



MINISTÉRIO DA
CIÊNCIA, TECNOLOGIA
E INOVAÇÕES



sid.inpe.br/mtc-m21c/2021/01.27.14.29-TDI

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO POLIETILENO DE ULTRA-ALTO PESO MOLECULAR - BORO PARA APLICAÇÕES AEROESPACIAIS

Wiliam Oliveira da Silva

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. Maria do Carmo de Andrade Nono, Francisco Cristovão Lourenço de Melo, e Claudio Antonio Federico, aprovada em 08 de dezembro de 2020.

URL do documento original:

<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34R/443QUE5>>

INPE
São José dos Campos
2020

PUBLICADO POR:

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE
Coordenação de Ensino, Pesquisa e Extensão (COEPE)
Divisão de Biblioteca (DIBIB)
CEP 12.227-010
São José dos Campos - SP - Brasil
Tel.:(012) 3208-6923/7348
E-mail: pubtc@inpe.br

CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO DA PRODUÇÃO INTELLECTUAL DO INPE - CEPPII (PORTARIA Nº 176/2018/SEI-INPE):

Presidente:

Dra. Marley Cavalcante de Lima Moscati - Coordenação-Geral de Ciências da Terra (CGCT)

Membros:

Dra. Ieda Del Arco Sanches - Conselho de Pós-Graduação (CPG)
Dr. Evandro Marconi Rocco - Coordenação-Geral de Engenharia, Tecnologia e Ciência Espaciais (CGCE)
Dr. Rafael Duarte Coelho dos Santos - Coordenação-Geral de Infraestrutura e Pesquisas Aplicadas (CGIP)
Simone Angélica Del Ducca Barbedo - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

BIBLIOTECA DIGITAL:

Dr. Gerald Jean Francis Banon
Clayton Martins Pereira - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:

Simone Angélica Del Ducca Barbedo - Divisão de Biblioteca (DIBIB)
André Luis Dias Fernandes - Divisão de Biblioteca (DIBIB)

EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:

Ivone Martins - Divisão de Biblioteca (DIBIB)
Cauê Silva Fróes - Divisão de Biblioteca (DIBIB)



MINISTÉRIO DA
CIÊNCIA, TECNOLOGIA
E INOVAÇÕES



sid.inpe.br/mtc-m21c/2021/01.27.14.29-TDI

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DO COMPÓSITO POLIETILENO DE ULTRA-ALTO PESO MOLECULAR - BORO PARA APLICAÇÕES AEROESPACIAIS

Wiliam Oliveira da Silva

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. Maria do Carmo de Andrade Nono, Francisco Cristovão Lourenço de Melo, e Claudio Antonio Federico, aprovada em 08 de dezembro de 2020.

URL do documento original:

<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34R/443QUE5>>

INPE
São José dos Campos
2020

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Silva, Wiliam Oliveira da.

Si38s Síntese e caracterização do compósito polietileno de ultra-alto peso molecular - boro para aplicações aeroespaciais / Wiliam Oliveira da Silva. – São José dos Campos : INPE, 2020.
xxvi + 169 p. ; (sid.inpe.br/mtc-m21c/2021/01.27.14.29-TDI)

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2020.

Orientadores : Drs. Maria do Carmo de Andrade Nono, Francisco Cristovão Lourenço de Melo, e Claudio Antonio Federico.

1. PEUAPM. 2. Boro amorfo. 3. Compósito. 4. Atenuação de radiação gama. I.Título.

CDU 678.742.2



Esta obra foi licenciada sob uma Licença [Creative Commons Atribuição-NãoComercial 3.0 Não Adaptada](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0/).

This work is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 3.0 Unported License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0/).



MINISTÉRIO DA
CIÊNCIA, TECNOLOGIA
E INOVAÇÕES



INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

**DEFESA FINAL DE DISSERTAÇÃO DE WILIAM OLIVEIRA DA SILVA
BANCA N º: 263/2020**

No dia 08 de dezembro de 2020, às 14h, por videoconferência, o aluno mencionado acima defendeu seu trabalho final (apresentação oral seguida de arguição) perante uma Banca Examinadora, cujos membros estão listados abaixo. O aluno foi APROVADO pela Banca Examinadora, por unanimidade, em cumprimento ao requisito exigido para obtenção do Título de Mestre em Engenharia e Tecnologia Espaciais/ Ciência e Tecnologia de Materias e Sensores. O trabalho precisa da incorporação das correções sugeridas pela Banca Examinadora e revisão final pela orientadora Dra Maria do Carmo de Andrade Nono.

Título: "Síntese e caracterização do compósito polietileno de ultra-alto peso molecular - boro para aplicações aeroespaciais"

O aluno tem 60 dias corridos para efetuar as correções.

Eu, Dra. Maria do Carmo de Andrade Nono, como Presidente da Banca Examinadora, assino esta ATA em nome de todos os membros.

Membros da Banca:

Dra. Maria do Carmo de Andrade Nono Presidente / Orientador(a) INPE
Dr. Francisco Cristovão Lourenço de Melo Orientador(a) AMR/IAE/DCTA
Dr. Cláudio Antonio Federico Orientador(a) IEAv/CTA
Dr. Miguel Adriano Inácio Membro da Banca INPE
Dr. Antônio Paschoal Del'Arco Júnior Convidado(a) AMR/IAE/DCTA



Documento assinado eletronicamente por **Maria Do Carmo de Andrade Nono, Pesquisador Titular**, em 21/10/2021, às 16:33 (horário oficial de Brasília), com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <http://sei.mctic.gov.br/verifica.html>, informando o código verificador **8219330** e o código CRC **F540B89A**.

Referência: Processo nº 01340.006307/2021-69

SEI nº 8219330

“Quem não se movimenta, não sente as correntes que o prendem.”

LUXEMBURGO, Rosa

À minha linda e amada Ágata que, desde o início, acreditou nas minhas insanidades e aceitou, junto a mim, gerar a mais bela loucura das nossas vidas: a linda Lara.

À minha mãe e minha irmã pelo apoio, consciente e inconsciente, para o meu trajeto acadêmico-profissional.

AGRADECIMENTOS

À Ágata, que sempre me deu todo o incentivo possível para que esse trabalho fosse possível de ser realizado.

À minha orientadora, Profa. Dra. Maria do Carmo de Andrade Nono, que desde o início deu crédito, tempo e a motivação necessária para que este trabalho fosse realizado.

Aos meus co-orientadores Prof. Dr. Francisco Cristóvão Lourenço de Melo (Pires) e Prof. Dr. Antônio Paschoal Del'Arco, que foram muito além do trabalho de co-orientar pois, de fato, proporcionaram a mim um riquíssimo aprendizado que foi de extrema importância para que obtivéssemos os resultados escritos aqui.

Ao Prof. Dr. Claudio Antônio Federico, também meu co-orientador, por todo tempo e paciência com os processos de irradiação dos materiais e ajuda com a coleta e o tratamento dos dados obtidos.

À BRASKEM pela doação do PEUAPM que foi extremamente útil para este trabalho.

Ao LDA/IEAv, representado por Sgt. Cláudio Mariano Silva, Marlon Antônio Pereira e Maria Cecília Conceição Évora, que cedeu espaço e tempo para que este trabalho fosse devidamente realizado.

Ao pessoal do TEC-AMB/LAS/INPE, principalmente os meus caros Janaína e Miguel, de fundamental importância para que este trabalho lograsse êxito.

Ao LIT/INPE pela doação de nitrogênio líquido para utilização no processo de irradiações gama.

Aos meus amigos Aline Fontana Batista e Adriano Luiz de Paula, com quem caminhei junto, em meio a tantas dificuldades e desafios que, indissociáveis (ou quase), conseguimos superar.

À área de seção de ensaios da AMR, representada por João Marcos Kruszynski de Assis (LMEV) e Christian Frederico de Ávila Von Dollinger (LMAT) pelo apoio e disponibilidade de equipamentos para a preparação, o processamento e os ensaios dos materiais produzidos nos laboratórios LMEV, LCFQ, LMPO e LPPO.

Ao meu amigo João Carlos Fernandes (LMPO-AMR) por todo suporte e ensinamentos transmitidos a mim neste período.

Aos meus amigos Anselmo de Oliveira Campos, Hélio Calixto, Leonardo Ladeira de Oliveira (todos da AMR) e Elizeu do Nascimento Filho (AIE) que tiveram tanta paciência e ofereceram tantas formas de ajuda, principalmente quando eu mais precisei.

Aos meus colegas da APR-PPP (Denise Villela Barcza Stockler Pinto, Maximiliano Alvarenga e José Plínio Passos) que, na medida do possível, proporcionaram que eu tivesse o tempo necessário para que eu pudesse estudar e escrever esta dissertação.

À APR, na pessoa da Cap. Camila Maria Lapa, pela disponibilidade na realização dos ensaios e caracterizações nas instalações do LAAI e LAAQ.

Aos laboratórios LAAI e LAAQ da APR, representados pelos suas respectivas chefias, Silvana Navarro Cassu e Jairo Sciamareli, pelas análises de TMA e ensaios de densidade para caracterização realizados nos materiais processados.

Ao Douglas Henrique da Silva Costa (AIE-S-LEES) pelos ensaios de tração realizados nos materiais.

Aos meus companheiros Lili, Tino, Chico e Atena que, diariamente e de maneira inconsciente, deram a mim todo o conforto e carinho para vencer mais esse desafio.

RESUMO

Este trabalho visou o estudo do compósito formado por polietileno de ultra-alto peso molecular (PEUAPM) – que é a matriz –, e boro amorfo – que é o aditivo –, para a utilização aeroespacial visando a sua aplicação na blindagem de radiações gama ou fótons de alta energia. Os materiais, que foram produzidos variando-se as quantidades de aditivo em cada um deles – 2,5%, 5,0%, 7,5% e 10% em termos de volume – foram produzidos por meio da técnica de compressão térmica para a consolidação da matriz polimérica. Técnicas de caracterização foram utilizadas para determinar as propriedades dos materiais e prováveis alterações nas interações entre partículas ou moléculas dos dois componentes, assim como explicar comportamentos específicos em ensaios mecânicos e térmicos realizados nos mesmos. Nos ensaios envolvendo imagens, tais como microscopias estereoscópica e eletrônica de varredura foi possível verificar a boa dispersão do material aditivo na matriz. Observou-se que apesar das propriedades mecânicas, tais como módulo de elasticidade, limite de resistência à tração e alongamento apresentarem tendências de terem sido prejudicadas para frações maiores de aditivo no material, existe uma provável correlação entre a quantidade de aditivo e a variação de propriedades tais como coeficiente de atenuação para radiação gama, temperatura de fusão e de distorção ao calor, para as quais ocorreu alguma melhora em função do aumento da quantidade de aditivo.

Palavras-chave: PEUAPM. Boro amorfo. Compósito. Atenuação de radiação gama.

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF THE ULTRA-HIGH MOLECULAR WEIGHT POLYETHYLENE - BORON COMPOSITE FOR AEROSPACE APPLICATIONS

ABSTRACT

This work aimed the study of the composite formed by ultra high-molecular weight polyethylene (UHMWPE) – that is a matrix – and amorphous boron – that is an additive –, for aerospace use, aiming at its application in shielding gamma rays or high-energy photons. The materials, that were produced by varying the amounts of additive in each of them – 2,5%, 5,0%, 7,5% and 10%, depending of volume – were produced through thermic compression technique for the consolidation of the polymeric matrix. Characterization techniques were used to determine the properties of the materials and probably variations in the interactions between particles or molecules of the two components, so how explain specific behaviours at mechanic and thermal tests performed on the same. In the tests involving images, such as stereoscopic microscopy and scanning electronic microscopy it was possible to verify the good dispersion of the additive material in the matrix. It was observed that despite the mechanical properties, such as modulus of elasticity, limit of tensile strength and elongation, tend to decrease for larger fractions of additive in the material, there is a probable correlation between the amount of additive and the variation of properties such as attenuation coefficient for gamma rays, melting temperature and heat distortion temperature, for which some improvement has occurred due to the increase in the amount of additive.

Keywords: UHMWPE. Amorphous boron. Composite. Gamma rays attenuation.

LISTA DE FIGURAS

	<u>Pág.</u>
Figura 2.1 – O espectro eletromagnético.	7
Figura 2.2 – Gráfico do coeficiente de absorção de fótons em função da energia, com a descrição do processo dominante em cada curva.....	9
Figura 2.3 – Aumento da taxa de equivalência de dose ambiente em função da altitude calculada para o mês de janeiro de 2008 na latitude de São José dos Campos.....	12
Figura 2.4 – Representação da emissão da radiação gama pelo núcleo.....	21
Figura 2.5 – Representação da unidade icosaédrica do boro.	25
Figura 2.6 – Reação de polimerização do etileno	30
Figura 2.7 – Estrutura macromolecular segundo o modelo da micela franjada	33
Figura 2.8 – Diversas representações para o polietileno linear.....	35
Figura 2.9 – Desenho com a dimensão da cadeia do PEUAPM	36
Figura 2.10 – Estrutura do transvinileno.....	39
Figura 2.11 – Esquema com algumas possibilidades de reações para formação de ligações cruzadas no PEUAPM.....	40
Figura 2.12 – Etapas da formação do grupo transvinileno	42
Figura 3.1 – Fluxograma relativo às etapas de confecção dos materiais analisados neste trabalho.....	50
Figura 3.2 – Misturador em “V” marca TREU.....	53
Figura 3.3 – O molde e seus acessórios utilizados para produzir as placas. ...	54
Figura 3.4 – Prensa PHD utilizada para produzir os materiais.....	55
Figura 3.5 – Algumas placas produzidas dos materiais utilizados no trabalho.	56
Figura 3.6 – Balança analítica Mettler-Toledo XPE205.....	58
Figura 3.7 – Modos de vibração do grupo metileno.	59
Figura 3.8 – Modos vibracionais do tipo dobramento simétrico (I) e assimétrico (II).	60
Figura 3.9 – Espectrômetro Perkin Elmer Spectrum One utilizado nas análises de FTIR.	60
Figura 3.10 – Analisador Térmico DSC Perkin Elmer, modelo Pyris I.....	61

Figura 3.11 – Representação esquemática de uma curva de TMA em um processo de expansão térmica.....	64
Figura 3.12 – Equipamento de análise termomecânica.	64
Figura 3.13 – Equipamento para testes de tração MTS Landmark.	65
Figura 3.14 – Estereoscópio Zeiss STEMI-SV 11, e microscópio óptico Zeiss Axio Imager A2m, da direita para a esquerda, respectivamente.	67
Figura 3.15 – Desenho esquemático para comparação entre microscópio óptico e microscópio eletrônico de varredura	68
Figura 3.16 – Microscópio eletrônico de varredura Mira 3.	69
Figura 3.17 – Esquema de configuração do equipamento utilizado para a determinação do coeficiente de atenuação.....	71
Figura 3.18 – Estrutura (blindagem) de chumbo para acondicionamento de amostras (a), arranjo experimental para transmissão de raios gama, contendo o suporte de amostras desmontado (b) e montado no interior da estrutura de acondicionamento e sobre o detector de germânio hiperpuro (c).	72
Figura 4.1 – Dados (experimentais e teóricos) relativos à massa específica dos materiais em função da fração volumétrica do boro.....	73
Figura 4.2 – Espectros de FTIR dos materiais.	76
Figura 4.3 – Curvas de DSC dos materiais.	80
Figura 4.4 – Trechos das curvas de DSC dos materiais.	81
Figura 4.5 – Curva de TMA de uma amostra de PEUAPM.	86
Figura 4.6 – Curva de TMA de uma amostra de PE+2,5B.	86
Figura 4.7 – Curva de TMA de uma amostra de PE+5,0B.	87
Figura 4.8 – Curva de TMA de uma amostra de PE+7,5B.	87
Figura 4.9 – Curva de TMA de uma amostra de PE+10B.	88
Figura 4.10 – Corpos de prova utilizados nos ensaios de tração sob a norma ASTM D638-14.....	93
Figura 4.11 – Fotomicrografia óptica do PEUAPM em pó ampliada 50 vezes.	96
Figura 4.12 - Fotomicrografia estereoscópica do PEUAPM consolidado ampliada 63 vezes.	97
Figura 4.13 - Fotomicrografia óptica do boro amorfo ampliada 500 vezes.....	98

Figura 4.14 – Fotomicrografia estereoscópica do material PE+2,5B ampliada 20 vezes.....	98
Figura 4.15 – Fotomicrografia estereoscópica do material PE+5,0B ampliada 20 vezes.....	99
Figura 4.16 – Fotomicrografia estereoscópica do material PE+7,5B ampliada 20 vezes.....	99
Figura 4.17 – Fotomicrografia estereoscópica do material PE+10B ampliada 20 vezes.....	99
Figura 4.18 – Fotomicroscopias do PEUAPM em pó ampliadas 200 vezes (a) e 1.000 vezes (b).....	101
Figura 4.19 – Fotomicroscopia do PEUAPM consolidado ampliada 1.000 vezes.	101
Figura 4.20 – Fotomicroscopias do boro amorfo ampliadas em (a) 1.000 e (b) 50.000 vezes.....	102
Figura 4.21 – Fotomicroscopias dos compósitos (PE+2,5B, PE+5,0B, PE+7,5B e PE+10B) ampliadas 1.000 vezes.	103
Figura 4.22 – Fotomicroscopias dos compósitos (PE+2,5B, PE+5,0B, PE+7,5B e PE+10B) ampliadas 20.000 vezes.	105
Figura 4.23 – Espectro com as energias de fótons analisados neste trabalho (indicadas pelos retângulos azuis).	106
Figura 4.24 – gráfico da intensidade relativa, $\ln(I_0/I)$, em função da espessura do sistema.....	108
Figura 4.25 – Gráfico de μ/ρ em função da energia de fótons no PEUAPM. .	109
Figura 4.26 – Gráfico de μ/ρ em função da energia de fótons no PE+2,5B. ..	110
Figura 4.27 – Gráfico de μ/ρ em função da energia de fótons no PE+5,0B. ..	110
Figura 4.28 – Gráfico de μ/ρ em função da energia de fótons no PE+7,5B. ..	111
Figura 4.29 – Gráfico de μ/ρ em função da energia de fótons no PE+10B. ...	111

LISTA DE TABELAS

	<u>Pág.</u>
Tabela 2.1 – Propriedades básicas dos fótons.....	20
Tabela 3.1 – Principais propriedades do PEUAPM.....	48
Tabela 3.2 – Principais propriedades do boro.....	49
Tabela 3.3 – Dados sobre massa específica do compósito e frações mássicas do aditivo e matriz em função das frações volumétricas do aditivo e da matriz do compósito.....	52
Tabela 3.4 – Identificação de cada uma das amostras pesquisadas neste trabalho.....	57
Tabela 4.1 – Dados de massa específica (experimental e teórica).....	74
Tabela 4.2 – Identificação e característica de cada banda ou pico nos espectros.....	77
Tabela 4.3 – Valores de T_F , ΔH e %X para cada material estudado.....	82
Tabela 4.4 – Dados extraídos das curvas de TMA dos materiais analisados. .	88
Tabela 4.5 – Comparações entre valores de α_i	91
Tabela 4.6 – Dados dos ensaios de tração dos materiais.....	94
Tabela 4.7 – Dados relativos às dimensões médias das partículas de PEUAPM em pó.....	97
Tabela 4.8 – Energias dos picos de maior relevância ou intensidade do espectro do ^{152}Eu	107
Tabela 4.9 – Valores experimentais de μ/ρ para cada pico de energia em cada um dos materiais produzidos.....	112
Tabela 4.10 – Valores de μ/ρ simulados para cada pico de energia em cada um dos materiais produzidos.....	113
Tabela 4.11 – Razão entre os valores de μ/ρ experimental e simulado para cada pico de energia em cada um dos materiais produzidos.....	114
Tabela 4.12 – Coeficientes de atenuação total experimental dos materiais...	115
Fonte: Produção do autor (2019).	115
Tabela 4.13 – Coeficientes de atenuação total simulados dos materiais.....	116

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ABIPLAST	Associação Brasileira da Indústria do Plástico
b	Barn
CEM	Campo Eletromagnético
Da	Dalton
FEG	<i>Field Emission Gun</i> (tradução: canhão de missão de campo)
FTIR	<i>Fourier Transformed Infra-Red</i> (tradução: infravermelho com transformada de Fourier)
Gy	Gray
<i>LRT</i>	Limite de resistência à tração
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
mSv	Microsievert
PEUAPM	Polietileno de ultra-alto peso molecular
T_F	Temperatura de Fusão
T_{DC}	Temperatura de distorção ao calor
T_g	temperatura de transição vítrea (do inglês, <i>glass transition temperature</i>)
TID	<i>Total Ionizing Dose</i> (tradução: dose total ionizante)
XPS	<i>X-ray photoelectron spectroscopy</i> (tradução: espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios-X)
Z	Número atômico

LISTA DE SÍMBOLOS

λ	Comprimento de onda
ν	Frequência
c	Velocidade da luz no vácuo
h	Constante de Planck
α	Emissão ou partícula alfa
β	Emissão ou partícula beta
γ	Emissão ou radiação gama
ρ	Massa específica
σ	Seção de choque
Å	Angstrom
α_l	Coefficiente de dilatação linear
ϵ	Alongamento axial
σ_l	Limite de escoamento

SUMÁRIO

	<u>Pág.</u>
1 INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Objeto de estudo	1
1.2 Objetivos.....	2
1.2.1 Objetivo geral	2
1.2.2 Objetivos específicos	2
1.3 Motivação	3
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	5
2.1 Radiações, emissões e suas características	5
2.2 Efeitos das radiações nos seres vivos e equipamentos eletrônicos	9
2.3 Compósitos.....	16
2.4 Irradiação por fótons de alta energia ou raios gama.....	20
2.5 Atenuação e blindagem de radiações.....	21
2.6 Revisão da literatura relativas aos componentes dos compósitos.....	25
3 MATERIAIS E MÉTODOS	47
3.1 Polietileno de ultra-alto peso molecular	47
3.2 O boro.....	49
3.3 Metodologia experimental.....	49
3.4 Quantificação dos componentes no material compósito.....	50
3.5 Confeção das placas.....	52
3.6 Técnicas de caracterização e ensaios dos materiais.....	57
3.6.1 Densidade hidrostática relativa	57
3.6.2 Espectroscopia no FTIR.....	58
3.6.3 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	60
3.6.4 Análise termomecânica (TMA).....	62
3.6.5 Teste de tração para materiais plásticos.....	65
3.6.6 Microscopias Estereoscópica e Óptica.....	66
3.6.7 Microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (FEG- MEV) 67	
3.6.8 Espectroscopia e dosimetria de radiações nos materiais.....	70

4	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	73
4.1	Densidade ou massa específica	73
4.2	Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)	75
4.3	Análise térmica por calorimetria diferencial de varredura	79
4.4	Análise termomecânica (TMA).....	85
4.5	Ensaio de tração	92
4.6	Microscopias estereoscópica e óptica	96
4.7	Microscopia Eletrônica de Varredura.....	100
4.8	Espectroscopia e dosimetria de radiações	106
5	CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS.....	119
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	125
	APÊNDICE A – Obtenção dos dados simulados no programa XCOM	138
	APÊNDICE B – Detalhamento dos dados experimentais dos experimentos de radiação gama.....	140
	APÊNDICE C – Detalhamento dos dados experimentais dos experimentos de transmissão de radiação dos materiais	155

1 INTRODUÇÃO

Historicamente, os setores de aviação (comercial e de defesa) e espacial convivem com problemas direta e indiretamente relacionados com radiações de natureza cósmica. Atualmente, vários estudos são realizados por instituições de pesquisa nessas áreas para entender e minimizar os efeitos de tais fenômenos. Aliás, a área de saúde ocupacional também realiza estudos sobre os efeitos nocivos na saúde dos trabalhadores que exercem atividades contínuas em tais setores.

Esta parte inicial abordará a respeito da radiação cósmica, seus impactos e métodos para mitigá-las ou atenuá-las.

1.1 Objeto de estudo

O estudo das radiações, seus efeitos e formas de mitigação e proteção de seres humanos e equipamentos eletrônicos é de fato extremamente importante para o desenvolvimento da Ciência e de outros setores como o de saúde e industrial. De imediato, é importante entender os princípios e definições sobre o assunto, assim como os materiais correlatos à proposta e a maneira de obtenção dos mesmos (NOUAILHETAS, 2004).

A atividade laboral no ramo da aviação, sendo ela comercial ou militar, tem como principais fatores contrários os riscos à saúde dos profissionais que trabalham na mesma, tornando essa atividade ocupacional como de natureza bastante insalubre em função da exposição a vários agentes ambientais responsáveis por tais riscos, como a radiação cósmica (MELO; NETO, 2012).

A atenuação é um processo no qual a intensidade de uma radiação é reduzida em função de interações da mesma com o material que pode ser usado como anteparo e que a absorve. Sendo uma blindagem, essa intensidade pode ser reduzida ao ponto de ser desprezível. As principais interações que as radiações podem ter com a matéria são na forma do efeito fotoelétrico, efeito Compton e na produção de pares (TAUHATA, 2014).

Existem vários trabalhos envolvendo a aplicação de materiais para atenuação, mitigação ou blindagem de radiações. Por conta da variedade de materiais que podem ser combinados, visto que as características específicas dos seus componentes podem incrementar alguma outra importante função no mesmo, diversos compósitos são estudados para os mais variados fins.

Desta forma, o Grupo de Pesquisas Micro e Nanotecnologias em Cerâmicas e Compósitos (TECAMB), do Laboratório de Sensores e Materiais (LAS) do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), em função de tais demandas, busca o desenvolvimento de materiais com características afins às supracitadas e a viabilidade de tornar os mesmos reproduzíveis e operacionais para estas atividades. Estas pesquisas e desenvolvimentos, iniciadas em 2010, contam com as parcerias de pesquisadores da Divisão de Materiais (AMR), do Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE) e do Laboratório de Dosimetria Aeroespacial (LDA) do Instituto de Estudos Avançados (IEAv), ambos do Comando da Aeronáutica (DCTA).

1.2 Objetivos

Em função da natureza deste trabalho, foi possível elencar um objetivo geral e determinados objetivos específicos.

1.2.1 Objetivo geral

Esse trabalho teve como objetivo geral a produção de um compósito com matriz de polietileno de ultra-alto peso molecular (PEUAPM) com boro amorfo (B), ou seja, um compósito PEUAPM-B, visando sua aplicação como material atenuador de radiações gama ou fótons de alta energia.

1.2.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos deste projeto de dissertação de mestrado foram:

a) criar uma metodologia para a obtenção do compósito;

b) caracterizar as matérias primas utilizadas em diversas técnicas, quando possível em virtude das características da mesmas, para comparações com as propriedades analisadas dos compósitos obtidos;

c) analisar as propriedades mecânicas e térmicas dos materiais compósitos usando diversos ensaios e técnicas de caracterização correlatas para estudar o comportamento dos mesmos;

d) analisar as propriedades de atenuação da radiação gama ou fótons de alta energia dos compósitos.

1.3 Motivação

Os processos de emissão de radiações são fenômenos naturais ou promovidos pelo funcionamento de determinados equipamentos eletrônicos. Ou seja, ocorrem de maneira espontânea desde a origem do nosso planeta. A exposição aos mesmos tem sido crescente com a difusão e desenvolvimento de novas tecnologias e, por isso, precisa ser compreendido e atenuado com o tempo através de estudos.

As radiações têm origem em eventos que ocorrem em escala atômica, seja no núcleo ou na eletrosfera da espécie atômica envolvida ou através de possíveis interações que ocorrem entre radiações e partículas dentro do núcleo atômico. Também é um fenômeno no qual ocorre transporte de energia entre dois pontos no espaço, através de um campo periódico ou entre partículas subatômicas. De certo modo, as radiações podem se apresentar na forma de partículas prótons, nêutrons, elétrons, pósitrons, emissões alfa, etc. sendo que todos podem ser produzidos em aceleradores de partículas ou em reatores ou através de núcleos radioativos a partir de emissões espontâneas, no caso dos três últimos citados (DORE, 2004; OKUNO, 2013; TAUHATA *et al*, 2014).

