

## 15º Congresso de Inovação, Ciência e Tecnologia do IFSP - 2024

### Síntese hidrotérmica e caracterização do $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C},\text{Mg}$ para aplicações em dosimetria luminescente

ALEXANDRE MENDES ARALIOS<sup>1</sup>, CARLOS ANTONIO DA ROCHA<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Graduando em Engenharia Mecânica, Bolsista CNPQ, IFSP, Campus São Paulo, [alexandre.aralios@aluno.ifsp.edu.br](mailto:alexandre.aralios@aluno.ifsp.edu.br)

<sup>2</sup> Doutor, Professor EBTT, IFSP Campus São Paulo, [carlosrocha@ifsp.edu.br](mailto:carlosrocha@ifsp.edu.br)

Área de conhecimento (Tabela CNPq): 3.09.01.03-0 Instrumentação para medida e controle da radiação

**RESUMO:** Este trabalho investiga a dosimetria luminescente, medindo a quantidade de energia depositada por radiação em um material, o qual, no presente trabalho, é o óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) dopado com Carbono e Magnésio. A síntese desse material emprega o uso de um reator hidrotérmico. Após a síntese, o material é caracterizado por técnicas como difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV), buscando determinar suas propriedades e compará-las com amostras de referência. O estudo também envolve o desenvolvimento e análise de um reator hidrotérmico de baixo custo, utilizando o material PEEK, adequado para uso em micro-ondas devido às suas propriedades não condutoras e de alta resistência mecânica. O projeto do reator, realizado no AutoCad, foi analisado pelo método de elementos finitos (MEF), através do programa Inventor, com o intuito de garantir sua eficácia e segurança. O objetivo principal é sintetizar  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C},\text{Mg}$  e produzir pastilhas para uso em dosimetria, com a caracterização do material por meio de várias técnicas analíticas para obter um bom candidato a dosímetro, além de obter um reator hidrotérmico de baixo custo para baratear o processo.

**PALAVRAS-CHAVE:** Reator Hidrotérmico; Dosimetria das Radiações; co-dopagem; DRX-MEV; termoluminescência; óxido de alumínio.

### Hydrothermal Synthesis and Characterization of $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C},\text{Mg}$ for Luminescent Dosimetry Applications

**ABSTRACT:** This work investigates luminescent dosimetry, measuring the amount of energy deposited by radiation in a material, which in this work is aluminum oxide ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) doped with carbon and magnesium. This material is synthesized using a hydrothermal reactor. After synthesis, the material is characterized using techniques such as X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM), in order to determine its properties and compare them with reference samples. The study also involves the development and analysis of a low-cost hydrothermal reactor using the PEEK material, which is suitable for use in microwaves due to its non-conductive properties and high mechanical strength. The design of the reactor, made in AutoCad, was analyzed using the finite element method (FEM), through the Inventor program, in order to guarantee its effectiveness and safety. The main objective is to synthesize  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C},\text{Mg}$  and produce pellets for use in dosimetry, characterizing the material using various analytical techniques to obtain a good candidate for a dosimeter, as well as obtaining a low-cost hydrothermal reactor to make the process cheaper.

**KEYWORDS:** Hydrothermal Reactor; Radiation Dosimetry; co-doping; XRD-SEM; thermoluminescence; aluminum oxide.

## INTRODUÇÃO

Este estudo investiga a dosimetria luminescente, com foco na síntese e caracterização do  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dopado com C e Mg para uso em dosímetros. A síntese envolve o uso de sulfato de alumínio, ureia, sacarose, e hidróxido ou cloreto de magnésio como precursores. Inicialmente, foi utilizada uma abordagem tradicional com um reator hidrotermal convencional, confeccionado em aço inox. No entanto, devido ao longo tempo de reação para síntese do  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , procurou-se uma alternativa mais rápida e eficiente para a síntese. A resposta para essa busca é o uso de um micro-ondas para realizar o aquecimento. Esse método baseia-se na interação da radiação eletromagnética com os dipolos elétricos das moléculas, resultando em aquecimento rápido e uniforme (Almeida, 2006).

