

UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA  
INSTITUTO DE FÍSICA  
Física Médica

Éder José do Carmo

**DEPOSIÇÃO DE FILMES POLIMÉRICOS ATRAVÉS DA  
TÉCNICA DE ELETROSPRAY PARA APLICAÇÃO EM  
DOSÍMETROS ATIVOS**

Uberlândia  
2017

Éder José do Carmo

**Deposição de filmes poliméricos através da técnica de eletrospray para aplicação em dosímetros ativos**

Monografia apresentada como requisito para aprovação na disciplina do Trabalho de Conclusão de Curso II do curso de Bacharelado em Física Médica pela Universidade Federal de Uberlândia

Orientador: Prof. Dr. Mauricio Foschini

Uberlândia  
2017

## **AGRADECIMENTOS**

Aos meus pais pelo exemplo e por estarem sempre presentes. A todos meus irmãos pelo carinho e apoio.

À Carla, pelo amor, compreensão e incentivo, que faz da minha vida um grande motivo de felicidade.

Ao Mauricio Foschini pela orientação, incentivo e pela confiança depositada em mim. E acima de tudo, a quem possuo enorme admiração pelo exemplo de profissional e pessoa.

A todos meus amigos que iniciaram a graduação comigo, pelas conquistas e angústias compartilhadas nesse período de aprendizado e amadurecimento.

Aos funcionários e professores do curso de Física Médica que de alguma forma, contribuíram para minha formação.

## RESUMO

No presente trabalho, foi realizada a construção de um equipamento de eletrospray para deposição de filmes poliméricos (nanopartículas metálicas com polímeros conjugados) que tem possibilidade de serem utilizados em dosímetros ativos. O equipamento utiliza uma fonte de alta tensão de corrente contínua, com um dos polos conectado ao bico de uma bomba injetora e o outro polo a um coletor de solução. Para os primeiros testes com um corante em solução aquosa, foi observado perturbações na concepção do cone de Taylor e formação de grandes gotículas que prejudicaram a deposição. Necessitou-se um fluxo inferior ao limite mínimo da bomba injetora (fluxo inferior à 1 mL/h), o qual realizou-se a substituição do motor de passo da bomba injetora e a montagem do novo drive do motor. Novos testes mostraram que para obter o campo elétrico desejado, foi necessário utilizar distâncias pequenas entre o cátodo e o ânodo, que prejudica a evaporação do solvente das gotículas de solução antes de atingir o ânodo, desta forma, a fonte deverá atingir tensões elétricas superiores a 10kV, exigindo a construção de uma nova fonte utilizando um transformador flyback como elevador de tensão contínua (DC). Com a elevação da tensão elétrica necessitou de maior segurança do sistema, por haver risco de descarga elétrica, necessitando rever o controle de corrente elétrica da fonte de alta tensão e disposições de chaves de segurança.

Palavras-chave: Eletrospray, filmes poliméricos, dosímetros ativos, cone de Taylor.

## **ABSTRACT**

This project contains the construction of an electrospray equipment for the deposition of polymeric films (conjugated polymers with metallic nanoparticles) which can be used in active dosimeters. The equipment uses a high voltage source of direct current, with one of the poles connected to the beak of an injection pump and the other to a solution collector. In the first tries using a dyestuff in aqueous solution, perturbations in the design of the Taylor cone and formation of large droplets which harmed deposition were noted. It was required a flow which was lower than the minimum limit of the injection pump (lower than 1mL/h), for which was carried out the replacement of the injection pump step motor and the assembly of a new motor drive. New tries showed it was necessary to use small distances between the cathode and the anode to obtain the desired electric field. However, small distances would harm the evaporation of the solvent from the solution droplets before reaching the anode. To solve this problem, it was required the source to reach electrical voltages higher than 10kV, and so it was needed the construction of a new source using a flyback transformer as a continuous voltage elevator (DC). The increase of the electrical tension required greater security of the system because of the risk of electric shock and so it was needed a review of the electric current control of the high voltage source and arrangements of safety keys.

Key words: Electrospray, polymer films, active dosimeters, Taylor cone.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

|                                                                                                                   |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 1. Representação do cone de Taylor. ....                                                                   | 7  |
| Figura 2. Poly(3-Hexylthiophene)2,5–diyl regioregular.....                                                        | 10 |
| Figura 3. Ilustração da montagem do equipamento para deposição do polímero através da técnica de eletrospray..... | 11 |
| Figura 4: Esquema de montagem do circuito para controle da bomba injetora. ....                                   | 13 |
| Figura 5: Esquema de montagem do circuito utilizado para o controlador.....                                       | 14 |
| Figura 6. Circuito simulado via software NI Multisim para confecção em placa de circuito impresso. ....           | 15 |
| Figura 7. Equipamento utilizado para a técnica de eletrospray. ....                                               | 17 |
| Figura 8. a) Deposição da solução. b) Filme de ouro em substrato de PET .....                                     | 20 |

## SUMÁRIO

|       |                                                                  |    |
|-------|------------------------------------------------------------------|----|
| 1     | INTRODUÇÃO                                                       | 1  |
| 1.1   | OBJETIVOS                                                        | 5  |
| 1.1.1 | OBJETIVOS GERAIS                                                 | 5  |
| 1.1.2 | OBJETIVOS ESPECÍFICOS                                            | 6  |
| 1.1.3 | PROPOSTAS FUTURAS                                                | 6  |
| 2     | CONCEITOS TEÓRICOS                                               | 6  |
| 2.1   | ELETROSPRAY                                                      | 6  |
| 2.1.1 | PARÂMETROS PARA O CONTROLE NA DEPOSIÇÃO VIA ELETROSPRAY          | 7  |
| 2.1.2 | MODELAGEM MATEMÁTICA DO CONE DE TAYLOR                           | 8  |
| 2.2   | POLÍMEROS                                                        | 9  |
| 2.2.1 | POLI(3-HEXILTIOFENO)2,5 DL REGIOREGULAR – P3HT                   | 10 |
| 3     | TÉCNICAS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS                           | 11 |
| 3.1   | MONTAGEM DO EQUIPAMENTO PARA DEPOSIÇÃO DE FILMES VIA ELETROSPRAY | 11 |
| 3.1.1 | AUTOMAÇÃO PARA BOMBA INJETORA                                    | 12 |
| 3.1.2 | AUTOMAÇÃO PARA CONTROLE DE DISTÂNCIA                             | 13 |
| 3.1.3 | CONSTRUÇÃO DO DRIVE PARA FONTE DE ALTA TENSÃO                    | 14 |
| 4     | RESULTADOS E DISCUSSÃO                                           | 16 |
| 4.1   | TESTES PARA DEPOSIÇÃO E CONTROLE DO CONE DE TAYLOR               | 16 |
| 4.1.1 | TESTE DO CAMPO ELÉTRICO APLICADO                                 | 16 |
| 4.1.2 | TESTE DO FLUXO                                                   | 18 |
| 4.1.3 | TESTE NA DEPOSIÇÃO DOS FILMES                                    | 19 |
| 5     | TRABALHOS EM COLABORAÇÃO                                         | 20 |
| 6     | CONCLUSÃO                                                        | 21 |
|       | REFERÊNCIAS                                                      | 23 |
|       | ANEXO A                                                          | 27 |
|       | ANEXO B                                                          | 28 |
|       | ANEXO C                                                          | 29 |

## 1 INTRODUÇÃO

Wilhelm Röntgen produziu e detectou em 1895, radiação eletromagnética no comprimento de onda no intervalo conhecido como raio X, conquistando assim o primeiro prêmio Nobel em física no ano de 1901 (Tubiana e Nordmann, 1996) . A partir dessa descoberta, os raios X puderam ser produzidos de maneira artificial em aparelhos. Em sequência, o raio X já era empregado na medicina para auxiliar no diagnóstico de ferimentos e fraturas (Reed, 2011). Consequentemente surgiram efeitos biológicos deletérios, por exemplo, o eritema na pele e perda precoce de cabelo de indivíduos expostos periodicamente e/ou de maneira descontrolada a esse tipo de radiação (Sansare *et al.*, 2011). As suspeitas desses acontecimentos levaram a comunidade científica em 1928 a criar a *International X-Ray Unit Committee* atualmente conhecida como *International Committee for Radiological Units* (ICRU) que possuía como objetivo primário propor unidades de medidas para radiações aplicadas à medicina. Também 1928 foi criada a *International Commission on Radiological Protection* (ICRP), que desenvolveu um sistema de proteção radiológico. Para o estudo das radiações, fizeram-se o uso de diversos tipos de sensores. Esses sensores foram amplamente desenvolvidos tanto para ondas eletromagnéticas quanto partículas ionizantes. Os sensores mais comuns utilizam princípios de geração de cargas elétricas, geração de luz, processos oxidativos em películas fotográficas, a criação de traços no material e a geração de calor (Tauhata *et al.*, 2001; Okuno e Yoshimura, 2010).

Após a descoberta do raio X, as emulsões fotográficas foram o primeiro tipo de sensores utilizados para aquisição de imagens. Mais adiante, em 1928, Hans Geiger e Walther Müller constroem o contador conhecido como Geiger-Müller, que é um sensor

a base de gás utilizado para indicar a presença de radiação ionizante através da produção de íons em um volume sensível. Outro tipo sensor a gás de grande importância e utilização são as câmaras de ionização que possuem grande estabilidade ao longo do tempo e por isso são muito utilizadas como instrumentos de referência, pois possuem baixa necessidade de recalibração (Knoll, 2000; Tauhata *et al.*, 2001). Em 1948 Hartmut Kallmann constrói um sensor cintilador que possui a propriedade de emitir luz por desexcitação do material irradiado. Portanto, tornou-se cada vez mais necessário o emprego de sensores de radiação na aquisição de imagens e detecção. Isso levou os sensores a possuírem fatores como repetitividade, reprodutibilidade, estabilidade, exatidão, precisão, sensibilidade e eficiência (Tauhata *et al.*, 2001). Com as exigências de operação dos sensores, houve necessidade da otimização com diversos tipos de materiais como, sensores de estado sólido, sensores óticos, inorgânicos, orgânicos e entre outros. Por sua vez, os materiais orgânicos chamam a atenção devido ao baixo custo de produção, possibilidade de confecção de filmes flexíveis, facilidade de deposição e construção de dispositivos de grande porte, e utilização de processos pouco dispendiosos tecnologicamente (Hümmelgen *et al.*, 1998).

