



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
SECRETARIA DE EDUCAÇÃO PROFISSIONAL E TECNOLÓGICA
INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE SANTA CATARINA
CAMPUS SÃO JOSÉ
COORDENADORIA DE ÁREA DE CULTURA GERAL

PROJETO DE PESQUISA
ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO E ULTRAVIOLETA PARA ANÁLISE DE
MATERIAIS ALTERADOS COM RADIAÇÃO IONIZANTE

1.0 – Identificação:

Campus: São José;

Rua José Lino Kretzer, n. 608 – Praia Comprida – São José, SC.
CEP: 88130-310.

Coordenador: Professor Marcelo Girardi Schappo

Efetivo – Área de Física.

Departamento de Ensino, Pesquisa e Extensão.

Coordenadoria de Área de Cultura Geral.

Contatos: marcelo.schappo@ifsc.edu.br / (48) 9914-7967

Colaboração Externa: Professor Lucio Sartori Farenzena

Efetivo – Área de Física.

Departamento de Física.

Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC).

Contatos: lucio.farenzena@ufsc.br / (48) 8826-9696

Período de Execução: março 2016 a março 2017.

2.0 – Breve Descrição do Projeto:

Instalados no Laboratório de Química do *campus* São José encontram-se um espectrômetro de infravermelho (FTIR), e um espectrômetro de ultravioleta/visível (UV-Vis), em decorrência do curso de licenciatura em Ciências da Natureza com Habilitação em Química. Este projeto visa utilizar de forma mais frequente estes equipamentos, buscando aplicações das técnicas nas diversas áreas da ciência, essencialmente no que tange à análise de materiais que foram submetidos a diferentes doses de radiação ionizante.

O projeto também prevê a participação de um bolsista de pesquisa, na modalidade de Iniciação Científica, para auxiliar nos trabalhos e poder se apropriar dos conhecimentos das áreas de Física e Química experimental, tão necessários ao longo do período de formação profissional nas áreas das ciências da natureza.

Uma colaboração será estabelecida com o Departamento de Física da Universidade Federal de Santa Catarina (FSC/UFSC) no intuito de facilitar a preparação das amostras de filmes poliméricos no Laboratório de Sistemas Nanoestruturados (LabSIN), e de permitir análise dos materiais poliméricos por técnicas que não estão disponíveis no Instituto Federal de Santa Catarina, a saber: espectrometria de massa de íons secundários por tempo de voo (ToF-SIMS) e irradiação com comprimentos de onda de UV num espectrofotômetro de fluorescência de ultravioleta de vácuo, ambos instalados no Grupo de Interação de Fótons e Íons com a Matéria (GRIFIM), grupo este onde o proponente do projeto desenvolveu sua pesquisa de mestrado e doutorado em Física Atômica e Molecular.

3.0 – Responsabilidades dos Envolvidos:

3.1 – Coordenador:

Garantir a execução do projeto, seus prazos e suas ações;
Supervisionar o trabalho e a pesquisa do bolsista envolvido no projeto;
Executar medidas e operar os equipamentos de FTIR e UV-Vis dentro do IFSC;
Preparar amostras de interesse para utilização na espectroscopia FTIR e UV-Vis;
Executar irradiações das amostras no GRIFIM/UFSC;
Participar de medidas no GRIFIM/UFSC na espectrometria de tempo-de-voo;
Preparar amostras de filmes poliméricos no LabSIN/UFSC;
Participar de congressos, seminários e encontros na área;
Publicar artigos em periódicos acerca dos temas envolvidos;
Ministrar palestras e oficinas de capacitação para os interessados;
Prestar contas por meio de relatórios para chefia imediata acerca do projeto;
Carga-horária semanal dedicada: **8 horas**.

3.2 – Bolsista:

Estudar os procedimentos de operação e otimização do equipamento FTIR;
Auxiliar na preparação de amostras;
Executar medidas;
Participar da elaboração de artigos;
Participar de eventos da área (congressos, seminários, encontros, etc);
Carga-horária semanal dedicada: Estipulada pela bolsa de iniciação científica.