As pesquisas que buscam o desenvolvimento de novos materiais, preferencialmente multifuncionais, com bom desempenho para atenuação ou blindagem de radiações de nêutrons e raios gama têm oferecido diversos tipos de novidades acerca do tema e alternativas de usos dos mesmos para diversas

áreas, tais como aeronáutica, aeroespacial, médica e industrial (İRİM, 2018; JUMPEE; WONGSAWAENG, 2014; PEREIRA, 2013; SHIN, 2014).

Considerando o escopo deste trabalho, a ideia foi viabilizar, por meio de estudos, uma metodologia para a produção de compósitos que tenham como principal função a atenuação de radiações compostas por raios gama.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Diversos materiais que têm como principal função a atenuação ou a blindagem de radiações têm sido estudados recentemente. Os materiais, os componentes ou substâncias que compõem os mesmos, assim como os efeitos que determinados agentes podem oferecer, que serão abordados a seguir buscam impulsionar as principais propriedades dos mesmos, da mesma forma que podem fornecer dados que possam explicar comportamentos que podem ser dados como respostas em determinadas situações.

2.1 Radiações, emissões e suas características

As radiações também podem ser classificadas em função da maneira na qual as mesmas ionizam os átomos. Aquelas que são diretamente ionizantes transferem, além de energia, a carga que possuem para os mesmos. Não por acaso, essas são carregadas tais como partículas alfa e elétrons, por exemplo. Já as radiações indiretamente ionizantes transferem primordialmente energia para os elétrons contidos nos átomos e estes, por consequência, provocam o fenômeno da ionização quando são retirados de um átomo. Estes tipos de radiações, em função da sua natureza – pois são compostas por radiações eletromagnéticas e nêutrons – são altamente penetrantes e podem percorrer consideráveis distâncias dentro de um material, considerando uma escala atômica (TAUHATA *et al*, 2014).

Os principais tipos são as radiações gama, beta positiva (β^+), beta negativa (β^-), X, alfa, e nêutrons. A radiação alfa é considerada como núcleo de átomo do elemento hélio e a emissão beta que é considerada como um elétron de origem nuclear – e pode ser β^+ ou β^- , a depender se é um nêutron ou próton que será quebrado, em cada caso respectivamente. Em relação à radiação gama, que é sem carga e com massa extremamente desprezível, com alto poder de penetração e energia, têm origem na fissão de espécies atômicas e são produzidas em conjunto com partículas subatômicas como prótons e nêutrons através do que se chama de processos de ajuste, bem comuns em

átomos ou espécies químicas derivadas, que são os íons, nos quais há no núcleo excesso de prótons e/ou nêutrons (CARDOSO; BARROSO, 2005).

As radiações são divididas entre ionizantes e não-ionizantes. O primeiro tipo tem capacidade de retirar elétrons presentes em átomos do material durante sua passagem pelo mesmo. Podem ser formados íons (ânions ou cátions), no caso de uma cisão heterolítica na qual, em função da diferença de eletronegatividade entre os átomos de diferentes elementos químicos, ocorre a quebra da ligação de modo a fazer com que uma espécie química receba os elétrons dessa ligação em função de ser mais eletronegativa (formando um ânion) e a outra que perde esses mesmos elétrons (formando um cátion) (TAUHATA *et al*, 2014).

Já os radicais livres, no caso da cisão homolítica de uma ligação covalente, na qual cada um dos átomos fica com um elétron que formava a ligação quando a mesma existia (TAUHATA *et al*, 2014).

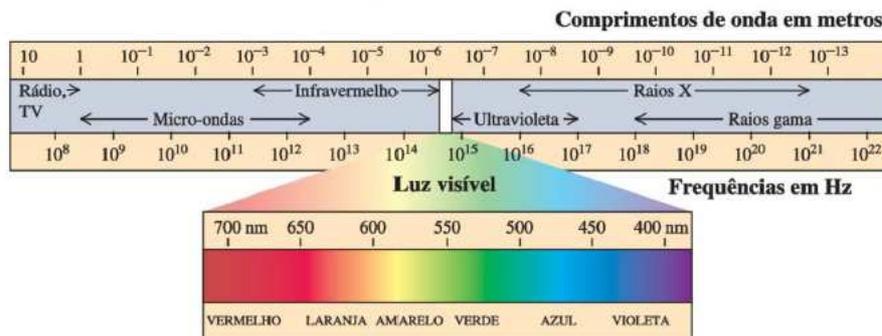
Já as radiações não-ionizantes são aquelas que não têm energia suficiente para arrancar elétrons de átomos ou moléculas presentes no material com o qual interagem, porém há transferência de energia em função desta interação (CARDOSO; BARROSO, 2005).

As radiações podem ser classificadas em função da origem e a ordem na qual interagem com a matéria. As radiações primárias são aquelas que interagem diretamente com o material e são oriundas de uma fonte original, tais como as radiações cósmicas. Já as radiações secundárias são produto da interação das radiações primárias. Em função disso, essas radiações podem ser compostas por diferentes tipos de partículas e emissões (PEREIRA, 2013).

As radiações podem ser consideradas de natureza ondulatória, como no caso da radiação eletromagnética, cuja composição apresenta campos elétrico e magnético perpendiculares entre si. Existem várias formas de manifestação da radiação eletromagnética, conforme a Figura 2.1, tais como onda de rádio, radar e os raios X e gama, os quais fazem parte do espectro não-visível, cujos valores de comprimento de onda tendem a ser menores que $1 \mu\text{m}$ (10^{-6} m) e

frequência maiores que 10^2 THz (10^5 GHz ou 10^{14} Hz) (YOUNG; FREEDMAN, 2015b).

Figura 2.1 – O espectro eletromagnético.



Fonte: Young e Freedman (2015b), p. 414.

A seção de choque é a área para a qual é possível medir a probabilidade de uma colisão ou interação entre um feixe de partículas ou emissão de alta energia e um determinado núcleo atômico, que tem como resultado o conseqüente espalhamento do feixe ou emissão após a ocorrência da interação. A depender das condições experimentais oferecidas, essa probabilidade de reação pode ser expressa em termos da área efetiva de cada núcleo atômico presente naquele elemento, já que a interação ocorre quando aquela região entra em contato com um fluxo de radiação, o qual é igual a uma partícula por unidade de área. Quaisquer valores de σ possuem dimensão de área e são medidos em uma unidade conhecida como barn ($1 \text{ b} = 10^{-24} \text{ cm}^2$) (AHMED, 2007; LEIGHTON, 1959; TERREMOTO, 2004).

As informações sobre dose absorvida ou dose total ionizante (conhecida como TID, sigla do inglês *total ionizing dose*) são fornecidas tendo como unidade principal o Gy (podendo ser expressas também na forma de taxa em função do tempo, $\text{Gy}\cdot\text{h}^{-1}$ ou $\text{Gy}\cdot\text{ano}^{-1}$), que é usada para indicar a taxa de energia absorvida ao longo do tempo. O valor de 1 Gy corresponde a energia de 1 J que é absorvida por 1 kg de material. Também se tem como unidade, já

em desuso, o rad (do inglês, *roentgen absorbed dose*). Neste caso, 1 rad é igual a $1 \times 10^{-2} \text{ J.kg}^{-1}$, e por consequência, $1 \text{ Gy} = 100 \text{ rad}$ (BOTELHO, 2006).

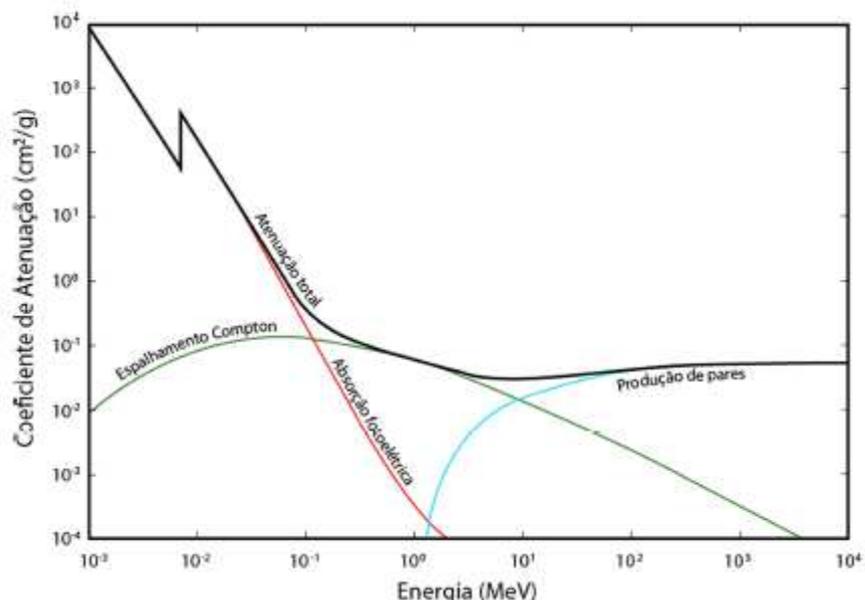
Já quando se trata de exposição de organismo biológico, pode ser determinada a dose equivalente, que já teve como unidade o rem (do inglês, *roentgen equivalent man*). Sabe-se que 1 rem é igual a $1 \times 10^{-2} \text{ J.kg}^{-1}$. Atualmente, a unidade principal é o Sv (ou sievert, geralmente utiliza-se mSv) e $1 \text{ Sv} = 100 \text{ rem}$. A energia das radiações é geralmente expressa em eV e seus múltiplos, como keV ou MeV. A energia de 1 eV equivale a $1,602 \times 10^{-19} \text{ J}$. (BOTELHO, 2006).

Quando partículas carregadas atravessam um meio material elas perdem energia quando ocorrem colisões com o mesmo. Uma grande parte destas perdas energéticas corresponde às interações com as nuvens eletrônicas presentes em átomos que compõem o material, que podem fazer com que as estruturas atômicas presentes tenham elétrons excitados ou sejam ionizadas (POVH *et al*, 2003).

Uma das principais formas de interação entre emissões ou partículas e matéria ocorre com os fótons, que são emissões de alta energia. A energia de um fóton é diretamente proporcional à sua frequência (ν) e pode ser calculada com a equação de quantização de energia E ($E = n\hbar\nu$). Existem três possibilidades de processos pelos quais um fóton pode interagir com a matéria: efeito fotoelétrico, efeito Compton e efeito da produção de pares (POVH *et al*, 2003).

O efeito fotoelétrico ocorre, com maior probabilidade em intervalos, de baixa energia para os fótons; já o efeito Compton tende a ser dominante entre 100 keV e valores logo abaixo de 10 MeV; e o efeito da produção de pares é bastante provável no intervalo seguinte ao supracitado, sendo que a preponderância da ocorrência de cada um dos efeitos também é dependente do número atômico (Z) do material absorvedor. Todos estes efeitos são descritos no gráfico contido na Figura 2.2 (POVH *et al*, 2003; YOSHIMURA, 2009).

Figura 2.2 – Gráfico do coeficiente de absorção de fótons em função da energia, com a descrição do processo dominante em cada curva.



Fonte: SÁ *et al* (2017), p.4.

2.2 Efeitos das radiações nos seres vivos e equipamentos eletrônicos

A maior parte das radiações ionizantes presentes no espaço próximo à Terra tem origem solar, e é este astro que libera emissões com todos os comprimentos de onda do espectro eletromagnético, através das labaredas solares e de ejeções de massa coronal. Ocorre, dessa forma, a emissão de radiações do tipo X, magnéticas e raios gama, sendo os ventos solares quem têm o papel de realizar o transporte das mesmas; além disso, na própria galáxia conta com fontes além da solar para gerar tais radiações com alta energia. Essas radiações, também chamadas de radiações cósmicas, também podem ser compostas por partículas (alfa, β^+ , β^- , prótons, íons pesados e nêutrons) com alta energia, com ordem entre 10^5 eV (no caso de prótons) e 10^7 eV (para o caso de elétrons). As partículas e/ou emissões formadas ficam aprisionadas no campo magnético terrestre que tem a propriedade de defletir ou reter as mesmas, considerando que o mesmo não é uniforme e sofre determinadas variações de intensidade que podem culminar nas tempestades

magnéticas (ODENWALD; GEYER, 2011; SILVA *et al*, 2013; FORTES *et al*, 2017).

Assim, a proteção oferecida ao Planeta Terra ocorre em função do campo magnético terrestre, que por sua vez captura parte das partículas formando os cinturões de Van Allen, que são regiões no espaço próximo à Terra na forma de anéis circulares que são compostos por elétrons e prótons de alta e baixa energia e que ficam a até 50.000 km, em relação à superfície terrestre. Esses cinturões retêm ou defletem parte das partículas carregadas que estão presentes nos ventos solares e evitam que as mesmas entrem em contato com a Terra, aumentando a quantidade de elétrons de variadas energias nestes cinturões de radiação (ODENWALD; GEYER, 2011; YOUNG; FREEDMAN, 2015a).

Os raios cósmicos, originados em região externa à atmosfera, podem, em considerável proporção, vencer essas barreiras magnéticas dispostas no espaço e chegar ao planeta, originando o que é conhecido como chuva de partículas. Essas partículas geram efeitos por conta da interação promovida ao atravessarem materiais semicondutores, por exemplo. Os efeitos causados são tipos de eventos de efeito isolado (sigla SEE, do inglês *single effects event*), como o *single event transient* e *single event upset*, que são responsáveis por prováveis alterações no funcionamento de equipamentos eletrônicos que sejam atingidos por partículas ou emissões em geral com alta energia (TODD; UZNANSKI, 2014).

Em razão da entrada na atmosfera terrestre destas partículas e emissões, podem ocorrer os eventos que têm potencial para causar efeitos dos mais variados tipos em equipamentos eletrônicos, comprometendo o funcionamento de dispositivos, causando problemas que vão desde a falha na transmissão de dados, problemas relativos ao funcionamento de aplicativos e programas (ou erros de *software*) até o dano permanente nos mesmos (TODD; UZNANSKI, 2014).

É sabido que quanto maior a altitude, maior é a exposição, ou seja, a taxa de dosagem, das radiações. Aliás, os efeitos disso podem ocorrer mesmo em ambientes tidos como mais seguros, inclusive, fora das grandes altitudes onde,

claramente, a exposição a estas radiações é comprovadamente mais intensa. Sabe-se também que as rotas aéreas comerciais são definidas em função dos custos operacionais das mesmas, principalmente em função de consumo de combustível e manutenções das aeronaves quanto maior a altitude, menor é o consumo de este insumo durante o voo (MATTHIÄ *et al*, 2015; SILVA, 2013).

Claro, em consequência, há uma maior exposição à radiação durante a realização de tal percurso aéreo, e os fatores benéficos em relação à radiação – ou seja, a redução da exposição à mesma – podem ser ainda mais favoráveis em período solar máximo, considerando voos realizados na Europa. Reduções na altitude de voo em cerca de 1.830 m poderia diminuir em cerca de 31% e 24% as taxas de dose de radiação em rotas polares e equatoriais, respectivamente, com um aumento de 8% no consumo de combustível pela aeronave (MATTHIÄ *et al*, 2015; MEIER *et al*, 2009).

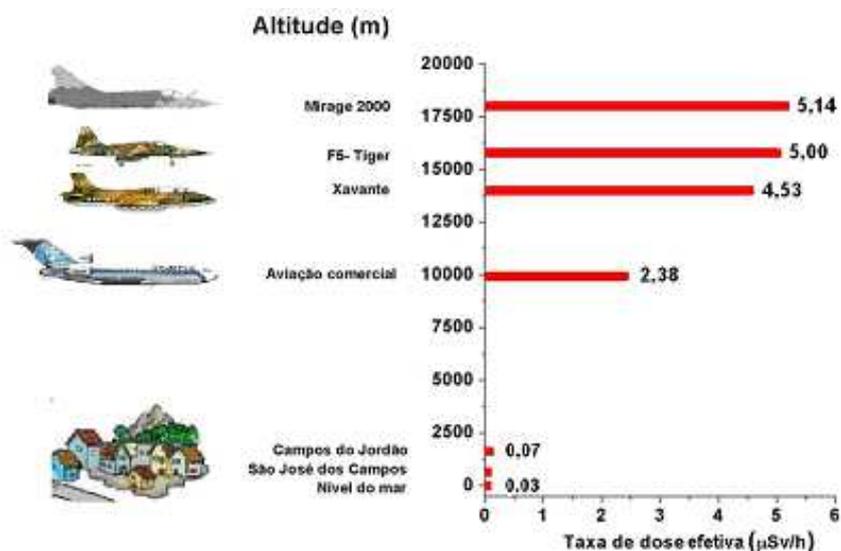
Os seres vivos que estão na região interna da atmosfera, mas próxima à crosta terrestre, estão mais protegidos das ações destas radiações, pois como o campo magnético atua como defletor, as partículas carregadas menos energéticas ficam retidas em função da proteção que o próprio campo magnético e a atenuação atmosférica oferecem. Já existem estudos que tentam correlacionar a atividade de trabalhadoras e trabalhadores da área aeronáutica – e a exposição às radiações cósmicas, tais como as não-ionizantes oriundas de campos magnéticos – com os riscos incidência de vários tipos de câncer, como os de mama, próstata, cérebro, testículos, bexiga, uretra, osso, reto, leucemia e melanoma. Porém, com espaço amostral reduzido e poucos casos, ainda não é possível estabelecer uma correlação mais forte com as atividades laborais relacionadas, apesar do fato de que em vários lugares do mundo já existem estudos que busquem estudar a possibilidade de correlacionar essas variáveis (AW, 2003).

É em função destas características que se pode dizer algo sobre os efeitos que existem em função das possíveis interações destas radiações com a matéria. As radiações ionizantes, com seu alto poder de penetrabilidade, podem interagir diretamente com núcleos e alterar significativamente a

natureza de um determinado material ou tecido que compõe algum organismo. Já as radiações não-ionizantes transferem energia, que passa a ser calor e, com isso, podem gerar queimaduras naqueles que têm algum contato com as mesmas. Além disso, já existem estudos no mundo indicam correlação entre exposição de indivíduos a campos eletromagnéticos (CEMs) estáticos e determinados tipos de câncer, principalmente em função do acesso a equipamentos eletrônicos que foram popularizados nos últimos anos (AW, 2003; ONU, 2002).

Considerando o território brasileiro, mais precisamente a cidade de São José dos Campos, no Vale do Paraíba Paulista, Federico *et al* (2012) relacionaram o aumento da taxa de dose causada pela radiação e seus subprodutos, em mSv.h^{-1} , com a altitude alcançada em voo, na região supracitada, em janeiro de 2008, conforme mostra a Figura 2.3.

Figura 2.3 – Aumento da taxa de equivalência de dose ambiente em função da altitude calculada para o mês de janeiro de 2008 na latitude de São José dos Campos.



Fonte: Adaptado de Federico *et al*. (2012, p. 220).

Os aeronautas, profissionais que trabalham neste tipo de atividade, ficam também constantemente expostos às radiações ionizantes oriundas pelos

próprios equipamentos eletrônicos a bordo da aeronave, que também podem proporcionar alterações no organismo fruto de algum tipo de mudança fisiológica (MORAES, 2001).

Existem na literatura pesquisas que mostram que os níveis de exposição à radiação cósmica têm preocupado crescentemente desde o início da oferta de voos em aeronaves supersônicas por parte das operadoras *Air France* e *British Airways*, no ano de 1969, pois esses tipos de aviões alcançam altitudes operacionais de 18 km, algo que era inédito até então, em termos comerciais, já que viagens realizadas com aeronaves 747-400 da *Boeing* tinham duração superior, mas realizadas em altitudes menores, com cerca de 12 km (AW, 2003).

No trabalho desenvolvido por Uchihori *et al* (2003) pilotos tiveram a taxa de dosagem avaliada em função de parâmetros como altitude, tempo de exposição e horário local durante o percurso, para mensurar a exposição dos mesmos a tais radiações. Ao alcançar altitude de 19,5 km, chegou-se a medir uma taxa de aproximadamente $5,5 \mu\text{Gy}\cdot\text{h}^{-1}$ em dois horários pela manhã. Em relação à altitude máxima aplicada ao estudo (20 km), obteve-se em um dos sistemas de detecção uma taxa de até $8,37 \mu\text{Sv}\cdot\text{h}^{-1}$ de exposição total efetiva, sendo que a taxa de exposição à radiação gama, especificamente, foi igual a $0,26 \mu\text{Sv}\cdot\text{h}^{-1}$.

Aeronaves, sejam elas comerciais (para o transporte de passageiros ou cargas) ou militares, e satélites podem ter seus instrumentos eletrônicos operacionais afetados pela radiação, já que estes veículos aéreos podem alcançar altitudes máximas em relação à superfície terrestre que vão de 12 km, quando se trata de aeronaves, até, aproximadamente, 36.000 km, para satélites geoestacionários. Ainda, em função da altitude, indicada pela Figura 2.2, é possível notar essa correlação de altitude de navegação de aeronaves e intensidade das radiações (FEDERICO *et al*, 2012; AHMED, 2007; UCHIHORI, 2003).

No caso dos satélites, além da questão da altitude maior, que indica maior incidência de radiações, há ainda a questão da temperatura ambiente na órbita. Existem materiais que apresentam ampla faixa de temperatura operacional que é capaz de proporcionar adequada proteção contra distorções na estrutura do satélite e fazer com que instrumentos inseridos no mesmo operem dentro da normalidade.

Como o ambiente espacial é extremamente hostil em termos térmicos, em função das radiações térmicas oriundas do Sol e da própria Terra, um satélite pode ser exposto a temperaturas que ficam entre -269°C (a temperatura de equilíbrio de um corpo negro) e 57°C , quando exposto ao Sol durante um período longo de tempo, em órbita geoestacionária (LEITE; MURAOKA, 2001).

Existem ainda estudos que correlacionam a incidência de câncer em comissárias de bordo e a exposição às radiações cósmicas. A atividade ocupacional destas pessoas pode estar relacionada com o risco de se contrair tal doença em função do tempo e frequência de exposição durante o exercício desta função laboral, especificamente pela sua natureza e principalmente em gestantes (BUJA *et al*, 2006).

Silva *et al* (2013) pesquisaram a respeito de possíveis correlações entre a exposição de pilotos que trabalham em Portugal à radiação em voos de médio e longo percursos e os efeitos na saúde dos mesmos. Foi descoberto que, em função do trajeto dos voos de longa distância, realizados naquela região, serem feitos mais próximos à Linha do Equador – cuja localização tem menores níveis de incidência das radiações cósmicas – permitiram que tais pilotos tenham sido menos expostos que aqueles que voam a média distância, que não passam nas vizinhanças da linha que divide o globo terrestre.

As radiações são capazes de comprometer o funcionamento de equipamentos mais usuais, como telefones celulares, até aeronaves e satélites. Essas, de um modo geral, costumam produzir uma considerável quantidade de problemas em dispositivos eletrônicos e nos seres humanos. Frequentemente fala-se muito sobre os prováveis efeitos danosos que podem ser oriundos do uso de telefones celulares e tem-se feito algumas pesquisas interessantes sobre o assunto. O Departamento Federal de Proteção à Radiação da Alemanha mantém uma espécie de levantamento, frequentemente atualizado, a respeito das emissões radioativas oriundas de celulares, que tem como objetivo alertar sobre os riscos que podem estar contidos no uso destes dispositivos (SILVA, 2013; SOUZA, 2018).

Os chamados efeitos induzidos pela radiação ionizante têm a capacidade de interferir no funcionamento pleno de diversos dispositivos e sistemas eletrônicos de três diferentes maneiras: dose ionizante total, efeito de evento único e defeito de deslocamento. As diferenças entre estes efeitos estão necessariamente no tipo de interação que pode ocorrer entre a partícula incidente no material (ela pode interagir com partículas subatômicas do material ou pode gerar alguma espécie que tenha esse papel) e das entidades químicas que podem se movimentar ou ter algum deslocamento de posição no interior do material em questão (TODD; UZNANSKI, 2014).

No caso da dose ionizante total, a partícula que incide no material interage (direta ou indiretamente) com partículas subatômicas carregadas presentes no mesmo e, em função disso, as partículas de carga oposta são deslocadas para a região da trajetória da partícula incidente, gerando “buracos” nos quais as partículas que sofreram deslocamento ficam aprisionadas. Quando ocorre o efeito de evento único, a partícula incidente interage com o que está presente no material, liberando elétrons no interior do mesmo. Estes elétrons, por terem maior mobilidade, fluem através do material e geram um pulso de corrente. Já no caso do defeito de deslocamento, a partícula incidente ao atravessar o material pode se chocar com algum átomo presente, deslocando-o e gerando algum defeito por vacância ou intersticial (TODD; UZNANSKI, 2014).

As radiações cósmicas tendem a induzir, de maneira significativa, determinadas falhas em sistemas de navegação e de fornecimento de dados espaciais, contribuindo consideravelmente para comprometer a confiabilidade dos mesmos. Em locais como o laboratório da Organização Europeia para a Pesquisa Nuclear (CERN), no qual as radiações também são estudadas, existem problemas relativos à alta exposição que vários dispositivos eletrônicos sofrem, gerando impactos que podem ir de simples falhas de proteção até o aumento na probabilidade de radiação por indução nos sistemas nos quais a instituição trabalha (TODD; UZNANSKI, 2014; TOPPER, 2017).

No caso de equipamentos eletrônicos como, por exemplo, circuitos integrados, a exposição em ambiente que tenha radiação pode proporcionar

alterações das propriedades elétricas de componentes que atuem no mesmo. Como principal resultado, podem ocorrer degradação da performance ou falha no circuito (MCLEAN;OLDHAM, 1987).

Devine (1994) mostrou o quanto as radiações afetam, em escala molecular, características dos materiais que compõem equipamentos eletrônicos, pois podem provocar mudanças em ligações (insaturações e ângulos entre elas) em compostos que contém silício e oxigênio, por conta de defeitos intrínsecos no arranjo molecular desta classe de substância, assim como alterações na natureza magnética das mesmas.

Os efeitos que as radiações podem ocasionar nos instrumentos e sistemas de navegação de aeronaves e demais equipamentos espaciais podem comprometer consideravelmente a operacionalidade dos mesmos. Dispositivos eletrônicos que sejam feitos de materiais que resistam ou sejam capazes de atenuar os efeitos da radiação são extremamente caros e podem elevar drasticamente o custo de um projeto (BEHERA, 2017).

2.3 Compósitos

São materiais formados por dois ou mais componentes que, separados, tenham propriedades físico-químicas distinguíveis, próprias e não-miscíveis e que são capazes de mantê-las ao serem combinados, de maneira a incorporar as melhores propriedades de cada um ao formarem este novo material. A vantagem do compósito em relação à funcionalidade de cada um dos seus componentes de maneira isolada está no fato do mesmo ter qualidade superior a de cada um deles separadamente. É importante citar que a matriz polimérica utilizada, que em função das suas propriedades e composição é capaz de desenvolver um papel importante no desenvolvimento do compósito. (CALLISTER, 2012a; SHACKELFORD, 2008a).

A questão chave que define e determina a qualidade das propriedades de um compósito é a média das propriedades. Essa média leva em consideração, principalmente, a sensibilidade da geometria microestrutural de cada parte que compõe o compósito. Claro que se deve levar em consideração,

primordialmente, a natureza isotrópica ou anisotrópica do material, pois é em função das propriedades que o material compósito apresente em função da disposição ou organização dos seus componentes que é possível caracterizá-lo e definir a média de algumas das suas propriedades (SHACKELFORD, 2008c).

Um tipo de material compósito muito utilizado na indústria de modo geral é aquele que tem um determinado tipo de material, como um polímero, sendo matriz e um outro material ou substância é adicionado a ele e, por isso, é classificado como carga ou aditivo. Esse tipo de compósito é mais comumente chamado de particulado, e geralmente apresenta a carga com concentrações relativamente altas, a partir de 25% de volume e com quantidade máxima entre 60% e 90% em termos de volume (CALLISTER, 2012c; SHACKELFORD, 2008c).

O aditivo é normalmente empregado com a função de reforço que seja capaz de melhorar propriedades mecânicas do compósito, porém já existem pesquisas nas quais o emprego de carga e as variações de concentração de um ou mais aditivos numa matriz polimérica de um compósito tenha o objetivo de melhorar propriedades térmicas e de atenuação ou mitigação de alguns tipos de radiações, tais como alfa, gama, prótons e nêutrons (AVINO *et al*, 2015; PEREIRA, 2013 e XU *et al*, 2016).