Dentre as diversas classes de polímeros orgânicos, destacam-se os conjugados que são amplamente utilizados em dispositivos de alta tecnologia como, LEDs, sensores, fotocélulas e etc. Esses empregos dos polímeros conjugados são devido ao fato de possuírem alternância de ligações químicas simples ( $\sigma$ ) e duplas ( $\sigma$  e  $\pi$ ) ao longo de sua cadeia, sendo que a ligação  $\pi$  responsável pelas propriedades ligante e  $\pi^*$  antiligante. Essas propriedades com alternância de simples e dupla ligação entre carbonos da cadeia polimérica dão origem às bandas de energia, sendo a ligante possuindo todos estados eletrônicos ocupados e o antiligante com esses estados

desocupados. Essas bandas são comumente conhecidas como banda de valência e banda de condução que no caso de moléculas orgânicas, são utilizados o termo de mais alto estado molecular ocupado e menor estado molecular desocupado (HOMO e LUMO), de forma semelhante nos semicondutores (Hümmelgen *et al.*, 1998).

Existe o emprego da fotoluminescência dos polímeros conjugados como sensores de radiação, por exemplo, *“The influence of preparation method of OC<sub>1</sub>OC<sub>6</sub> – PPV films on the photo-oxidation process”* (Olivati *et al.*, 2006), no qual os autores relatam a monitoração da foto-oxidação da Poly(p-phenylene vinylene) (PPV) na presença de luz UV-vis. Outro exemplo é o trabalho com o título de *“MEH-PPV hypsochromic shifts in halogenated solvents induced by  $\gamma$ -rays”* (Bronze-Uhle *et al.*, 2012), em que os autores avaliaram o efeito da radiólise exercido por radiação gama sobre o espectro de absorção de soluções de MEH-PPV. O que estes dois trabalhos possuem em comum é a utilização da degradação do polímero como avaliação da interação da radiação. Essa degradação causa quebra de conjugação que são modificações irreversíveis nas propriedades desses materiais, modificando assim a sua propriedade intrínseca de semicondutor como mudanças espectroscópicas e ou conductométricas. Estes trabalhos utilizam os polímeros diretamente como o volume sensível do dispositivo.

Os polímeros conjugados aplicados em sensores e biossensores são diretamente utilizados como transdutor e não como a matriz sensível do dispositivo, particularmente em biossensores, o polímero conjugado é muito promissor devido à biocompatibilidade e a alta sensibilidade devido a sua propriedade semicondutora (Macagnano e De Cesare, 2017). Utilizando os conceitos empregados em biossensores, o transdutor é o componente de um sensor responsável por converter o sinal de interação física ou reação química em um sinal que possa ser medido, como

mudança espectral, resposta elétrica, etc. O receptor é a unidade sensível que irá interagir quimicamente ou fisicamente com o meio (Hulanicki *et al.*, 1991). Sabe-se que materiais orgânicos em geral por possuírem baixo número atômico, têm uma baixa seção de choque com interação para radiação eletromagnética de baixa energia, o que os tornam inapropriados como matriz sensível em um dosímetro, o que confere a baixa procura do emprego deste material como sensores de radiações ionizantes, sendo empregado apenas para taxas de dose na ordem de kilograys (kGy) (Graham *et al.*, 1997), que é uma dose muito superior que as utilizadas aplicações médicas. Deixando assim, uma lacuna de aplicações destes materiais nesta faixa de energia. Para solucionar tal problema, propusemos a adição de nanopartículas metálicas e a utilizamos como receptores para aumentar a seção de choque do dispositivo. E por terem apenas um elétron na camada de valência fracamente ligado, para os metais alcalinos, necessitando assim de uma menor energia para ionização (Okuno e Yoshimura, 2010). O polímero conjugado irá atuar apenas como transdutor do dispositivo, utilizado de forma a aproveitar o maior potencial das propriedades intrínsecas destes materiais.

Mas para a construção de dispositivos a base de polímeros conjugados se torna necessário a deposição de filmes finos, muitas vezes com múltiplas camadas de materiais passivos e/ou ativos, carecendo, controle de uniformidade, espessura, além de técnicas que evitem contaminações e desperdícios dos materiais. Desta forma, inúmeros processos de deposição são empregados em escala de pesquisa e comercial para deposição de polímeros, sendo as mais comuns: casting, spin coating, camada-por-camada (LBL), dip coating, roll coating, inkjet printing, impressão por microcontato, spray coating, entre outros (Wilson *et al.*, 2012; Roth *et al.*, 2015; Bag *et al.*, 2016; Lee *et al.*, 2016). Porém, entre as técnicas mencionadas, muitas não proporcionam as

condições necessárias para deposição dos materiais para a formação do dispositivo proposto neste trabalho.

Para obtenção de filmes para aplicações em sensores de radiações ionizantes é indispensável que a técnica proporcione controle de espessura através da deposição de múltiplas camadas. Portanto a técnica de eletrospray se torna muito promissora por possibilitar a deposição somente sobre o eletrodo de interesse (cátodo) e realizar a deposição de diversas camadas com a espessura desejável (Muhammad *et al.*, 2011; Back *et al.*, 2014; Zhao *et al.*, 2015). Entre as aplicações da técnica de spray coating, destaca-se a confecção de nanofios de polímeros que são obtidas a partir do controle do cone de Taylor na saída do eletrospray a partir do controle do fluxo da solução, da viscosidade da solução, do diâmetro da ponta injetora e do gradiente do campo elétrico entre o cátodo e o ânodo (Wilm e Mann, 1994; López-Herrera *et al.*, 2013; Li *et al.*, 2014). Além do controle de espessura dos filmes depositados por eletrospray, o equipamento também permite realizar eletrofiação dos materiais envolvidos (Singh *et al.*, 2016; Ayranci e Carey, 2017).

## **1.1 OBJETIVOS**

### **1.1.1 OBJETIVOS GERAIS**

Este trabalho teve como objetivo principal desenvolver um dispositivo de eletrospray que pode ser utilizado para a deposição de sensores ativos para radiação ionizante que atuem na região de raios X de baixa energia, da ordem de 10-35keV.

### **1.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

Para a construção do dispositivo foram necessários os seguintes itens:

- Automação e testes para distância entre cátodo e ânodo;
- Automação e testes para a bomba injetora de fluxo da solução;
- Construção e testes do drive para a fonte;
- Testes na deposição.

### **1.1.3 PROPOSTAS FUTURAS**

O presente trabalho teve como objetivo futuro os seguintes itens:

- Deposição dos filmes;
- Caracterização ótica e morfológica dos filmes;
- Teste das medidas de resposta elétrica dos filmes com a incidência de radiação ionizante.

## **2 CONCEITOS TEÓRICOS**

### **2.1 ELETROSPRAY**

Eletrospray é uma técnica de deposição em que se faz uso de um intenso campo elétrico para dispersar um líquido na forma aerossol fino. Em outras palavras, a alta tensão é aplicada a um líquido fornecido através de um capilar metálico. Ao atingir a ponta, devido ao campo elétrico e a tensão superficial da solução com o ar, esse líquido adquire o formato de um cone, onde finalmente emite um jato líquido através do seu ápice. A aceleração da solução leva à formação de gotículas carregadas, onde

estas permanecem com uma força elétrica atuando sobre elas, as gotículas aceleradas se subdividem devido à força arrasto promovida pelo ar. Em sequência, estas gotículas continuam se subdividindo até atingir a superfície do eletrodo (Singh et al., 2016).

### 2.1.1 PARÂMETROS PARA O CONTROLE NA DEPOSIÇÃO VIA ELETROSPRAY

O campo elétrico aplicado entre o cátodo e ânodo exercerá uma força sobre as cargas superficiais ao fluído semelhante à tensão superficial, porém em sentido oposto. Fazendo surgir um cone de lados convexos, como ilustrado pela Figura 1.

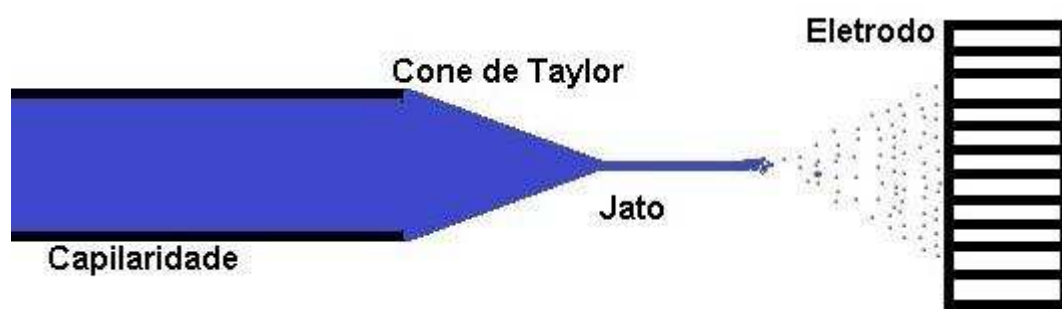


Figura 1. Representação do cone de Taylor.

A condutividade elétrica do fluído possui influência morfológica no filme depositado (Jin et al., 2007; Costa et al., 2010) e no controle do cone. A presença de partículas condutoras na solução, por exemplo, fará com que a sua condutividade elétrica aumente, resultando em um aumento da mobilidade dos íons presentes. E, quando um campo elétrico externo é aplicado, estas cargas se deslocam para a ponta e permitem que a gota sofra um maior alongamento devido ao efeito de ponta, resultando no jato de solução formando um segmento como mostra a Figura 1.

