Orientador: Prof. Dr. Camilo Bruno Ramos de Jesus

Autor: Francielle Oliveira dos Santos

Sumário

1.	Introdução	3
2.	Magnetismo da Matéria	4
2.1.	Diamagnetismo	5
2.2.	Paramagnetismo	5
2.3.	Ferromagnetismo	6
2.4.	Antiferromagnetismo	7
2.5.	Ferrimagnetismo	8
3.	Difração de Raios X	9
4.	Objetivos	10
5.	Metodologia	11
5.1.	Síntese das Amostras	11
5.2.	Caracterização Estrutural das Amostras	12
5.3.	Caracterização Magnética das Amostras	12
6.	Resultados e Discussões	13
7.	Conclusões	16
8.	Perspectivas de Futuros Trabalhos	17
9.	Referências Bibliográficas	18
10.	Justificativa de Alteração no Plano de Trabalho	20

1. Introdução

Ultimamente, a comunidade científica tem norteado suas pesquisas para a obtenção de nanopartículas magnéticas (NPM), devido suas propriedades físicas e químicas únicas quando comparadas com as propriedades apresentadas em sua forma bulk. Esses materiais apresentam interessantes propriedades magnéticas, tais como: superparamagnetismo, alta coercividade, alta susceptibilidade magnética, entre outras [1-2].

As nanopartículas magnéticas têm acentuada importância por possuir aplicação em fenômenos biológicos. A escala nanométrica dessas partículas compreende diâmetros entre 1 e 100 nanômetros (nm) possibilitando o desenvolvimento de tecnologias relacionadas a biomedicina, uma vez que, a ordem de grandeza dessas partículas é equiparada a ordem de grandeza de células, vírus, proteínas, entre outros [3].

O campo biomédico tem sido bastante promissor para a aplicabilidade das nanopartículas, uma vez que elas têm a capacidade de agir como carregadores de medicamentos [4], reparação de tecidos, imagem de ressonância magnética, hipertermia, entre outros [5]. Uma classe particularmente importante de nanopartículas magnéticas que podem ser empregadas na biomedicina são as NPM de óxido de ferro na fase magnetita (Fe_3O_4) e maghemita (Fe_2O_3), as quais têm sido amplamente estudadas nas últimas três décadas [6].

As nanopartículas magnéticas podem ser preparadas por uma variedade de processos de síntese, os quais destacam-se a co-precipitação, síntese hidrotérmica, transformação sol-gel e moagem de bolas [1-6]. O método de síntese escolhido deve permitir o melhoramento da distribuição de tamanho, das propriedades magnéticas e das características das superfícies das nanopartículas a fim de estudar suas propriedades estruturais e magnéticas.

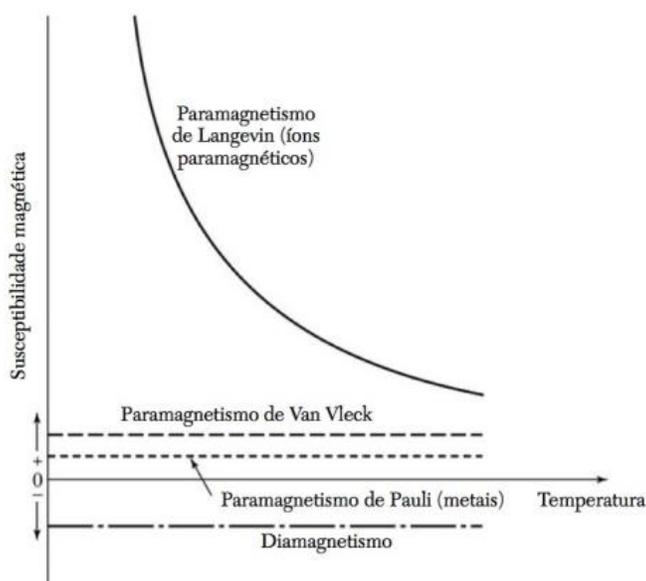
Um processo de síntese particularmente importante é a síntese do tipo core-shell, nela têm-se estruturas que são constituídas por um núcleo de um material e uma camada externa de outro, sendo assim essas estruturas apresentam uma série de vantagens sobre as partículas convencionais, pois a partir da variação de composição da casca é possível obter uma diversidade de propriedades [7] tais como estabilidade coloidal, aumento das opções

de funcionalidade, entre outras [8].