Para a determinação das quantidades de cada componente do compósito utiliza-se a Regra das Misturas, na qual leva-se em consideração informações de cada uma das partes do compósito, como se estivessem puras, para que seja possível determinar as características do próprio material derivado. Em termos de massa específica do compósito (ρ_C), é possível determinar a mesma a partir da seguinte expressão (Equação 2.1), derivada da Regra das Misturas (CALLISTER, 2012c; SHACKELFORD, 2008c):

$$\rho_C = f_{V_A} \cdot \rho_A + f_{V_M} \cdot \rho_M \quad (2.1)$$

na qual ρ_A e ρ_M são as massas específicas, f_{V_A} e f_{V_M} são as frações volumétricas do aditivo e da matriz, respectivamente e que, como critério no caso de mistura, $f_{V_A} < 1,00$, $f_{V_M} < 1,00$ e:

$$f_{V_A} + f_{V_M} = 1 \quad (2.2)$$

e sabe-se que ρ de qualquer componente do compósito pode ser obtida através da Equação 2.3:

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (2.3)$$

onde m e V são, respectivamente, a massa e o volume de cada componente. V também pode ser obtido através de ρ e m :

$$V = \frac{m}{\rho} \quad (2.4)$$

ao fazer uma pequena operação na Equação 2.3, chega-se à Equação 2.4. Como o compósito é formado por uma matriz e um aditivo ou carga, tanto a massa quanto o volume do compósito são dados pelas somas das massas e dos volumes destes componentes, a saber:

$$m_c = m_M + m_A \quad (2.5)$$

$$V_c = V_M + V_A \quad (2.6)$$

e essas informações podem ser substituídas na Equação 2.3, quando a mesma estiver relacionada ao compósito. Dessa forma:

$$\rho_c = \frac{m_c}{V_c} = \frac{m_M + m_A}{V_M + V_A} \quad (2.7)$$

de onde é possível realizar uma pequena alteração, obtendo-se a expressão para $1/\rho_c$:

$$\frac{1}{\rho_c} = \frac{V_M + V_A}{m_M + m_A} \quad (2.8)$$

é possível ainda substituir os volumes pela razão entre a massa e a massa específica de cada componente, conforme a Equação 2.4, que pode ser reorganizada da seguinte forma:

$$\frac{1}{\rho_c} = \frac{\frac{m_M}{\rho_M} + \frac{m_A}{\rho_A}}{m_M + m_A} = \left(\frac{m_M}{\rho_M} + \frac{m_A}{\rho_A} \right) \times \left(\frac{1}{m_M + m_A} \right) \quad (2.9)$$

sabe-se ainda que a fração em termos de massa, f_{m_j} , de qualquer componente j pode ser calculada através da Equação 2.10:

$$f_{m_j} = \frac{m_j}{\sum_{j=1}^n m_j} \quad (2.10)$$

na qual j pode ser qualquer número inteiro entre 1 e n . Sendo os componentes do compósito apenas a matriz e o aditivo, as respectivas frações em termos de massa são dadas por:

$$f_{m_M} = \frac{m_M}{m_M + m_A} \quad (2.11)$$

e

$$f_{m_A} = \frac{m_A}{m_M + m_A} \quad (2.12)$$

substituindo as Equações 2.11 e 2.12 na Equação 2.9, com os devidos arranjos, vem:

$$\frac{1}{\rho_c} = \frac{f_{m_M}}{\rho_M} + \frac{f_{m_A}}{\rho_A} \quad (2.13)$$

sendo que, como critério para misturas, $f_{m_A} < 1$, $f_{m_B} < 1$ e:

$$f_{m_A} + f_{m_M} = 1 \quad (2.14)$$

A utilização da fração em termos de massa é mais prática, pois garante que sejam trabalhadas quantidades em massa dos componentes, em função dessa proporção em massa.

É importante citar que a matriz polimérica utilizada, que em função das suas propriedades e composição também pode ser chamada de resina, também é capaz de desenvolver um papel importante no desenvolvimento do

compósito. Quando se encontra em um estado de cura ou consolidado – quando o mesmo é processado em função da sua temperatura de fusão (T_F) cristalina –, essa matriz tem a capacidade de garantir que a forma do material como um todo e as posições relativas das partículas do componente que é a carga sejam mantidas e assim parâmetros como a distribuição de carga e estresse no material sejam uniformemente distribuídas (PROTASSOV, 1995; SPIEGELBERG, 2004).

2.4 Irradiação por fótons de alta energia ou raios gama

Os fótons, cujas propriedades básicas estão na Tabela 2.1, representam um *quantum* de energia eletromagnética e são considerados como um tipo de partícula fundamental pela Física. Em função do comportamento tanto em meio material quanto em vácuo, essas partículas podem se mover lentamente devido às interações que podem ter com a matéria ou apresentar massa desprezível e altíssima velocidade, respectivamente (AHMED, 2007; TAUHATA *et al*, 2014).

Tabela 2.1 – Propriedades básicas dos fótons.

Massa em repouso (em kg)	0
Carga elétrica (em coulombs)	0
Energia	$h\nu = \frac{hc}{\lambda}$
Momento	$\frac{h}{\lambda}$

Fonte: Adaptado de Ahmed (2007, p.32).

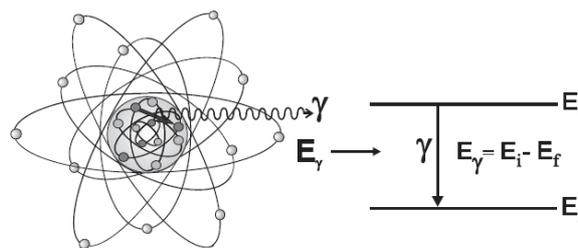
Os fótons são produzidos de diversas formas, tais como raios-X, radiação síncroton, *LASER* e desintegrações radioativas – quando ocorre o

bombardeamento de determinados núclídeos com partículas subatômicas, neste caso os nêutrons –, na qual ocorre a transição de uma espécie química instável ou excitada (gerada após o bombardeamento) para um estado mais estável (também chamado de fundamental). Ainda no estado excitado, o núcleo com nêutrons extras emite raios gama ou fótons para atingir, novamente, a estabilidade e então é liberada energia (AHMED, 2007).

Essa transição entre estes estados libera uma quantidade de energia excedente sob a forma de radiação eletromagnética, que é a radiação gama. Essa energia (E_γ) é definida como a variação energética entre os estados inicial (E_i) e final (E_f) de um átomo ou núclídeo (representada na Figura 2.4) e que é diretamente proporcional à frequência desta radiação, conforme mostra a Equação 2.15. As radiações gama são muito utilizadas para estudos voltados para as áreas de energia solar e para alterações nas propriedades de vários materiais, estas últimas geralmente voltadas para o desgaste ou decomposição dos mesmos (AHMED, 2007; TAUHATA, 2014).

$$E_\gamma = E_i - E_f = h\nu \quad (2.15)$$

Figura 2.4 – Representação da emissão da radiação gama pelo núcleo.



Fonte: TAUHATA *et al* (2014, p. 26).

2.5 Atenuação e blindagem de radiações

O revestimento ou o anteparo para atenuação ou blindagem de radiações têm que ser projetados em função de vários fatores, tais como a localização dos geradores de radiação, as prováveis direções de incidência para os feixes,

os locais e áreas circunvizinhas etc. e normalmente são compostos em função do fato das partículas presentes serem ou não carregadas. Por exemplo, elementos químicos com baixos valores de Z (com exceção ao índio e cádmio) e com altas seções de choque são amplamente usados para compor revestimentos de atenuação ou blindagem de radiações que contêm nêutrons. Já no caso de radiações carregadas leves, podem-se usar materiais contendo materiais poliméricos e orgânicos como acrílico, PVC e polietileno. Chumbo e concreto também podem ser utilizados, com várias restrições (TAUHATA, 2014).

Na área de radioproteção, o objetivo é a minimização de danos biológicos, que são o resultado da energia depositada e acumulada nos tecidos humanos, e que porventura sejam objeto de riscos relacionados aos processos radiológicos. Também é importante entender que a utilização de metodologias voltadas para a proteção radiológica pode ter um viés financeiro em torno, por exemplo, da economia de combustível das aeronaves e de menor frequência de falhas em equipamentos eletrônicos destes e de outros equipamentos de voo (MEDEIROS *et al*, 2006; MATTHIÄ *et al*, 2015; SILVA, 2013).

A explicação para o uso de determinados materiais para a composição de revestimentos de atenuação e blindagem está associada a questões específicas da estrutura atômica das espécies químicas de cada elemento que está presente e ao comportamento de cada espécie enquanto realiza alguma trajetória. Elementos com baixo valor de Z favorecem o espalhamento elástico de nêutrons formados em reações que são fruto de interação com o material utilizado. Esses elementos apresentam átomos bastante estáveis em função do número igual de prótons e nêutrons em seus respectivos núcleos, o que pode garantir que o decaimento dos mesmos é bem pouco provável). Quando se tratam de radiações com partículas carregadas, dependendo da natureza da partícula cada uma delas pode desempenhar trajetórias e alcances diferentes, em função da massa, pois influencia diretamente no poder de penetração no material utilizado (TAUHATA, 2014; YOUNG; FREEDMAN, 2015d).

O fato é que para estudar a relação da intensidade (I) da radiação e a espessura (x) do material que é utilizado para promover a atenuação faz-se uso da equação de decaimento exponencial (Equação 2.16), também conhecida como lei de atenuação exponencial:

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (2.16)$$

onde I e I_0 são, respectivamente, as intensidades emergente e incidente de uma radiação que interage com o material e μ é o coeficiente de atenuação total do material. A razão $\frac{\mu}{\rho}$ (cuja unidade é $\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$) é definida como coeficiente de atenuação mássica e é capaz de fornecer características mais precisas sobre o material (EVANS, 2018; SÁ *et al*, 2017).

A partir destas informações, a Equação 2.16 pode ser reescrita na forma da Equação 2.17:

$$I = I_0 e^{-\left(\frac{\mu}{\rho}\right)\rho x} = I_0 e^{-\left(\frac{\mu}{\rho}\right)d} \quad (2.17)$$

na qual, d é a densidade superficial ou espessura do material, em $\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$.

Considerando que o material seja um composto ou mistura, o coeficiente de atenuação mássico é dado pela Equação 2.18:

$$\frac{\mu}{\rho} = \sum_{i=1}^n f_{m_i} \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_i \quad (2.18)$$

onde os termos $\left(\frac{\mu}{\rho} \right)_i$ e f_{m_i} são, respectivamente, o coeficiente de atenuação mássica e a fração em massa de cada componente i , que pode ser um dos n elementos químicos da substância composta envolvida ou uma das n substâncias ou componentes da mistura.

O coeficiente de atenuação, μ , se relaciona com a seção de choque total (σ_T) através da Equação 2.19:

$$\mu = N \cdot \sigma_T \quad (2.19)$$

na qual N é a densidade atômica, em termos de volume, e que pode ser calculada pela Equação 2.20:

$$N = \frac{\rho \cdot N_A \cdot n_i}{M} \quad (2.20)$$

para a qual N_A é a constante de Avogadro e n_i o número de átomos do elemento i que compõe uma substância.

Terremoto (2004) e Gowda *et al* (2003) fazem uso da Equação 2.21 para relacionar a intensidade do feixe de partículas e a espessura do material:

$$I(x) = I_0 e^{-\Sigma_T x} \quad (2.21)$$

no qual Σ_T é a seção de choque macroscópica total do meio material.

O valor de Σ_T pode ser obtido através de uma relação direta com a seção de choque total, através de um somatório de todas as componentes das seções de choque macroscópicas ou ao somar as seções de choque dos átomos de todos os elementos que compõem uma substância, através das Equações 2.22, 2.23 e 2.24, respectivamente:

$$\Sigma_T = N \cdot \sigma_T \quad (2.22)$$

$$\Sigma_T = \Sigma_{ee} + \Sigma_{ei} + \Sigma_c + \Sigma_{cr} + \Sigma_{en} + \Sigma_f \quad (2.23)$$

$$\Sigma_T = \frac{\rho \cdot N_A \cdot \sum_{i=1}^n a_i \cdot \sigma_i}{M} \quad (2.24)$$

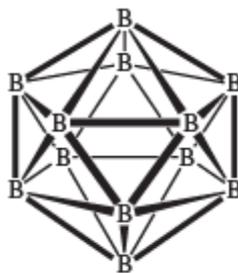
sendo que é importante esclarecer que os índices ee , ei , c , cr , en e f das seções de choque macroscópicas referem-se aos fenômenos de espalhamento elástico, espalhamento inelástico, captura, captura radiativa, emissão de nêutrons e fissão, respectivamente (PEREIRA, 2003; GOWDA *et al*, 2003; TERREMOTO, 2004; XU *et al*, 2016).

2.6 Revisão da literatura relativas aos componentes dos compósitos

O elemento boro, presente em compostos como carbetos de boro e nitreto de boro, apresenta, nestas e em outras substâncias, interessantes e consideráveis propriedades voltadas para a blindagem de radiações ricas em nêutrons.

O boro é um elemento químico não-metálico, com número atômico (Z) igual a 5, que pertence ao grupo 13 (ou IIIA) da Tabela Periódica (grupo que, inclusive, tem o seu nome). Além das informações anteriores, por apresentar apenas os isótopos ^{10}B (boro-10) e ^{11}B (boro-11), na sua estrutura atômica estejam contidos 5 prótons e uma quantidade de nêutrons que pode ser igual a 5 ou 6 unidades desta partícula subatômica, em cada um dos seus tipos de átomos. Em termos de estrutura, este elemento apresenta uma grande variedade de alótropos, baseados na unidade icosaédrica B_{12} , na qual cada um dos átomos estão ligados através de ligações covalentes, representada na Figura 2.5.

Figura 2.5 – Representação da unidade icosaédrica do boro.



Fonte: Miessler *et al* (2014, p. 261).

Por não ser um metal (é um metalóide ou semimetal) e por tender a realizar ligações químicas covalentes, este elemento assemelha-se muito mais a outros como carbono e silício do que com elementos que pertençam ao seu mesmo grupo, que são metais. Isso também pode ser comprovado a partir de dados como energia de ionização e eletronegatividade, que são as maiores no

grupo citado e respectivamente iguais a $801 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ e 2,051, pela escala de Pauling (MIESSLER *et al*, 2014; TALLEY *et al*, 1960).

O boro, assim como outros elementos que pertencem ao mesmo grupo que ele, normalmente são encontrados na natureza em substâncias nas quais seus átomos estão em compostos com o oxigênio e tem como principal fonte natural o mineral bórax, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_5(\text{OH})_4\cdot 8\text{H}_2\text{O}$. A preparação ou recuperação do boro é feita através de uma reação de redução com magnésio. Outra forma de obtenção do boro elementar, neste caso na forma amorfa, é através de uma reação de redução do tribrometo de boro (BBr_3) em fase de vapor com gás hidrogênio (H_2) (ATKINS; SHRIVER, 2003; TALLEY *et al*, 1960).

Estudos realizados ainda nas décadas de 1950 e 1960 indicam que o boro tem uma ótima seção de choque se comparado a elementos como ouro e que é usado como referência para comparações das medições de seções de choque para diversos elementos químicos (GREEN, 1954; BOGART, 1966).

O boro-10 é conhecido por ser um bom absorvedor de nêutrons, pois sua alta seção de choque faz com que muitos materiais que tenham como principal função a atenuação ou blindagem de radiações tenham em sua composição derivados de boro ou até compósitos do mesmo, sendo utilizado até na área médica, visando tratamento de tumores cancerígenos. Os nêutrons capturados interagem com o núcleo deste átomo, formando o boro-11 – segundo a Equação 2.25 – e desestabilizando-o, dando origem a uma consequente fissão, segundo a Equação 2.26 (MIESSLER *et al*, 2014).



Comparado com outros elementos (ou materiais) cujos átomos tenham característica absorvedora semelhante e com um valor agregado maior, o boro tem uma vasta aplicação na área aeroespacial, em compósitos de matriz metálica ou cerâmica, que é utilizado como carga na forma de substâncias como o BN, o B_2O_3 e B_4C , principalmente, e até mesmo como carga a ser acrescida a outros materiais, como fibras de boro oriundas de depósito via

processo de deposição química em fase de vapor (CVD) sobre metais como o tungstênio para reforço afim de se aumentar a rigidez e proporcionar maior relação resistência/peso (SMITH; HASHEMI, 2012).

Existem pesquisas recentes a respeito de outras utilizações de compostos de boro nas áreas aeroespacial com a função de proporcionar a atenuação de radiações cósmicas. Brodu *et al* (2015) produziram um material compósito carbono/carbono (C/C) coberto com nitreto de boro pirolítico, com a finalidade de reduzir a temperatura da superfície na qual o mesmo é disposto. Já no trabalho de Shin *et al* (2014) foram produziram compósitos cujas finalidades visam a blindagem contra radiação contendo em suas estruturas polietileno de alta densidade, enxertado com B₄C e BN funcionalizado, respectivamente. Gaber *et al* (2013) produziram um material compósito cuja composição é formada por duas camadas – com óxido bórico vítreo e epóxi/ilmenita, cada – para a investigação da capacidade de atenuação de radiações gama e de nêutrons em termos de fluxo degradante.

No trabalho de Tariq *et al* (2018) foram produzidos e pesquisados materiais compósitos contendo alumínio metálico (Al) como matriz e carbeto de boro (B₄C) como aditivo. Esses dois, em conjunto, são usados para recobrir um corpo de prova que é formado por uma liga comercial denominada 6061-T6, que é formada alumínio, além de magnésio e silício, e que neste compósito tem como função ser um substrato estrutural em função dos altos valores dos módulos de elasticidade, resistência, dureza, resistência à corrosão por cloretos e baixo custo de processamento. É importante ressaltar que o alumínio é um metal muito utilizado na estrutura de equipamentos da área aeroespacial.

Xu *et al* (2016) propuseram um trabalho no qual o material contém, além do B₄C, o elemento gadolínio, Gd, como aditivo, sendo a matriz o alumínio, da mesma forma que o realizado por Tariq *et al* (2018). Foram estudadas duas possibilidades de composição para o compósito, uma com a carga adicional de Gd e outra apenas com as duas outras substâncias supracitadas (Al e B₄C). A utilização de um compósito contendo Gd pode ser explicada pela alta seção de choque dos átomos deste elemento ($4,88 \times 10^4$ b) em comparação com o

isótopo do boro que possui maior seção de choque (que é o ^{10}B , com $3,80 \times 10^3$ b), considerando nêutrons térmicos, sendo que o primeiro tem um custo financeiro bem menor.

Nestes trabalhos foram verificadas as possibilidades de correlações entre a espessura da cobertura do compósito no substrato, a fração volumétrica do aditivo e a capacidade de blindagem de nêutrons, com o aumento desta propriedade em função do aumento do recobrimento por parte do compósito, assim como a influência de um segundo aditivo ao compósito e redução da quantidade de outro em termos de variação da capacidade de atenuação da mesma partícula subatômica (TARIQ *et al*, 2018; XU *et al*, 2016).

Materiais como plásticos e borrachas são também muito utilizados como matrizes de compósitos cujos aditivos sejam substâncias compostas que contenham átomos do elemento boro. A principal função deste tipo de matriz é agir como uma resina, quando na obtenção do compósito o sistema é submetido a uma compressão à quente até uma determinada temperatura. O ideal é que o aditivo seja homogeneizado nessa matriz, ou seja, que as partículas deste material sejam uniformemente distribuídas na mesma.

É importante citar ainda que polímeros naturais e sintéticos costumam ser bastante utilizados como matrizes de compósitos cuja finalidade seja a atenuação ou blindagem de radiações de diversas naturezas, principalmente raios gama e nêutrons. Essa utilização deve-se ao fato de serem estruturas ricas em átomos de hidrogênio, o que indica que o material apresente considerável capacidade de atenuação de radiações que contenham nêutrons, além de que os materiais compostos por estas matrizes proporcionem aos materiais formados bastante flexibilidade em termos mecânicos.

Ösdemir *et al* (2017) produziram um material compósito cuja matriz apresenta uma borracha artificial do tipo EDPM, na qual a composição possui como monômeros dienos, etilenos e propilenos. A essa borracha foram adicionadas algumas quantidades de óxido de boro (B_2O_3), que teria a função de impulsionar a capacidade deste material em relação a atenuação de radiações ricas em nêutrons.

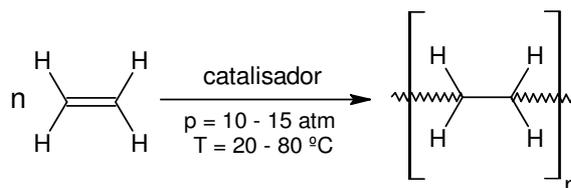
O estudo realizado no material de Ösdemir *et al* (2017) consistiu na caracterização do compósito através de técnicas cujos resultados podem explicar a resposta deste material em relação aos ensaios envolvendo técnicas mecânicas e de radiação, além da compreensão do comportamento do material em ensaios térmicos (DSC e TGA) para a determinação de propriedades correlatas ao mesmo, tais como estabilidade térmica e possível formação de ligações cruzadas em função da adição do B_2O_3 .

É importante também levar em consideração a influência que o polietileno (PE), utilizado como matriz, nas suas formulações mais variadas, pode oferecer ao material compósito em relação às propriedades atenuantes, desta vez, também em relação à radiação gama. Este mesmo tipo de radiação pode proporcionar, ao material estudado, significativas melhorias em algumas das suas propriedades mecânicas e químicas.

O PEUAPM possui, em geral, propriedades mecânicas, térmicas e termomecânicas, tais como resistência à tração e abrasão, temperatura de fusão (T_F), temperatura de transição vítrea (T_g) e viscosidade, mais intensas que as outras variedades de polietileno e são principalmente essas informações que fazem com que ele seja utilizado para formação de próteses de membros humanos, tanto inferiores quanto superiores (KURTZ, 2004).

O mais conhecido método para a produção do polietileno é através da síntese de Ziegler-Natta, no qual ocorre a reação de polimerização de moléculas da substância eteno (ou etileno, que é seu nome usual, de fórmula química C_2H_4) através de um processo de condensação de um número n de moléculas da substância citada, no estado gasoso, conforme representada na Figura 2.6. Nesta reação são usados catalisadores que contenham sais com elementos como níquel, cobalto, zircônio ou titânio, com condições de temperatura entre 20 e 80°C e pressão entre 10 e 15 atm. O peso ou massa molecular do polímero produzido industrialmente a partir desta síntese tem entre 10.000 e 50.000 Da (daltons) (COUTINHO *et al*, 2003).

Figura 2.6 – Reação de polimerização do etileno.



Fonte: Adaptado de Coutinho *et al* (2003) e Kurtz (2004).

O PEUAPM é obtido na forma de um pó fino, que pode ser extrudado ou moldado através de compressão a quente, o que explica o fato de ter propriedades químicas e mecânicas superiores que as dos outros tipos de polietilenos que existem (CALLISTER, 2012b; COUTINHO *et al*, 2003).

É certamente um dos materiais poliméricos com maior produção em escala na indústria em todo o mundo. Em 2011, segundo a Associação Brasileira da Indústria do Plástico (ABIPLAST) em seu relatório do Perfil da Indústria Brasileira de Transformação de Material Plástico, foram produzidos 6,502 milhões de toneladas de transformados plásticos de maneira geral, com consumo aparente de 6,894 milhões de toneladas dos mesmos. O polietileno ocupa a quarta posição dentre as resinas termoplásticas no mercado brasileiro. Alguns dados indicam que este tipo de poliolefina, teve projeção para a evolução de negócios que teriam chegado a cerca de US\$ 148,1 bilhões até 2017, em virtude das inovações em produtos e processos para tal expansão (BARBOSA, 2016; RETO, 2012).

Quando se aborda especificamente a respeito de algumas das suas propriedades, o PEUAPM é extremamente importante entender a definição e o comportamento das mesmas a depender de possíveis alterações na composição de um material que a mesma venha compor.

Propriedades mecânicas também são interessantes na análise do PEUAPM. Como os principais ensaios mecânicos utilizados para caracterizar materiais poliméricos podem expô-los não apenas em regime elástico, no qual o material sofre uma deformação reversível, mas a depender do esforço

aplicado, também a um regime plástico, no qual a deformação é irreversível ou irrecuperável. A principal diferença entre os regimes elástico e plástico está no fato de que átomos presentes nas macromoléculas do polímero, sob a ação de uma força, podem apenas oscilar em relação a uma posição inicial (regime elástico) ou serem deslocados em função da quebra de pelo menos uma ligação química (regime plástico) (MANO, 1991, SHACKELFORD, 2008b).

Os comportamentos de tais propriedades podem variar em função da organização das macromoléculas no seio do material polimérico. Quando o material é mais rico em porções vítreas ou semicristalinas, suas propriedades tendem a indicar características de maiores resiliência e resistência, por exemplo. Já quando são intensamente formados por regiões amorfas, estes tendem a ser menos resilientes e resistentes (MANO, 1991, SHACKELFORD, 2008b).

Em relação a algumas propriedades mecânicas, trabalhos de Aparecida *et al* (2009) e Eichmiller *et al* (2001) também mostram resultados sobre o módulo de Young (também chamado de módulo de elasticidade) equivalentes a 0,34 GPa e 1,26 GPa, respectivamente, em ensaios de tração, segundo a norma ASTM D638-14, para materiais contendo apenas o PEAUPM na composição, sendo que o primeiro trabalho citado aborda ensaios realizados com uma matriz muito parecida com a utilizada nesta dissertação, cuja única diferença está no tamanho médio de partículas.

Para uma outra propriedade, que é o índice de cristalinidade (X), estudos mostram que esta pode ser de, aproximadamente, 45%. Existem trabalhos, nos quais uma faixa de temperatura entre 20°C e 160°C durante o aquecimento do material é analisada, o índice de cristalinidade pode alcançar até 81%, a depender da faixa de temperatura estudada (COUTINHO *et al*, 2003, KURTZ, 2004; SPIEGELBERG, 2004).

Os variados tipos de polietileno apresentam alguns tipos de transições no estado sólido nas quais ocorrem movimentações das cadeias poliméricas dentro da estrutura do material, em função da variação de temperatura e da faixa na qual cada uma delas pode ocorrer. A transição vítrea (também chamada de transição- γ)

ocorre entre -130°C e -110°C e é fortemente identificada com a T_g . Já a transição- α ocorre normalmente entre 10°C e 70°C e tem relação direta com a temperatura de distorção ao calor (T_{DC}) e com propriedades morfológicas do material, como o grau de cristalinidade do mesmo (PEACOCK, 2000; LUCAS *et al*, 2001).

Durante o processo de consolidação do material, seja ele puro ou como um compósito, a depender do resfriamento proporcionado, podem ser formados núcleos de cristalização nos quais cada um dos mesmos podem estar cercados por aglomerados de macromoléculas do polímero que, em função da estrutura da região, podem apresentar ou não alguma mobilidade de característica mais acentuada (que são os axialitos e/ou esfurilitos), o que pode interferir e/ou até definir alterações em propriedades mecânicas e térmicas do material (MANO e MENDES, 2004b).

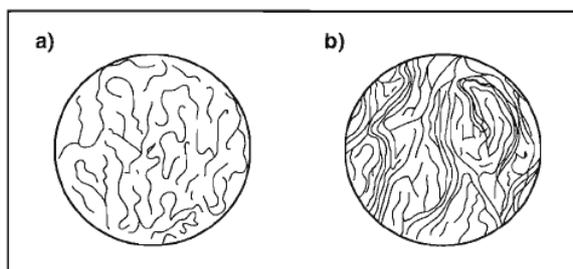
A T_{DC} , que é aquela na qual começa a ocorrer uma deformação mais pronunciada do material, desde que durante o procedimento de expansão térmica o mesmo seja submetido à ação de uma carga. A T_{DC} de um material é, basicamente, associada ao módulo de elasticidade de uma região que pode ter porções cristalinas e desordenadas de um material. Essa temperatura é, geralmente, maior que a T_g e menor que a T_F de um material polimérico, que é a temperatura média, dentro de uma faixa, na qual ocorre a transição para uma fase na qual as regiões cristalinas desaparecem (BAIR *et al* 2009; MANO, 1991; PEACOCK, 2000).