A viscoelasticidade da solução e a concentração de reagentes possuem importância no controle do cone de Taylor (Lee et al., 2003), pois com o aumento da viscoelasticidade, a força elétrica não será suficiente para romper ou esticar o jato

formado, obtendo assim o aumento no diâmetro das fibras. Com mesma analogia, a baixa concentração de polímeros reflete no baixo grau de emaranhamento do mesmo na solução, reduzindo assim a viscoelasticidade e, portanto, o diâmetro dos filamentos, mas, há um limite para que esta concentração deva ser utilizada, pois soluções com baixa viscosidade causa instabilidade na extremidade do jato no cone (Mckee et al., 2004).

### 2.1.2 MODELAGEM MATEMÁTICA DO CONE DE TAYLOR

Sir Geoffrey Ingram Taylor descreveu em 1964 a forma teórica do cone que surge no fluído quando submetido a um campo elétrico intenso. Ele utilizou os pressupostos que o cone existe num equilíbrio entre a pressão eletrostática e a pressão do capilar em um estado chamado de estacionário, hoje conhecida como o equilíbrio entre a força elétrica e a força da tensão superficial da interface da solução com o ar. Para que isso aconteça, a superfície do fluído deveria ser uma equipotencial ( $V = V_0$ ), sua simetria apresentaria um formato azimutal e uma dependência com potência de raiz quadrada com o raio (Taylor, 1964). A equação 1 representa a solução matemática encontrada por Taylor.

$$V = V_0 + AR^{1/2}P_{1/2}(\cos\theta_0), \quad (1)$$

onde R é o raio, A é o coeficiente determinado através das condições de contorno, V o potencial e  $P_{1/2}(\cos\theta_0)$  é o termo conhecido como polinômio de Legendre com índice de  $\frac{1}{2}$ .

Taylor demonstrou que o equilíbrio entre a pressão eletrostática e a pressão capilar acontece em um único potencial aplicado, aquele em que o meio ângulo no ápice do cone seja igual a  $49,3^\circ$ .

## 2.2 POLÍMEROS

Os polímeros são compostos formados através da repetição de muitas unidades químicas conhecidas como mero. Os meros são mantidos unidos por ligações primárias fortes. Estas são conhecidas como intramoleculares, por fazerem referência às ligações dentro de uma mesma molécula, geralmente do tipo covalente (Canevarolo, 2006; Akcelrud, 2007). Estas forças podem ser:

- Coordenada: um átomo contribui com um par de elétrons para a formação da ligação química.
- Covalente: ocorre o compartilhamento de dois elétrons entre os átomos.
- Iônica ou eletrovalente: um átomo com apenas um elétron na camada de valência cede este elétron para outro átomo, com sete elétrons em sua última camada, para que ambos satisfaçam a “regra dos octetos”.

Por outro lado, as distintas cadeias poliméricas, se atraem por forças secundárias fracas, conhecidas como intermoleculares. Estas forças que aumentam com a presença de grupos polares e diminuem com o aumento da distância entre as moléculas, podem ser do tipo:

- Forças de Van der Waals, subdivididas em:
  - Interação dipolo-dipolo: Quando dois dipolos permanentes, com sinais opostos entre si, se aproximam, fazendo surgir uma força de atração entre os mesmos.
  - Interação dipolo-dipolo induzido: Um dipolo induzido ocorre quando surge um desbalanceamento de cargas com a presença de um dipolo induzido.

- Forças de dispersão: neste caso surge uma interação de uma molécula apolar com suas vizinhanças devido a flutuações momentâneas da nuvem eletrônica que produzem uma polarização instantânea na mesma.
- Ligação de hidrogênio: são ligações que formam entre um hidrogênio com uma carga positiva parcial e um átomo mais eletronegativo, por exemplo, o oxigênio.

### 2.2.1 POLI(3-HEXILTIOFENO)2,5 DL REGIOREGULAR – P3HT

O poli(3-hexiltiofeno) 2,5 dl regioregular (P3HT) é um polímero conjugado com propriedades semicondutoras e seu éster será repetido regularmente a cada mero em sua cadeia polimérica. O P3HT é o polímero mais utilizado para fabricação de célula fotovoltaica e por causa de sua disposição regular de cadeia lateral permite ter maior planaridade entre anéis, consequentemente aumenta o acoplamento  $\pi - \pi$  (Valentini et al., 2013). Sua fórmula molecular é ilustrada pela Figura 2.

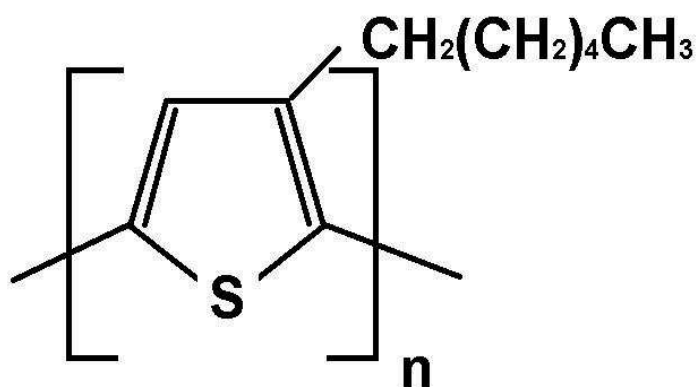


Figura 2. Poly(3-Hexylthiophene)2,5–diyl regioregular

### 3 TÉCNICAS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

As técnicas e procedimentos experimentais estão divididos nas seções de montagem do equipamento e testes iniciais.

#### 3.1 MONTAGEM DO EQUIPAMENTO PARA DEPOSIÇÃO DE FILMES VIA ELETROSPRAY

Uma agulha de injeção, que é o ânodo do dispositivo, foi conectada aos cabecotes de uma bomba injetora. Um coletor, utilizado como o cátodo, foi conectado a um suporte móvel. Os polos de uma fonte de alta tensão DC foram conectados na agulha e no coletor, formando assim o ânodo e o cátodo do dispositivo. O esquema de montagem e o equipamento são ilustrados na Figura 3.

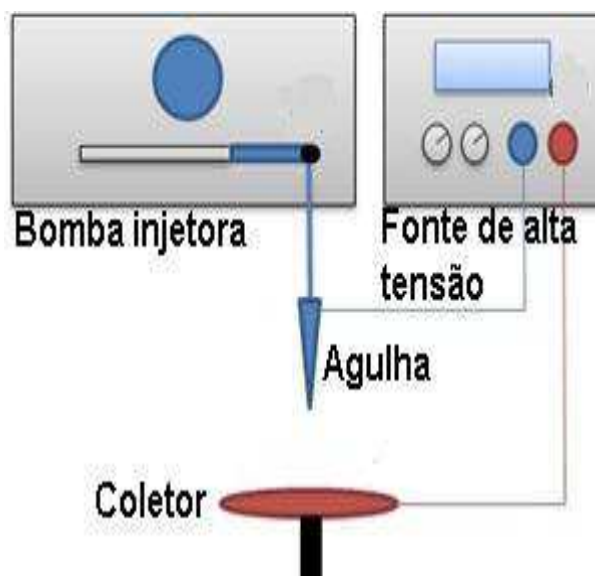


Figura 3. Ilustração da montagem do equipamento para deposição do polímero através da técnica de eletrospray.

O suporte do cátodo tem um ajuste automatizado de distância com o ânodo. Este ajuste foi realizado utilizando um circuito de controle de motor de passos desenvolvido neste projeto. Com a alteração da distância entre o ânodo e o cátodo, altera-se

proporcionalmente a intensidade e uniformidade do campo elétrico existente entre a agulha e o coletor. A relação entre campo elétrico e distância é exibida através da equação 2 (Moysés Nussenzveig, 1998).

$$\int_B^A \vec{E} \cdot d\vec{s} = \Delta V_{AB}, \quad (2)$$

onde  $\vec{E}$  é o vetor campo elétrico,  $d\vec{s}$  é o vetor deslocamento infinitesimal e  $V$  a d.d.p.

Optou-se por utilizar a agulha de injeção como ânodo, que foi aterrado para oferecer segurança aos equipamentos ligados, prevenindo possíveis danos e descargas elétricos. E por consequência o coletor se tornou o cátodo.

### 3.1.1 AUTOMAÇÃO PARA BOMBA INJETORA

Os primeiros testes realizados com a bomba injetora mostraram que fluxos da solução criava instabilidade no cone de Taylor. O motor original oferecia um fluxo mínimo de 1 mL/h que se mostrou intenso para a deposição. Houve a necessidade de um maior controle do fluxo substituindo o motor da bomba injetora e a redução do diâmetro do pistão. O motor de passo da bomba injetora da marca Philips, modelo 2789, tem passos de  $7^{\circ}30'$  e o tempo mínimo de cada pulso, foi limitado pelo drive do equipamento. Assim, o motor foi substituído pelo modelo 28BYJ-48 cujos passos são de  $5,625^{\circ}$  com redutor de 1/64, tendo como passo efetivo de aproximadamente  $5'$ . Os parâmetros, como sentido, velocidade e tempo puderam ser alterados via microcontrolador. O programa foi escrito, compilado e transmitido para o Arduino R3 utilizando o Software Arduino 1.6.9, e as linhas de comando estão descritos no Anexo A. O esquema do circuito utilizado para automação da bomba injetora é representado pela Figura 4, o qual foi desenhado através do Software fritzing.0.9.3b.64.