2. Magnetismo da Matéria

Os materiais magnéticos são formados por átomos que possuem momento magnético, ou seja, apresentam camadas eletrônicas incompletas. Esses materiais são classificados de acordo com a sua resposta à aplicação externa de campos magnéticos, tal resposta pode ser quantificada através da susceptibilidade magnética, por exemplo, o diamagnetismo apresenta uma susceptibilidade negativa enquanto os materiais paramagnéticos apresentam susceptibilidade positiva [9-10], isso quando os materiais magnéticos forem sujeitos à variação da temperatura como pode ser observado na figura abaixo.

Figura 1. Valores relativos dos diversos tipos de susceptibilidade e sua variação com a temperatura.



Fonte: Extraído da referência [11].

A descrição macroscópica do magnetismo na matéria é possível a partir de três quantidades, são elas: campo magnético H , indução magnética B e magnetização M . Em certos materiais magnéticos, é possível observar que M é proporcional a H [9-10], e essa

condição é representada a partir da igualdade abaixo:

$$\vec{M} = \chi \cdot \vec{H}$$

Onde a grandeza χ é a já mencionada susceptibilidade magnética.

2.1. Diamagnetismo

O diamagnetismo está associado à tendência das cargas elétricas de se opor à penetração de um campo magnético em um material [11]. A origem do diamagnetismo é a lei de Lenz, a qual propõe que: o momento de dipolo magnético proveniente das correntes induzidas por um campo aplicado se opõe a esse campo [10].

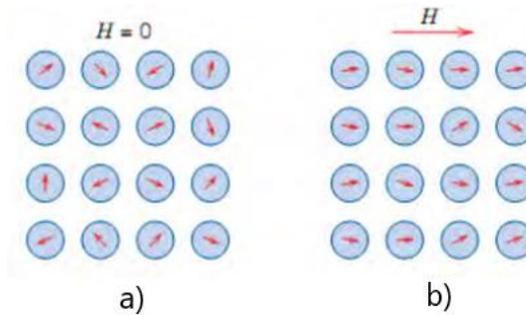
Materiais diamagnéticos perfeitos, a exemplo de um supercondutor, exclui todo o fluxo de seu interior, de modo que, para tais materiais a indução magnética é nula e a susceptibilidade magnética corresponde a -1. Nesses materiais a magnetização tem direção oposta à do campo de indução de modo que χ é negativa e o valor da indução magnética B será menor na região do material diamagnético do que quando ele não estiver presente [10].

Todos os materiais apresentam diamagnetização, porém, em muitos deles, a existência de um momento magnético permanente mascara esse diamagnetismo provocado pelos momentos de dipolo induzidos [10-11].

2.2. Paramagnetismo

Em um material paramagnético os momentos magnéticos intrínsecos não interagem entre si. Esses momentos são associados com o spin e com o movimento orbital dos elétrons. Um campo indução magnética aplicado externo H tenderá a orientar os momentos de dipolo paralelamente ao campo [12-13], como representado na figura 2.

Figura 2. Comportamento de um material paramagnético com a) campo magnético igual a zero e b) com aplicação de um campo magnético.



Fonte: Extraído da referência [13].

A tendência dos momentos de dipolo magnéticos de se orientarem na direção do campo é contrariada pela agitação térmica que tende a tomar aleatória a direção dos dipolos magnéticos [10]. Sendo assim a susceptibilidade será dependente da temperatura, de modo que se espera que a susceptibilidade decresça com o aumento da temperatura. Esta relação de dependência é conhecida como Lei de Curie, e é representada da seguinte forma:

$$x = \frac{C}{T}$$

Onde C é uma constante positiva característica do material paramagnético particular. Esta relação é utilizada para casos em que são aplicados campos fracos e altas temperaturas.

2.3. Ferromagnetismo

O ferromagnetismo consiste na presença espontânea de magnetização nas substâncias mesmo na ausência da aplicação de um campo de indução externo. A existência de um momento espontâneo sugere que os spins no interior da amostra estão dispostos de forma regular [10-11], como esquematizado na figura 3.