A morfologia do material e o aumento da quantidade de um aditivo, quando o polímero é a matriz de um compósito, por exemplo, são exemplos de fatores que podem influenciar na variação da temperatura de distorção ao calor de um material. Em função disto, são três fatores principais que podem explicar o quão deformável o material polimérico tende a ficar por conta do aumento de temperatura: a flexibilidade das regiões desordenadas (ou amorfas) que aumenta em função do aumento da mobilidade térmica; a porção mais rígida do material (formada por regiões cristalinas) que diminui com a fusão dos cristalitos presentes; e a transição das cadeias poliméricas, que fica mais fácil através dos cristalitos (BAIR *et al* 2009; MANO, 1991; PEACOCK, 2000).

Em relação à T_g , sabe-se que esta temperatura está associada à transição que ocorre entre as fases de um material, na qual o comportamento cristalino ou vítreo (que, neste caso, é a mais rígida, representada na Figura 2.7 (b)) transita para um comportamento amorfo (borrachoso ou como o de um líquido super-resfriado) que é mais desordenado, representado na Figura 2.7 (a)) (MANO, 1991; MANO; MENDES, 2004b; SHACKELFORD, 2008b).

Essa T_g , pelo fato de ter, geralmente, um menor valor numérico que o ponto de fusão do material, não está associada a quaisquer mudanças entre estados físicos da matéria, e sim à mobilidade de grupos laterais ligados às cadeias principais das moléculas, caso seja rico em ramificações, ou em relação aos movimentos das cadeias do polímero, se forem pouco ramificados, como é o caso do PEUAPM. É isso que pode garantir que essas moléculas (na verdade, macromoléculas) passem a deslizar umas sobre as outras que a temperatura do material passa a ser maior que a T_g , em uma determinada situação (MANO, 1991; MANO; MENDES, 2004b).

Figura 2.7 – Estrutura macromolecular segundo o modelo da micela franjada.



Fonte: Mano e Mendes (2004b, p. 35).

Quando são feitas comparações entre diferentes polímeros, é possível verificar que a T_g depende fortemente de alguns fatores: o tamanho da cadeia lateral ligada à macromolécula e a presença de átomos mais eletronegativos ligados à mesma. Nesses dois casos, é necessária uma determinada quantidade de energia para que as cadeias movimentem-se (ANDREWS; GRULKE, 1999; SOUZA, 2004).

Quanto menor a cadeia lateral, maior é a tendência em não ter dipolos elétricos significativos na molécula, logo, menor a T_g . Quanto mais eletronegativo for o elemento ligado à cadeia lateral, maior é a tendência em ter um dipolo elétrico mais acentuado na molécula, logo, maior a T_g . Quando mais amorfa for a região ou quanto mais partes amorfas estiverem contidas ao redor de um sítio vítreo (ou semicristalino) do material, maior tende a ser o valor de T_g pois essas partes mais desordenadas dentro de um material prejudicam a mobilidade das cadeias poliméricas presentes (ANDREWS; GRULKE, 1999; SOUZA, 2004).

A T_g de um material indica, graficamente, a separação e distinção entre as fases vítrea e amorfa de um material polimérico ou de matriz polimérica. É na inflexão entre esses dois trechos que é definida a própria T_g e cada um dos dois trechos distintos com o auxílio desta inflexão tem seu próprio valor de α_i . Pelas diferenças nas disposições e organizações das cadeias nas fases vítrea e amorfa de qualquer material, o esperado é que na primeira o valor de α_i , cuja faixa de temperatura é menor que a T_g , seja mais alta, enquanto que para a outra fase cita, na qual a faixa de temperatura é maior que a T_g , a expansividade tenha valor mais baixo (ANDREWS; GRULKE, 1999; SOUZA, 2004).

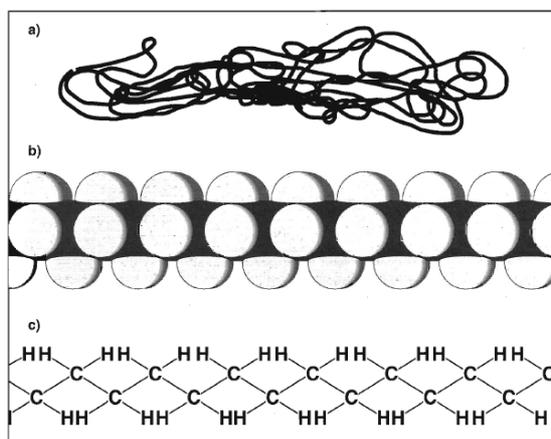
Também existem trabalhos que relacionam alterações nas temperaturas de amolecimento, que está relacionada a uma fluidez extremamente alta do material, e T_F em função da oxidação por ação de peróxidos e da irradiação gama em materiais contendo determinados tipos de PE. Propriedades mecânicas e termomecânicas também são analisadas em função destes procedimentos, para os quais este tipo de matriz polimérica pode ser submetida (DIXON, 1999; KÖMMLING *et al*, 2018)

Outra propriedade importante do PEUAPM é a α_i , que é conhecida como coeficiente de dilatação ou de expansão térmica linear. Essa propriedade, que indica que a expansão do material de qualquer material depende da temperatura à qual o mesmo é submetido, está diretamente relacionada aos comportamentos das fases vítrea (ou semicristalina) e amorfa de qualquer material polimérico (MANO, 1991; SOUZA, 2004).

Na prática, α_i mede o espaço adicional e suficiente para que sejam acomodados átomos e moléculas que estejam vibrando com maior velocidade e com maior amplitude. Essa propriedade depende das dimensões da célula cristalina do PEUAPM, pois com o aquecimento pode alterar parâmetros de rede cristalina e, com isso, provocar um maior distanciamento entre as cadeias poliméricas. Dependendo do tipo e da quantidade de transições que o material pode sofrer durante um procedimento de expansão térmica, podem ser determinados vários α_i em diferentes intervalos de temperatura (MANO, 1991; SOUZA, 2004; PEACOCK, 2000).

Na literatura, o PEUAPM pode ter sua cadeia representada de diversas formas, conforme mostra a Figura 2.8, na qual as representação pode ser completa, como um emaranhado (a), através do Modelo de Stuart (b) ou como um trecho de fórmula estrutural molecular (c). Uma grande cadeia emaranhada, não-estática e que em função da grande energia contida internamente possui grande mobilidade em altas temperaturas.

Figura 2.8 – Diversas representações para o polietileno linear



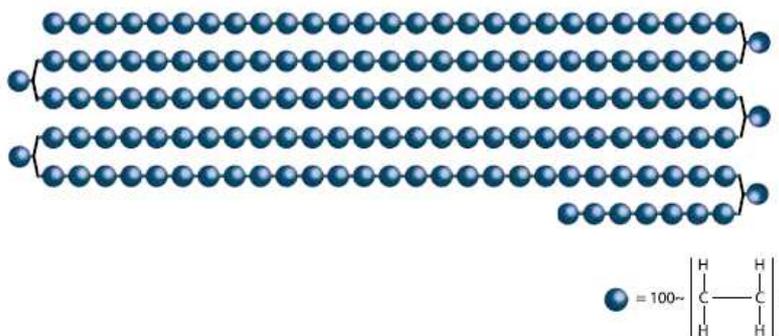
Fonte: Mano e Mendes (2004a, p. 2).

Materiais com polietileno (de alto e ultra-alto peso molecular) são utilizados para atenuação ou blindagem contra radiações que contém nêutrons e raios gama e que são produzidas em rejeitos radioativos, os quais são

armazenados e transportados em barris feitos com este polímero, por exemplo. Esse uso se dá em função da grande quantidade de átomos de hidrogênio, ligados a átomos de carbono, em sua composição (KÖMMLING, 2018; MANO; MENDES, 2004a).

A poliolefina em questão apresenta estrutura com cadeia linear, que é longa, ausente de ramificações e empacotada na conformação tipo *zig-zag*, conforme mostra a Figura 2.9. Essa característica na estrutura macromolecular pode explicar o porquê dos índices de cristalinidade, mesmo para um material polimérico, serem tão altos (COUTINHO *et al*, 2003).

Figura 2.9 – Desenho com a dimensão da cadeia do PEUAPM



Fonte: BRASKEM (2018, p. 5).

O trabalho elaborado por Moez *et al* (2012) no qual os efeitos da radiação gama em filmes de polietileno de baixa densidade (PEBD) são estudados, questões relativas às prováveis mudanças estruturais no polímero são analisadas com apoio de dados FTIR para justificá-las. Neste estudo, faixas ou intervalos de números de onda (em cm^{-1}) são utilizados para analisar e comparar as condições do material antes e depois de ser irradiado. As dosagens de irradiação aplicadas foram de 20, 40, 60, 80, 100, 150, 200, 300 e 400 kGy, com taxa de irradiação igual a $2,7 \text{ kGy} \cdot \text{h}^{-1}$.

O trabalho elaborado por Kömmling *et al* (2018) foca na utilização de polietileno de alto peso molecular (PEAPM) e PEUAPM irradiado por raios

gama na utilização na blindagem de nêutrons. Outro trabalho que mostra resultados interessantes, mas dedicados às prováveis variações de comportamento mecânico do PEAD é o realizado por Lopez-Gonzalez *et al* (2018). Também é possível citar o trabalho de Wang *et al* (2017) para o qual é realizado um estudo para produção de um compósito formado por duas variações de PEUAPM de mesma origem, sendo que uma é virgem e outra tratada com radiação gama, ambas inicialmente em pó.

Abdalsalam *et al* (2019) produziram um compósito cuja matriz também é de PEUAPM, sendo que o aditivo é um óxido do elemento bismuto (Bi_2O_3). O trabalho teve como objetivo verificar as propriedades atenuadoras de radiação gama que esse material possa apresentar, em função da variação da carga de aditivo entre as composições dos materiais analisados. Essa mesma correlação foi estudada no trabalho de Sadrani *et al* (2016), correlaciona a variação da carga do aditivo (que, neste caso, é o negro de fumo) em nanocompósitos, cuja matriz é o mesmo polímero citado acima, com algumas propriedades térmicas e mecânicas.

É importante notar a tendência que os materiais compósitos pesquisados apresentam, em relação às propriedades estruturais e térmicas, principalmente, correlações nítidas com a variação da carga de aditivo, sendo que é verificado que há uma espécie de inflexão na qual a relação entre as propriedades (direta ou inversamente proporcional) muda, mostrando um comportamento diferente. Exemplo disso é o que acontece em relação ao grau de cristalinidade dos materiais compósitos, que apresentam um máximo para uma determinada carga de aditivo e depois decresce, mesmo com o aumento da quantidade do mesmo (SADRANI *et al*, 2016).

Nos estudos de Kömmling *et al* (2018) foram utilizadas dosagens de 50, 100, 200, 400 e 600 kGy, com taxa de $3 \text{ kGy}\cdot\text{h}^{-1}$, oriunda de uma fonte emissora de raios gama (^{60}Co). Os materiais que deram origem aos corpos de prova foram produzidos por moldagem por compressão a quente. Os resultados dos corpos de prova irradiados foram comparados com os que não sofreram irradiação para verificação de alterações em propriedades

relacionadas à atenuação de nêutrons. Já o trabalho de Wang *et al* (2017) foca em dosagens advindas do mesmo nuclídeo (^{60}Co), mas com valores de 50, 100, 150 e 200 KGy e taxa de dosagem igual a $7 \text{ kGy}\cdot\text{h}^{-1}$.

O trabalho de Toyen *et al* (2019) teve como foco um material compósito feito com PEUAPM e um óxido do elemento samário. Neste trabalho, além dos estudos relativos à atenuação de nêutrons, procurou-se verificar o quanto o processo de irradiação gama alteraria as propriedades do material, principalmente em relação às características mecânicas do mesmo. As dosagens aplicadas foram, de modo geral, menores que as utilizadas nos trabalhos citados.

Uma banda específica que pode ser observada, e que é característica do material neste intervalo, está nas proximidades de 1713 cm^{-1} , que corresponde a grupos cetônicos que podem ser formados conforme é aumentada a dosagem absorvida pelo material. De resto, considera-se que as bandas dominantes, que servem com uma espécie de controle, na qual bandas características do material sejam mantidas após a radiação, no polímero não irradiado tendem a ser preservadas mesmo após o processo de irradiação gama (MOEZ *et al*, 2012; TOYEN *et al*, 2019).

Nos materiais contendo PEUAPM constam bandas ou picos característicos da própria matriz, como os de estiramentos de ligações C– em grupos metileno (no “interior” da cadeia polimérica) e metila (nas extremidades da cadeia polimérica) e de ligações C=C, próximos a 2848 cm^{-1} , 2915 cm^{-1} e 1618 cm^{-1} , respectivamente, assim como de dobramento do tipo *rocking* entre as ligações C–H em grupos metileno em 720 cm^{-1} . Alguns trabalhos utilizam os dados relativos à intensidade de tais bandas ou picos para uma possível correlação entre aumento da dose de irradiação e o aumento do grau de cristalinidade do material, com conseqüente redução do grau de amorfismo (MOEZ *et al*, 2012; TOYEN *et al*, 2019).

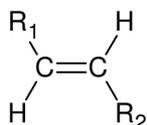
Já os resultados obtidos pelas análises de FTIR por Kömmling *et al* (2018) puderam constatar a presença de grupos característicos que podem indicar a formação de ligações cruzadas no material. Além dos grupos já indicados por

Moez *et al* (2012) que podem indicar o grau de cristalinidade do material, cujas bandas também aparecem nas curvas de FTIR do trabalho de Kömmling *et al* (2018), existe uma banda a ser destacada e que sua intensidade tende a aumentar conforme ocorre o aumento da dosagem na irradiação dos PEs utilizados. No trabalho de Wang *et al* (2017) também foram encontradas tais bandas características, indicando que o processo de radiação e a dosagem utilizada são pontos importantes para verificar mudanças estruturais no material.

O polietileno ainda pode sofrer alterações com a ação de radiações ionizantes, de forma a provocar danos no material ou mudar algumas das suas propriedades. As quebras de ligações, que são geradas por diversos tipos de mecanismos reacionais, acontecem entre os átomos de carbono e hidrogênio ou entre átomos de carbono, que estão na superfície ou no interior do material e ocasionam prováveis rearranjos entre os átomos citados (SHACKELFORD, 2008d; COSTA; BRACCO, 2004).

As bandas, na casa de 965 cm^{-1} em cada um dos materiais, são atribuídas à absorvância das ligações entre carbonos de um grupo chamado de transvinileno, representado pela Figura 2.10, que é formado num processo de desidrogenação de parte da cadeia de qualquer PE e que está associado à formação de ligações cruzadas entre as cadeias poliméricas dentro da estrutura da molécula do material. Essa banda, especificamente, tende a ser mais visível no espectro para materiais que sofreram dosagem a partir de 100 kGy. (KÖMMLING *et al*, 2018; MOEZ *et al*, 2012; WANG *et al*, 2017).

Figura 2.10 – Estrutura do transvinileno.



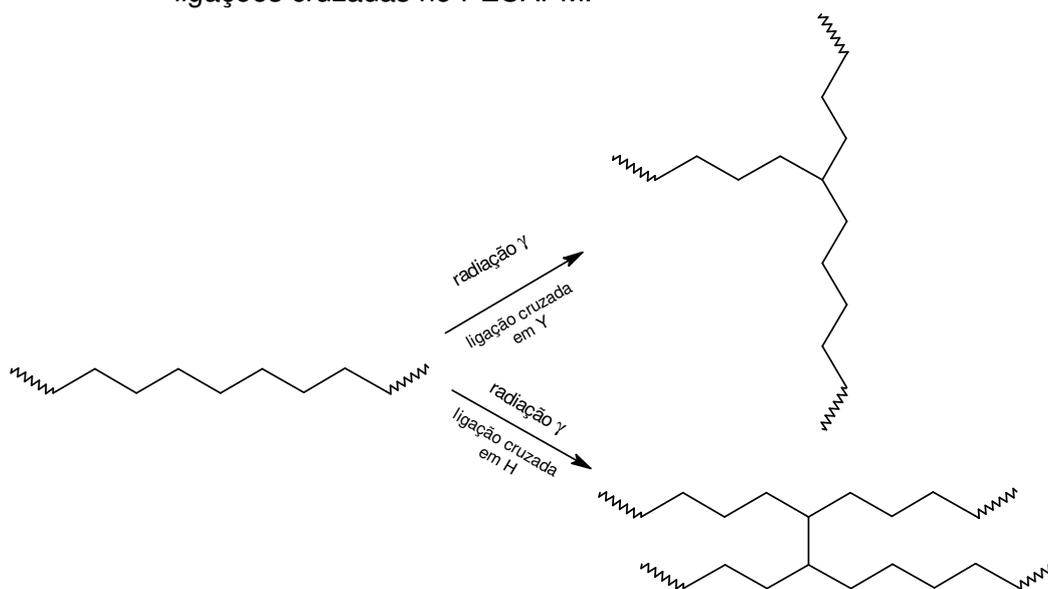
Fonte: Adaptado de Costa e Bracco (2004) e Bracco *et al* (2018).

As radiações ionizantes em altas dosagens, especificamente quando se trata da radiação gama, são responsáveis pela formação de ligações cruzadas

no material. Dentre os possíveis mecanismos reacionais que podem gerar estruturas oriundas da provável formação de ligações cruzadas, destacam-se os mecanismos para formação de ligações cruzadas em “H” e “Y”, sendo que o último é o mais favorecido (CALLISTER, 2012c; COSTA; BRACCO, 2004; KÖMMLING et al, 2018).

Conforme descrito na Figura 2.11, a explicação para o maior favorecimento para a formação da ligação cruzada em “Y” se deve ao fato de que o mecanismo para a formação dessa estrutura tem menor impedimento estérico se comparado àquele para a formação da ligação cruzada em “H” e também por condições ambientes durante o processo de irradiação (COSTA; BRACCO, 2004).

Figura 2.11 – Esquema com algumas possibilidades de reações para formação de ligações cruzadas no PEUAPM.



Fonte: Adaptado de Costa e Bracco (2004, p. 249 e 250).

Esses mecanismos dependem exclusiva e essencialmente de etapas reacionais nas quais sejam formados radicais como alil (ou alila), vinil (ou vinila) e vinileno, sendo estes dois últimos gerados em função da própria estrutura do polímero, em função das cisões homolíticas nas ligações entre

átomos de carbono e hidrogênio. Essas características em termos de estrutura do PEUAPM são possíveis porque esse polímero contém outros grupos e fragmentos diferentes dos metilenos (grupos $-\text{CH}_2-$, em maior proporção no PEUAPM) tais como ligações duplas vinílicas, carbonos terciários e grupos metila em sua composição (COSTA; BRACCO, 2004).

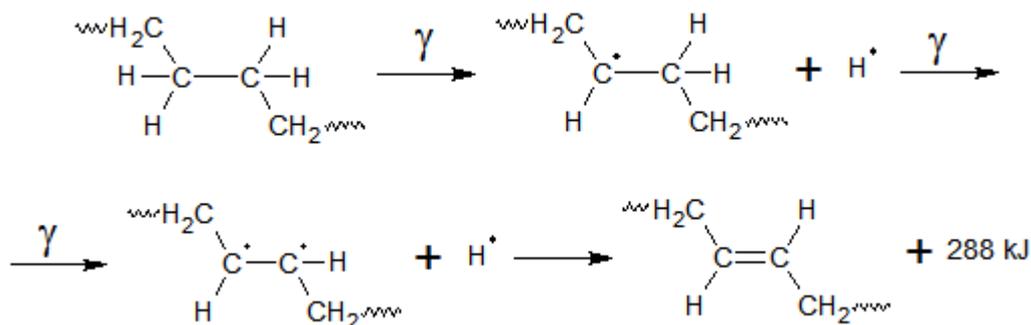
A geração da estrutura oriunda da formação da ligação cruzada precisa da união entre dois radicais livres que venham a ser obtidos pela cisão homolítica de ligações na cadeia do PEUAPM. Sendo assim, os radicais que tenham sido formados com a quebra de ligações em carbonos primários devem se unir com outros radicais, preferencialmente formados a partir de cisões de ligações em carbonos secundários, para gerar a estrutura de interesse (COSTA; BRACCO, 2004).

A depender do mecanismo que pode ocorrer, estas ligações formadas podem melhorar propriedades do material como, por exemplo, o comportamento mecânico em termos de resistência ao amolecimento e ao escoamento em temperaturas elevadas (CALLISTER, 2012c; COSTA; BRACCO, 2004; KÖMMLING *et al*, 2018).

Segundo Spiegelberg (2004), Costa e Bracco (2004), e Bracco *et al* (2018), o grupo transvinileno é um produto radiolítico, ou seja, é formado inicialmente pela quebra de ligações entre átomos de carbono e hidrogênio na estrutura do material quando o mesmo é exposto a radiações ionizantes, com a formação de algum radical intermediário, e conseqüente formação de ligações entre estes radicais e outros que porventura sejam formados em reações semelhantes. Neste processo há a liberação de átomos de hidrogênio, na forma de H_2 (quando cada uma de suas moléculas é formada pela ligação entre dois átomos de hidrogênio liberados após a cisão homolítica de ligações C-H), e o monitoramento da uniformidade das doses de radiação recebidas pelo material.

As etapas da transformação de um fragmento do PE em um grupo transvinileno estão descritas na Figura 2.12.

Figura 2.12 – Etapas da formação do grupo transvinileno.



Fonte: Adaptado de Bracco *et al* (2018).

Tanto no trabalho de Shin *et al* (2014) quanto no de Li *et al* (2019), a funcionalização de cada um dos tipos de superfícies dos materiais produzidos foi examinada através de FTIR. A técnica, neste caso, teve como objetivo a verificação da formação de algum tipo de ligação entre o agente responsável pela funcionalização e moléculas da substância que estão no aditivo (B_4C) e que estejam presentes na superfície do material.

De fato, no trabalho de Shin *et al* (2014) é possível observar a formação de ligações com átomos de silício – presentes no funcionalizador – e de oxigênio – ligados ao BN e fixados em pré-tratamento, além de bandas relativas à matriz PEAD. Os resultados obtidos por Li *et al* (2019) em relação ao exame da funcionalização da superfície foram capazes de detectar a presença da matriz utilizada e do aditivo – através das bandas relativas às ligações B–B e B–C – que podem ser relacionadas a modos de estiramento ou de vibrações destas ligações.

Essas informações de natureza espectrométrica ficam mais evidentes nos resultados obtidos nos trabalhos de Ivashchenko *et al* (2016), Romanos *et al* (2013), Edio (2017) e Noroozi *et al* (2020) nos quais são determinadas as bandas de absorção de ligações nas quais estão presentes átomos de B em compostos contendo moléculas derivadas da estrutura icosaédrica deste elemento, cuja fórmula molecular original é B_{12} .

Já no trabalho de Rodrigues e Broughton (2013) é possível verificar bandas relativas às ligações covalentes que podem existir entre átomos presentes no aditivo e na substância responsável pela funcionalização deste material.

Estudos com compósitos de matriz polimérica e com compostos de boro em sua composição também mostram resultados robustos em relação a propriedades atenuadoras de determinados tipos de radiação. Shin *et al* (2014) produziram um trabalho no qual compósitos cuja matriz é o PEAD e o aditivo são o nitreto de boro (BN) e o B_4C para a utilização na blindagem de nêutrons. Já Rodrigues e Broughton (2013) e Li *et al* (2019) realizaram estudos sobre um compósito de poliimida/ B_4C também para aplicação na atenuação de nêutrons.

Dos materiais produzidos e estudados por Shin *et al* (2014), apenas em um deles o aditivo precisou passar por um tipo de tratamento para a sua utilização. Este tratamento, chamado especificamente de funcionalização, consistiu em uma reação química entre uma variedade de silano, um grupo de substâncias muito utilizadas para este tipo de procedimento, e unidades de BN contidas na superfície de partículas deste material para que a adesão deste a matriz seja comparada com o BN e o B_4C sem qualquer tipo de tratamento, além de outras técnicas de caracterização.

Nos trabalhos de Li *et al* (2019) e Rodrigues e Broughton (2013), o B_4C foi funcionalizado com outros tipos de silano para a formação de compósitos, cujas funções são, respectivamente, para utilização como material de blindagem de nêutrons e entendimento da influência da funcionalização nas propriedades mecânicas do material produzido. A ideia de se utilizar o agente funcionalizador é para melhorar a adesão ou acoplamento entre matriz e aditivo no compósito, preferencialmente através de ligações químicas.

Quando há algum processo que envolva a incidência de radiações no material, é importante a verificação de possíveis alterações na estrutura do material, pois a depender do fenômeno que envolve a irradiação, existe a possibilidade de formação de novas estruturas, transmutações químicas (com a

transformação de átomos de um elemento químico em outro) ou grupamentos químicos diferenciados.

Em relação aos ensaios mecânicos, térmicos e termomecânicos, é possível realizar alguma correlação entre a fração do aditivo e algum processo que resulte em alterações na natureza e estrutura do material (quando ocorrer o mesmo) e variações nas suas propriedades mecânicas.

Técnicas de caracterização como DSC e FTIR, por exemplo, foram utilizadas para determinar propriedades e possíveis variações das mesmas nos materiais irradiados. Nessa ordem, foram verificadas informações como temperatura de fusão, grau de cristalinidade, grau de ligações cruzadas, módulo de cisalhamento e ligações e grupos químicos formados no material após a irradiação (KÖMMLING *et al*, 2018).

Ensaio mecânicos de tensão foram realizados para verificar o comportamento do material, obtido via pré-tratamento térmico e por jateamento dos componentes do compósito feito por Tariq *et al* (2018), em função da expectativa de aplicação do mesmo e foi verificado que o material não apresentou qualquer deformação plástica e que alguns dos parâmetros voltados para o controle da resistência mecânica do mesmo são a porosidade e tamanho de grão. Já para o material feito por Xu *et al* (2016) foi verificado que o material contendo Gd e redução na carga de B₄C apresentou redução de sua resistência mecânica, aumento na sua capacidade de deformação elástica e fratura com comportamento plástico ao final do ensaio, enquanto que o compósito contendo apenas o B₄C como aditivo apresentou maior resistência mecânica, porém sem qualquer tendência de comportamento plástico.

Da mesma forma, os trabalhos de Martínez-Morlanes *et al* (2011) e Toyen *et al* (2019), além da avaliação do efeito da variação de carga do aditivo, fez-se uma análise sobre a influência da formação de ligações cruzadas, oriundas da irradiação dos materiais, nas propriedades mecânicas destes compósitos. Apesar da melhora nas propriedades atenuadoras relacionadas aos processos de irradiação com nêutrons, verificou-se que em ambos os estudos ocorreu uma relativa piora nas propriedades mecânicas ensaiadas, em relação ao que

fora determinado para a matriz polimérica pura, o que podem estar relacionados ao fato de não haver ligações ou interações de natureza química entre matriz e aditivos utilizados.

Já no trabalho de Shi *et al* (2019), os resultados obtidos por meio da técnica de TMA mostram que os materiais apresentaram consideráveis alterações nos valores dos seus respectivos coeficientes de expansão linear em função da quantidade de aditivo do material, sendo que há uma espécie de inflexão para uma determinada quantidade de aditivo. Isso pode estar relacionado à inibição da mobilidade das cadeias da matriz polimérica no material, que pode ser prejudicada com a redução do índice de cristalinidade do material.

Ainda sobre a técnica de TMA, o trabalho de Yang *et al* (2017) permitiu análises a respeito de uma possível correlação entre variação de carga de aditivo em cada tipo de compósito e da T_{DC} obtida pela técnica. Nota-se que a relação entre os dois conjuntos de dados é de natureza diretamente proporcional e que isso pode ser explicado por prováveis alterações nas interações entre as fases da matriz e do aditivo, as quais podem ter afetado o crescimento de cristais nos materiais e, com isso, o comprometimento da cristalização do mesmo, também evidenciada pelos dados fornecidos no trabalho.