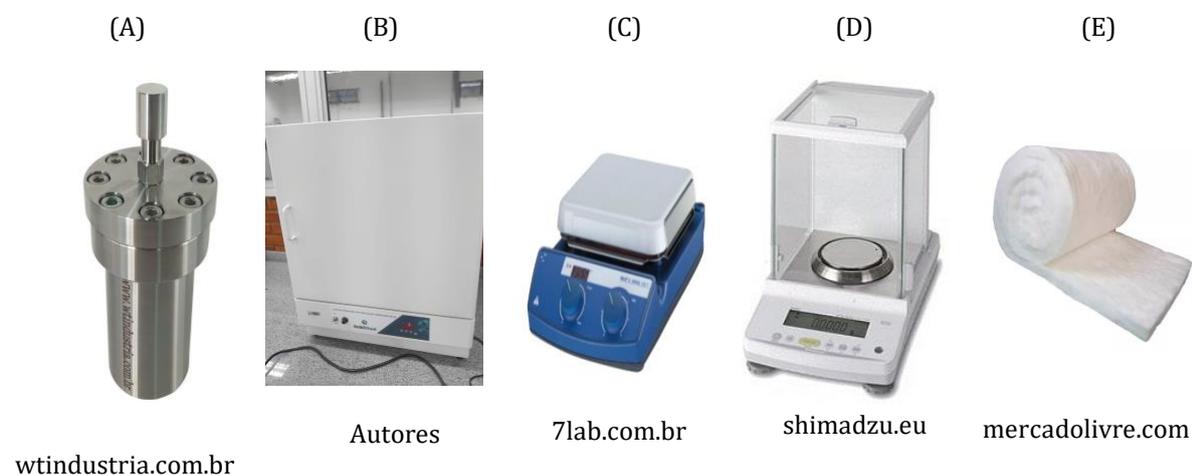
Para viabilizar essa síntese no micro-ondas, foi selecionado o material PEEK (Poli(éter-éter-cetona)) para a construção do reator, devido às suas propriedades isolantes, resistência a altas temperaturas, e excelente estabilidade química (Wiebeck; Harada, 2005). O reator de PEEK foi projetado e validado por meio do Método de Elementos Finitos (MEF), utilizando a análise de tensões de Von Mises para assegurar sua eficácia e segurança no processo de síntese.

A caracterização das amostras sintetizadas foi realizada através de técnicas como difração de raios X (DRX) para determinar as fases cristalinas (Fonseca Filho; Lopes, 2013), microscopia eletrônica de varredura (MEV) para análise morfológica (UFSCar, 2024), e espectroscopia de raios X por energia dispersiva (EDS) para analisar a composição química das superfícies. Além disso, técnicas de análise termogravimétrica (TGA) e análise térmica diferencial (DTA) podem ser aplicadas para estudar variações de massa e efeitos térmicos em diferentes temperaturas (UFSC, 2023). O objetivo final é sintetizar e caracterizar pastilhas de  $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C},\text{Mg}$  para uso em dosimetria, comparando sua performance com amostras de referência.

## MATERIAL E MÉTODOS

### Síntese hidrotermal do pó do $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C},\text{Mg}$ :

Os materiais utilizados para a síntese são mostrados na Figura 1:

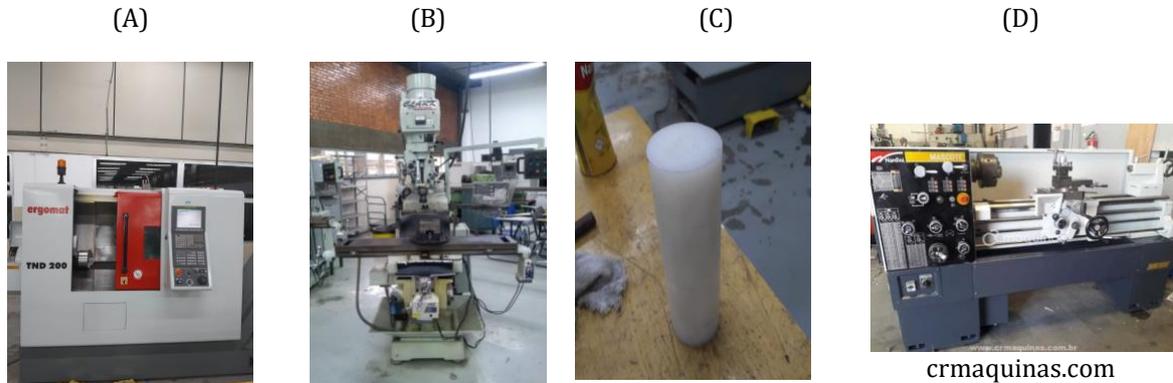


**Figura 1:** (A) Reator Hidrotermal; (B) Estufa de Secagem; (C) Base Agitadora, (D) Balança de precisão; (E) Manta para a forja.

A síntese foi realizada utilizando um reator hidrotermal, balança de precisão, base agitadora magnética, estufa de secagem e manta para forja. Inicialmente, os reagentes— Hidróxido de Magnésio (ACS CIENTÍFICA) em 1%, Sulfato de Alumínio (14 a 18  $\text{H}_2\text{O}$ ) (ACS CIENTÍFICA) em 9,0015g, Sacarose (0,1 wt%) (ACS CIENTÍFICA) em 3,0125g, Ureia (ÊXODO CIENTÍFICA) em 3,0125g e Água Deionizada— foram pesados com a balança de precisão e misturados no reator, o qual fora envolvido na manta de forja para diminuir as perdas por calor.. O reator foi colocado na base agitadora e aquecido a  $120^\circ\text{C}$  por 2 horas e depois deixado em repouso por 32 horas. O material obtido foi seco na estufa a  $50^\circ\text{C}$  por 12

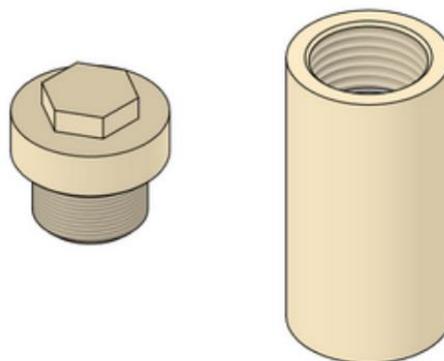
horas. O composto obtido foi então enviado e analisado por DRX e TGA no LCT - Laboratório de Caracterização Tecnológica da USP para verificar sua composição e estrutura.

Simultaneamente, foi projetado um reator em PEEK, com o uso do software Inventor e análise de elementos finitos para garantir a resistência à pressão e temperatura presentes na reação. Em seguida, iniciou a confecção de um protótipo em Nylon do reator. O tarugo de nylon e o maquinário utilizado são mostrados na Figura 2.



**Figura 2:** Aparelhagem utilizada na confecção do protótipo do reator hidrotermal. (A) Torno Mecânico Mascote MS-205X1000, (B) Fresadora Clark VSE, (C) Tarugo de Nylon, (D) Torno Mecânico Mascote MS-205X1000.