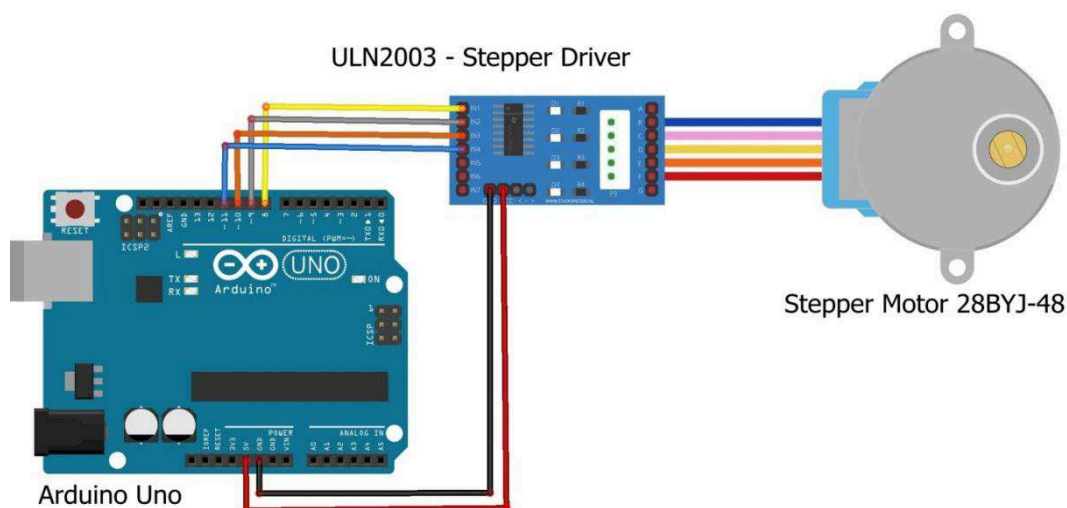


Figura 4: Esquema de montagem do circuito para controle da bomba injetora.

### 3.1.2 AUTOMAÇÃO PARA CONTROLE DE DISTÂNCIA

Para o posicionamento da amostra em relação ao bico injetor foi realizada a construção do suporte móvel utilizando os seguintes materiais: uma fonte de alimentação 5V, um motor de passo, um micro controlador Arduino Nano, duas resistências de  $330\Omega$  e micro chaves de ajuste de sentido acoplados em um circuito e um suporte móvel para afiação dos componentes. O motor foi conectado ao suporte móvel de modo que pode movê-lo afastando ou aproximando o coletor da agulha conforme o sentido de rotação. O esquema do circuito para automação da bomba injetora está representado pela Figura 5.

O drive do motor de passo UNL2003 foi conectado em quatro portas digitais do Arduino nano, cujos pulsos do motor foram fornecidos como programado no Arduino R3. Em outras duas portas digitais foram adicionadas chaves para informações alto/baixo que determinarão o sentido dos pulsos da controladora. Assim, o programa foi escrito, compilado e transmitido para o Arduino nano utilizando o Software Arduino

1.6.9, sendo que as linhas de comando estão dispostas no ANEXO B. O circuito permite que o motor gire com precisão no sentido horário ou anti-horário ao acionamento das microchaves adicionadas no circuito, de modo que diminua ou aumente a distância entre a agulha e o coletor.

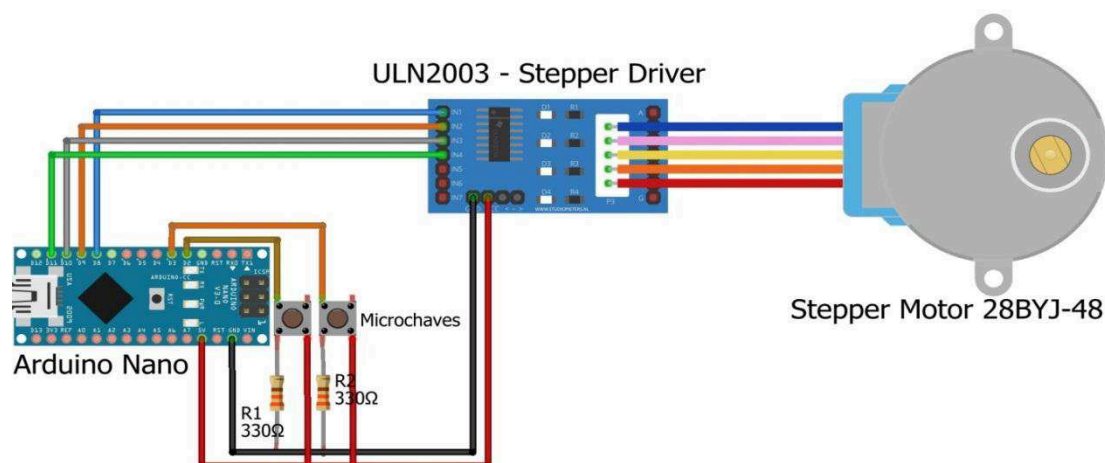


Figura 5: Esquema de montagem do circuito utilizado para o controlador.

### 3.1.3 CONSTRUÇÃO DO DRIVE PARA FONTE DE ALTA TENSÃO

Inicialmente foi proposto um drive com circuito ressonante no primário do flyback utilizando um MOSFET transistor IRFZ48N. Este circuito iniciou sem controle de corrente e funcionava com princípio de ressonância do circuito, podendo ter flutuações na tensão além de pouco controle na corrente total do circuito.

No segundo circuito proposto foi utilizado o circuito oscilador do drive de lâmpada fluorescente de 23W que permitiu acoplar uma resistência de 50Ω (5W) na saída do transistor, o qual controlava a tensão e corrente na entrada do flyback. A tensão foi um pouco superior à 12kVp e pode-se efetuar os testes preliminares descritos nos resultados e discussões. Esta fonte teve boa estabilidade, porém necessitou de uma tensão mais elevada para geração do campo elétrico com maior distância.

Para oferecer maior segurança, foi necessário utilizar uma fonte alta tensão DC construída a partir de um flyback como elevador de tensão acoplado em um circuito que forneça a frequência de trabalho, podendo operar dentro ou fora da ressonância do flyback, fornecendo um maior controle na elevação de tensão quanto no controle da corrente elétrica. O drive primário foi montado com um circuito temporizador astável a partir de um circuito integrado (CI) NE555, cuja saída, fornece uma onda quadrada com período alto de aproximadamente 50% do período total da onda. O circuito do drive foi simulado no software NI Multsim versão 14.1, e posteriormente foi confeccionado em uma placa de circuito impresso como representado através da Figura 6. A Resistência R3 possui uma resistência de  $2,35\text{ k}\Omega$  em serie com um potenciômetro de  $25\text{ k}\Omega$  que pode ser variado de  $2,35\text{ k}\Omega$  até  $27,35\text{ k}\Omega$ , que fornece a frequência de saída de  $2,59\text{ kHz}$  até  $25,31\text{ kHz}$ .

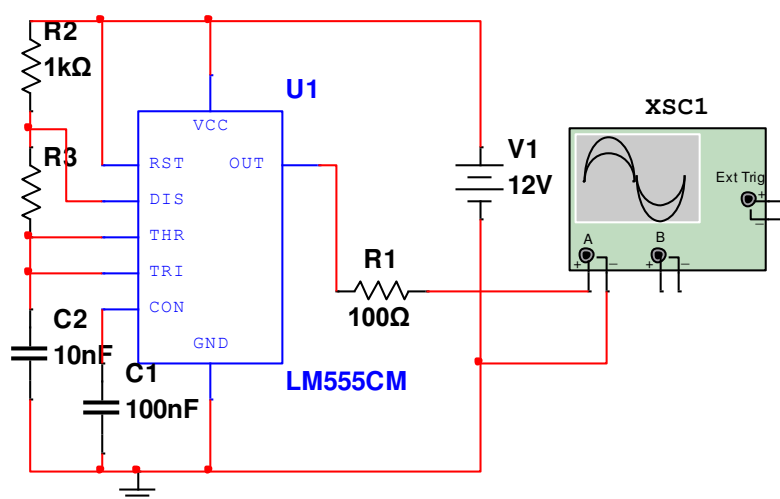


Figura 6. Circuito simulado via software NI Multsim para confecção em placa de circuito impresso.

Na saída do CI NE555 foi adicionada uma resistência de  $100\Omega$  que irá limitar a corrente de saída, como uma proteção da porta do CI. Esta saída foi acoplada na

comporta (gate) do MOSFET IRFZ48N que alimenta a bobina primária do transformador Flyback.

## **4 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Foi possível realizar apenas os testes preliminares de deposição dos filmes poliméricos como proposto nos objetivos específicos do presente trabalho. Não houve tempo dentro dos quatro meses previstos, para efetuar as deposições dos filmes com bom controle e realizar as caracterizações e discussões sugeridas nas propostas futuras. Os Testes realizados estão organizados nos próximos subtópicos.

### **4.1 TESTES PARA DEPOSIÇÃO E CONTROLE DO CONE DE TAYLOR**

Antes de utilizar o polímero para deposição, foram realizados testes utilizando apenas água com corante para observar os limites do controle da técnica. Para essa finalidade, foram manipulados parâmetros como diâmetro da ponta de injeção, intensidade do campo elétrico aplicado e fluxo com a finalidade de controle de cone de Taylor durante a deposição do filme (Barrero *et al.*, 1996).

#### **4.1.1 TESTE DO CAMPO ELÉTRICO APLICADO**

O equipamento foi construído inicialmente como mostrado na Figura 3 e descrito no procedimento experimental. Foi observado no teste inicial que o coletor abaixo da agulha de injeção pode sofrer gotejamentos durante o ajuste para adquirir o cone de Taylor, desta forma foi invertido o posicionamento do coletor com o do injetor como mostra a Figura 7.