Os ensaios térmicos mostram que existe a possibilidade de formação de ligações cruzadas entre os componentes da EDPM e o B_2O_3 , visto que, no caso dos resultados obtidos pela técnica de DSC, indica que pode haver uma correlação entre o aumento das áreas nas regiões abaixo dos picos contidos nos gráficos e a presença e a adição de mais carga (B_2O_3) ao compósito. Os ensaios mecânicos indicam que a presença de B_2O_3 no compósito altera de maneira considerável as propriedades mecânicas do material, aumentando a energia necessária para a quebra e a alongação máxima do material, mas também ocasionando uma queda no módulo de estresse do material e um decaimento no estresse máximo que o material pode suportar (ÖSDEMİR *et al*, 2017).

Os resultados do DSC obtidos por Kömmling *et al* (2018) mostram a tendência de correlação entre o aumento da dosagem aplicada ao material e o discreto aumento na T_F do mesmo. Os resultados alcançados por Wang *et al* (2017) seguem a mesma tendência. Da mesma forma, há uma outra possível correlação entre a dosagem aplicada e o grau de cristalinidade do material, segundo ambos estudos. Já Wang *et al* (2017) verificam variações de determinadas propriedades mecânicas a partir da quantidade de aditivo (PEUAPM irradiado) e da dosagem utilizada. A depender do tipo de ensaio, as propriedades podem melhorar ou piorar consideravelmente em função de qualquer um desses parâmetros.

Em relação à atenuação da irradiação de fótons, os dados do trabalho de Abdalsalam *et al* (2019) mostram que os materiais tendem a ter a atenuação da radiação melhorada com o aumento da concentração ou carga do aditivo nos materiais estudados, assim como o que já fora visto e abordado para os estudos de blindagem da irradiação de nêutrons em trabalhos como os de Tariq *et al* (2018), Xu *et al* (2016), Li *et al* (2019), Rodrigues e Broughton (2013) e Toyen *et al* (2019).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão abordadas características gerais e informações sobre os materiais que serão utilizados no trabalho e as técnicas de caracterização que serão utilizadas para o entendimento de determinadas propriedades do material atenuador que foi produzido.

Algumas técnicas de caracterização serão abordadas, necessariamente, em função da caracterização e estudos a respeito dos materiais que foram produzidos e pesquisados.

As quantidades da matriz polimérica e do aditivo no compósito estudado e em cada uma das suas composições são partes importantes a serem avaliadas neste trabalho, assim como a maneira utilizada para a obtenção do mesmo, em função das especificações e metodologias já disseminadas por seus fabricantes e em outros trabalhos acadêmicos.

3.1 Polietileno de ultra-alto peso molecular

O polietileno é um polímero conhecido e utilizado mundialmente nos meios industrial e doméstico. Termoplástico, muito utilizado para a produção de objetos como filmes e frascos para embalagens de produtos alimentícios, farmacêuticos e químicos; bombonas; fitas para lacrar embalagens e material hospitalar, é produzido e disponibilizado como matriz para produtos finais de várias formas, tais como PEBD e até o PEUAPM (MANO; MENDES, 2004c; COUTINHO *et al*, 2003).

O PEUAPM, de especificação UTEC 6540, que foi utilizado neste trabalho foi fornecido pela empresa BRASKEM S.A., com níveis baixos de neutralizantes e de fluxo de pó, considerável resistência química a uma ampla variedade de substâncias, até mesmo em temperaturas elevadas, com exceção a alguns solventes orgânicos e oxidantes fortes, como o ácido nítrico e o peróxido de hidrogênio. Pode ainda ser degradado por ação de oxigênio e de raios ultravioleta, ambos de maneira induzida. Sua resistência ao impacto é semelhante a do aço, assim como a sua resistência ao desgaste por abrasão, e

sua viscosidade intrínseca é uma das maiores dentre os diversos tipos de polietileno produzidos para o uso como plástico de engenharia. As demais propriedades constam na Tabela 3.1 (BRASKEM, 2006; BRASKEM, 2014; BRASKEM, 2018; COUTINHO *et al*, 2003; MANO, 1991a; MANO, 1991b).

Tabela 3.1 – Principais propriedades do PEUAPM.

Propriedade	Valor
Massa específica, ρ (g.cm ⁻³)	Pó: 0,45
	Consolidado: 0,925
Temperatura de distorção térmica (°C)	Entre 68 e 82
Temperatura de amolecimento (°C)	128
Temperatura de fusão cristalina, T_F (°C)	Entre 133 e 135
Temperatura de transição vítrea, T_g (°C)	Entre -100 e -125
Tamanho médio de partícula (μm)	250
Massa molar (g.mol ⁻¹)	Entre $2,0 \times 10^6$ e $8,0 \times 10^6$
Tensão na ruptura (MPa)	> 30
Alongamento (%)	Entre 200 e 500
Limite de escoamento (MPa)	17
Calor de fusão (J.g ⁻¹)	142
Coefficiente de expansão térmica linear (°C ⁻¹)	$1,5 \times 10^{-4}$

Fontes: Adaptado de BRASKEM (2006); BRASKEM (2014); BRASKEM (2018); Coutinho *et al* (2003); Kurtz (2004); Spiegelberg (2004); Mano (1991a); Mano (1991b); Peacock (2000).

3.2 O boro

O boro utilizado, produzido pela empresa HC Starck, é um pó amorfo, de coloração marrom escura e forma porções com forma e tamanho irregulares muito fácil e espontaneamente. As principais propriedades deste material estão contidas na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Principais propriedades do boro

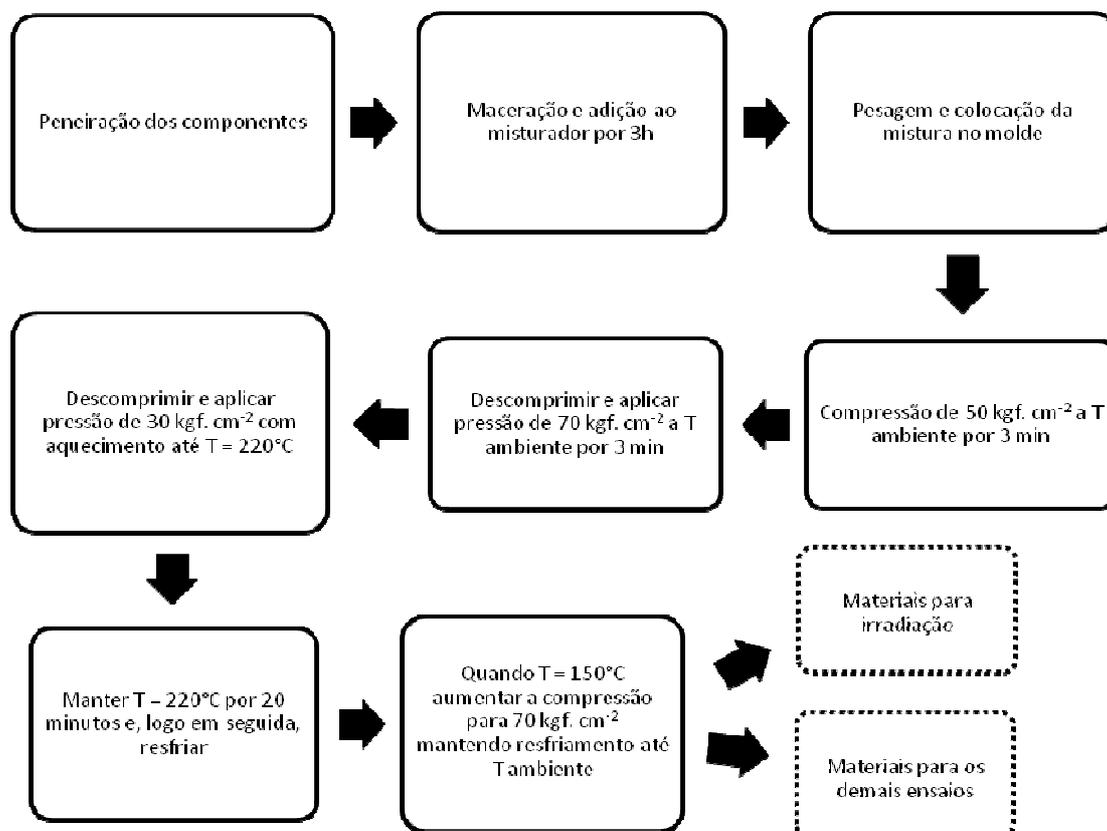
Propriedade	Valor
Massa molar ($\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$)	10,811
Temperatura de fusão, T_F ($^{\circ}\text{C}$)	2.180
Temperatura de ebulição, T_E ($^{\circ}\text{C}$)	3.650
Massa específica, ρ ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	$2,350 \pm 0,005$
Abundância dos isótopos	^{10}B : 19,6%
	^{11}B : 80,4%

Fontes: Adaptado de Atkins; Shriver (2003); Miessler *et al* (2014) e Talley *et al* (1960).

3.3 Metodologia experimental

Este trabalho seguiu uma metodologia que consistiu, inicialmente, pela confecção ou produção dos materiais compósitos, através de técnicas indicadas pelo fabricante da matriz polimérica e propostas na literatura específica e relativa a este componente, chegando às etapas de fracionamentos de cada um deles para produções de amostras e corpos de prova para os ensaios de caracterização dos materiais produzidos, conforme o fluxograma representado pela Figura 3.1.

Figura 3.1 – Fluxograma relativo às etapas de confecção dos materiais analisados neste trabalho



Fonte: Produção do autor (2019).

3.4 Quantificação dos componentes no material compósito

Para que sejam determinadas as quantidades em massa do PEUAPM e do boro nos materiais, é necessário correlacionar as frações volumétricas do aditivo e da matriz, que são utilizadas para definir as quantidades de cada um destes componentes no compósito, com as frações mássicas dos mesmos, inicialmente através das Equações 3.1 e 3.2, que são adequações das Equações 2.1 e 2.14, nesta ordem.

$$\rho_C = f_{V_B} \cdot \rho_B + f_{V_{PE}} \cdot \rho_{PE} \quad (3.1)$$

$$f_{m_B} + f_{m_{PE}} = 1 \quad (3.2)$$

nas quais, f_{m_B} , $f_{m_{PE}}$, f_{V_B} e $f_{V_{PE}}$ são, respectivamente, as frações mássicas e volumétricas do boro e do PEUAPM no compósito; ρ_C é a massa específica do compósito numa dada proporção entre matriz e aditivo e; ρ_B e ρ_{PE} as massas específicas do boro e do PEUAPM puros.

Pela regra das misturas, é possível relacionar diretamente as frações mássicas f_{m_B} e $f_{m_{PE}}$ com as massas específicas ρ_C , ρ_B e ρ_{PE} , através da Equação 3.3, que é uma adequação da Equação 2.13:

$$\frac{1}{\rho_C} = \frac{f_{m_B}}{\rho_B} + \frac{f_{m_{PE}}}{\rho_{PE}} \quad (3.3)$$

isolando o termo f_{m_B} da Equação 3.2 (dando origem à Equação 3.4) e substituindo-o na Equação 3.3, tem-se:

$$f_{m_B} = 1 - f_{m_{PE}} \quad (3.4)$$

$$\frac{1}{\rho_C} = \frac{1 - f_{m_{PE}}}{\rho_B} + \frac{f_{m_{PE}}}{\rho_{PE}} \quad (3.5)$$

ao fazer os arranjos necessários, chega-se à Equação 3.6:

$$f_{m_{PE}} = \frac{\rho_{PE} \cdot (\rho_B - \rho_C)}{\rho_C \cdot (\rho_B - \rho_{PE})} \quad (3.6)$$

As misturas feitas devem apresentar proporções de boro amorfo, em termos de volume respectivamente iguais a 2,5%, 5,0%, 7,5% e 10% adicionados à matriz polimérica. Essas proporções, em termos de volume, fornecem – em conjunto com os resultados obtidos pelo uso das Equações 3.1, 3.4 e 3.6 – os seguintes dados da Tabela 3.3 para cada mistura.

Tabela 3.3 – Dados sobre massa específica do compósito e frações mássicas do aditivo e matriz em função das frações volumétricas do aditivo e da matriz do compósito.

Fração volumétrica do aditivo (% v/v)	Fração volumétrica da matriz (% v/v)	Massa específica estimada para o compósito (g.cm ⁻³)	Fração mássica do aditivo (% m/m)	Fração mássica da matriz (% m/m)
2,5	97,5	0,961	6,20	93,8
5,0	95	0,997	11,9	88,1
7,5	92,5	1,033	17,1	82,9
10	90	1,068	22,0	78,0

Fonte: Produção do autor (2019).

3.5 Confeção das placas

Tanto o PEUAPM quanto o boro foram peneirados em peneira de #42 e, em seguida, pesados nas quantidades indicadas para a produção de cada material. O boro amorfo foi macerado junto ao PEUAPM em um recipiente de porcelana e a mistura foi levada a um misturador em “V”, marca TREU, modelo M-573-131, do Laboratório de Processamento de Pós, da Divisão de Materiais, que pertence ao Instituto de Aeronáutica e Espaço (LPPO-AMR-IAE) mostrado na Figura 3.2, no qual o procedimento dura aproximadamente 3 horas. Ao término desta etapa, cada mistura feita foi retirada e pesada novamente para a colocação no molde no qual o processamento de cada uma das placas foi processada posteriormente.

Figura 3.2 – Misturador em “V” marca TREU.

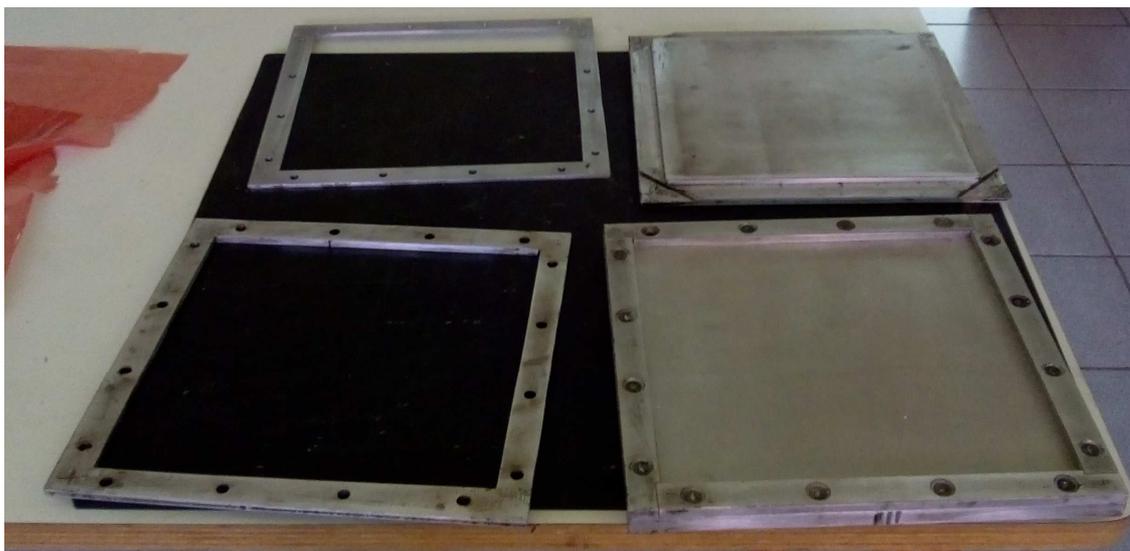


Fonte: Produção do autor (2019).

Os materiais produzidos foram obtidos através da metodologia indicada pelo fabricante do PEUAPM, a empresa BRASKEM S.A. Conforme o procedimento descrito por BRASKEM (2006) e Pereira (2013) – com adaptações –, o PEUAPM em pó puro ou misturado ao boro amorfo (nas proporções indicadas na Tabela 3.3) foi colocado em um molde de alumínio metálico, formado por uma placa quadrada, com cada um dos seus lados medindo 28 cm, que pode ser acoplada a um ou mais acessórios chamados de máscaras, que têm a função de proporcionar o aumento da profundidade do molde e, com isso, o acréscimo na espessura da placa do material a ser formado durante o processo, que consta na Figura 3.3.

Antes da adição das misturas de pós (ou também do PEUAPM), foi aplicado no molde e seus acessórios um desmoldante para proteger tanto a própria ferramenta quanto o material, que também teve a função de facilitar a retirada de cada placa formada após a finalização do processo.

Figura 3.3 – O molde e seus acessórios utilizados para produzir as placas.



Fonte: Produção do autor (2019).

O material que foi conformado no molde para que, através da operação da prensa, fosse nivelado o máximo possível para que cada placa formada apresentasse espessura mais homogênea possível ao final do processo.

Para conformar o material, além do molde e do seu ferramental, foi utilizada uma prensa hidráulica, marca PHD, modelo PHCARSH254050, com função de aquecimento que é programada e ajustada através de um *tablet* acoplado ao equipamento, e que pode aplicar cargas de até 25 Ton sobre o material inserido no mesmo. Esse equipamento pertence ao Laboratório de Materiais Poliméricos (LMPO), da AMR-IAE. É possível fazer uma programação adequada para que a rampa de aquecimento seja realizada em função de um determinado período de tempo. O resfriamento do equipamento durante a operação pode ser feito através da circulação de água em um sistema de serpentinas ou espontaneamente, sem auxílio de um sistema de refrigeração mais tecnológico. O equipamento em questão está representado na Figura 3.4.

Figura 3.4 – Prensa PHD utilizada para produzir os materiais.



Fonte: Produção do autor (2019).

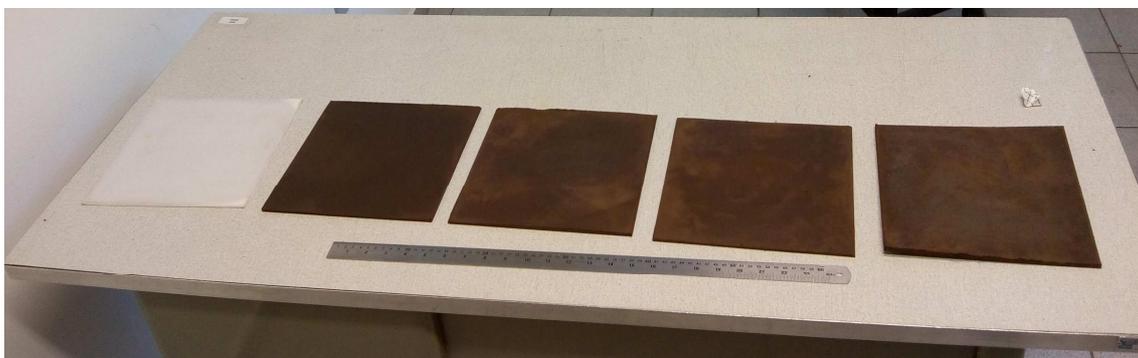
O material, previamente pesado, ao ser colocado nesta placa, deve ter sua quantidade ajustada através do nível limitado pelo molde para tornar sua espessura regular durante o procedimento. O mesmo deve ser colocado em uma prensa com controle de temperatura na qual é comprimido inicialmente à 50 kgf. cm^{-2} por 3 minutos para degasagem.

Em seguida, a pressão é aliviada e torna-se a comprimir novamente o material, agora com 70 kgf. cm^{-2} por 3 minutos. Torna-se novamente a aliviar a pressão sobre o material e a comprimi-lo em seguida, mas agora com o equivalente a uma pressão de 30 kgf. cm^{-2} . Em paralelo, começa-se o processo de aquecimento do material, mantendo essa compressão, até $220 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Quando a temperatura final é alcançada, mantêm-se um patamar com essa temperatura de forma constante por 20 minutos.

Após isso, inicia-se o procedimento de resfriamento, até temperatura ambiente, por meio de programação manual da própria prensa. Quando a temperatura alcança 150°C , a pressão é aumentada para 70 kgf.cm^{-2} e mantida

até que seja alcançada a temperatura ambiente. O procedimento acima é aplicável para a produção dos materiais com boro amorfo adicionado à matriz polimérica, considerando que materiais com diferentes quantidades ou cargas do aditivo podem ser feitas. Na Figura 3.5 são mostradas algumas placas produzidas, sendo que, da esquerda para a direita estão dispostas as placas com PEUAPM puro e aquelas com adição de 2,5%, 5,0%, 7,5% e 10% de boro amorfo, respectivamente nessa ordem.

Figura 3.5 – Algumas placas produzidas dos materiais utilizados no trabalho.



Fonte: Produção do autor (2019).

Além da placa de PEUAPM puro, foram feitas placas com 2,5%, 5,0%, 7,5% e 10% de boro amorfo, em termos de volume, adicionado à matriz. Todas essas placas apresentaram formato próximo de um quadrado, com lado de 24 cm.

As amostras dos materiais produzidos, para fins de diferenciação e facilitação na exposição, tratamento e discussão de dados experimentais, serão identificadas da seguinte forma que consta na Tabela 3.4, considerando que o material cuja fração volumétrica de boro seja igual a 0 é a de PEUAPM sem aditivo.

Tabela 3.4 – Identificação de cada uma das amostras pesquisadas neste trabalho.

Fração volumétrica do boro (% v/v)	Identificação
0,0	PEUAPM
2,5	PE+2,5B
5,0	PE+5,0B
7,5	PE+7,5B
10	PE+10B

Fonte: Produção do autor (2019).

As placas produzidas foram devidamente fracionadas para dar origem aos corpos de prova e amostras utilizadas nas técnicas e ensaios de caracterização utilizados e analisados neste trabalho.

3.6 Técnicas de caracterização e ensaios dos materiais

A seguir serão descritas as técnicas de caracterização e ensaios dos materiais e compósitos estudados neste trabalho.

3.6.1 Densidade hidrostática relativa

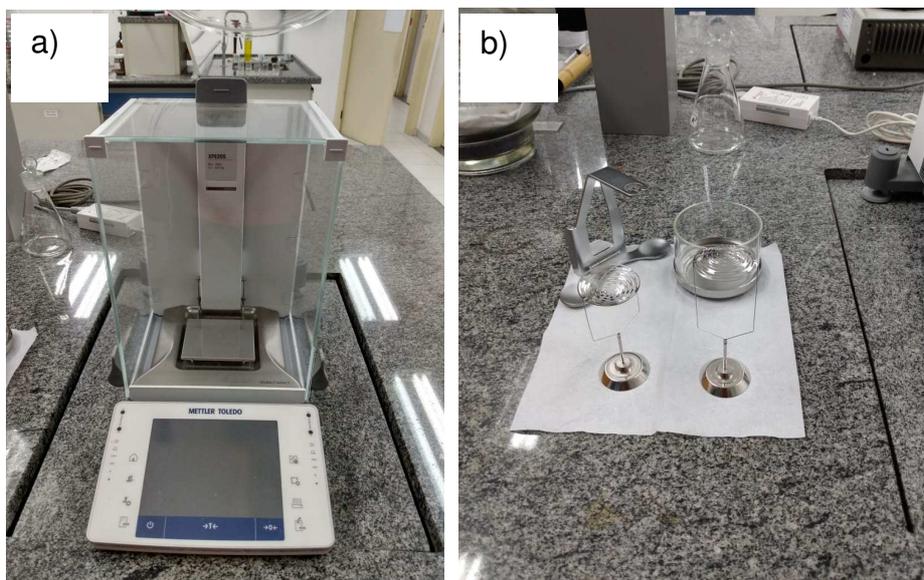
Essa técnica, baseada na norma ASTM D792-00, foi realizada no Laboratório de Análises Químicas da Divisão de Propulsão, no Instituto de Aeronáutica e Espaço (LAAQ-APR-IAE).

Nesta técnica, os materiais cujos valores de densidade tenham que ser determinados são imersos em um líquido de densidade conhecida – no caso, água – em uma determinada temperatura. O líquido e o material a ser analisado não podem reagir durante o ensaio.

Caso a temperatura da água seja de 23°C, a densidade é obtida em função através apenas das massas do corpo de prova livre e do corpo de prova em conjunto com o líquido utilizado no procedimento. Caso a temperatura do líquido seja diferente de 23°C, deve-se fazer uma correção em função das diferenças entre as temperaturas e das densidades deste fluido nestas mesmas temperaturas.

Todas as análises foram feitas na balança analítica Mettler-Toledo, modelo XPE205, com os acessórios relativos à técnica de determinação de densidade relativa, conforme mostram as Figuras 3.6 a) e b) o equipamento e os acessórios, respectivamente.

Figura 3.6 – Balança analítica Mettler-Toledo XPE205.



Fonte: Produção do autor (2019).

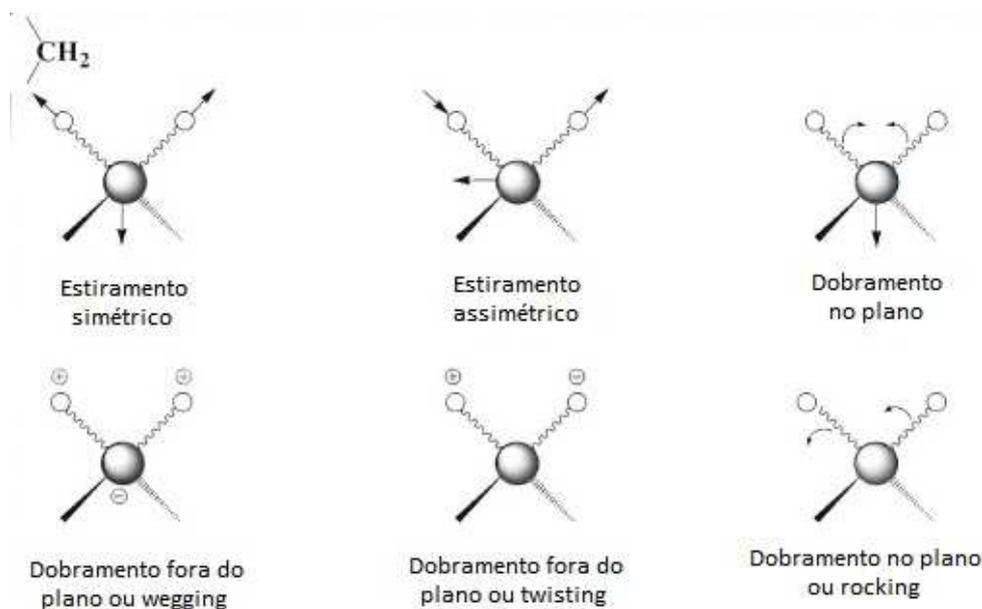
3.6.2 Espectroscopia no FTIR

Com esta técnica pretende-se verificar, através de informações sobre interações entre átomos ou grupos funcionais presentes nas estruturas da matriz polimérica e do aditivo o tipo de interação que ocorre entre os mesmos, assim como ligações químicas que caracterizem todos os componentes presentes nos materiais.

A partir destas informações, é possível saber, com mais profundidade, se ocorrem interações de natureza física (através de forças intermoleculares) ou química (por meio de ligações covalentes) entre matriz e aditivo.

Na estrutura de uma molécula ou macromolécula os átomos presentes podem realizar diversos movimentos vibracionais, com determinada restrição, que podem ser identificados nesta técnica através de frequências que podem ser registradas através de picos ou bandas em um espectro na faixa do infravermelho. A Figura 3.7 mostra os possíveis modos de vibração do grupo metileno ($-\text{CH}_2-$) e a Figura 3.8 mostra como podem ser os modos vibracionais do tipo dobramento num grupo metila ($-\text{CH}_3$) (SILVERSTEIN *et al*, 2005).

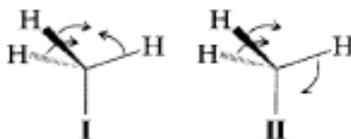
Figura 3.7 – Modos de vibração do grupo metileno.



Fonte: Adaptado de Silverstein *et al* (2005, p. 74).

É importante informar que esses modos vibracionais, sejam estes de deformação axial ou angular, podem ocorrer em quaisquer átomos, independentemente do grupo funcional no qual estejam inseridos (SILVERSTEIN *et al*, 2005).

Figura 3.8 – Modos vibracionais do tipo dobramento simétrico (I) e assimétrico (II).



Fonte: Adaptado de Silverstein *et al* (2005, p. 83).

Os materiais obtidos para este trabalho foram caracterizados por meio desta técnica no Espectrômetro Spectrum One, fabricante Perkin Elmer, do Laboratório de Análises Instrumentais do Instituto de Propulsão, no Instituto de Aeronáutica e Espaço (LAAI-APR-IAE), mostrado na Figura 3.9.