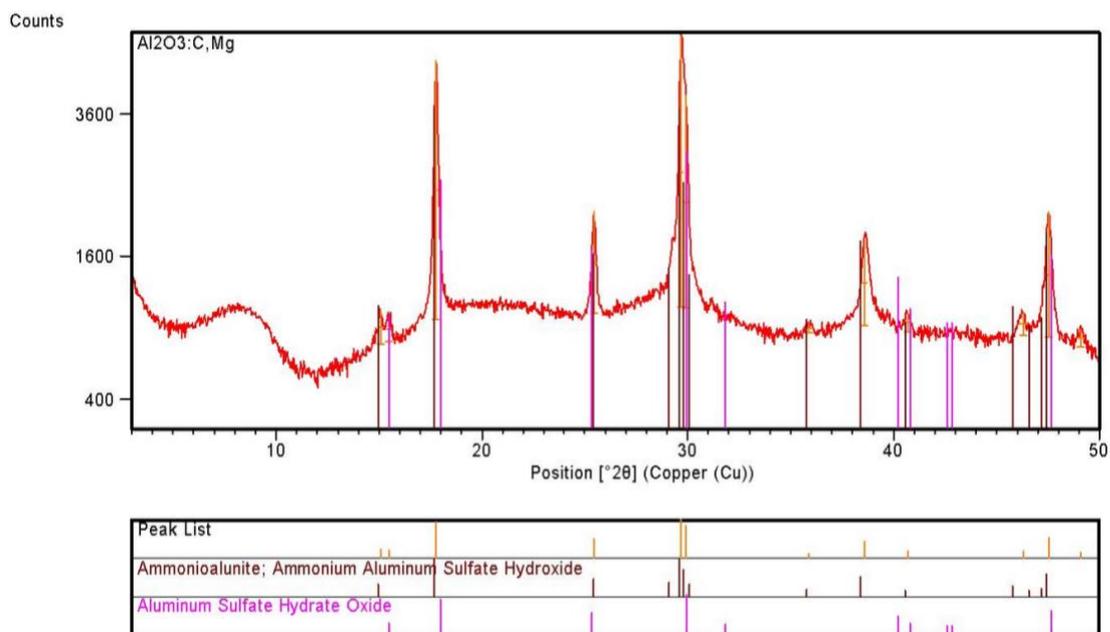
Com todas as ferramentas e materiais preparados, a usinagem da tampa do protótipo foi iniciada no Torno Mecânico CNC, seguindo uma programação prévia com base no projeto da tampa. O tarugo de Nylon foi fixado e o processo de usinagem ocorreu automaticamente. Em seguida, o tarugo foi cortado no torno Mascote MS-205X1000 e o furo central foi criado e alargado para permitir a usinagem interna, a qual foi feita em seguida até atingir o diâmetro desejado. A rosca interna foi feita e testada a rosca da tampa usinada pelo CNC, devido sua maior precisão. O desbaste externo foi realizado para alcançar as dimensões finais e acabamento, seguido pelo fresamento do encaixe para chave fixa, garantindo o fechamento adequado da tampa do reator, conforme projeto mostrado na Figura 3.



**Figura 3:** Projeto do reator hidrotermal em PEEK realizado no programa Inventor.

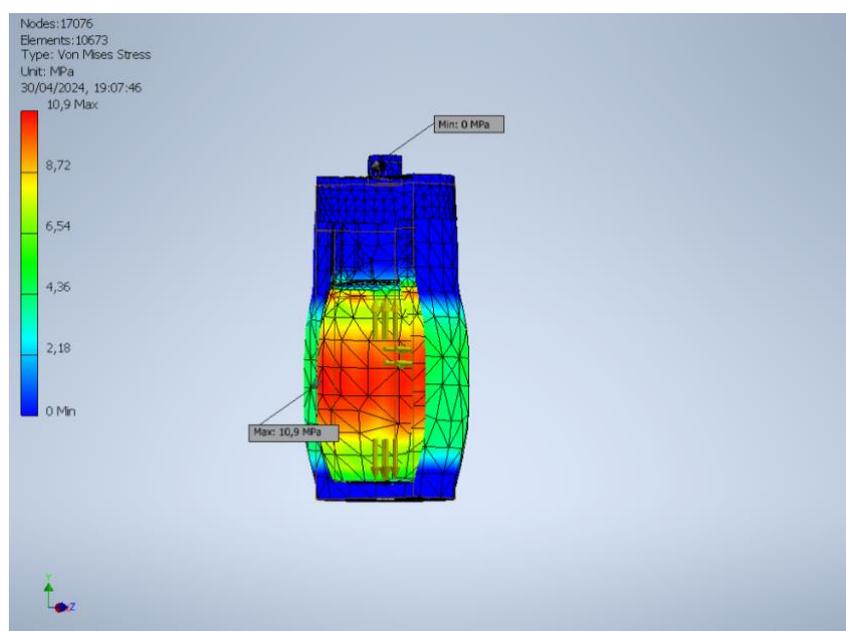
## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após o envio do composto produzido no reator hidrotermal para análise de DRX, obteve-se o resultado mostrado na Figura 4, onde é possível observar que a caracterização por DRX para o óxido de alumínio mostrou que a reação não foi completa, como sinalizam os picos marrom e rosa, que exibem as fases baseadas no sulfato de alumínio e que coincidem com a linha vermelha. A análise também não mostrou nenhum sinal dos dopantes, indicando que o material não atingiu a fase luminescente. Foi possível comprovar também que a amostra apresentava uma grande fase amorfa, indicando que o material não ficou inteiramente cristalino.