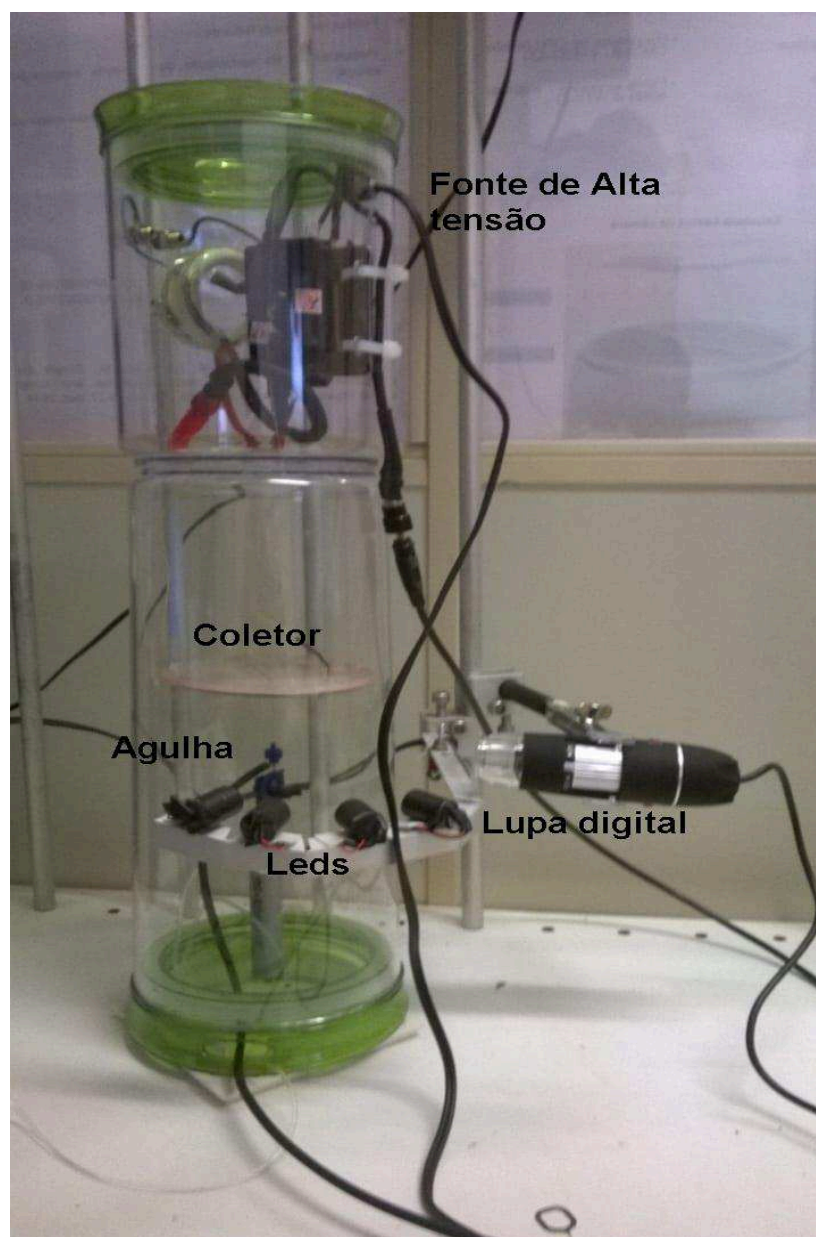


Figura 7. Equipamento utilizado para a técnica de eletrospray.

Ainda na Figura 7, a fonte foi substituída por uma fonte flyback e o drive de controle ficou externamente, pois opera em baixa tensão, o transformador flyback foi colocado isoladamente em uma câmara superior, o qual protege o operador de qualquer risco de choque elétrico. Como o aterramento dos eletrodos está localizado no bico injetor e este ficou fixado no acesso da câmara inferior, esta montagem serve como uma componente de proteção ao usuário. Um sistema com uma lupa digital

(câmera com lentes de ampliação de 1000X) e leds de iluminação foram colocados junto ao suporte lateral da câmara para observar e controlar a formação do cone de Taylor. Para variar os parâmetros contidos na equação 2, manipulou-se a distância entre o coletor e a agulha injetora, alterando assim por consequência a intensidade do campo elétrico aplicado. Neste sentido foram realizados testes preliminares com o objetivo de manipulação do campo elétrico. Os testes mostraram que em grandes distâncias não ocorreram deposição mesmo aumentando a intensidade do campo elétrico oferecido pela fonte (campos inferiores a  $10 \frac{N}{C}$ ). E também distâncias pequenas e campos elétricos com grande intensidade apresentaram ionização na ponta do injetor (campos superiores a  $50 \frac{N}{C}$ ), o que inviabiliza a deposição. Para sucesso da deposição se faz necessário um controle rigoroso da distância do coletor com a agulha e o valor da diferença de potencial elétrico aplicado, desta maneira alteração da intensidade do campo elétrico aplicado e da uniformidade do campo elétrico na ponta do injetor.

#### 4.1.2 TESTE DO FLUXO

Os primeiros testes mostraram que o menor fluxo da bomba injetora ainda era superior ao necessário para estabilizar o cone de Taylor, o qual necessitou alteração do drive do motor de passos, a substituição do motor por outro de menor rotação por pulso e troca da seringa de injeção por uma que possuísse menor diâmetro. Consequentemente, para o ajuste da bomba injetora foi preciso um método que encontrasse de forma precisa o novo fluxo de deposição.

Inicialmente foi calculada a quantidade de deslocamento ocorrido para cada rotação completa do motor. Com isso foi possível encontrar um valor médio de deslocamento  $\overline{\Delta X} = (0,55 \pm 0,02)mm$  para cada rotação completa, ou seja, a cada

2048 pulsos aplicados via software. No segundo momento, foi encontrada a área da base da seringa utilizada,  $\bar{A} = (15,7 \pm 0,1)mm$ . Com esses valores foi possível encontrar volume (V) de fluxo para uma rotação do motor, através da relação  $V = A \cdot \overline{\Delta X}$ . O volume encontrado foi de  $(8,8 \pm 0,3) \cdot 10^{-3}mL$ . Finalmente utilizando a relação  $\rho = \frac{M}{V}$ , em que  $\rho$  é a densidade da água a uma dada temperatura, M a massa e V o volume encontrado anteriormente, pôde-se encontrar o valor teórico da massa depositada por volta, que foi de  $(8,6 \pm 0,3)mg$ . E utilizando uma balança analítica de três casas de precisão (0,001g) pôde-se encontrar a massa depositada, sendo o valor de  $(9,4 \pm 0,3)mg$  por volta, contendo um erro relativo de 9,3% comparando as duas formas de cálculo da massa ou volume. Os valores encontrados não são coincidentes devido às dificuldades de medir o deslocamento do cilindro que pode ter gerado este desvio.

Como o método da balança tem uma precisão muito superior ao do cálculo direto do volume, foi utilizado este método para calcular o volume por passo do motor, portanto, o volume injetado por pulso é de  $(4,6 \pm 0,2)\mu L$ . A velocidade de volume injetado em função do tempo será proporcional ao volume por passo, já que este é definido em função do tempo de atraso dos pulsos, definido via software do drive desenvolvido. Para propagação das incertezas das grandezas trabalhadas, foram utilizados os conceitos de propagação de incertezas da apostila “*Guias e roteiros para Laboratório de Física Experimental I*” (Iwamoto *et al.*, 2014).

#### 4.1.3 TESTE NA DEPOSIÇÃO DOS FILMES

O teste inicial de deposição da solução contendo um corante foi efetuado sobre um eletrodo de ouro sobre um substrato de polietileno tereftalato (PET), antes de

efetuar a deposição de filmes de polímeros conjugados, evitando assim, o desperdício de materiais que possuem elevados preços. O teste foi realizado antes de efetuar a modificação da bomba injetora, e este teste só foi possível ligando e desligando a bomba injetora para conseguir um fluxo menor do que ela fornecia. É possível visualizar na Figura 8 (a) o cone de Taylor e (b) a deposição seletiva do material somente nos eletrodos conectados na fonte de alta tensão, formando uma fina camada avermelhada sobre os eletrodos selecionados pelo contato elétrico.

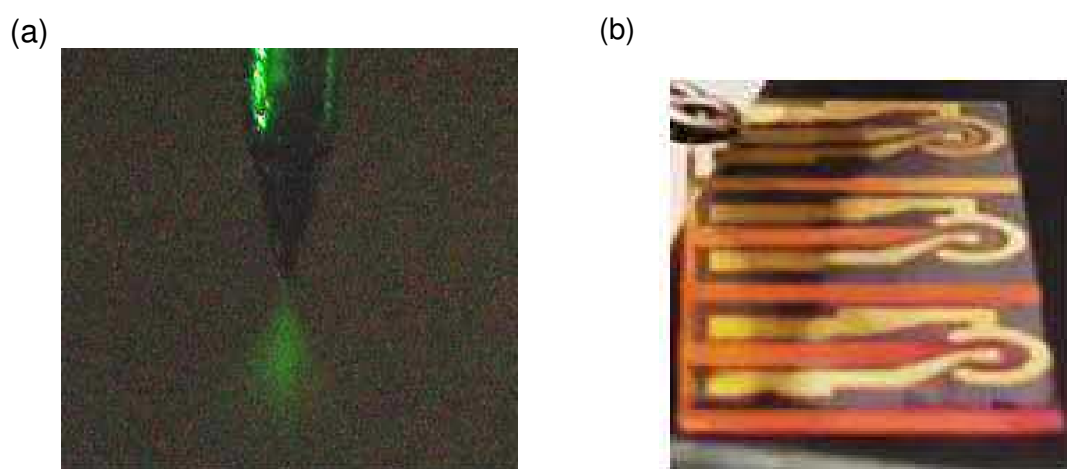


Figura 8. a) Deposição da solução. b) Filme de ouro em substrato de PET

Assim, o teste mostra que o equipamento desenvolvido até o presente momento do projeto, está próximo a obter filmes poliméricos definitivos para utilização em dispositivos. Restando assim a deposição do polímero conjugado.