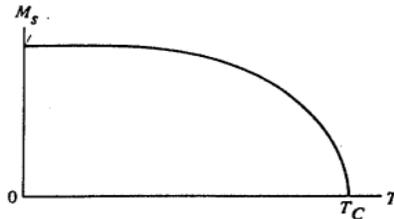
Figura 3. Arranjo ferromagnético.



Fonte: Extraído da referência [11].

A magnetização espontânea em materiais ferromagnéticos varia com a temperatura, de modo que, a magnetização atinge um máximo à temperatura de 0K e cai a zero Kelvin a uma temperatura crítica T_C como pode ser observado na figura 4.

Figura 4. Magnetização espontânea em função da temperatura num material ferromagnético.



Fonte: Extraído da referência [12].

Ressalta-se que T_C é denominada *temperatura de Curie* ferromagnética [10]. A temperaturas superiores a T_C , os materiais que antes eram ferromagnéticos, onde os spins estão alinhados, passam a ser paramagnéticos, onde os spins estão orientados aleatoriamente, e apresentam uma susceptibilidade magnética dada pela relação:

$$x = \frac{C}{(T - T_C)}$$

Essa relação é uma relação de Curie na qual a susceptibilidade magnética x não é definida para temperaturas inferiores a T_C , quando o material ferromagnético tem uma magnetização permanente.

Substâncias ferromagnéticas são fortemente atraídas mesmo por gradientes de campos relativamente fracos, pois sua magnetização é muito grande [10]. Os únicos elementos ferromagnéticos que existem são o ferro, cobalto, níquel, gadolínio e disprósio.

2.4. Antiferromagnetismo

O antiferromagnetismo é originado pela interação entre os spins, mas esta interação tende a alinhar os momentos magnéticos em direções opostas [12], como representado na figura 5.

Figura 5. Ordenamento dos momentos de dipolo magnéticos em um material antiferromagnético.

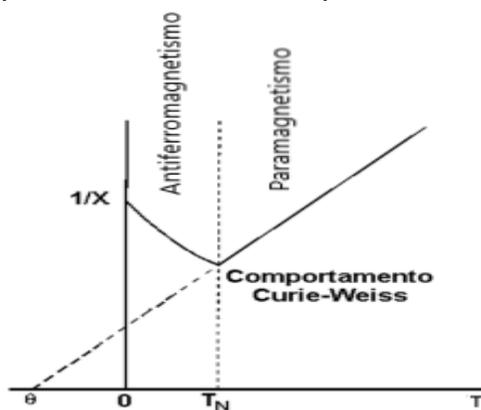


Fonte: Extraído da referência [11].

Como os spins são antiparalelos, nos materiais antiferromagnéticos o magnetismo efetivo externo é muito pequeno ou até nulo [10].

A dependência com a temperatura de um material antiferromagnético é representada na figura 6, na qual θ_N determina a intensidade da interação entre os momentos de dipolo e T_N é a temperatura de Néel, é nessa temperatura que ocorre uma transição de fase do antiferromagnetismo para o paramagnetismo de Curie-Weiss [12].

Figura 6. Dependência do inverso da susceptibilidade com a temperatura.



Fonte: Adaptado da referência [12].

2.5. Ferrimagnetismo

Em substâncias ferrimagnéticas estão presentes dois tipos diferentes de íons magnéticos, por exemplo na ferrite de níquel estão presentes os íons Fe^{3+} e Ni^{2+} [10]. A interação de troca força os íons adquirirem a configuração representada na figura 7.

Figura 7. Configuração dos íons em um material ferrimagnético.



Fonte: Extraído da referência [11].

Os materiais ferrimagnéticos são cristais que possuem condutividade elétrica pequena quando comparados com os materiais ferromagnéticos, uma propriedade que pode ser útil em algumas aplicações, como o uso em núcleos de transformadores [10, 11].

3. Difração de Raios X

Os raios X foram descobertos no final do século 19 por Wilhelm Rontgen (1845-1923), quando o mesmo realizava experiências com raios catódicos, os quais são constituídos basicamente por feixes de elétrons acelerados [14-15]. Quando esses elétrons colidiam com as paredes de um tubo de vidro, ligado a uma bomba de vácuo, onde era aplicada uma diferença de potencial entre dois terminais opostos, ocorria a produção dos raios X [16], foi Rontgen quem verificou que os raios X têm alto poder de penetração e se propagam em linha reta.