Figura 3.9 – Espectrômetro Perkin Elmer Spectrum One utilizado nas análises de FTIR.



Fonte: Produção do autor (2019).

3.6.3 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A técnica de calorimetria exploratória ou de varredura diferencial (DSC, sigla do inglês para *Differential Scanning Calorimetry*) é capaz de mensurar as temperaturas e o fluxo de calor que podem, em conjunto, serem responsáveis pelas transições que uma substância ou um material sofre em função da temperatura e do tempo. Tais medidas podem fornecer informações

quantitativas e qualitativas sobre fenômenos e propriedades específicas do analito que esteja sendo estudado (MOTHÉ e AZEVEDO, 2009).

As propriedades que interessam e necessitam de análise para este trabalho e que podem ser mensuradas por esta técnicas são a T_g , T_F e a variação da entalpia de fusão do material ($\Delta H_{\text{material}}$).

A partir do valor de $\Delta H_{\text{material}}$, é possível determinar o índice de cristalinidade de um material polimérico ou que seja um compósito de matriz polimérica, segundo a Equação 3.7

$$X\% = \frac{\Delta H_{\text{material}}}{f_{m_{PE}} \cdot \Delta H_{PEUAPM}^{\circ}} \times 100\% \quad (3.7)$$

na qual $f_{m_{PE}}$ é a fração mássica da matriz polimérica, que é o PEUAPM (dada na Tabela 3.3 e $\Delta H_{PEUAPM}^{\circ}$ é a entalpia de fusão do PEUAPM puro, que é igual a 291 J.g^{-1} (SPIEGELBERG, 2004; SADRANI, 2016).

Os materiais obtidos para este trabalho foram caracterizados por meio desta técnica no Analisador Térmico DSC Perkin Elmer, Pyris I do Laboratório de Caracterização Físico-Química, da Divisão de Materiais, no Instituto de Aeronáutica e Espaço (LCFQ-AMR-IAE), mostrado na Figura 3.10.

Figura 3.10 – Analisador Térmico DSC Perkin Elmer, modelo Pyris I.



Fonte: Produção do autor (2019).

3.6.4 Análise termomecânica (TMA)

Esta técnica, cuja sigla vem do inglês *thermomechanical analysis*, na qual o material tem seu comportamento analisado sob um processo de torção sob um mecanismo de estresse em função do tempo ou da temperatura, fornece com confiabilidade informações sobre propriedades térmicas e termomecânicas como principais resultados. É uma técnica vastamente utilizada para caracterizar materiais poliméricos e compósitos tanto para exploração comercial quanto para produção de conhecimento (SABA; JAWAID, 2018).

Uma das propriedades que podem ser mensuradas através desta técnica é a T_g , que indica uma mudança de estado ou de fase em um material e que indica uma mudança em seu comportamento nas suas propriedades mecânicas, pois está associada a transições entre estados frágil (ou vítreo) e borrachoso (ou plástico), a depender do tipo de material ou corpo de prova (SABA; JAWAID, 2018; MOTHÉ; AZEVEDO, 2009).

Outra propriedade que pode ser medida através desta técnica é o α_l , também conhecido como coeficiente de dilatação linear ou coeficiente de expansão térmica. O valor de α_l indica mudanças em termos de expansão ou contração de um material em função da temperatura (SABA; JAWAID, 2018).

Boa parte dos materiais sofre alterações quando são aquecidos. Em geral, esse aquecimento faz com que o tipo de deformação que ocorra neles seja uma dilatação. Dessa forma, todo o processo de dilatação que envolve calor é chamado de dilatação térmica. Ao pensar-se em dimensões, especificamente num eixo ou linha, é de se esperar que a distância média ou variação de comprimento (ΔL) seja diretamente proporcional ao comprimento inicial do material (L_0) (SABA; JAWAID, 2018).

O valor de α_l se correlaciona com ΔL e ΔT do material, simultaneamente, durante um processo de expansão térmica. Em uma curva de expansão térmica em termo linear ou axial ($\Delta L/L_0$) e em função da temperatura, o valor de α_l é dado pela inclinação desta curva, que pode ser calculada pela Equação

3.8, a considerar a força F que atua sobre o material durante a dilatação seja constante (SPEYER, 1993).

$$\alpha_l = \frac{1}{L_0} \left(\frac{\partial L}{\partial T} \right)_F \quad (3.8)$$

Conhecidos ΔL e ΔT , a Equação acima pode ser reescrita na forma da Equação 3.9:

$$\alpha_l = \frac{\Delta L}{L_0 \cdot \Delta T} \quad (3.9)$$

O alongamento de um material pode ser obtido através da razão $\Delta L/L_0$, da Equação 3.10:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (3.10)$$

Com o alongamento definido pela Equação 3.10, a equação 3.9 pode ser reescrita como a Equação 3.11:

$$\alpha_l = \frac{\varepsilon}{\Delta T} \quad (3.11)$$

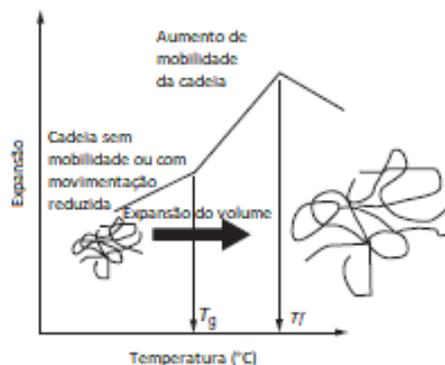
sendo as unidades de α_l , K^{-1} ou $(^\circ C)^{-1}$.

Também é possível obter o valor da T_g de um material ao observar o ponto de inflexão da curva de expansão térmica, ponto este que fica em um trecho anterior ao que se relaciona com a fusão do mesmo, assim como é possível obter também a temperatura de distorção ao calor, porém em outro trecho da curva. É notório que, em virtude de tais inflexões na curva, seja possível determinar diferentes valores para α_l para o material estudado a depender do intervalo analisado (SABA; JAWAID, 2018).

As informações mais importantes que são possíveis de serem extraídas de um conjunto de dados relativos ao TMA, além do α_l e de T_g são as temperaturas de distorção ao calor, de amolecimento e até a T_F do material pesquisado, parâmetros importantes para saber qual o comportamento do

mesmo dentro da faixa de temperatura estudada, como é mostrado no esquema contido na Figura 3.11, que representa uma curva característica obtida em TMA (BAIR *et al* 2009; SABA; JAWAID, 2018).

Figura 3.11 – Representação esquemática de uma curva de TMA em um processo de expansão térmica.



Fonte: adaptado de Bair *et al* (2009, p. 322).

Essa técnica foi realizada no equipamento de análise termomecânica TMA/SS6100, marca SII Nanotechnologies, do LAAI-APR-IAE, mostrado na Figura 3.12.

Figura 3.12 – Equipamento de análise termomecânica.



Fonte: Produção do autor (2019).

3.6.5 Teste de tração para materiais plásticos

Para verificar a possível influência do aditivo e a variação da sua quantidade dentre os materiais produzidos neste trabalho, foram realizados ensaios de tração, segundo a norma D638-14 da ASTM (2014).

Os corpos de prova que foram confeccionados segundo esta norma foram enviados e testados no equipamento MTS Landmark, conforme mostrado na Figura 3.13, instalado no Laboratório de Ensaios Estruturais, da Divisão de Integração e Ensaios do IAE (LEES-AIE-IAE).

Figura 3.13 – Equipamento para testes de tração MTS Landmark.



Fonte: Produção do autor (2019).

Os resultados disponibilizados através de dados dos ensaios fornecem a relação entre a tração aplicada a cada corpo de prova e o alongamento alcançado pelo mesmo, até a sua ruptura ou quebra, durante o ensaio. A partir disso é possível determinar algumas propriedades mecânicas dos materiais, como o alongamento (ε), definido pela Equação 3.10.

Também é possível obter o módulo de Young ou de elasticidade, a partir do trecho linear relativo à região cujo regime durante o ensaio é considerado elástico e é uma relação entre a tensão aplicada ao corpo de prova (σ) e ε cuja definição é tratada matematicamente pela Equação 3.12.

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (3.12)$$

Outras duas informações importantes que podem ser determinadas nesse ensaio são o limite de resistência à tração (*LRT*) que indica a tensão máxima na ruptura do corpo de prova do material e o limite de escoamento (σ_e), que é o ponto no qual ocorre a mudança do regime elástico para o plástico enquanto o corpo de prova do material é submetido à tração (ASTM, 2014).

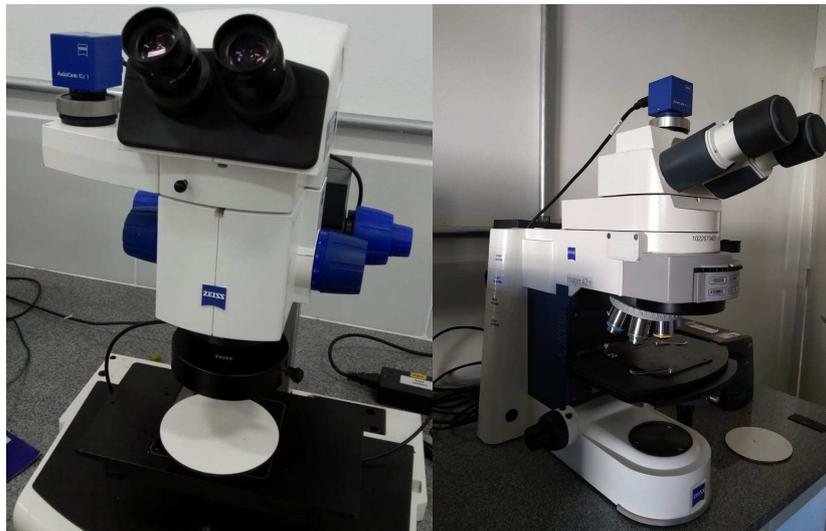
3.6.6 Microscopias Estereoscópica e Óptica

Para identificar tanto a textura quanto a dispersão do aditivo na matriz (para as amostras de compósitos) neste trabalho, fez-se uso de caracterizações via microscópios estereoscópico e óptico. A ideia é verificar se existe alguma correlação, em cada um dos materiais analisados, entre a qualidade da dispersão do aditivo na matriz e as propriedades mecânicas e termomecânicas indicadas através das técnicas de caracterização utilizadas neste trabalho, a partir da visualização da superfície de cada amostra analisada.

Também foi necessário fazer uso de imagens obtidas em microscópio óptico dos materiais puros para viabilizar medidas relativas ao tamanho médio das partículas dos mesmos.

Os materiais obtidos para este trabalho foram caracterizados por meio desta técnica no estereoscópio Zeiss, modelo STEMI-SV 11 e microscópio óptico Zeiss Axio Imager A2m do Laboratório de Materialografia, da Divisão de Materiais, no Instituto de Aeronáutica e Espaço (LMAT-AMR-IAE), mostrados na Figura 3.14.

Figura 3.14 – Estereoscópio Zeiss STEMI-SV 11, e microscópio óptico Zeiss Axio Imager A2m, da direita para a esquerda, respectivamente.



Fonte: Produção do autor (2019).

3.6.7 Microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (FEG-MEV)

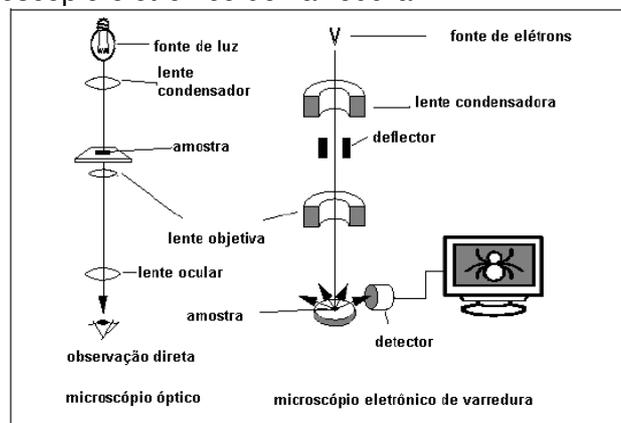
A técnica de MEV baseia-se necessariamente na utilização de feixes de elétrons aplicados em uma superfície com o intuito de analisá-la. Esses feixes realizam uma varredura na região mostrando suas características em termos de relevo, tais como rugosidades, poros e afins, através do foco dado por campos elétrico e magnético para a formação de imagens que podem ser aumentadas em até 15.000 vezes (algumas técnicas podem proporcionar ampliações de até 300.000 vezes) em relação ao tamanho original da amostra (DEDAVID *et al*, 2007).

A fonte de elétrons (ou canhão) do MEV, formado por um finíssimo filamento de tungstênio – que é aquecido –, gera feixes de pequenos diâmetro contendo estas partículas carregadas, com energia entre 0,1 e 30 KeV (podendo chegar a 50 KeV, no caso do MEV-FEG), em considerável vácuo (com pressão, em ordem de grandeza, entre 10^{-3} e 10^{-6} Torr) e grande aceleração. Em comparação com a microscopia óptica, na qual o feixe que entra em contato com a amostra é formado por fótons, no MEV o feixe que interage com a amostra contém apenas elétrons (DEDAVID *et al*, 2007 e GOODHEW *et al*, 2001).

Por um sistema de deflexão, que controla o aumento ou redução do tamanho da imagem e conta, inclusive, com uma lente condensadora, o feixe é guiado até a superfície a ser analisada para realizar a exploração e as imagens são formadas através de sinais gerados no detector e convertidos em inúmeros pontos que dão origem às imagens (DEDAVID *et al*, 2007; GOLDSTEIN *et al*, 2003).

O feixe de elétrons, que incide e interage com a amostra, produz algumas emissões (fótons e outros elétrons) que podem ser coletados no detector e assim dar origem a sinais que por sua vez formam imagens que são visualizadas em um monitor de vídeo, de maneira simultânea à realização da varredura, conforme representado no esquema da Figura 3.15.

Figura 3.15 – Desenho esquemático para comparação entre microscópio óptico e microscópio eletrônico de varredura.



Fonte: Dedavid *et al* (2007, p. 9).

Abordando especificamente a técnica MEV-FEG, a principal diferença entre esta e a técnica mais convencional está no fato de que as imagens obtidas nesta possuem uma resolução bem melhor. Para isso, são necessárias condições mais intensas de corrente elétrica e vácuo para proporcionar essa melhoria na resolução das imagens a serem produzidas (TSCHIPTSCHIN, 2013).

Os materiais obtidos para este trabalho foram caracterizados por meio desta técnica no microscópio eletrônico de varredura, marca TESCAN, mostrado na Figura 3.16, modelo Mira 3, do Laboratório de Materiais e Sensores, do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (LAS-INPE).

Figura 3.16 – Microscópio eletrônico de varredura Mira 3.



Fonte: Produção do autor (2020).

3.6.8 Espectroscopia e dosimetria de radiações nos materiais

São amplamente conhecidos os efeitos nocivos que as radiações podem provocar nos seres vivos e objetos, desde mutações em escala celular até defeitos em equipamentos eletrônicos. Para isso, é necessário ter noção do comportamento dessas emissões radioativas e da dosagem alcançada em um fenômeno de radiação (AHMED, 2007).

Porém, as radiações podem promover alterações em um material irradiado, as quais permitem estudos relativos às novas propriedades que por ventura os mesmos passem a apresentar ao fim deste processo.

A espectroscopia de radiação compreende um grupo de técnicas não destrutivas que fazem uso de diferentes propriedades relativas às emissões radioativas de um material a fim de estudá-lo. Como existem diversos tipos de radiações, para cada uma delas existem uma técnica e um instrumento distintos para a determinação de características correlatas a uma determinada emissão radioativa (AHMED, 2007).

No caso da espectroscopia de raios gama, o sistema utilizado contém um cintilador de iodeto de sódio (NaI), dopado com tálio (Tl), e um tubo fotomultiplicador. O cintilador de NaI(Tl) tem como função a conversão de fótons de raios gama em fótons de luz visível, que podem ser detectados pelo foto multiplicador presente no sistema. O fotomultiplicador pode ser substituído por qualquer outro detector, desde que tenha eficiência e sensibilidade para tal (AHMED, 2007).

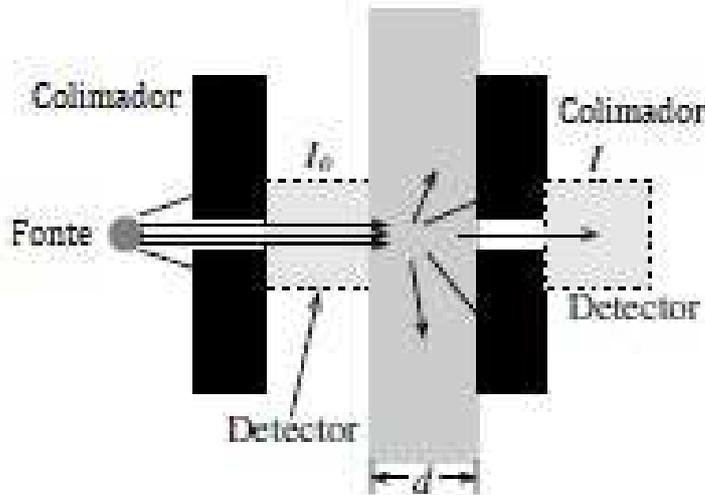
A dosagem é uma forma de mensurar a dose ou a taxa de dose que entra em contato com um material vivo ou inanimado. Pelo fato da dose ter uma característica acumulativa, ou seja, causa efeitos definitivos e não reversíveis ao sistema afetado, os efeitos da dosagem de radiação dependem da taxa de dose e do tempo de exposição à radiação. Devido a essas características, as radiações promovem alterações tão lentas em organismos, com a formação de células cancerígenas através de mutações, e defeitos em componentes eletrônicos, mesmo em ambientes tão hostis (AHMED, 2007).

O modelo a ser estudado tem seus resultados analisados em consonância com a lei de atenuação exponencial (Equação 2.16), na qual a razão entre as intensidades I_0 e I em função de x ou d – que espessura do material atravessado pelas radiações – e pode fornecer como dado o valor de μ_t , conforme consta em Ahmed (2007), também na forma linear, ao correlacioná-lo com a razão entre I_0 e I , em escala logarítmica como descrito pela Equação 3.13.

$$\mu_t = \frac{1}{x} \ln \left(\frac{I_0}{I} \right) \quad (3.13)$$

A Figura 3.17 mostra o esquema básico de configuração utilizado para essa técnica.

Figura 3.17 – Esquema de configuração do equipamento utilizado para a determinação do coeficiente de atenuação.



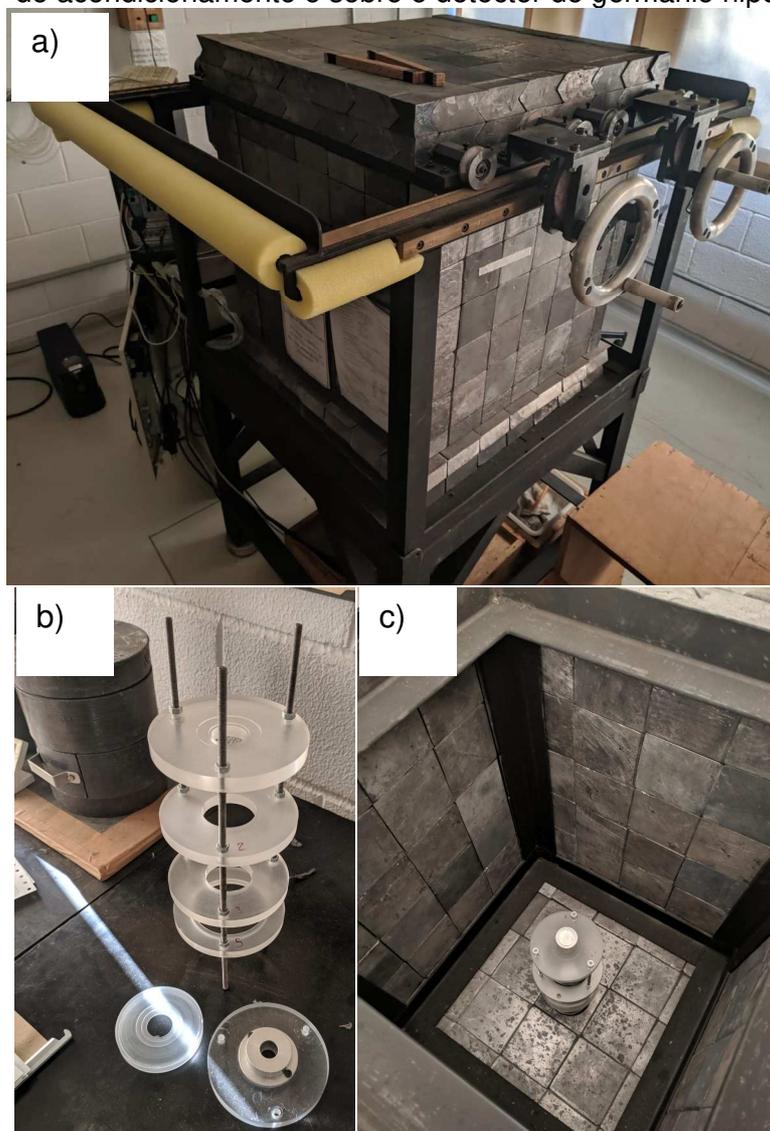
Fonte: Adaptado de Ahmed (2007, p. 102).

Para a coleta de dados das amostras ser realizada é necessário realizar um procedimento sem qualquer anteparo, para a obtenção de I_0 e após adicionar cada uma das amostras de cada material ou compósito, sendo que a partir da adição da segunda, deve ocorrer o empilhamento. Independentemente

da quantidade de amostras, para cada sistema é determinado o x ou d e o valor de l em cada arranjo de amostras.

Os ensaios nos materiais obtidos para este trabalho foram realizados por meio desta técnica no sistema de acondicionamento para a transmissão de raios gama do Laboratório de Dosimetria Aeroespacial, no Instituto de Estudos Avançados (LDA-IEAv), mostrado na Figura 3.18.

Figura 3.18 – Estrutura (blindagem) de chumbo para acondicionamento de amostras (a), arranjo experimental para transmissão de raios gama, contendo o suporte de amostras desmontado (b) e montado no interior da estrutura de acondicionamento e sobre o detector de germânio hiperpuro (c).



Fonte: Produção do autor (2019).

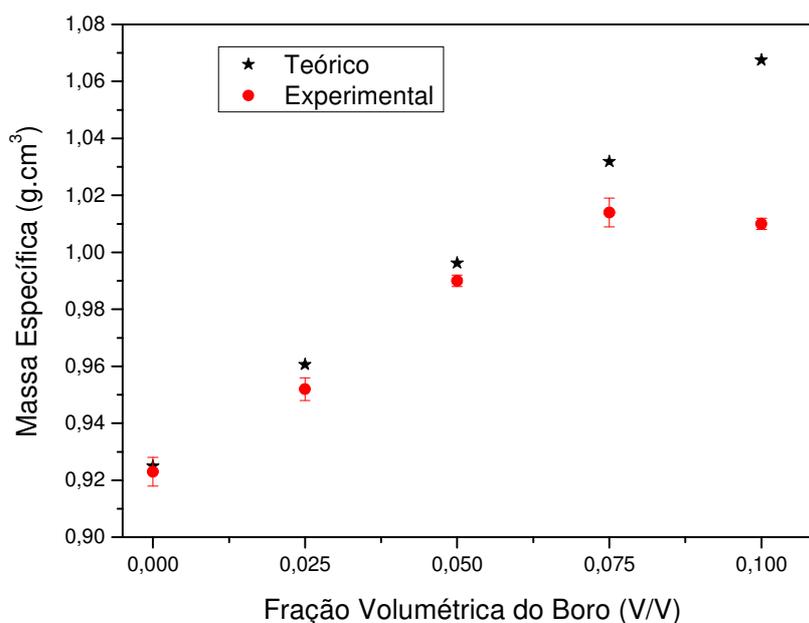
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo serão expostos e analisados os dados obtidos através de diversas técnicas de caracterização e ensaios aos quais os materiais que são objetos de estudos neste trabalho foram submetidos.

4.1 Densidade ou massa específica

A caracterização dos materiais em relação à densidade ou massa específica foi feita no Laboratório de Análises Químicas (LAAQ) da Divisão de Propulsão (APR), que faz parte do Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE). As análises utilizadas para caracterizar todos os materiais foram realizadas utilizando como base a norma ASTM D792-00 para a determinação da densidade hidrostática de materiais poliméricos. As condições nas quais as análises ocorreram contavam com temperatura ambiente de 25,3°C e 63% de umidade relativa do ar. Na Figura 4.1 mostra o gráfico onde constam os dados experimentais e teóricos da massa específica de cada amostra em função da fração volumétrica do boro em cada uma delas.

Figura 4.1 – Dados (experimentais e teóricos) relativos à massa específica dos materiais em função da fração volumétrica do boro.



Fonte: Produção do autor (2019); LAAQ (2020).

A Tabela 4.1 mostra, de maneira mais detalhada, os dados expostos na figura anterior e obtidos experimentalmente. Os valores teóricos constam na Tabela 3.3 deste mesmo trabalho.

Tabela 4.1 – Dados de massa específica (experimental e teórica).

Fração Volumétrica do Boro (V/V)	Massa específica (g.cm ⁻³)	
	Teórica	Experimental
0,000	0,92	0,92±0,00
0,025	0,96	0,95±0,00
0,050	0,97	0,99±0,00
0,075	1,03	1,01±0,00
0,100	1,07	1,01±0,00

Fonte: Produção do autor (2019); LAAQ (2020).

Nota-se que os valores de massa específica dos materiais PEUAPM e PE+2,5B ficaram bem próximos aos obtidos de forma teórica, enquanto que os dados obtidos para os materiais PE+5,0B, PE+7,5B e PE+10B se afastam mais daquilo obtido teoricamente.

Essas diferenças entre os dados experimentais e teóricos das massas específicas podem ser explicadas pelo que acontece em relação aos procedimentos realizados após a produção das placas de alguns dos compósitos na prensa. Como parte considerável do boro amorfo utilizado não foi completamente envolvida pelo PEUAPM durante a fusão do mesmo (ocorrida na prensa aquecedora), principalmente nos compósitos que foram inicialmente produzidos com maiores quantidades de boro (PE+7,5B e PE+10B), as placas precisaram ser lavadas para que seja possível a confecção de corpos de prova e de amostras para ensaios realizados em equipamentos mais sensíveis. Esse procedimento de lavagem certamente proporcionou

perdas consideráveis de massa, principalmente do boro, no processo de produção dos compósitos citados.

Dessa forma, esse conjunto de fatores, que foram a perda de material durante a lavagem que ocorreu nos compósitos PE+7,5B e PE+10B e a capacidade de formação de particulados maiores pela aglomeração de partículas menores do boro amorfo promoveu, muito provavelmente, alterações substanciais no seio destes compósitos, fazendo com que essa propriedade apresentasse resultados bem distintos em relação àquilo que era esperado inicialmente.