## 5 TRABALHOS EM COLABORAÇÃO

No decorrer deste projeto houve a minha participação como colaborador no trabalho intitulado “*Estudo de capacitores comerciais para aplicação em dosimetria das radiações ionizantes*” apresentada no V Congresso Brasileiro de Eletromiografia e

Cinesilogia, do X Simpósio de Engenharia Biomédica (COBEC-SEC 2017), realizado na cidade de Uberlândia, Minas Gerais, de 23 a 26 de outubro de 2017, realizado pelos autores, Aline F. Silva, Kelly Nishida, Éder José do Carmo, Lucio Pereira Neves, Ana Paula Perini e Mauricio Foschini. O livro de resumos ainda não foi publicado e ainda não possui o DOI para citação, mas ele estará disponível futuramente no site do evento, <http://www.sbeb.org.br/site/event/v-congresso-brasileiro-de-eletromiografia-e-cinesilogia-cobec-e-x-simposio-de-engenharia-biomedica-seb/>, acessado em 01/12/2017, a cópia do trabalho submetido e aceito está no ANEXO C.

## **6 CONCLUSÃO**

O equipamento desenvolvido tem potencial de ser aplicado em diversos tipos de sensores e biossensores, já que permite a deposição de camadas de materiais. Os controles incorporados no equipamento possibilita facilmente efetuar a variação do controle de fluxo, este controle foi incorporado com uma grande janela de velocidade de injeção que permite ajustar facilmente para outros tipos de soluções e solventes. A câmara criada, no dispositivo torna-se segura para os futuros usuários, diminuindo drasticamente os riscos de manipulação com alta tensão. O drive montado permite facilmente alternar entre bombas de injeção, possibilitando alternar soluções que são necessárias para a criação das camadas do dispositivo, que podem ser totalmente automatizadas via software, por fim, o equipamento montado permite uma incorporação de outras técnicas junto ao eletrospray.

O filme obtido através do teste preliminar de deposição se mostrou visualmente homogêneo e com deposição seletiva via contato elétrico, portanto, pode-se realizar facilmente a deposição em um local específico. Por se tratar de uma deposição somente sobre o eletrodo, minimizando ao máximo o desperdício de materiais, que foi

uma das propostas incorporadas na motivação deste projeto. Este fator realça a vantagem da técnica em relação às existentes, já que os materiais aplicados em sensores e biossensores tem um custo elevado.

Apesar das propostas futuras não serem alcançadas, este projeto me permitiu adquirir conhecimento na área de automação e instrumentação. Com o trabalho em colaboração como complemento das minhas atividades, me possibilitou rever os principais conceitos de dose e relaciona-los com a resposta elétrica medida, que em parte, era um dos objetivos deste projeto relacionado ao curso de Física Médica.

## REFERÊNCIAS

Arduino - Disponível em <http://www.arduino.cc/>. Último acesso em Dezembro de 2017.

AKCELRUD, L. **Fundamentos da ciência dos polímeros**. Manole, 2007. ISBN 9788520415610.

AYRANCI, C.; CAREY, J. P. 13 - Electrospinning for braiding. In: (Ed.). **Handbook of Advances in Braided Composite Materials**: Woodhead Publishing, 2017. p.419-431. ISBN 978-0-08-100369-5.

BACK, H. et al. Flexible polymer solar cell modules with patterned vanadium suboxide layers deposited by an electro-spray printing method. **Solar Energy Materials and Solar Cells**, v. 130, p. 555-560, 2014/11/01/ 2014. ISSN 0927-0248. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S092702481400422X> >.

BAG, M. et al. Rapid combinatorial screening of inkjet-printed alkyl-ammonium cations in perovskite solar cells. **Materials Letters**, v. 164, p. 472-475, 2/1/ 2016. ISSN 0167-577X. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167577X1530879X> >.

BARRERO, A.; GAÑAN-CALVO, A. M.; FERNANDEZ-FERIA, R. The role of liquid viscosity and electrical conductivity on the motions inside Taylor cones in E.H.D. spraying of liquids. **Journal of Aerosol Science**, v. 27, p. S175-S176, 1996/09/01/ 1996. ISSN 0021-8502. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0021850296001607> >.

BRONZE-UHLE, E. S. et al. MEH-PPV hypsochromic shifts in halogenated solvents induced by  $\gamma$ -rays. **Materials Chemistry and Physics**, v. 132, n. 2, p. 846-851, 2012/02/15/ 2012. ISSN 0254-0584. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0254058411010388> >.

CANEVAROLO, S. V. **Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. Artliber, 2006. ISBN 9788588098107.

COSTA, R. G.; RIBEIRO, C.; MATTOSO, L. H. Preparation and Characterization of PVA–Ag Nanocomposite Fibers with Antibacterial Activities. **Science of Advanced Materials**, v. 2, n. 2, p. 157-162, 2010. ISSN 1947-2935.

Fritzing - Disponível em <http://fritzing.org/home/>. Último acesso em Dezembro de 2017.

GRAHAM, S. C. et al. The effect of X-ray irradiation on poly(p-phenylene vinylene) and derivatives. **Synthetic Metals**, v. 84, n. 1, p. 903-904, 1997/01/01/ 1997. ISSN

0379-6779. Disponível em: <  
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S037967799604204X> >.

HULANICKI, A.; GLAB, S.; INGMAN, F. Chemical sensors: definitions and classification. **Pure and Applied Chemistry**, v. 63, n. 9, p. 1247-1250, 1991. ISSN 1365-3075.

HÜMMELGEN, I. A.; ROMAN, L. S.; LIMA, J. R. D. Polímeros conjugados como camada ativa de diodos emissores de luz e fotodetectores. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 8, n. 3, p. 55-63, 1998.

IWAMOTO, W. A. et al. Guias e roteiros para laboratório de física experimental I. 2014. Disponível em: <  
[http://www.infis.ufu.br/images/users/labdidaticos/Lab\\_Mecanica/Lab1.pdf](http://www.infis.ufu.br/images/users/labdidaticos/Lab_Mecanica/Lab1.pdf) >. Acesso em: 1/12/2017.

JIN, W.-J. et al. A study on the preparation of poly(vinyl alcohol) nanofibers containing silver nanoparticles. **Synthetic Metals**, v. 157, n. 10, p. 454-459, 2007/06/01/ 2007. ISSN 0379-6779. Disponível em: <  
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0379677907001142> >.

KNOLL, G. F. **Radiation Detection and Measurement**. Wiley, 2000. ISBN 9780471073383.

LEE, C.; KANG, B. J.; OH, J. H. High-resolution conductive patterns fabricated by inkjet printing and spin coating on wettability-controlled surfaces. **Thin Solid Films**, v. 616, p. 238-246, 2016/10/01/ 2016. ISSN 0040-6090. Disponível em: <  
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0040609016304497> >.

LEE, K. H. et al. The change of bead morphology formed on electrospun polystyrene fibers. **Polymer**, v. 44, n. 14, p. 4029-4034, 2003/06/01/ 2003. ISSN 0032-3861. Disponível em: <  
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032386103003458> >.

LI, C. et al. Ballpoint pen tips as robust cone-jet electrospray emitters. **Journal of Aerosol Science**, v. 77, p. 10-15, 11// 2014. ISSN 0021-8502. Disponível em: <  
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0021850214000937> >.

LÓPEZ-HERRERA, J. M. et al. On the validity and applicability of the one-dimensional approximation in cone-jet electrospray. **Journal of Aerosol Science**, v. 61, p. 60-69, 2013/07/01/ 2013. ISSN 0021-8502. Disponível em: <  
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0021850213000694> >.

MACAGNANO, A.; DE CESARE, F. 17 - Electrospinning: A versatile technology to design biosensors and sensors for diagnostics A2 - Uyar, Tamer. In: KNY, E. (Ed.). **Electrospun Materials for Tissue Engineering and Biomedical Applications**: Woodhead Publishing, 2017. p.385-417. ISBN 978-0-08-101022-8.

MCKEE, M. G. et al. Correlations of solution rheology with electrospun fiber formation of linear and branched polyesters. **Macromolecules**, v. 37, n. 5, p. 1760-1767, 2004. ISSN 0024-9297.

MOYSÉS NUSSENZVEIG, H. Curso de Física Básica, Eletromagnetismo. **Curso de Física Básica 3: Eletromagnetismo**, 1998.

MUHAMMAD, N. M. et al. CIS layer deposition through electrospray process for solar cell fabrication. **Current Applied Physics**, v. 11, n. 1, p. S68-S75, 2011/01/01/ 2011. ISSN 1567-1739. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1567173910004232> >.

Multsim - Disponível em <http://www.ni.com/multisim/pt/>. Último acesso em Dezembro de 2017.

OKUNO, E.; YOSHIMURA, E. M. **Física das radiações**. Oficina de Textos, 2010. ISBN 9788579750052.

OLIVATI, C. A. et al. The influence of preparation method of OC1OC6-PPV films on the photo-oxidation process. **Polymer Degradation and Stability**, v. 91, n. 10, p. 2342-2346, 2006/10/01/ 2006. ISSN 0141-3910. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0141391006001200> >.

REED, A. B. The history of radiation use in medicine. **Journal of Vascular Surgery**, v. 53, n. 1, Supplement, p. 3S-5S, 2011/01/01/ 2011. ISSN 0741-5214. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0741521410017271> >.

ROTH, B.; SØNDERGAARD, R. R.; KREBS, F. C. 7 - Roll-to-roll printing and coating techniques for manufacturing large-area flexible organic electronics A2 - Logothetidis, Stergios. In: (Ed.). **Handbook of Flexible Organic Electronics**. Oxford: Woodhead Publishing, 2015. p.171-197. ISBN 978-1-78242-035-4.

SANSARE, K.; KHANNA, V.; KARJODKAR, F. Early victims of X-rays: a tribute and current perception. **Dentomaxillofacial Radiology**, 36 Portland Place, London, W1B 1AT, v. 40, n. 2, p. 123-125, 10/27/received 11/27/revised 02/09/accepted 2011. ISSN 0250-832X/1476-542X. Disponível em: < <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC3520298/> >.