3.3 – Colaborador Externo:

Preparar amostras de filmes poliméricos no LabSIN/UFSC;
Executar irradiações das amostras no GRIFIM/UFSC;
Participar de medidas no GRIFIM/UFSC na espectrometria de tempo-de-voo;
Participar de congressos, seminários e encontros na área;
Publicar artigos em periódicos acerca dos temas envolvidos.

4.0 – Justificativa:

O projeto em questão se enquadra muito bem no momento atual que vive o *campus* São José: a mudança de curso de licenciatura em Ciências da Natureza com Habilitação em Química para o curso de licenciatura em Química. Com a mudança, a demanda por projetos de pesquisa, ensino e extensão ligados mais exclusivamente à química será maior. Dentro do curso, as técnicas espectroscópicas são abordadas nas mais diversas áreas: físico-química, química analítica, química orgânica e química inorgânica [1]. Outro curso superior presente em São José é a Engenharia de Telecomunicações, que também pode colher frutos deste projeto: uma das disciplinas apresentadas na grade curricular do mesmo é “Ciência e Tecnologia dos Materiais”, cursada na terceira fase, que trata de diversos materiais, suas propriedades e aplicações. Um dos materiais trabalhados são os polímeros, que é foco principal de análise deste projeto de pesquisa [2].

Com o aval da Lei 11.892 de 29/12/2008, artigo 6º, inciso VIII, que reza uma das finalidades dos Institutos Federais, dizendo que se deve estimular e realizar pesquisa aplicada e desenvolvimento científico e tecnológico, este projeto associa a finalidade da pesquisa da instituição diretamente com a finalidade do ensino, mostrando uma relação direta entre o que é conteúdo das disciplinas de sala de aula e o que será objeto desta pesquisa.

Por fim, como motivação científica para este trabalho, a irradiação de filmes de polímeros tem sido reportada na literatura devido à diversas aplicações de interesses distintos: desde proteção espacial em satélites e outros dispositivos contra feixes de partículas

energéticas que podem causar danos [3], alterações de propriedades físicas e químicas de polímeros após receberem diferentes doses de radiação [4 – 6] e também na litografia, técnica muito comum em produção de circuitos elétricos para microeletrônica [7].

5.0 – Objetivos:

5.1 – Objetivo Geral:

Analisar alterações químicas e físicas em espectros FTIR, UV-Vis e ToF para amostras de polímeros submetidos a diferentes doses de radiação ionizante.

5.2 – Objetivos Específicos:

Discutir procedimentos de operação e otimização dos espectrômetros de FTIR e UV-Vis do *campus* São José;

Elaborar amostras de polímeros no formato de filmes finos em substratos de silício para irradiação com radiação ionizante;

Irradiar amostras de polímeros diferentes com diferentes doses de radiação;

Executar medidas com espectrômetros de diferentes técnicas;

Divulgar resultados alcançados por meio de artigos, congressos e demais eventos científicos da área.

6.0 – Resultados Esperados:

Espera-se observar alterações nas estruturas químicas dos polímeros utilizados na pesquisa, permitindo concluir se são do tipo degradante ou reticulante quando submetidos à radiação ionizante. As técnicas de espectroscopia de absorção (FTIR e UV-Vis) permitem observar essas alterações no material após receberem diversas doses diferentes de radiação. Porém, o equipamento instalado na UFSC, no grupo de colaboração, permitirá identificar mudanças no material a partir de átomos emitidos de sua superfície e analisados pela técnica de espectrometria de massa por tempo-de-voo (ToF). Espera-se que os resultados gerados entre as espectroscopias de absorção e de emissão de íons secundários da superfície tenham correlação entre si.

Além disso, esperamos aumentar o interesse dos alunos do *campus*, tanto da graduação em química quanto da engenharia pela área experimental de análise de materiais, motivando-os para a pesquisa e para o ensino, dentro das disciplinas onde o assunto é tratado em seus respectivos cursos.