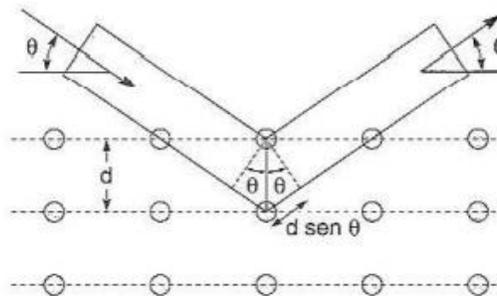
As primeiras experiências evidenciaram que os raios X são ondas eletromagnéticas, ou seja, possuem propriedades ondulatórias, tais como, polarização, interferência e difração, e possuem comprimento de onda da ordem de 10^{-10} m. O fenômeno da difração de raios X foi descoberto em 1912, após uma série de experiências Max von Laue propôs que um cristal, no qual os átomos são agrupados em uma rede cristalina regular, poderia servir como uma espécie de rede de difração tridimensional para raios X, uma vez que Laue sabia que o comprimento de onda dos raios X era da ordem dos períodos de repetições das distribuições periódicas dos cristais [14].

Segundo as experiências, um feixe de raios X poderia ser absorvido e em seguida reemitido pelos átomos individuais de um cristal e as ondas espalhadas poderiam interferir de maneira semelhante as ondas provenientes de uma rede de difração [14-17]. A difração

de raios X é uma ferramenta valiosa pois com ela é possível determinar o comprimento de onda dos raios X, bem como é possível estudar a estrutura cristalina dos sólidos.

William Henry Bragg e seu filho William Lawrence Bragg, em 1913 supuseram que a difração de raios X pode ser interpretada como uma reflexão espacial, ou seja, considerando uma família de planos reticulares do cristal [15], como representado na figura 8.

Figura 8. Representação geométrica da lei de Bragg.



Fonte: Extraído da referência [14].

Dois fatos geométricos estão associados a Lei de Bragg, aquele em que o feixe incidente, a normal ao plano refletor e o feixe difratado são sempre coplanares e que o ângulo entre o feixe difratado e o feixe transmitido é sempre igual a 2θ [18]. A diferença de caminho entre linhas adjacentes deve ser igual a um número inteiro de comprimento de onda. A figura 1 denota que essa diferença de caminho é igual a $2d\sin\theta$, onde θ é o valor comum do ângulo de incidência e do ângulo de espalhamento. Essa condição é expressa pela do seguinte modo e é conhecida como lei de Bragg:

$$2d\sin\theta = m\lambda \quad (m = 1, 2, 3, \dots)$$

4. Objetivos

- Sintetizar nanopartículas de óxido de ferro;
- Utilizar o método de co-precipitação e outras rotas de síntese de nanopartículas de

Fe₃O₄;

- Sintetizar nanopartículas do tipo core-shell com o óxido de ferro Fe₃O₄ atuando como core;
- Adequar processos de recobrimento das nanopartículas magnéticas buscando as melhores condições para aplicação em biomedicina;
- Realizar a caracterização estrutural, morfológica e magnéticas das nanopartículas obtidas.

5. Metodologia

5.1. Síntese das Amostras

As amostras deste trabalho foram sintetizadas utilizando o método de co-precipitação. Esse método consiste na dissolução de cloretos em um meio aquoso a temperatura ambiente. Foram preparadas soluções de cloretos de Fe²⁺ e Fe³⁺ em meio aquoso, com uma razão molar de 1:2. As soluções são mantidas em constante agitação magnética e em seguida as duas soluções, após serem colocadas em um único recipiente, é precipitada pela adição de uma solução base, hidróxido de sódio, dissolvido em água destilada, a qual é também utilizada para o controle do pH da solução. O controle do pH é feito de tal forma que a solução final atinja o pH 12. É nesse momento, quando o pH 12 é atingido que ocorre a formação do óxido de ferro na fase magnetita.

Após a formação da solução final, a mesma é colocada em tubos, os quais serão distribuídos em uma centrífuga, a fim de precipitar a fase sólida da mesma. Esse processo é feito três vezes, e por fim, o precipitado é levado à estufa à temperatura de 50°C, onde permanece por cerca de 3 dias, para que seja feita a secagem. Após esse procedimento o precipitado é retirado da estufa onde está pronto para ser masserado, a fim de diminuir o tamanho das partículas. Feito isso, a amostra está pronta para receber o tratamento térmico e posterior análise a partir da difração de raios X.