SINGH, B. N.; PANDA, N. N.; PRAMANIK, K. A novel electrospinning approach to fabricate high strength aqueous silk fibroin nanofibers. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 87, p. 201-207, 2016/06/01/ 2016. ISSN 0141-8130. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0141813016301179> >.

TAUHATA, L. et al. Fundamentos de Radioproteção e Dosimetria. **IRD/CNEN, Rio de Janeiro**, 2001.

TAYLOR, G. Disintegration of water drops in an electric field. Proceedings of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, 1964, The Royal Society. p.383-397.

TUBIANA, M.; NORDMANN, R. Wilhelm Conrad Röntgen et la découverte des rayons X. Discussion. **Bulletin de l'Académie nationale de médecine**, v. 180, n. 1, p. 97-108, 1996. ISSN 0001-4079.

VALENTINI, L. et al. Flexible Transistors Exploiting P3HT on Paper Substrate and Graphene Oxide Film as Gate Dielectric: Proof of Concept. **Science of Advanced Materials**, p. 530-533, 2013.

WILM, M. S.; MANN, M. Electrospray and Taylor-Cone theory, Dole's beam of macromolecules at last? **International Journal of Mass Spectrometry and Ion Processes**, v. 136, n. 2, p. 167-180, 1994/09/22/ 1994. ISSN 0168-1176. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0168117694040249> >.

WILSON, P.; LEKAKOU, C.; WATTS, J. F. A comparative assessment of surface microstructure and electrical conductivity dependence on co-solvent addition in spin coated and inkjet printed poly(3,4-ethylenedioxythiophene):polystyrene sulphonate (PEDOT:PSS). **Organic Electronics**, v. 13, n. 3, p. 409-418, 2012/03/01/ 2012. ISSN 1566-1199. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1566119911003867> >.

ZHAO, X.-Y. et al. Effects of Damkhöler number of evaporation on the morphology of active layer and the performance of organic heterojunction solar cells fabricated by electrospray method. **Solar Energy Materials and Solar Cells**, v. 134, p. 140-147, 3// 2015. ISSN 0927-0248. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927024814006163> >.

**ANEXO A**

```
#include <Stepper.h>
const int stepsPerRevolution = 500;
const int c=10; //Velocidade
const int a=0; // Sentido e numero de voltas
const int b=2000; // Delay entre os passos

Stepper myStepper(stepsPerRevolution, 8,10,9,11);

void setup()
{
  //Determina a velocidade inicial do motor
  myStepper.setSpeed(c);
}

void loop()
{
  //Gira o motor no sentido horario a 90 graus

  myStepper.step(a*2048);
  delay(b);
}
```

**ANEXO B**

```
#include <Stepper.h>
int antihorario =3;
int horario=2;
int passos=0;
int leitura=0;
int leitura2=0;

const int stepsPerRevolution= 2100;
Stepper myStepper(StepsPerRevolution, 8,10,9,11);

void setup()
{
    pinMode(horario,INPUT);
    pinMode(anti-horario,INPUT);
    myStepper.setSpeed(10);
}
void loop()
{
    leitura=digitalRead(horario);
    if(leitura !=0)
    {
        myStepper.step(-1);
    }
    else
    {
        myStepper.step(0);
    }
    leitura2 = digitalRead(antihorario);
    if (leitura2 != 0)
    {
        myStepper.step(1);
    }
    else
    {
        myStepper.step(0);
    }
}
```

## ANEXO C

01/12/2017

Roundcube Webmail :: Fwd: [COBEC-SEB 2017] Notificação de aceite do artigo 122

Assunto **Fwd: [COBEC-SEB 2017] Notificação de aceite do artigo 122**

De Aline Ferreira da Silva <nineferreirasilva@gmail.com>

Para <mauriciofos@ufu.br>

Data 2017-07-31 09:57

----- Mensagem encaminhada -----

De: "COBEC-SEB 2017" <[cobecseb2017@easychair.org](mailto:cobecseb2017@easychair.org)>

Data: 30 de jul de 2017 22:41

Assunto: [COBEC-SEB 2017] Notificação de aceite do artigo 122

Para: "Aline Silva" <[nineferreirasilva@gmail.com](mailto:nineferreirasilva@gmail.com)>

Cc:

Aline Silva,

É com grande satisfação que informamos que o trabalho intitulado ESTUDO DE CAPACITORES COMERCIAIS PARA APLICAÇÃO EM DOSIMETRIA DAS RADIAÇÕES IONIZANTES, foi avaliado e recomendado para apresentação no COBEC-SEB 2017, a ser realizado de 23 a 26 de outubro de 2017, em Uberlândia, MG.

A forma de apresentação de seu artigo, se pôster ou oral, será indicada posteriormente.

Seguem abaixo os pareceres dos revisores. O artigo final, incluindo possíveis revisões destacadas em amarelo, deverá ser encaminhado pelo sistema EasyChair até o dia 13 de agosto de 2017.

Aproveitamos a oportunidade para convidá-lo (a) a acompanhar as últimas informações sobre o evento por meio de nosso website

<http://www.sobec.com.br/index.php/apresent-cobecseb2017>

A Comissão Científica do COBEC-SEB 2017 agradece a sua participação no COBEC-SEB 2017.

----- REVIEW 1 -----

PAPER: 122

TITLE: ESTUDO DE CAPACITORES COMERCIAIS PARA APLICAÇÃO EM DOSIMETRIA DAS RADIAÇÕES IONIZANTES

AUTHORS: Aline Silva, Éder Carmo, Kelly Nishida, Ana Paula Perini, Lucio Neves and Mauricio Foschini

----- Overall evaluation -----

O trabalho propõem o desenvolvimento de um dosímetro baseado em diodos comerciais.

O mesmo está bem escrito e, a metodologia científica esta de acordo, com bons resultados, discussões e conclusões. Entretanto, faço aqui algumas perguntas a fim de contribuir para o melhor entendimento do trabalho e, quem sabe, no seu próprio desenvolvimento.

Resumo e Abstract: Bem escrito, sem contribuições.

Introdução: "...cujas respostas dependerão da seção de choque do dielétrico e de sua blindagem." Os autores conhecem a seção de choque do material utilizado? Conhecem ao menos a composição do material para que seja simulado em Monte Carlo e seja estimado a seção de choque do material e da blindagem do mesmo? Acredito que este seria um dado interessante.

Materiais e métodos: Bem escrito, sem contribuições.

Resultados e discussões: Bem escrito, sem contribuições.

Conclusões: No resumo foi dito "Com os resultados adquiridos, pode-se concluir que os capacitores comerciais podem ser utilizados como sensores, em calibração de equipamentos de raios-x, em substituição à câmara de ionização, quando não se requer alta precisão." porém no texto os autores não chegaram a essa conclusão no texto. Acho essa pontuação interessante e de fundamental importância. Os autores compararam seus resultados com um detector calibrado?

## ESTUDO DE CAPACITORES COMERCIAIS PARA APLICAÇÃO EM DOSIMETRIA DAS RADIAÇÕES IONIZANTES

Aline F. Silva, Kelly Nishida, Éder José do Carmo,  
Lucio Pereira Neves, Ana Paula Perini e Mauricio Foschini

Instituto de Física, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia – MG, Brasil.  
e-mail: nineferreirasilva@gmail.com

**Resumo:** A utilização de feixes de raios-x requer o conhecimento de suas características, pois estas variam com o equipamento utilizado. Para isto, são utilizados procedimentos de dosimetria, que detectam a quantidade de dose absorvida ou a dose de radiação fornecida a um sistema utilizando-se eletrômetros e câmaras de ionização, que são muito utilizadas devido à sua estabilidade na resposta. Assim, neste trabalho foi feito a confecção de um circuito básico, utilizando um seguidor de tensão com AO de  $10^{12}\Omega$  de impedância, e capacitores comerciais para caracterização de raios-x, substituindo a câmara de ionização. A principal vantagem no uso de capacitores refere-se ao fato de possuírem uma engenharia simples e didática. O experimento consistiu em incidir radiação ionizante no capacitor de prova e monitorar a tensão de carga/descarga deste, comparando-o com um capacitor de referência no circuito. Os dados foram adquiridos utilizando-se um osciloscópio de bancada e, para análise destes, manteve-se a corrente fixa em 1 mA, e variou-se a tensão do equipamento de raios-x de 7kV até 35kV. Por meio do coeficiente angular inicial obteve-se a resposta de uma corrente devido ao efeito corresponde à incidência de radiação no capacitor de prova. Apesar dos ótimos resultados adquiridos sobre os capacitores comerciais, serão necessários mais ensaios tanto para determinação da sua eficiência e precisão quanto à sua utilização como sensores, em calibração de equipamentos de raios-x, em substituição à câmara de ionização, quando não se requer alta precisão.

**Palavras-chave:** dosimetria, eletrômetros, câmara de ionização, Raios-X, capacitores

**Abstract:** The use of x-ray beams requires knowledge of their characteristics, as these vary with the equipment used. For this, dosimetry procedures are used, which detect the amount of absorbed dose or the dose of radiation supplied to a system using electrometers and ionization chambers, due to their stability. Thus, this work consisted in the construction of a basic circuit with an electrometer using a voltage follower with  $10^{12}\Omega$  impedance AO and commercial capacitors for x-ray characterization, replacing the ionization chamber, but with the advantage of simple engineering and Didactic The experiment consisted in focusing ionizing radiation on the test capacitor and evaluating the charge / discharge of this by comparing it with a reference capacitor for the circuit.