Outro resultado importante é fomentar a utilização dos equipamentos científicos e tecnológicos do *campus*, além de tornar nossa marca presente na publicação de artigos científicos, participações em congressos e demais eventos da área.

7.0 – Referencial Teórico:

O ambiente natural em que se vive é completamente saturado de radiação, radiação esta de diversos tipos: desde radiação eletromagnética [8] provenientes do Sol (em diversas faixas do espectro), das emissões térmicas dos objetos, das estações de TV e rádio, etc, até radiações compostas por partículas, matéria, com energia cinética bem determinada, novamente podem ser provenientes do Sol, pelo chamado “vento solar”, composto por prótons, elétrons, núcleo de He, e outros íons mais pesados (carbono, oxigênio, nitrogênio, etc, com diferentes estados de carga) [9], e também provenientes de diversos elementos químicos radioativos, que decaem por instabilidade energética e liberam partículas, por exemplo: átomos pesados, núcleos de He, elétrons e radiação eletromagnética na faixa dos raios gama [10]. Independente da origem e da composição da radiação (eletromagnética ou particulada), ela é chamada de radiação ionizante quando possui energia suficiente para

arrancar um elétron ligado a um átomo atingido por esta radiação [11], e é isto que torna o processo quimicamente interessante, pois ela tem condições de alterar a estruturação das ligações químicas na amostra.

No cotidiano atual, a sociedade possui uma dependência muito grande pelos materiais poliméricos, pois possuem aplicações diversas: materiais maleáveis, embalagens, plásticos, borrachas, polímeros sintéticos, fabricação de vestuário, materiais com semelhança ao vidro, etc [12]. Aplicações tecnológicas menos comuns para o público leigo são os processos de litografia com filmes poliméricos [7] e como possíveis coberturas de satélites ou outros equipamentos colocados em órbita da Terra, no intuito de proteger o dispositivo contra as radiações particuladas do vento solar, que podem causar danos, e, conseqüentemente, aumentar a vida útil do que está sendo protegido [3].

Os polímeros possuem propriedades que os destacam em relação aos demais materiais, e muitas dessas propriedades têm origem na sua composição e estruturação química, afinal suas moléculas são formadas pela repetição de um mesmo grupo químico, chamado de monômero. Essas moléculas são consideradas grandes quando comparadas com materiais não poliméricos, podendo chegar a alguns microns de comprimento [12]. Alguns polímeros de interesse neste trabalho são: poli(metacrilato de metila) – PMMA, poliestireno – PS, polietileno – PE, e poli(tereftalato de etileno) – PET, poli(cloreto de vinila) – PVC, etc. Apenas para ilustrar, a figura 1, a seguir, mostra os monômeros de dois destes polímeros, o PMMA e o PS.

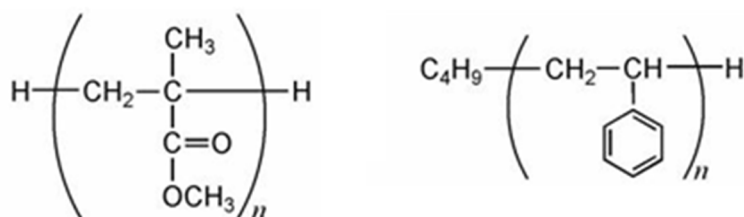


Figura 1 – Monômeros do PMMA (esquerda) e do PS (direita).

Sabendo-se que diversos dispositivos poliméricos são usados atualmente e estão sujeitos à radiação (seja na proteção de satélites ou na litografia, onde queremos causar danos ao polímero pela interação com radiação ionizante), torna-se imperativo estudar como diferentes tipos de materiais poliméricos reagem à medida que recebem doses diferentes de radiação, o que corresponderia a tempos de exposição diferentes numa situação de ambiente natural. Neste trabalho, portanto, ocorrerá a análise do fenômeno da interação da radiação ionizante com amostras de polímeros que foram citados. Os diferentes polímeros atingidos pela radiação ionizante sofrerão quebra de ligações químicas entre as cadeias moleculares. Alguns permanecem com as cadeias quebradas, e são chamados de polímeros do tipo degradante, e outros conseguem se reestruturar pela interação química entre as cadeias vizinhas e formar uma rede intercalada de ligações entre cadeias, ligações do tipo *crosslink*, chamados de polímeros reticulantes [13].