5.2. Caracterização Estrutural das Amostras

A caracterização estrutural das nanopartículas foi feita por meio do método de difração de raios X (DRX), para isso ressalta-se que o Departamento de Física da UFS, Campus Prof. Alberto Carvalho, dispõe de um difratômetro de raios X, que opera segundo os parâmetros: potência do tubo de raios X de 1,6 kW, passo de $0,013^\circ$, apresentando um tempo de passo de 300 s, com o ângulo variando em 2θ , e possui uma boa infraestrutura para o crescimento e caracterização estrutural das amostras.

Figura 9. Difratômetro de Raios X.



Ressalta-se que todos os padrões fornecidos pelo equipamento foram analisados utilizando uma base de estruturas cristalinas (BDEC), onde é possível encontrar dados de difração de raios X (ICSD).

Foram feitas medidas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) no Centro Multiusuário de Nanotecnologia da UFS.

5.3. Caracterização Magnética das Amostras

Medidas de susceptibilidade magnética em função da temperatura e do campo

magnético aplicado foram efetuadas utilizando um magnetômetro SQUID (Superconducting Quantum Interference Device), modelo MPMS da Quantum Design operado no modo DC e RSO, pertencente ao Instituto de Física “Gleb Wataghin” da Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP em colaboração com o professor Dr. Pascoal G. Pagliuso.

A caracterização magnética das amostras foi efetuada por meio de medidas de magnetização em função da temperatura, para a temperatura de $2K$ e $300K$, bem como de magnetização em função da aplicação de um campo magnético de $1kOe$.

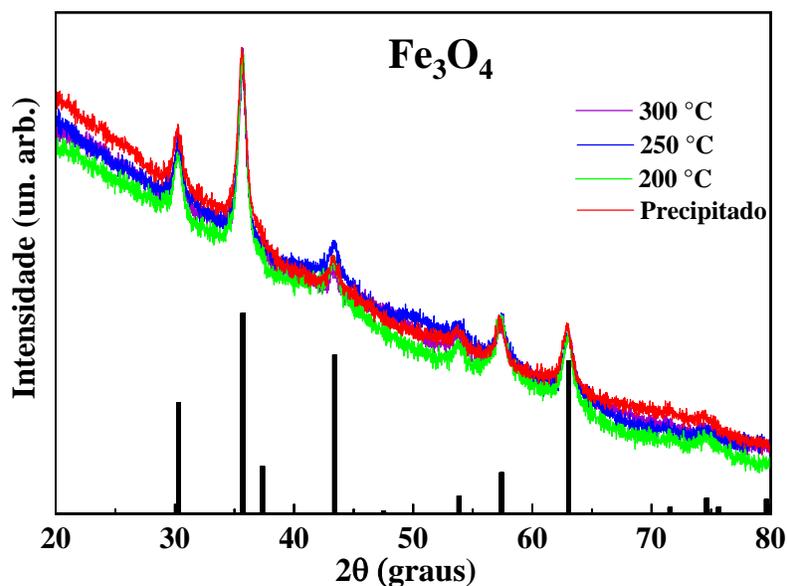
6. Resultados e Discussões

6.1- Caracterização Estrutural

A figura 10 mostra as medidas de difração de raios X a temperatura ambiente realizadas nas amostras de Fe_3O_4 para diferentes temperaturas de síntese. As barras em preto correspondem aos picos do padrão Fe_3O_4 encontrado na literatura (ICSD 29129) reportado por Bragg, W.H [19].

Todos os padrões de raios X apresentados na figura 10 mostram que a fase única foi obtida com sucesso, ou seja, sem a presença de fases espúrias. As amostras possuem simetria cúbica pertencente ao grupo espacial $Fd-3m$. Não foi observada nenhuma mudança significativa em função da temperatura de síntese. Uma melhor investigação será realizada através do refinamento Rietveld, com o objetivo de estimar o tamanho do cristalito.