**Figura 4:** Gráfico DRX para o Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:C,Mg. Fonte: LCT - Laboratório de Caracterização Tecnológica – USP.

Com os resultados obtidos na análise de elementos finitos pela tensão de Von Mises, mostrados na Figura 5, podemos concluir que o projeto do reator com o material PEEK (Poli(éter-éter-cetona)) atingiu a tensão de Von Mises máxima de 10,9 MPa.

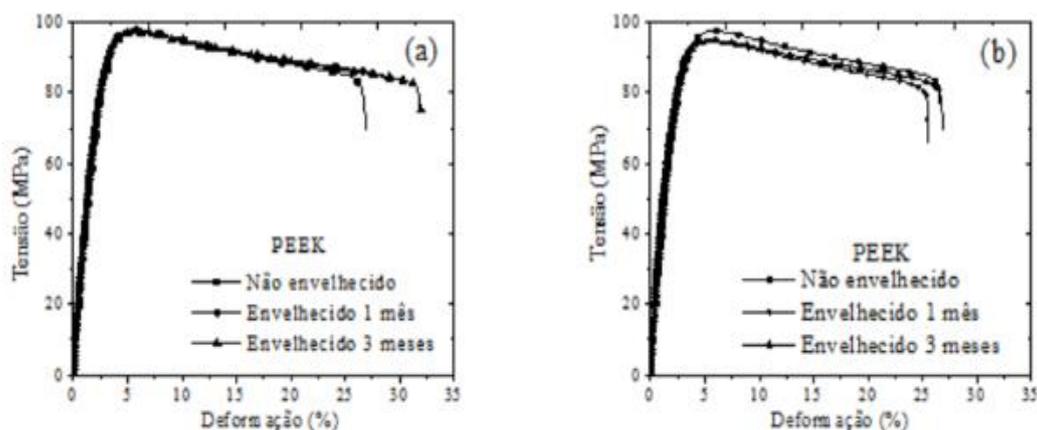


**Figura 5:** Resultado da análise por M.E.F. do Reator Hidrotermal confeccionado em PEEK.

Com base na pesquisa de Silva e Costa (2019), a qual aborda diversas caracterizações do material PEEK, obtém-se algumas propriedades mecânicas importantes para analisar a viabilidade do projeto. A curva tensão versus deformação, mostrada na Figura 6, mostra que o limite elástico para o material é alcançado por volta de 80 Mpa, bem acima dos 10,9 MPa atingidos na simulação.

Os resultados obtidos na simulação MEF, juntamente com os dados obtidos na literatura (PEEK virgem, vide Tabela 1), permitem concluir que o reator é apto para trabalhar nas condições de pressão e temperatura da reação hidrotermal, devido às tensões de Von-Mises (10.9 MPa máxima) obtidas na

simulação não ultrapassarem o limite de escoamento do PEEK encontrados na literatura, possibilitando a confecção do projeto. Além disso, com a criação do protótipo utilizando o material Nylon, foi possível corroborar que os equipamentos dos laboratórios do IFSP-SPO estão aptos para a usinagem do projeto final com material PEEK, pois um bom acabamento superficial e tolerâncias dimensionais foram atingidas.