Para fazer as alterações nos polímeros, poderemos usar dois tipos de radiação ionizante, simulando radiações presentes no ambiente: uma delas é um feixe de ultravioleta, uma radiação eletromagnética com energia do fóton variando entre 6,0eV e 60,0eV (apenas para comparação, a energia dos fótons¹ de luz visível estão entre, aproximadamente, 1,5eV e 3,0eV), e outra possibilidade é bombardear com partículas provenientes da fragmentação radioativa de um átomo de Califórnia-252, que são, tipicamente, átomos menores (porém

¹ A energia dos fótons pode ser determinada com auxílio da equação de Planck e da frequência da radiação eletromagnética de interesse [14].

ainda considerados pesados) com massa da ordem de 130u e energia cinética da ordem de 70,0MeV [15]. Ambas as possibilidades encontram-se disponíveis no Laboratório do Grupo de Interação de Fótons e Íons com a Matéria (GRIFIM), na UFSC.

As técnicas propostas para analisar o dano gerado no polímero são: Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), Espectroscopia de Absorção na Faixa UV e Visível (UV-Vis) e Espectrometria de Massa de Íons Secundários por Tempo-de-Voo (ToF/SIMS). Na técnica de FTIR, fazemos passar um feixe com diferentes comprimentos de onda de infravermelho pela amostra, e medimos a transmitância ou absorbância do material do material de interesse para cada um desses comprimentos de onda. Tendo em vista que as ligações químicas entre átomos possuem comprimentos de onda característicos de absorção, é possível, com as medidas, estimar quais ligações estão sendo formadas ou quebradas nas amostras com diferentes doses de radiação ionizantes recebidas. A técnica de FTIR já têm sido aplicada em diversos estudos distintos, entre eles estão a caracterização de fibras de madeira [16], análise de fungos em restos de comida [17], e alterações de materiais com radiação [6].

A técnica de UV-Vis segue na mesma linha de raciocínio teórico que a de FTIR, a única diferença é a região do espectro eletromagnético envolvida, deixando de usar o infravermelho e pegando a parte mais energética do visível e o ultravioleta próximo. Algumas aplicações desta técnica têm sido transições de fases em polímeros [18], e também interação de materiais com radiação UV para aplicações em células solares [19].

Por fim, a espectrometria de massa de íons secundários consiste em bombardear a superfície da amostra com um feixe de radiação (neste caso, será usado no laboratório GRIFIM, na UFSC, os fragmentos de fissão nuclear do elemento Califórnio-252), para induzir a ejeção de massa da superfície, num processo conhecido por dessorção [15]. Os materiais ionizados ejetados são chamados de íons secundários, e a técnica de tempo-de-voo permite identificar esses íons através das suas massas. Aplicações da técnica são análises forenses [20], alterações de materiais submetidos à radiação ionizante [13].

Espera-se, portanto, que as amostras que foram irradiadas com doses diferentes de radiação ionizante tenham significantes diferenças nos espectros colhidos por FTIR, UV-Vis e ToF/SIMS. Este conjunto de dados é que será base experimental da análise deste projeto de pesquisa.

8.0 – Metodologia:

8.1 – Pesquisa do Equipamento:

Inicialmente, é necessário dominar as facilidades dos equipamentos propostos no projeto, e é disto que se ocupará esta pesquisa em seus primeiros meses. Espera-se conseguir dominar o software de análise e otimizar os processos de medida, entendendo as limitações dos equipamentos, suas vantagens e desvantagens.