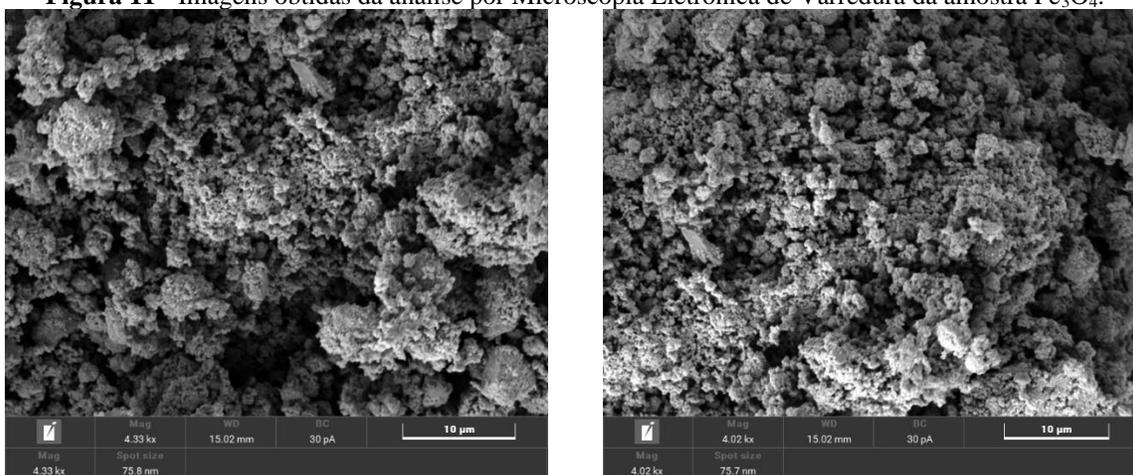
Figura 10 - Medida de difração de raios X realizada para o composto Fe_3O_4 . As barras verticais pretas indicam as posições dos picos para o Fe_3O_4 (ICSD 29129).



6.2- Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Medidas de Microscopia Eletrônica de Varredura foram realizadas no Centro Multiusuário de Nanotecnologia da UFS em um microscópio eletrônico de varredura de baixo vácuo, modelo JSM6510LV.

Figura 11 - Imagens obtidas da análise por Microscopia Eletrônica de Varredura da amostra Fe_3O_4 .



As imagens obtidas do MEV nas figuras acima (figura 11) mostram um aglomerado de partículas heterogêneas e algumas regiões com partículas concentradas. Para

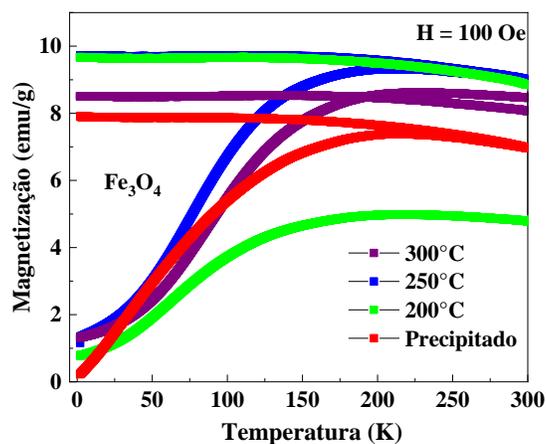
uma melhor análise da morfologia e tamanho das nanopartículas de Fe_3O_4 é necessário realizar medidas com um microscópio eletrônico de transmissão (MET).

6.3- Caracterização Magnética

A figura 12 mostra as medidas de magnetização ZFC (*zero-field-cooling*) e FC (*field-cooling*) realizadas a $H = 100$ Oe em função da temperatura ($2 \leq T \leq 300$ K) para as amostras de Fe_3O_4 sintetizadas a 200°C , 250°C e 300°C , e no precipitado.