**Figura 6:** Curva Tensão x Deformação do PEEK FONTE: Silva e Costa (2019).

**Tabela 1:** Propriedades mecânicas do material PEEK. Fonte: Incomplast.com.br

Propriedade Mecânica	Norma	Valor
Tensão de escoamento à tração	DIN 53455 / ASTM D638 / ISO R 527	90 MPa
Tensão de ruptura à compressão	ASTM D695	118 MPa
Tensão de ruptura à flexão	ASTM D790	170 MPa
Módulo de elasticidade à tração	DIN 53457 / ASTM D638 / ISO R527	3600 MPa
Módulo de elasticidade à flexão	DIN 53457 / ASTM D790	4100 MPa

## CONCLUSÕES

Neste trabalho sintetizou-se o  $Al_2O_3:C,Mg$  utilizando o método de síntese hidrotermal. Embora o reator tenha funcionado bem e o óxido formado tenha ficado com a granulação bem fina, após a caracterização por DRX foi possível concluir que a reação não foi completa, aparecendo fases do sulfato de alumínio, o que caracteriza um resultado não satisfatório, pois o material não chega à fase luminescente e fica amorfo. Como os dopantes Carbono e Magnésio são a principal fonte para o armadilhamento de elétrons, o fato deles não aparecerem no ensaio de DRX indica que não houve dopagem na rede cristalina e a fase luminescente não foi atingida. Esse desfecho ruim pode estar relacionado às porcentagens de dopagem e/ou às temperaturas e taxas de aquecimento utilizadas.

Como proposta de melhoria, cabe apontar a possibilidade de calcinar o material para obter melhores resultados. É recomendável repetir o ensaio diversas vezes, variando as temperaturas e os tempos de reação. Por outro lado, o futuro uso do reator PEEK no forno de micro-ondas pode aumentar em muito a taxa de aquecimento e favorecer a produção do Óxido de Alumínio.

## CONTRIBUIÇÕES DOS AUTORES

A. M. Aralios contribuiu com a revisão, redação, pesquisa, análise dos resultados, metodologia e experimentos. C. A. da Rocha, contribuiu com orientação, curadoria e correção do trabalho e metodologia.

Todos os autores contribuíram com a revisão do trabalho e aprovaram a versão submetida.

## AGRADECIMENTOS

Gostaria de expressar minha imensa gratidão a Felipe Alcântara Lima, pelo apoio e colaboração durante todo processo; ao Carlos Antônio da Rocha pela orientação, colaboração e por possibilitar minha participação na iniciação científica; ao Flávio Henrique Manarelli pela disponibilidade, ajuda, e do compartilhamento de seu grande conhecimento em processos de fabricação e usinagem; ao Christian A. F. Bastos pela orientação e ajuda com seu vasto conhecimento em química em todos os processos da síntese e ao Roberto T. E. K. Martins pelo suporte e compartilhamento seu amplo conhecimento em dosimetria luminescente. Agradeço também ao meu pai Miguel e minha mãe Angela Aralios pelo apoio incondicional na jornada de produção deste trabalho. Finalmente, agradeço ao CNPq pelo apoio financeiro.

## REFERÊNCIAS

ALMEIDA, D. K. A. **Nanoestruturas de óxido de cobre obtidas por novo método hidrotermal de micro-ondas**. SÃO CARLOS – SP: UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS, 2006

FONSECA FILHO; LOPES – Fonseca Filho, H. D.; Lopes, G. A. C., **Avanços em caracterização de amostras sólidas cristalinas através de Difractometria de Raios-X**. Estação Científica (UNIFAP), 3 n. 1(2013), 31–45 (2013).

SILVA, A. J. J. A; COSTA M. F. **Avaliação mecânica de materiais poliméricos utilizando indentação instrumentada (TII): Revisão de conceitos e estudo de caso**. Revista de Engenharia e Tecnologia, 2019 - revistas.uepg.br.

UFSCAR. (2024). **Difração de Raio-X (DRX) - Fases Cerâmicas Cristalinas**. CCDM. <http://www.ccdm.ufscar.br/ensaios-tecnologicos-em-materiais/ceramicas-ensaio-tecnologico/blocos-e-artigos-ceramicos/difracao-de-raio-x-drx-fases-ceramicas-cristalinas/>

UFSC. **Análises térmicas – TGA, DTA e DSC**. Disponível em: <<https://policom.ufsc.br/analises-termicas/>>. Acesso em 10 de Julho 2024.

WIEBECK H., HARADA J. **Plásticos de engenharia: tecnologia e aplicações**. Ed. ARTLIBER, 350p, 2005.