8.2 – Preparação de Amostras:

Os filmes poliméricos de interesse serão elaborados em substrato de silício pela técnica de spin-coating, procedimento a ser realizado no departamento de física da UFSC, no laboratório de sistemas nanoestruturados (LabSIN).

8.3 – Alteração com Radiação:

A fim de simular exposições dos materiais por diferentes períodos de tempo em ambiente natural, cada polímero de interesse terá um número grande de amostras preparadas. Cada uma das amostras receberá doses diferentes de radiação ionizante, para poder construir relação da dose com o tempo hipotético de exposição ao ambiente natural.

A radiação ionizante a ser utilizada é o ultravioleta, disponível no próprio equipamento de UV-Vis, disponível no IFSC, ou no espectrofotômetro de fluorescência de ultravioleta no GRIFIM, na UFSC.

8.4 – Execução de Medidas:

As medidas por FTIR e UV-Vis serão realizadas no próprio IFSC, no *campus* São José, enquanto as medidas de ToF/SIMS acontecerão no GRIFIM/UFSC.

8.5 – Oficinas e Palestras:

Poderão ser organizadas oficinas de capacitação para pessoas interessadas em operações com FTIR ou UV-Vis no *campus* São José. Essas capacitações poderão ocorrer na forma de minicursos ou na forma de palestras. Mais uma possibilidade de integrar a pesquisa com a extensão, abrangendo público-alvo de interessados da comunidade em geral, e não apenas público interno desta instituição.

9.0 – Infraestrutura necessária:

Muito da infraestrutura necessária para o desenvolvimento do projeto já encontra-se disponível no *campus* São José ou na Universidade Federal de Santa Catarina, instituição colaboradora deste projeto de pesquisa. Os gastos orçamentários previstos englobarão material de consumo para preparação de amostras, substratos, e equipamentos básicos de laboratório. Os espectrômetros FTIR e UV-Vis já são de patrimônio do IFSC, bem como o espaço físico adequado de laboratório de pesquisa já está disponível.

10.0 – Avaliação:

A avaliação do andamento do projeto, sugestões de encaminhamentos e análises de dados será feita em reunião periódica do grupo de pesquisa instituído, formado pelo professor coordenador, aluno bolsista, professor colaborador da instituição parceira, e eventuais alunos bolsistas que estiverem vinculados ao projeto pela instituição parceira.

11.0 – Cronograma:

Este projeto de pesquisa seguirá o cronograma estipulado a seguir:

<i>Atividade</i>	<i>Período de Execução</i>
Pesquisa sobre técnicas e equipamentos	Março 2016 e Abril 2016
Aquisição de materiais	
Preparação de amostras	Maio 2016 a Janeiro 2017
Alteração com radiação ionizante	
Medidas experimentais	
Análises de dados	
Reuniões de avaliação	
Publicação de artigos	
Participação em eventos	

12.0 – Orçamento:

A previsão geral do orçamento do projeto, por grupos de gastos, segue:

Item	Descrição	Valor Estimado (R\$)
1	Grupo: Solventes e produtos químicos.	600,00
	Xileno, tolueno, ácido sulfúrico, peróxido de hidrogênio, ácido fluorídrico, etc.	
2	Grupo: Substratos de amostras.	600,00
	Placas de silício e laminulas de vidro.	
3	Grupo: Equipamentos de uso em laboratório.	3.000,00
	Dessecadores, micropipetas, ponteiras, vidrarias, placas de Petri, etc.	
4	Grupo: Eventos.	3.000,00
	Diárias e passagens, confecção de <i>banners</i> , pagamento de inscrições, etc.	
5	Grupo: Bolsa de Iniciação Científica.	6.000,00
	Bolsa com duração de 12 meses.	
6	Grupo: Gastos eventuais.	1.000,00
	Descarte de produtos químicos, materiais de limpeza e conservação, materiais de consumo, etc.	
TOTAL:		14.200,00

13.0 – Cronograma de Desembolso:

Item	Aquisição
1 a 3	Março e abril de 2016
4 a 6	Durante a vigência do projeto

14.0 – Referências:

- [1] PAVIA, D.L. et al. *Introdução à Espectroscopia*. Cengage Learning. Tradução da 4ª Edição Norte-Americana. 2010;
- [2] http://wiki.sj.ifsc.edu.br/wiki/index.php/QMC2-EngTel_%28Plano_de_Ensino%29
(Acesso: 16/05/2014 – 14:00h)
- [3] LI, Z; NAMBIAR, S; et al. *PDMS/single-walled carbon nanotube composite for proton irradiation shielding in space application*. Materials Letters, **108**, p. 79-83, 2013;
- [4] FARENZENA, L.S. *Estudo de Modificações Induzidas no PPS por Bombardeio com Íons Rápidos e sua Dependência com o Poder de Freamento*. Dissertation (Master in Physics). Rio Grande do Sul Federal University. 1996;
- [5] UENO, M; IMANISHI, N; et al. *Electrochemical properties of cross-linked polymer electrolyte by electron beam irradiation and application to lithium ion batteries*. Journal of Power Sources, **196**, p. 4756-4761, 2011;
- [6] BRATSKHOV, C. *FTIR spectroscopy study of the UV irradiation induced changes in an anthracene containing copolymer*. European Polymer Journal, **37**, p. 1145-1149, 2001;
- [7] SCHREMPEL, F; KIM, Y.-S; WITTHUHN, W. *Deep ion beam lithography in PMMA irradiation effects*. Applied Surface Science, **189**, p. 102-112, 2002;
- [8] HALLIDAY, D. et al. *Fundamentos de Física*. Vol. 4, 8ª Ed, LTC, 2009;
- [9] MASTRAPA, R.M.E. *Water Ice and Radiation in the Solar System*. 2004. Dissertation (Doctor of philosophy) – Graduate College. The University of Arizona. 2004 ;

- [10] EISBERG, R. and RESNICK, R. *Física Quântica: Átomos, Moléculas, Sólidos, Núcleos e Partículas*. Elsevier;
- [11] NOUAILHETAS, Y. *Radiações Ionizantes e a Vida*. Apostila Educativa. Comissão Nacional de Energia Nuclear (CNEN). Disponível: www.cnen.gov.br.
- [12] MANO, E.B. *Introdução a Polímeros*. Edgard Blücher Ltda. Brasil. 1985;
- [13] MAHONEY, C.M. *Cluster secondary ion mass spectrometry of polymers and related materials*. Mass Spectrometry Reviews, **29**, p. 247-293, 2010;
- [14] GRIFFITHS, D.J. *Mecânica Quântica*. 2 Ed. Pearson Prentice Hall. 2011;
- [15] SCHAPPO, M.G. *Análise da Distribuição de Agregados Iônicos na Dessorção de Gelo de Água*. Dissertação (mestrado em física). Programa de pós-graduação em física. Universidade Federal de Santa Catarina. 2011;
- [16] GWON, J.G. et al. *Characterization of chemically modified wood fibers using FTIR spectroscopy for biocomposites*. Journal of Applied Polymer Science. DOI 10.1002/app.31746. 2009;
- [17] SHAPAVAL, V. et al. *Characterization of food spoilage fungi by FTIR spectroscopy*. Journal of Applied Microbiology, **114**, p. 788-796, 2012;
- [18] WU, X. et al. *Using UV-vis spectrum to investigate the phase transition process of PMMA-SiO₂@paraffin microcapsules with copper-chelating as the ion probe*. Materials Letters, **65**, p. 705-707, 2011;
- [19] PARK, J-H et al. *New anthracene-thiophene-based copolymers that absorbs across the entire UV-vis spectrum for application in organic solar cells*. Chem. Commun. **46**, p. 1863-1865, 2010;
- [20] LEE, J. et al. *TOF-SIMS study of red sealing-inks on paper and its forensic applications*. Applied Surface Science, **255**, p. 1523-1526, 2008.