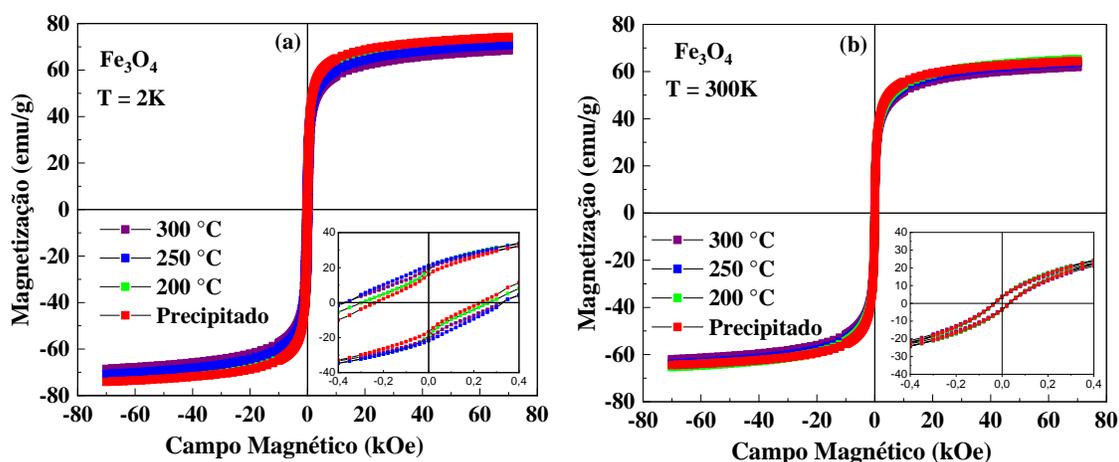
Analisando os resultados apresentados na figura 12 pode-se observar que as curvas ZFC-FC do precipitado e da amostra sintetizada a 300°C se cruzam em aproximadamente $T = 200$ K, já para a amostra sintetizada a 250°C as curvas se cruzam em $T = 290$ K e a amostra sintetizada a 200°C as curvas não se cruzam em uma temperatura muito acima de $T = 300$ K. A temperatura em que as curvas ZFC e FC se cruzam é conhecida como temperatura de irreversibilidade (T_{irr}), e ela tem uma dependência com o tamanho da partícula, quanto maior for a partícula, maior será a T_{irr} . Dessa forma, os dados evidenciam que a amostra sintetizada a 200°C deve ter partículas bem maiores quando comparada com as outras amostras (300°C , 250°C e precipitado), ou que essas partículas estão muito mais aglomeradas.

Figura 12 - Curvas de Magnetização ZFC-FC medidas a $H = 100$ Oe realizadas nas amostras de Fe_3O_4 para diferentes temperaturas de síntese ($T = 200^\circ\text{C}$, 250°C e 300°C) e no precipitado.



A Figura 13 mostra curvas de magnetização em função do campo magnético medidas a temperatura (a) de 2 K e (b) 300 K para as amostras sintetizadas a diferentes temperaturas. Pode-se observar que a magnetização das medidas realizadas em 2 K não apresentam aumento significativo em relação as realizadas em 300 K. É possível notar também que não houve mudança considerável da magnetização de saturação (M_s) com a temperatura de síntese.

Figura 13 - Medidas de magnetização em função do campo magnético aplicado realizadas nas amostras de Fe_3O_4 para diferentes temperaturas de síntese ($T = 200\text{ }^\circ\text{C}$, $250\text{ }^\circ\text{C}$ e $300\text{ }^\circ\text{C}$) e no precipitado. (a) realizadas em 2 K e (b) realizadas em 300 K.



O *inset* das figuras 13(a) e 13(b) apresenta curvas de $MvsH$ na região de baixo campo. Esses dados mostram que em 2 K os valores de coercividade e remanência são diferentes de zero, já para as medidas em 300 K esses valores são praticamente nulos. A partir do *inset* da figura 13(a) é possível observar que não houve mudança considerável da coercividade e remanência em função da temperatura de síntese.

7. Conclusões

Nanopartículas de Fe_3O_4 foram sintetizadas com sucesso a partir do método de co-precipitação. Os dados de magnetização em função da temperatura (ZFC-FC) mostraram uma diferença na temperatura de irreversibilidade com a mudança da temperatura de

síntese, o que pode indicar partículas maiores para a amostra com T_{irr} maior. As medidas de magnetização em função do campo (MvsH) mostraram que não houve mudança considerável da magnetização de saturação (M_s) e nem da coercividade e remanência em função da temperatura de síntese.

8. Perspectivas de Futuros Trabalhos

- Sintetizar nanopartículas de Fe_3O_4 do tipo Core-shell.
- Realizar o refinamento Rietveld nos dados de DRX.
- Realizar medidas de microscopia eletrônica de transmissão para investigar melhor a morfologia e tamanho das nanopartículas.