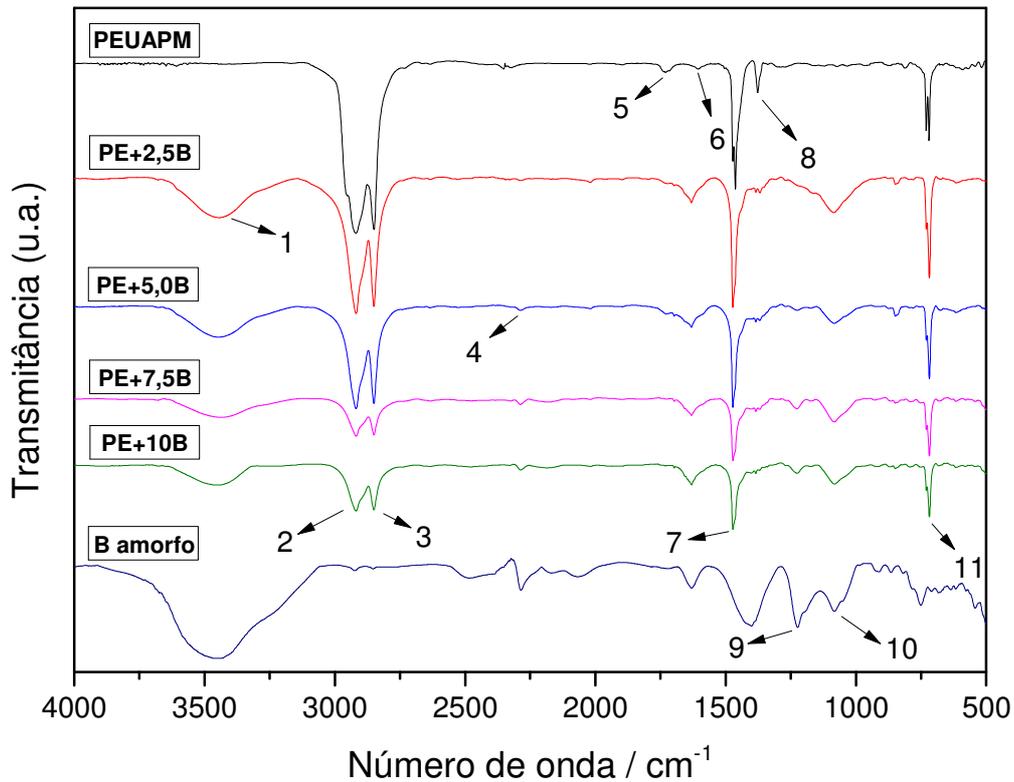
Porém, assim como o observado nos trabalhos de İrim *et al* (2018) e Abdalsalam *et al* (2019), a tendência de aumento do valor da massa específica em função do aumento da quantidade de aditivo nos materiais que foram objeto de estudo neste trabalho foi comprovada, para os compósitos PE+2,5B e PE+5,0B.

4.2 Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

Os ensaios de caracterização dos materiais deste trabalho foram realizados em condições de temperatura e umidade relativa do ar respectivamente iguais a 25°C e 48%. A utilização desta técnica deveu-se principalmente ao fato de verificar se ocorre algum tipo de interação química entre átomos presentes na matriz polimérica e no aditivo, como ligações químicas, em função de que na operação de processamento tenha-se trabalhado com temperaturas mais altas, acima de 200°C.

Os espectros contidos no gráfico da Figura 4.2, que inclui os dados obtidos para o boro amorfo puro e PEUAPM, estão organizados em ordem crescente da fração volumétrica do aditivo (de baixo para cima) e o eixo vertical indica absorção no sentido da origem do eixo.

Figura 4.2 – Espectros de FTIR dos materiais.



Fonte: Produção do autor (2019); LAAl (2020).

Na Tabela 4.2 estão organizados os principais picos e/ou bandas identificados na Figura 4.2, assim como as prováveis atribuições de modos vibracionais para os mesmos.

Uma primeira e mais imediata análise dos espectros dos compósitos nota-se que, apesar de não ser possível dizer que nas amostras dos compósitos PE+7,5B e PE+10B as quantidades de cada componente corresponda ao que foi inicialmente utilizado para formar o material, os picos e as bandas características do aditivo (boro amorfo) não variaram suas intensidades de forma tão vigorosa, se esses espectros forem comparados com os obtidos para os materiais PE+2,5B e PE+5,0B. Já quando é feita a comparação e a observação em torno dos espectros específicos do PEUAPM, em geral percebe-se que ocorre decréscimo nas intensidades na maioria dos picos e/ou bandas, indicando um provável aumento na proporção de aditivo em relação à matriz polimérica – conforme o esperado –

ou aumento da anisotropia do material em função do acréscimo de carga do aditivo.

Tabela 4.2 – Identificação e característica de cada banda ou pico nos espectros.

Pico / Banda	Valor / cm^{-1}	Descrição
1	3446	Estiramento da ligação B–OH
2	2915	Estiramento de ligação C–H na metila
3	2848	Estiramento de ligação C–H no metileno
4	2260 - 2290	Estiramento antissimétrico no CO_2
5	1731	Grupo carbonila cetônico
6	1618 - 1630	Dobramento entre ligações B–OH e/ou C–OH e/ou estiramento de ligações C=C
7	1470	Dobramento entre ligações C–H no CH_2
8	1375	Dobramento entre ligações C–H no CH_3
9	1220	Estiramento de ligação B–C ou B–B presente no aditivo ou no material compósito
10	1080	Estiramento do conjunto de ligações – estrutura icosaédrica do boro ou do B_4C
11	720	Dobramento (<i>rocking</i>) no CH_2 , específico para longas cadeias

Fontes: Silverstein *et al* (2005); Yang *et al* (1996); V Ivashchenko *et al* (2016); Romanos *et al* (2013); Shi *et al* (2019); Toyen *et al* (2019); Lima Júnior (2017); Noroozi *et al* (2020).

A banda identificada como a de número 1 pode ser atribuída ao estiramento da ligação entre boro e oxigênio no B–OH, cujo grupo funcional pode ter sido formado por algum processo de oxidação da estrutura do B_{12}

através de reações na superfície do aditivo ou do compósito constituído (ROMANOS *et al*,2013).

A presença do(a) pico/banda 4, que só não é registrado(a) no espectro do PEUAPM, pode ser devido à absorção de moléculas de CO₂ na superfície do aditivo e de cada um dos compósitos os quais ele integra, fato bem comum em materiais contendo boro ou compostos como B₄C que a literatura relatar. Nos demais, começa a aparecer bem discretamente uma banda no espectro do PE+2,5B e evolui até forma um pico bem definido, de alta intensidade, para o boro amorfo. Neste caso, podem ser atribuídos às vibrações do tipo estiramento antissimétrico nas ligações C=O da molécula de CO₂ (SILVERSTEIN *et al*, 2005; LIMA JÚNIOR, 2017).

Como o boro é um componente de natureza amorfa, nota-se que quase não aparecem picos no espectro do mesmo e até naqueles dos compósitos em que este componente está presente, sendo mais comum a presença de bandas bem características.

Com o auxílio dos dados contidos nos espectros da Figura 4.2 e da Tabela 4.2, é possível, de imediato, verificar que, nas amostras de compósitos, a formação dos picos de baixa intensidade identificados como 9 e 10, que podem ser específicos da estrutura icosaédrica presente no boro amorfo. A literatura traz a possibilidade de que esses picos possam ser associados tanto às vibrações na estrutura do boro amorfo quanto para o B₄C (IVASHCHENKO *et al*, 2016; ROMANOS *et al*, 2013; LIMA JÚNIOR, 2017; NOROOZI *et al*, 2020).

A presença da matriz polimérica, em todos os espectros, é caracterizada pelos picos de alta intensidade identificados como 2, 3, 7, 8 e 11. Observa-se ainda que a intensidade destes picos diminui em função do aumento da carga de aditivo e, especificamente no caso do pico 8, o mesmo acaba aparecendo como banda nos compósitos com maior quantidade de boro amorfo, chegando a incorporar a base do pico 7 nestes casos, que pode indicar uma convolução entre estes. Já o pico 11 é específico para cadeias carbônicas com número maior ou igual a 4 átomos de carbono na sua estrutura (SILVERSTEIN *et al*, 2005).

Como o aditivo é escuro, o mesmo pode mascarar os espectros do PEUAPM no material compósito. A partir disto, pode-se explicar o porquê da banda identificada como 5, atribuída à oxidação da cadeia e formação de grupo cetona, aparecer apenas no espectro da matriz polimérica e não dos espectros dos demais materiais (SHI *et al*, 2019).

A banda 6, que no PEUAPM pode ser atribuída exclusivamente ao estiramento de ligações duplas entre átomos de carbono, nos demais materiais (incluindo o boro amorfo) pode ser também atribuída ao(s) dobramento(s) de ligação(ões) B–OH e/ou C–OH. Inclusive, observou-se que a mesma evolui para pico de baixa intensidade nos espectros dos compósitos, o que pode ser um indicativo de que ocorreu uma convolução entre os picos e bandas relativos a cada uma das absorções observadas (ROMANOS *et al*, 2013; LIMA JÚNIOR, 2017).

A partir dos picos ou bandas relativos às possíveis absorções em ligações em que átomos do elemento boro estejam presentes, não é possível certificar com clareza se as mesmas são entre átomos do elemento boro ou entre átomos de boro e carbono presentes nos materiais em questão.

4.3 Análise térmica por calorimetria diferencial de varredura

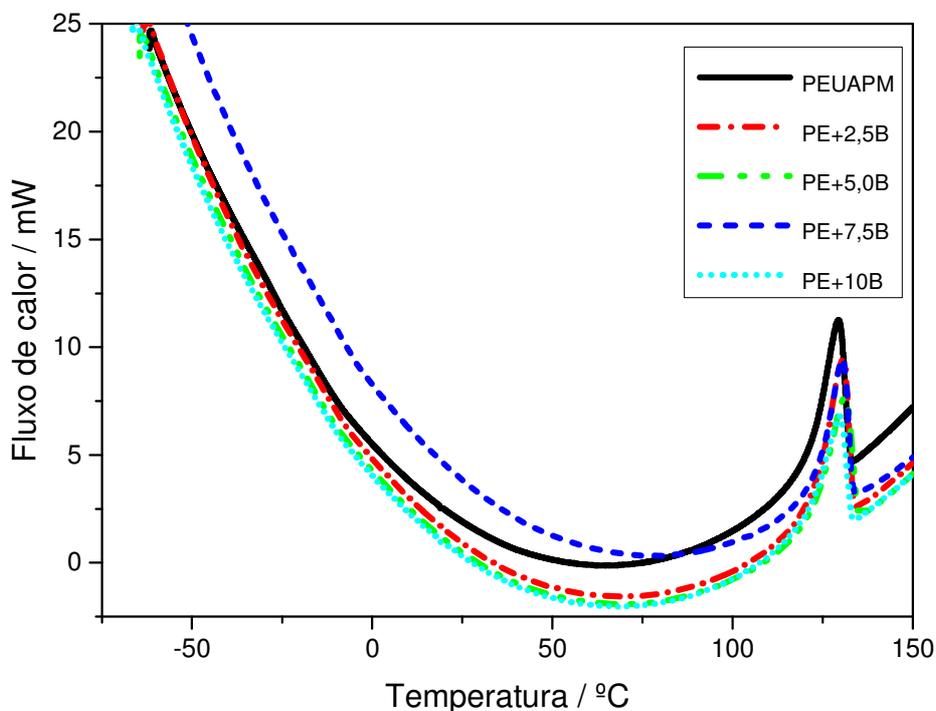
Esta técnica foi realizada com aquecimento de cada uma das amostras em um intervalo de temperatura entre -75 °C e 180°C. Neste intervalo não são esperadas alterações significativas a respeito das propriedades do elemento boro.

A caracterização dos materiais por essa técnica indicou que a adição de boro altera a T_F de cada um dos mesmos. Isso pode ser esclarecido pelas pequenas diferenças entre os valores de T_F (picos de temperatura) determinados nos ensaios de caracterização para cada um dos materiais, conforme é possível observar nas Figuras 4.3 e 4.4.

Os picos observados na Figura 4.3 estão próximos ao valor de T_F e da temperatura de amolecimento do PEUAPM puro (Tabela 3.1). Isso indicou que neste ensaio apenas as propriedades deste polímero contido nas amostras

comandam e puderam de fato indicar variações nas propriedades térmicas dos materiais analisados.

Figura 4.3 – Curvas de DSC dos materiais.



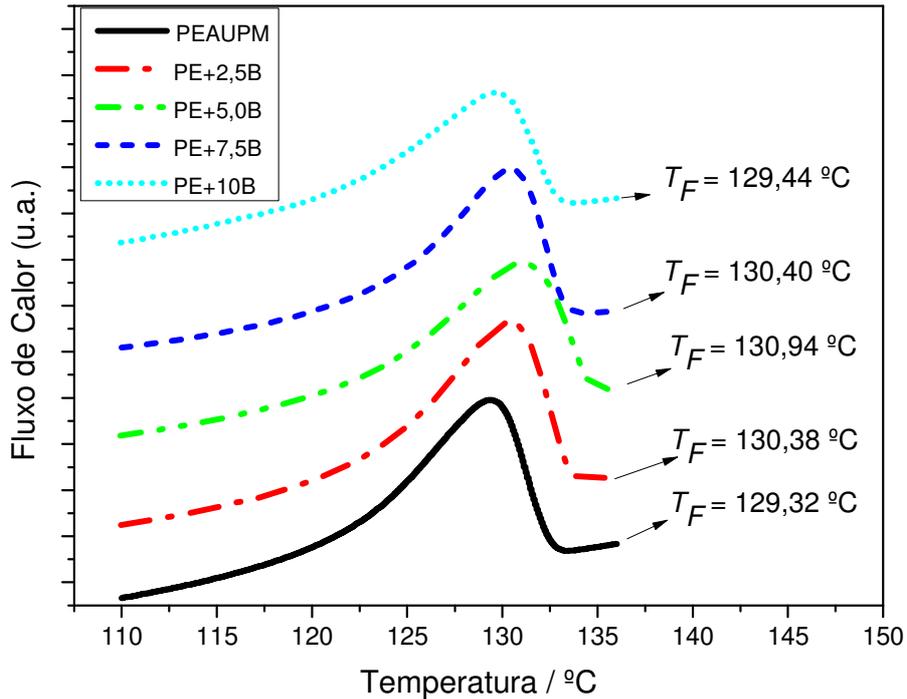
Fonte: Produção do autor (2019); LCFQ (2019).

Especificamente na Figura 4.4 foi possível observar, de maneira mais específica, os picos relativos com valores entre a T_F e a temperatura de amolecimento do polímero observadas nesta técnica. Independentemente da composição dos materiais, nota-se que as diferenças entre as temperaturas foram bem pequenas, podendo-se estimar que a presença do aditivo, assim como a variação na sua composição, proporcionaram pequenas alterações à T_F de cada material.

Os picos, cujos valores de temperatura oscilaram entre 129 °C e 131 °C, indicaram apenas a fusão do PEUAPM, sem qualquer outro fenômeno de maior relevância relativo à presença de boro, nas suas variadas concentrações, em quaisquer dos materiais estudados. Não há, através desta técnica, meios de

dizer se existem ligações químicas ou qualquer outro tipo de interação mais forte entre matriz e aditivo nestes materiais. Nota-se também que ocorreram diferenças consideráveis nas áreas dos picos gerados em cada um dos gráficos, o que indica diferentes valores para a ΔH de fusão para cada material.

Figura 4.4 – Trechos das curvas de DSC dos materiais.



Fonte: Produção do autor (2019); LCFQ (2019).

A área de cada pico em cada uma das curvas além de representar um processo de fusão em cada material, indica também a ΔH de fusão do material. A partir desses dados, associados ao valor de ΔH^0 do PEUAPM (Tabela 3.1) e à Equação 3.7, foi possível calcular o índice de cristalinidade ($\%X$) que pode indicar o quão amorfa ou cristalina é a composição do material. A Tabela 4.3 mostra para cada material, em função da fração volumétrica, o valor da temperatura do pico para cada um deles.

Os resultados obtidos para as amostras em questão fornecem algum indicativo de que pode ter ocorrido alguma alteração de natureza molecular entre átomos e/ou moléculas presentes na matriz polimérica e o aditivo e que o tipo de interação entre esses dois componentes é pode ser de natureza química, em virtude do pequeno acréscimo nos valores obtidos de T_F , que variaram pouco entre eles. Em relação aos valores de %X, que decresceram em função do aumento da concentração de aditivo. Ou seja, para os materiais estudados, temperatura do pico (T_F) e a quantidade de aditivo tendem a ser grandezas inversamente proporcionais.

Tabela 4.3 – Valores de T_F , ΔH e %X para cada material estudado.

Material	Temperatura do pico / °C	$\Delta H / J.g^{-1}$	%X
PEUAPM	129,3	99,5901	34,2
PE+2,5B	130,4	98,1010	35,9
PE+5,0B	130,9	89,9644	35,1
PE+7,5B	130,4	81,8444	33,9
PE+10B	129,4	76,0424	33,5

Fonte: Produção do autor (2019); LCFQ (2019).

Nota-se um comportamento dos dados de ΔH e T_F com tendência inversamente e diretamente proporcional, nessa ordem, ao aumento de carga de aditivo para os materiais PEUAPM, PE+2,5B e PE+5,0B. Essas diferenças podem estar associadas inicialmente ao aumento da quantidade de fases mais amorfas na matriz polimérica (quando se comparam os materiais PEUAPM e PE+2,5B) e a redução ainda maior na quantidade do polietileno quando é

adicionada uma carga ainda maior de aditivo (quando é feita a comparação entre os compósitos PE+2,5B e PE+5,0B).

No caso dos compósitos PE+7,5B e PE+10B, o comportamento anômalo das propriedades ΔH e T_F provavelmente se deve ao processamento desses materiais, pois ocorreram perdas consideráveis de massa do aditivo. Existe a possibilidade de que, no seio destes materiais, a proporção entre matriz polimérica e aditivo tenha se reduzido tanto que os mesmos tenham apresentado tanto um comportamento de mudança de fase próximo ao do PEUAPM (já que, nesta faixa de temperatura não ocorrem transições no boro amorfo) e características de forma mais em função da maior aglomeração do boro, devido à drástica redução na cristalinidade.

Quando os valores obtidos de T_F para cada um dos materiais do trabalho são comparados com os possíveis valores de referência (Tabela 3.1), para o PEUAPM variam entre 2,77% e 4,21% abaixo da mesma. Quando essa comparação é feita com os materiais compósitos, a diferença pode ficar entre 1,55% e 3,01% (que são os menores valores possíveis), quando se consideram os dados do material PE+5,0B. Em relação à comparação entre os dados deste trabalho com os de Martínez-Morlanes *et al* (2011), nota-se que o valor de T_F obtido no mesmo ($135,3 \pm 0,4$ °C) foi consideravelmente maior que os obtidos neste estudo, mesmo para um material não irradiado. Já em comparação com Kömmling *et al* (2018), cuja T_F é próxima a 141°C, essa diferença é ainda mais acentuada.

Já sobre o índice de cristalinidade, %X, é notório que a presença e o aumento da quantidade do boro adicionado à matriz indicam que a formação do retículo cristalino que pode ser oriunda do processamento do material após as etapas de compressão, fusão e solidificação de cada compósito, e pode ter sofrido consideráveis alterações em função do acréscimo da fração volumétrica do aditivo, especificamente quando são avaliados os materiais PE+2,5B e PE+5,0B em comparação com o PEUAPM.

Uma possível explicação sobre o aumento de %X ao se fazer uma análise das comparações entre PEUAPM e PE+2,5B pode ser o aumento das quantidades de regiões mais amorfas em torno de núcleos de cristalitos da

matriz polimérica, o que em um primeiro momento dificulta a movimentação das cadeias poliméricas durante qualquer transição que envolva aumento de temperatura. Ainda há de ser destacar a pequena diferença entre os valores de cristalinidade entre o PEUAPM e o PE+2,5B, indicando que propriedades que venham a derivar da estrutura vítrea/amorfa, comparando-se estes dois materiais, não tenham tantas diferenças. Já quando são comparadas as cristalinidades entre PE+2,5B e PE+5,0B a redução pode ser resultado de um aumento ainda mais significativo de regiões amorfas em detrimento da redução da quantidade de matriz polimérica, o que pode reduzir a quantidade de núcleos cristalinos no compósito com maior carga de aditivo.

Sobre os compósitos PE+7,5B e PE+10B, a cristalinidade apresentou comportamento até dentro do esperado, quando é feita a comparação com PE+2,5B e PE+5,0B, pois, para essa mesma propriedade, ambos os materiais apresentaram resultados reduzidos para, fazendo-se a ressalva sobre os problemas que os materiais citados primeiro tiveram durante uma das etapas de processamento.

Quando esses dados são comparados aos obtidos nos trabalhos de Martínez-Morlanes *et al* (2011), Sadrani *et al*, (2016) e İrim *et al* (2018), nota-se que os materiais apresentados nestes e trabalhos também apresentam o mesmo comportamento na relação entre T_F e aumento da quantidade de aditivo, ou seja, as temperaturas em questão apresentaram pequenas variações nos materiais compósitos, mas não se tem dados que sejam suficientes para dizer que ocorreu, neste caso, alguma alteração de natureza química na interação entre matriz e aditivo.

Da mesma forma, a relação entre %X destes materiais produzidos, em todos os trabalhos citados, e o aumento da quantidade de aditivo tendem a ser inversamente proporcionais, em geral, quando se aumenta a carga de aditivo no compósito, porém para alguns casos, a correlação entre o grau de cristalinidade dos materiais e o aumento da carga de aditivo tem uma inflexão para um determinado valor da concentração deste no material (MARTÍNEZ-MORLANES *et al*, 2011; SADRANI *et al*, 2016; İRIM *et al*, 2018).

4.4 Análise termomecânica (TMA)

Todos os materiais deste trabalho foram caracterizados através desta técnica em condições de temperatura entre -100°C e 120°C (alguns começaram em temperaturas próximas à -120°C e tiveram o aquecimento finalizado em uma temperatura por volta de 100°C), com taxa de aquecimento de $3^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ e com uma carga aplicada de $10^5 \mu\text{N}$.

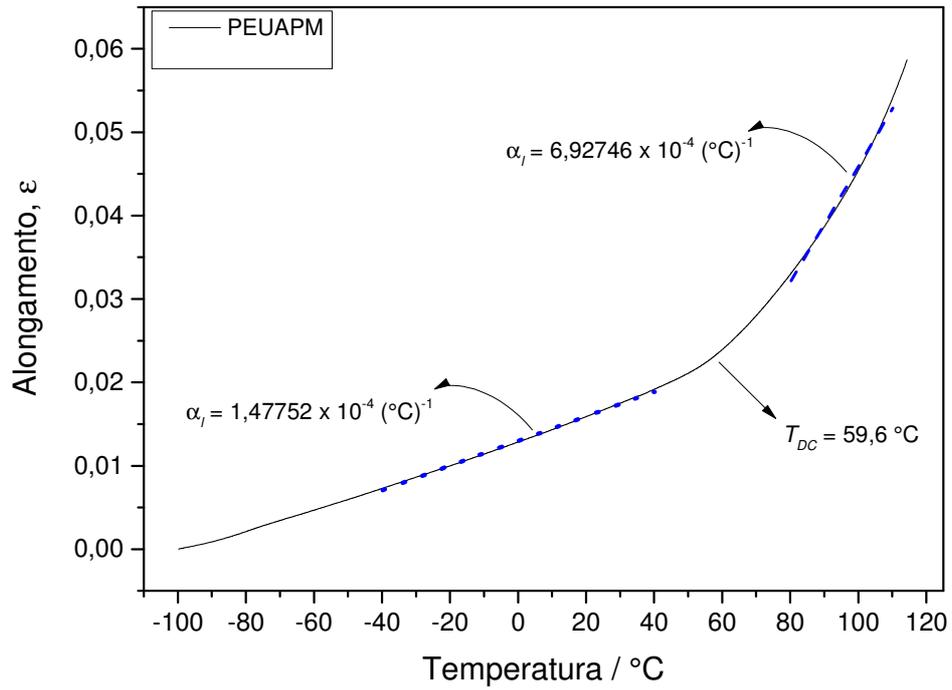
Para que as comparações entre os materiais, em relação às propriedades obtidas, sejam mais adequadas, os dados de α_l foram obtidos, para cada material com PEUAPM como matriz polimérica, em dois intervalos de temperatura: entre -40°C e 40°C e 80°C e 110°C , considerando apenas os trechos com aparência linear de cada curva, respectivamente abaixo e acima da T_{DC} de cada um dos materiais analisados. Para efeito de comparação com resultados da literatura, também foram obtidos resultados relativos ao coeficiente de expansão térmica linear para análise juntos aos dados de BRASKEM (2018) e Shi *et al* (2019), cujos valores foram obtidos nos intervalos de -30°C e 100°C e 30°C a 80°C , respectivamente.

Pelos comportamentos bastante destoantes entre os materiais PE+2,5B e PE+5,0B e PE+7,5B e PE+10B, também são necessárias análises em separados dos dois grupos de compósitos produzidos neste trabalho.

Em cada uma das Figuras 4.5, 4.6, 4.7, 4.8 e 4.9 está contida a curva obtida no ensaio de TMA para amostras dos materiais que são objeto de estudo deste trabalho. Em cada uma delas estão presentes os dados de T_{DC} e α_l para intervalos de temperatura anteriores e posteriores à temperatura citada.

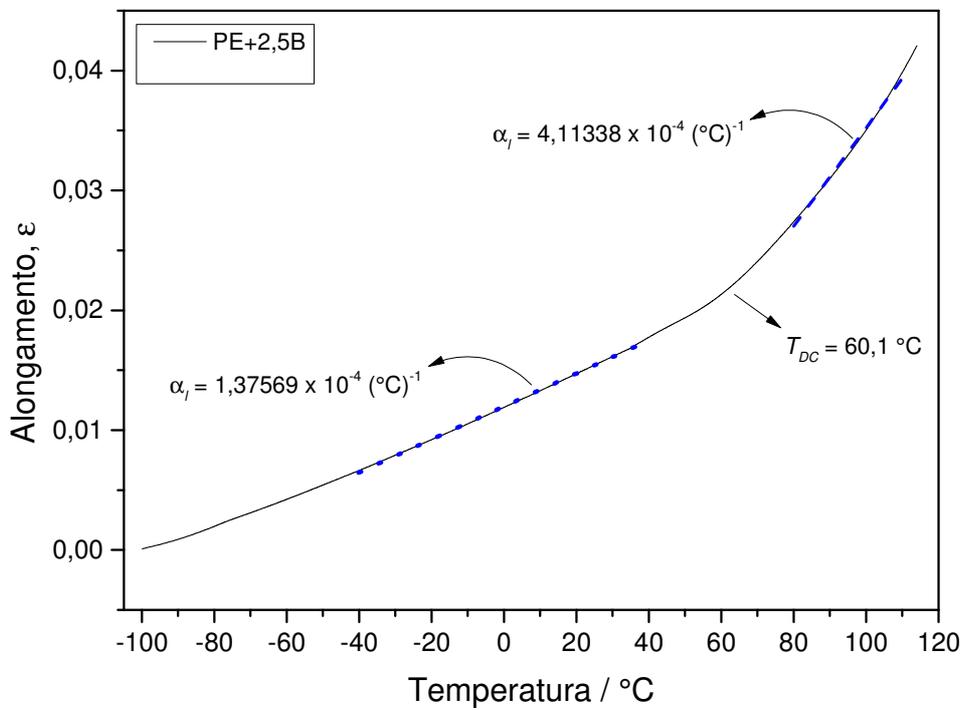
De imediato, é observável a expansão do material em função do aumento de temperatura, assim como, pela mudança de inclinação que ocorre em todas as curvas, é possível a identificação de um fenômeno de alteração da natureza estrutural em cada um dos materiais que proporciona considerável alteração no coeficiente de dilatação térmica, que é visível principalmente quando são comparadas as diferenças de inclinação em cada uma das curvas.

Figura 4.5 – Curva de TMA de uma amostra de PEUAPM.



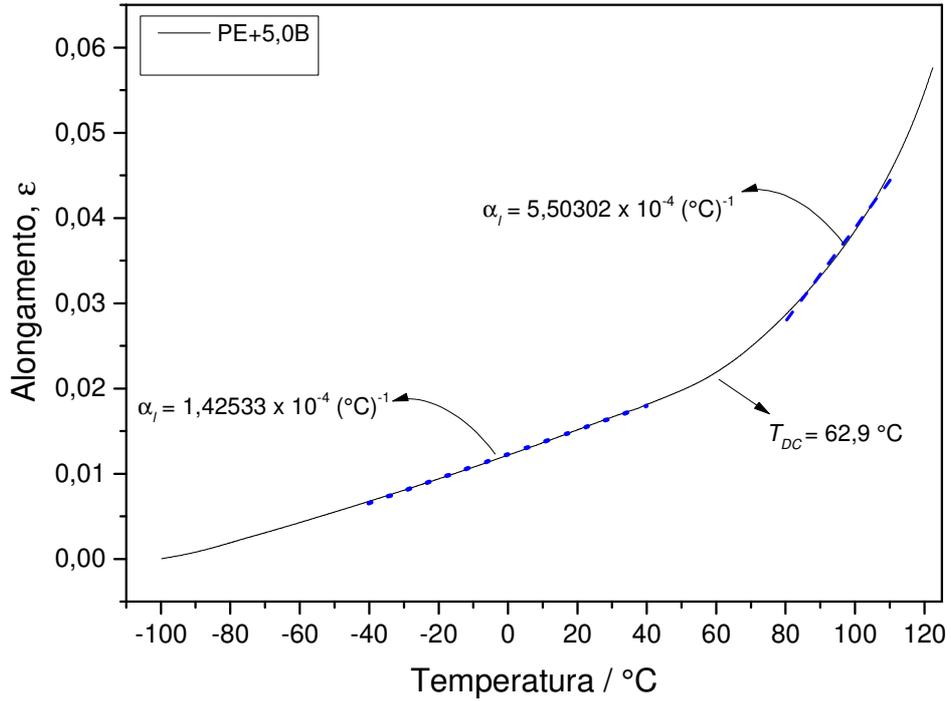
Fonte: Produção do autor (2020); LAAI (2020).