*The data were acquired using a bench oscilloscope and, for the analysis of these, the current was kept fixed at 1 mV and the voltage of the x-ray equipment was varied from 7kV to 35kV. The initial angular coefficient obtained a current due to the effect corresponds to the radiation incident on the test capacitor. Despite of the excellent results obtained on commercial capacitors, more tests will be needed both to determine their efficiency and accuracy as to their use as sensors, in calibration of x-ray equipment, in replacement of the ionization chamber, when high precision is not required.*

**Keywords:** Dosimetry, electrometers, ionization chamber, X-Ray.

### Introdução

Câmaras de ionização são sistemas que utilizam meios gasosos como detectores e podem possuir diversos formatos, dependendo de sua aplicação. São constituídas basicamente de uma parede, constituído por um material condutor, e preenchidas por ar, com um eletrodo coletor em seu interior [1, 5]. As suas características de construção, principalmente a forma e o tamanho do volume de coleção de cargas fazem com que este instrumento seja muito preciso [2, 5]. Como exemplo destes dispositivos, temos a câmara de ionização de ar livre que detecta radiação gama até 300keV. Para radiações de mais alta energia, a câmara de ionização cavitária, com parede de grafite, é o tipo empregado, visto que o alcance de elétrons secundários em material sólido é muito menor que o alcance no ar, sendo isto o que impossibilita a construção de câmaras de ar livre para feixes de radiação de energias altas [3, 4].

A câmara de ionização compreende um espaço de ar confinado entre dois eletrodos, posicionados como um capacitor de placas paralelas. O princípio básico de funcionamento de uma câmara de ionização está baseado na coleta de íons primários gerados no volume sensível da câmara de ionização, pela radiação incidente, a partir da aplicação de uma diferença de potencial [2, 4].

A partir deste princípio, entende-se que eletrodos comerciais com placas paralelas possam responder positivamente como um dosímetro, cujas respostas dependerão da seção de choque do dielétrico e de sua blindagem.

Para isso, neste trabalho, foram utilizados capacitores de placas planas e paralelas, com incidência transversal e a blindagem removida. O próximo passo para realização deste trabalho será simular as medidas de seção de choque e blindagem utilizando o método *Monte Carlo* (MMC) e utilizar de detectores calibrados para finalizar o projeto.

Dessa forma, este trabalho tem como objetivo utilizar capacitores comerciais como uma câmara de ionização, para a obtenção de medidas dosimétricas, a partir de efeitos fotoelétricos presentes nos materiais que constituem o capacitor.

### Materiais e métodos

Foram utilizados capacitores de PET (polietilenotereftalato), com placas planas, paralelas e retangulares como sensores, com capacitância de 1nF, blindagens de 250V e seção de choque  $(6 \pm 5) \times 10^{-3} \text{ m}^2$ , da marca EPCOS, com incidência transversal e a blindagem removida.

O circuito esquematizado na Figura 1 foi montado com um seguidor de tensão, utilizando o circuito integrado TL074CN, que contém quatro amplificadores operacionais e apresenta impedância nas entradas inversora e não inversora da ordem de  $10^{12} \Omega$ . Devido a entrada com J-FET, o projeto torna-se eficiente para medidas potenciométricas de alta impedância. O seguidor de tensão foi montado em uma placa de circuito impresso, com a entrada não inversora isolada da placa, e soldada diretamente ao fio de entrada do capacitor de prova e do capacitor de referência.

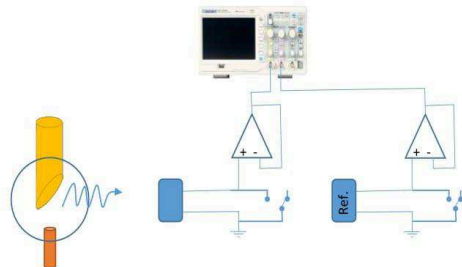


Figura 1: Esquema simplificado do arranjo experimental utilizando um capacitor como amostra e outro como referência.

O equipamento de Raios-X utilizado foi o X-Ray XR 4.0 da *Phywe*, com tubo de cobre (09057-50) que opera com tensão de 0,0 até 35,0 kV e corrente de 0,00 até 1,00 mA.

A aquisição de dados foi realizada com um osciloscópio Siglent SDS1072CNL, 70MHz, 1G SC/s e salvos em um *pendrive*.

### Resultados e discussões

A figura 2 é a resposta de tensão do capacitor de prova com a incidência dos raios-X de baixa energia, variando-se inicialmente a corrente e mantendo-se o tubo com uma tensão fixa de 35kV. Para esta faixa de energia, o efeito predominante é o efeito fotoelétrico.

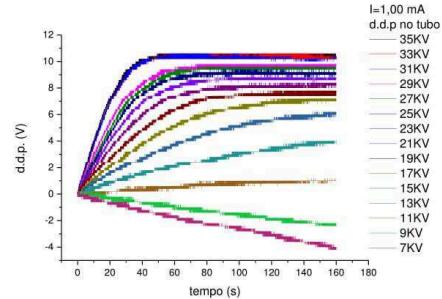


Figura 2: Respostas de tensão do capacitor de prova em função do tempo, com raios-X gerados variando-se a tensão de 7 kV até 35kV e corrente fixa de 1,00 mA.

Ao observar a figura 2, percebe-se o aparecimento de uma tensão de saturação para os efeitos envolvidos. Ao observar os extremos das curvas, pode-se perceber que a relação da corrente de saturação, próxima ao tempo de 160 s, não será linear, mas pode-se determinar o coeficiente angular do início da carga do capacitor, que fornecerá a taxa de variação do potencial no capacitor, ou seja, a corrente elétrica inicial do circuito.

Sendo a diferença de potencial em um capacitor proporcional à variação de carga pela capacitância, e a taxa da variação de carga em função do tempo a corrente elétrica, pode-se relacionar a taxa inicial da variação do potencial com a corrente inicial total na carga do capacitor. Sendo assim, é possível relacionar a corrente obtida pelo efeito de interação com a radiação, com a corrente de fuga pelo circuito integrado, conforme a equação 1:

$$\frac{dV_{cap}}{dt} = \frac{dq_{cap}}{dt} \cdot \frac{1}{C} = (i_{efeito} + i_{fuga}) \cdot \frac{1}{C} \quad (1)$$

Sendo  $V_{cap}$  a diferença de potencial medida no capacitor,  $C$  a capacitância,  $q_{cap}$  a carga do capacitor,  $i_{efeito}$  a corrente gerada internamente ao capacitor devido à interação com a radiação ionizante e  $i_{fuga}$  a corrente elétrica gerada pelo circuito integrado.

Com o resultado dos coeficientes angulares iniciais da curva de carga do capacitor em função do potencial aplicado ao tubo, foi obtida a figura 3.

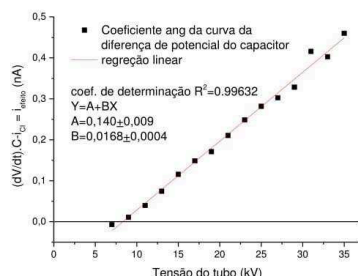


Figura 3: Corrente obtida internamente no capacitor em função da corrente elétrica do tubo de raios-X com tensão fixa aplicada de 35kV.

Observa-se na figura 3 que a resposta da corrente de efeito gerada no capacitor é linear, em função da diferença de potencial aplicada no tubo, ou seja, a corrente gerada no capacitor tem uma resposta linear em função da energia dos fótons incidentes.

Esta linearização da resposta da corrente devido à interação da radiação com a matéria, indica o quanto é promissor a caracterização dos capacitores comerciais na aplicação em dosimetria das radiações ionizantes.

Em sequência, pôde-se realizar a variação da corrente elétrica com uma tensão fixa (35kV) no tubo de raios-X, obtendo assim a figura 4.

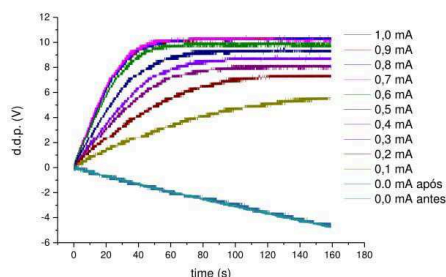


Figura 4: Respostas do capacitor de prova em função do tempo para raios-X gerados com correntes de 0,00 até 1,00 mA e tensão fixa de 35kV.

Observa-se na figura 4 que a resposta do circuito com o capacitor, em relação a corrente zero, antes e depois da incidência dos raios-X, permanece inalterada. Isso demonstra a estabilidade com todos os ensaios realizados neste experimento, ou seja, a propriedade isolante do dielétrico permaneceu inalterada. É possível observar que o potencial do capacitor ainda tende para um limite de saturação como na figura 2.

### Conclusão

Os resultados obtidos mostraram que o capacitor comercial de poliéster tem possibilidade de ser utilizado

como dosímetro para calibração de equipamentos que operam com raios-x em substituição à câmara de ionização. Contudo, se faz necessário mais testes quanto à eficiência, precisão e estabilidade do mesmo e realizar a comparação com dosímetros comerciais.

### Agradecimentos

Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG, Projetos No. APQ-03049-15, APQ-02934-15), CAPES (Projeto Pro-Estratégia No. 1999/2012), CNPq (Projetos No. 157593/2015-0, 421603/2016-0 e 420699/2016-3).

### Referências

- [1] Caldas, LVE, Sartoris, CE. Aplicação de metodologia dosimétrica de feixes terapêuticos de raios x com sistema Tandem. In: Radiol Bras; 2001. p. 337-42.
- [2] Amazonas IB. Desenvolvimento e caracterização de uma câmara de ionização totalmente polimérica para dosimetria de raios-x [dissertação]. Recife: Universidade Federal de Pernambuco; 2005.
- [3] Bulla RT. Métodos de calibração de câmaras de ionização de placas paralelas para dosimetria de feixes de elétrons [dissertação]. São Paulo: Universidade de São Paulo; 1999.
- [4] Johns HE, Cunningham JR. The physics of radiology. 4th ed. Springfield. Charles C. Thomas – Publisher, 1983.
- [5] Knoll GF. Radiation Detection and measurement. 4th ed. John Wiley & Sons, Inc; 2010. p. 131-49.