9. Referências Bibliográficas

- [1] KANDPAL, N.D.; SAH, N.; LOSHALI, R.; JOSHI, R.; PRASAD, J. Co-precipitation method of synthesis and characterization of iron oxide nanoparticles. **Journal of Scientific e Industrial Research**, v. 73, p.87-90, 2014.
- [2] PANTA, Priscila Chaves. **Obtenção de nanopartículas de óxido de ferro por coprecipitação, sua estabilização com surfactantes e caracterização quanto à morfologia, cristalinidade e comportamento magnético**. 2013. Tese (Doutorado em Engenharia) – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Rio Grande do Sul, 2013.
- [3] SARGENTELLI, Vagner; FERREIRA, Antônio P. Nanopartículas Magnéticas: Cobalto. **Eclética Química**, São Paulo, v. 35, n. 4, p. 153-163, 2010.
- [4] LAURENT, Sophie; SAEI, Amir Ata; BEHZADI, Shahed; PANAHI FAR, Arash; MAHMOUDI, Morteza. Superparamagnetic iron oxide nanoparticles for delivery of therapeutic agents: opportunities and challenges. **Expert Opinion on Drug Delivery**, p. 1449-1470, 2014.
- [5] GUPTA, Ajay Kumar; GUPTA, Mona. Synthesis and surface engineering of iron oxide nanoparticles for biomedical applications. **Elsevier**, p. 3995-4021, 2005.
- [6] PIERETTI, Joana Claudio; GONÇALVES, Marcelly Chue; NAKAZATO, Gerson; SOUZA, Ana Carolina Santos de; BOUDIER, Ariane; SEABRA, Amedea Barozzi. Multifunctional hybrid nanoplatform based on Fe₃O₄@Ag for nitric oxide delivery: developmente, characterization, therapeutic efficacy, and hemocompatibility. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, 2021.
- [7] LOPES, Inayá Fernanda dos Santos. **Nanopartículas Core-shell de Fe₃O₄@Ta₂O₅: Síntese, Caracterização e Aplicação em Reações de Fotodegradação de Corantes**. 2015. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Química Industrial) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2015.
- [8] SZLACHETKA, Ísis Oliveira. **Multifuncionalização de nanopartículas de CoFe₂O₄ pela Incorporação da Prata na sua Superfície: Síntese e Caracterização**. 2015.

Dissertação (Mestrado em Física), Instituto de Física, Universidade de Brasília. Brasília, 2015.

[9] OLIVEIRA, Ivan S. e JESUS, L.B. de Jesus. **Introdução à Física do Estado Sólido**. 1 ed. São Paulo: Editora Livraria da Física, 2005.

[10] EISBERG, Robert; RESNICK, Robert. **Física Quântica**. Rio de Janeiro: Elsevier, 1979.

[11] KITTEL, Charles. **Introdução à Física do Estado Sólido**. 8 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2013.

[12] RIBEIRO, Giuliano Augustus Pavan. As Propriedades Magnéticas da Matéria: um Primeiro Contato. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, São Carlos, v. 22, n. 3, p. 299 - 305, 2000.

[13] SALMAZO, Leandra Oliveira. **Influência da Adição de Nanopartículas Paramagnéticas de Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe₂O₄ nas Propriedades Estruturais e Dielétricas de Filmes de Borracha Natural: Preparação e Caracterização**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais), Universidade Estadual Paulista. Presidente Prudente, 2011.

[14] YOUNG, Hugh D. e FREEDMAN Roger A. **Física IV: Searse Zemansky: ótica e física moderna**. 14 ed. São Paulo: Pearson Education do Brasil, 2016.

[15] NUSSENZVEIG, Herch Moysés. **Curso de Física Básica**. Vol 4. 1 ed. São Paulo: Editora Blucher, 1998.

[16] BLEICHER, Lucas e SASAKI, José Marcos. **Introdução à Difração de Raios X em Cristais**. Universidade do Ceará, 2000. (Apostila).

[17] LIMA, Saulo Cordeiro. **Estudo da Técnica de Difração de Raios X**. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Física) – Universidade Estadual de Feira de Santana, Feira de Santana, 2006.

[18] CULLITY, B. D. and STOCK, S. R. **Elements of R-Ray Diffraction**. Third Edition. Pearson Education Limited, 2014.

[19] Bragg, W. H. **The structure of magnetite and the spinels**, Nature, 1915, 95, p. 561-561.

10. Justificativa de Alteração no Plano de Trabalho