Figura 4.6 – Curva de TMA de uma amostra de PE+2,5B.



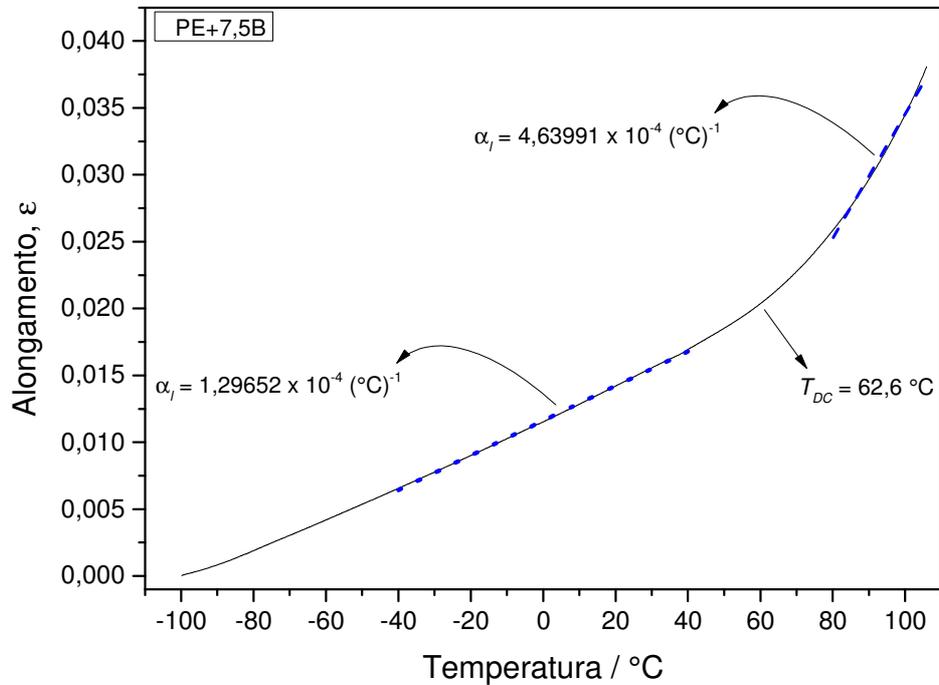
Fonte: Produção do autor (2020); LAAI (2020).

Figura 4.7 – Curva de TMA de uma amostra de PE+5,0B.



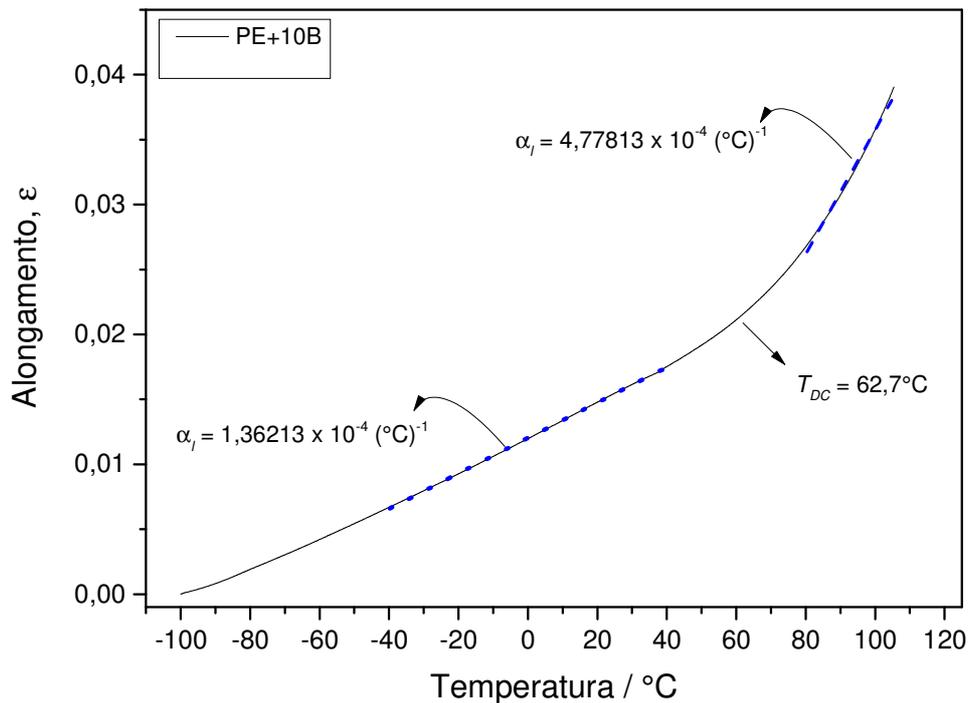
Fonte: Produção do autor (2020); LAAI (2020).

Figura 4.8 – Curva de TMA de uma amostra de PE+7,5B.



Fonte: Produção do autor (2020); LAAI (2020).

Figura 4.9 – Curva de TMA de uma amostra de PE+10B.



Fonte: Produção do autor (2020); LAAI (2020).

A partir destes gráficos, considerando os intervalos de temperatura em função da T_{DC} , foi construída a Tabela 4.4.

Tabela 4.4 – Dados extraídos das curvas de TMA dos materiais analisados.

Material	$T_{DC} / ^\circ\text{C}$	$\alpha_l (-40^\circ\text{C e } 40^\circ\text{C}) / (^\circ\text{C})^{-1}$	$\alpha_l (\text{entre } 80^\circ\text{C e } 100^\circ\text{C}) / (^\circ\text{C})^{-1}$
PEUAPM	59,6	$(1,48 \pm 0,00) \times 10^{-4}$	$(6,93 \pm 0,02) \times 10^{-4}$
PE+2,5B	60,1	$(1,38 \pm 0,00) \times 10^{-4}$	$(4,11 \pm 0,01) \times 10^{-4}$
PE+5,0B	62,9	$(1,43 \pm 0,00) \times 10^{-4}$	$(5,50 \pm 0,02) \times 10^{-4}$
PE+7,5B	62,6	$(1,30 \pm 0,00) \times 10^{-4}$	$(4,64 \pm 0,02) \times 10^{-4}$
PE+10B	62,7	$(1,36 \pm 0,00) \times 10^{-4}$	$(4,78 \pm 0,02) \times 10^{-4}$

Fonte: Produção do autor (2020).

Ao fazer-se a comparação entre os valores de T_{DC} para o PEUAPM contidos nas Tabelas 3.1 e 4.4 (dados de referência da literatura existente e experimentais, respectivamente) deste trabalho, nota-se que o material processado para este trabalho apresentou menor valor, indicando que o mesmo pode ser mais facilmente deformável pelo fato de, possivelmente, ter em sua morfologia diversas regiões desordenadas e/ou relativamente rígidas em quantidade menor, que podem ter diminuído em função da fusão dos cristalitos existentes (PEACOCK, 2000).

Em relação aos materiais compósitos, especificamente PE+2,5B e PE+5,0B, percebe-se que há um aumento ainda maior de T_{DC} , tanto em relação à amostra da matriz polimérica neste trabalho, quanto para este dado a respeito desta temperatura que o fabricante fornece, e quanto maior a carga do aditivo no compósito, maior é a T_{DC} . É notório que o boro, por ser um material amorfo, pode ter contribuído para que possivelmente tenha ocorrido o aumento de regiões desordenadas e a redução proporcional de regiões rígidas na morfologia do material. Ou seja, tanto o compósito PE+2,5B quanto o PE+5,0B apresentam regiões que podem dificultar a mobilidade das cadeias poliméricas da matriz e, com isso, a temperatura necessária a ser alcançada para as moléculas terem maior mobilidade dentro do material tende a ser maior tanto pela presença do aditivo quanto pelo aumento da carga do mesmo.

Não fica clara uma correlação entre o aumento da concentração de aditivo no compósito e a variação no valor da T_{DC} para os compósitos PE+7,5B e PE+10B. Essa ausência de uma provável correlação pode ser devida a problemas em uma das etapas de processamento destes compósitos e no fato de que, em maiores quantidades de aditivo, ocorrem aglomerações entre as partículas de boro amorfo. Esses dois fatos combinados podem fomentar a suspeita de que os compósitos produzidos devem ter características mais anisotrópicas nas suas morfologias, o que tende a determinar comportamentos mais irregulares em função do aumento de carga.

É importante dizer também que os possíveis valores determinados para a T_{DC} em cada uma das amostras analisadas e caracterizadas estão inclusos no intervalo

de temperatura referente à transição- α , a qual pode estar associada a rotações parciais de cadeias poliméricas no interior de cristalitos (PEACOCK, 2000).

Ao fazerem-se as comparações entre os dados obtidos com os do trabalho de Yang (2017), verifica-se que os valores de T_{DC} , tanto para o PEUAPM quanto para seus compósitos foram menores que os obtidos no trabalho citado. É possível comparar ainda a tendência de aumento bastante considerável para este mesmo dado de temperatura nos materiais aditivados, que formam os compósitos estudados neste outro trabalho.

Em relação às análises a respeito do coeficiente de expansão térmica linear nos dois intervalos de temperatura inicialmente analisados, observa-se que a presença do aditivo no material reduz o valor dessa grandeza, o que indica que os materiais compósitos produzem dilatações menores que o PEUAPM consolidado processado nesse trabalho. É notório também que os valores de α_l são bastante distintos em cada um dos intervalos de temperatura analisados para a produção da Tabela 4.4, que são limitados pela região na qual é possível determinar a T_{DC} , que é indicada por uma inflexão na curva de TMA gerada como resultado da técnica. Outra observação importante a ser feita é que a variação, fazendo uso ainda dos dados da Tabela 4.4, alcançam entre 251% (para o PE+2,5B) e 369% (para o PEUAPM) de aumento nos valores obtidos nos intervalos de temperatura que estão após T_{DC} . Isso pode ser um indicativo de que os materiais sofrem algum tipo de alteração na sua morfologia nesse contexto, principalmente na matriz polimérica que, nos intervalos de temperatura analisados, pode sofrer variações nas estruturas das suas cadeias macromoleculares.

A Tabela 4.5 contém os dados dos coeficientes de expansão térmica linear para os intervalos de temperatura de -30°C a 100°C e 30°C a 80°C utilizados nos trabalhos de BRASKEM (2018) e Shi *et al* (2019), respectivamente.

Tabela 4.5 – Comparações entre valores de α_l .

Materiais	Coeficiente de expansão térmica linear, $\alpha_l / \times 10^{-4} (\text{°C})^{-1}$	
	Entre -30°C e 100°C	Entre 30°C e 80°C
PEUAPM (BRASKEM, 2018)	1,50	-----
PEUAPM (Shi <i>et al</i> , 2019)	-----	1,56
PEUAPM	2,47±0,00	3,01±0,00
PE+2,5B	1,90±0,00	2,18±0,00
PE+5,0B	2,05±0,00	2,33±0,00
PE+7,5B	1,80±0,00	1,99±0,00
PE+10B	1,85±0,00	2,07±0,00

Fonte: Produção do autor (2020); BRASKEM (2018); Shi *et al* (2019).

A partir dos dados da Tabela 4.5, nota-se que em ambos os intervalos de temperatura, o PEUAPM consolidado produzido para este trabalho dilata bem mais que essa mesma matriz polimérica de BRASKEM (2018) e Shi *et al* (2019). Esses resultados podem ser explicados pela provável morfologia do material composta por regiões desordenadas, vide o índice de cristalinidade calculado para o mesmo.

Mesmo para intervalos de temperatura distintos, em relação aos analisados anteriormente, a tendência de aumento do coeficiente de expansão térmica linear com a temperatura se mantém, assim como a redução do valor dessa propriedade em função da presença do aditivo na composição do material compósito.

Especificamente em relação aos materiais compósitos estudados neste trabalho, a tendência de melhoria dos coeficientes de expansão térmica dos mesmos devido à redução dos seus valores em função da presença do aditivo.

Nota-se que nos materiais PE+2,5B e PE+5,0B existe uma possível correlação entre aumento da concentração de aditivo e diminuição de α_i , o que pode aumentar a capacidade sendo que essa correlação não se reproduz nos demais compósitos produzidos (PE+7,5B e PE+10B). Essa tendência também ocorre no trabalho de Shi *et al* (2019) e é explicada a partir da nova condição morfológica que tais materiais assumem na presença do aditivo, sendo que este já tem sua condição amorfa conhecida.

Seria essa característica amorfa o principal fator responsável pelas alterações desta propriedade. Segundo o trabalho citado (Shi *et al*, 2019), a presença de um aditivo desfavorece a mobilidade das cadeias que compõem a matriz polimérica, fato explicado pela redução nos valores de α_i , o que pode proporcionar uma melhor resistência ao calor – também evidenciada pelo aumento da T_{DC} nos mesmos materiais compósitos deste trabalho –, o que pode ser favorável para o desenvolvimento e utilização dos materiais estudados nesta dissertação. Porém, quando se compara os resultados obtidos dos compósitos PE+2,5B e PE+5,0B.

O aumento da carga do aditivo produz acréscimo na T_{DC} e decréscimo de α_i . Apesar da primeira propriedade citada ter seu aumento associado a uma maior dificuldade na mobilidade das cadeias poliméricas – que esbarra em características mais espaciais ou estéricas –, enquanto a redução da segunda pode estar relacionada à interações mais fracas entre as moléculas da matriz e aditivo. Ou seja, é provável que não sejam formadas ligações químicas entre moléculas da matriz polimérica e do aditivo e apenas interações de baixa intensidade ou intermoleculares, que podem ser rompidas mais facilmente.

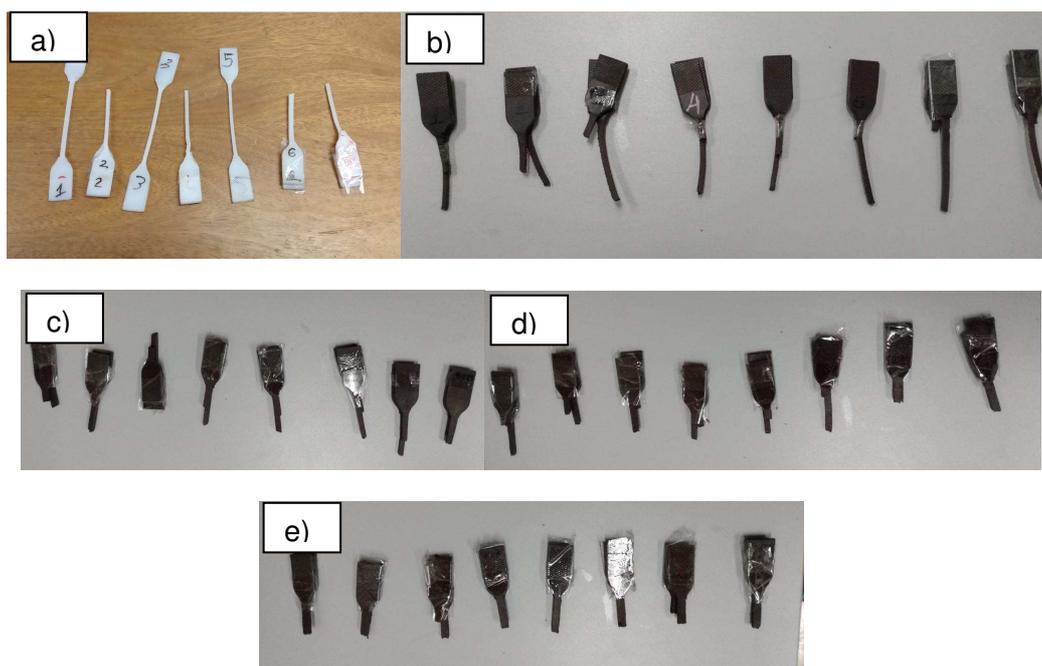
4.5 Ensaio de tração

Os corpos de prova utilizados nos ensaios de tração foram feitos com dimensões conforme descritas na norma ASTM D638-14, que aborda sobre ensaios de tração específicos para materiais plásticos, e o tipo de corpo de prova é indicado como de número IV. Para cada material foram ensaiados entre cinco (mínimo exigido pela norma) e oito corpos de prova. A taxa de

tração utilizada em todos os ensaios foi de 5 mm.min^{-1} . Foi necessário o uso desta técnica para verificar o quanto a presença do aditivo e a suas variações de carga dentre os compósitos puderam modificar as propriedades mecânicas que se desejava analisar.

Observou-se que, com exceção a dois corpos de prova de PEUAPM (mesmo com o equipamento tendo aplicada a sua carga máxima de operação de 2,5 Ton), todos os outros foram rompidos em seus respectivos ensaios, conforme mostra a Figura 4.10. Nessa figura, os corpos de prova dos materiais estão organizados da seguinte forma: a) PEUAPM; b) PE+2,5B; c) PE+5,0B; d) PE+7,5B; e e) PE+10B.

Figura 4.10 – Corpos de prova utilizados nos ensaios de tração sob a norma ASTM D638-14.



Fonte: Produção do autor (2020).

A Tabela 4.6 mostra as médias aritméticas e desvios-padrão dos dados em relação às propriedades módulo de elasticidade (E), limite de resistência à

tração (LRT), alongamento (ϵ) e limite de escoamento (σ_e), respectivamente, dentre os corpos de prova de cada material.

Os dados contidos na tabela a seguir mostram que para os valores de E obtidos, os corpos de prova de PEUAPM mostraram ser menos frágeis já que, em média, apresentam os menores valores para esta propriedade, além do fato dos valores terem menor dispersão na série de dados. Ao comparar esse resultado com o que os de Aparecida (2009), para o qual $E = 0,34$ GPa, Toyen *et al* (2019), no qual $E = 307 \pm 27$ MPa, e Martínez-Morlanes *et al* (2011), onde $E = 0,248$ GPa, percebe-se que as amostras do material polimérico sem aditivo utilizadas neste trabalho são, em média, menos resilientes.

Tabela 4.6 – Dados dos ensaios de tração dos materiais.

Material	E / GPa	LRT / MPa	ϵ / %	σ_e / MPa
PEUAPM	0,361±0,002	22,06±2,21	282,43±28,66	19,46±1,50
PE+2,5B	0,370±0,042	18,15±1,38	263,67±21,97	17,12±1,36
PE+5,0B	0,447±0,033	16,13±1,78	174,5±59,56	12,28±0,8
PE+7,5B	0,471±0,059	12,28±2,29	76,4±28,85	11,08±0,62
PE+10B	0,528±0,122	10,28±2,42	27,47±9,26	9,94±2,14

Fonte: Produção do autor (2020).

É importante deixar claro que, apesar dos problemas que os materiais PE+7,5B e PE+10B apresentaram nos seus processamentos, os comportamentos das propriedades mecânicas, obtidas nesta série de ensaios, corresponderam àquilo que era esperado, ou seja, essas propriedades

refletiram o fato de que o aumento na quantidade de aditivo proporcionou a cada compósito características de mais fragilidade e menos resiliência.

É possível verificar que, conforme a fração volumétrica do aditivo aumenta, o material fica mais frágil, em virtude do aumento da média dos valores de E . Destacam-se os materiais PE+2,5B, que aparentemente, é levemente mais frágil que o PEUAPM, e o PE+10B que mostrou-se bem menos resistente que os demais e apresentou grande dispersão entre os valores encontrados para seus corpos de prova. Esta tendência de correlação entre o aumento da quantidade de aditivo e acréscimo de E também é observada nos estudos de Martínez-Morlanes *et al* (2011) e Toyen *et al* (2019) sendo que há de ser considerado que a irradiação dos materiais ocorrida neste trabalho é um fator que indica um decréscimo no valor de E para uma maior quantidade de aditivo.

A respeito dos resultados para LRT e ε dos materiais, os valores dessas duas propriedades foram maiores para os corpos de prova formados apenas pela matriz utilizada, sendo que para a primeira propriedade ocorreu maior dispersão nos valores encontrados.

Em relação aos materiais compósitos produzidos neste trabalho, quanto maior a fração volumétrica do boro, menores são os valores para as propriedades LRT e ε , o que indica uma tendência de piora nessas propriedades. O material que apresentou melhores resultados foi o PE+2,5B e os piores foram obtidos para o material PE+10B, visto que os corpos de prova deste material romperam com menor dificuldade que os demais. Essa foi a mesma tendência observada para os materiais obtidos por Martínez-Morlanes *et al* (2011).

Enquanto neste trabalho os valores de σ decresceram com o aumento da quantidade de aditivo, no trabalho de Martínez-Morlanes *et al* (2011) quantidade de aditivo e σ_e são grandezas inversamente proporcionais. Um fator que pode explicar esse comportamento é o fato dos materiais utilizados no trabalho citado terem sido irradiados com radiação γ e que, provavelmente, as

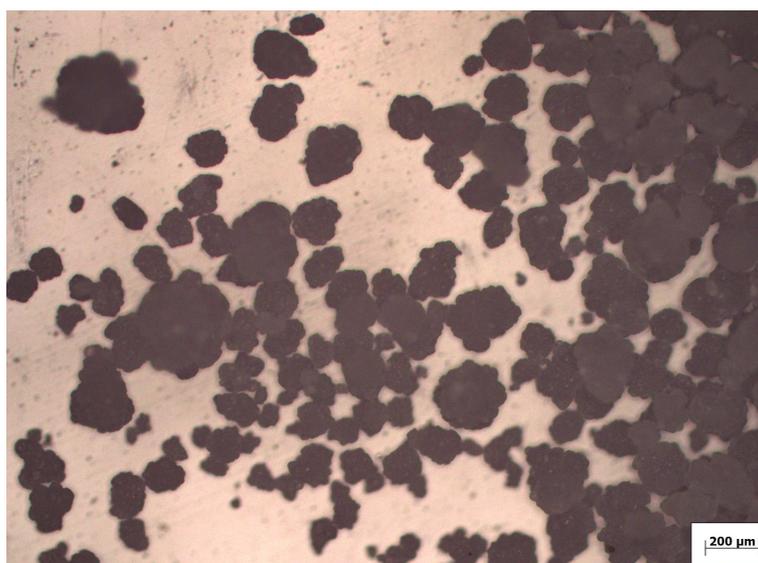
ligações cruzadas formadas no seio do material tenham contribuído para tal variação.

4.6 Microscopias estereoscópica e óptica

Em função da superfície formada após o procedimento de fratura criogênica, de forma semelhante à realizada por Shen *et al* (2015) e Livolant e Bouligand (1989), na qual cada material, antes de ser analisado, foi mergulhado em nitrogênio líquido por quatro horas, cada um dos materiais consolidados foram analisados apenas em microscópio estereoscópico. Já a matriz polimérica e o aditivo ainda em forma pulverizada foram analisados em microscópio óptico.

As Figuras 4.11 e 4.12 mostram as fotomicrografias do PEUAPM, em pó e já consolidado, em microscópio óptico e estereoscópico, respectivamente. A fotomicrografia do PEUAPM em pó mostra uma certa irregularidade no tamanho das partículas do polímero e isso fica evidenciado pelos dados obtidos para o cálculo do tamanho médio de partícula da amostra analisada, que constam na Tabela 4.7.

Figura 4.11 – Fotomicrografia óptica do PEUAPM em pó ampliada 50 vezes.



Fonte: Produção do autor (2019).

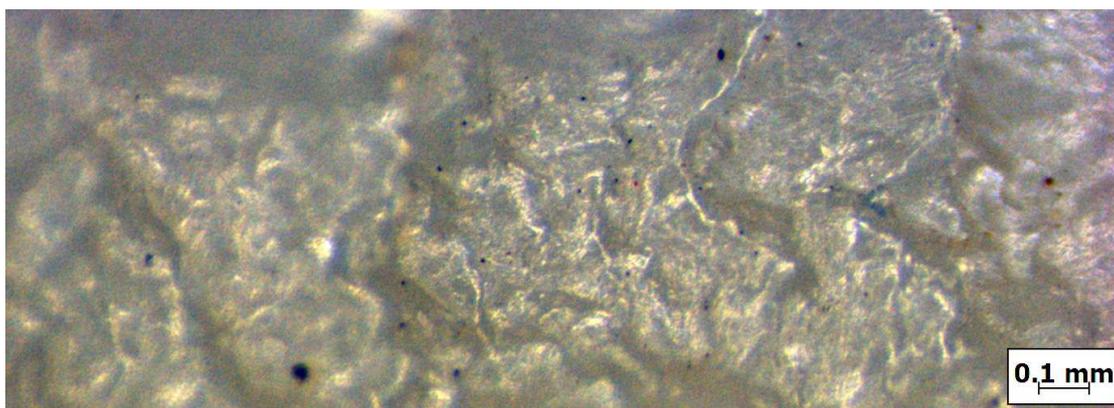
Tabela 4.7 – Dados relativos às dimensões médias das partículas de PEUAPM em pó.

Comprimento médio de partícula / μm	Área média de partícula / μm^2
141 ± 63	193 ± 85

Fonte: Produção do autor (2019).

Já a fotomicrografia do PEUAPM consolidado mostra um material com contornos de grão bem definidos, o que pode indicar um processo de consolidação pode não ter sido tão efetivo.

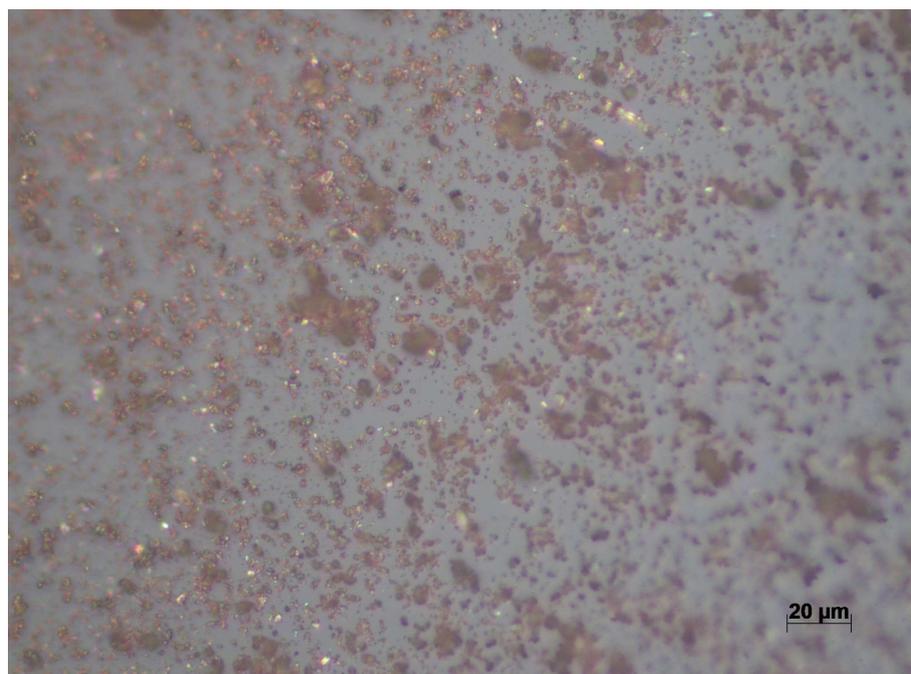
Figura 4.12 - Fotomicrografia estereoscópica do PEUAPM consolidado ampliada 63 vezes.



Fonte: Produção do autor (2019).

Já a Figura 4.13 traz a imagem em microscópio óptico das partículas de boro amorfo. Este material, em função da espontânea aglomeração que as partículas são capazes de formar, oferece grande dificuldade na obtenção de dados em termos dimensionais das mesmas, e isso faz com que os tamanhos das partículas sejam bastante irregulares.

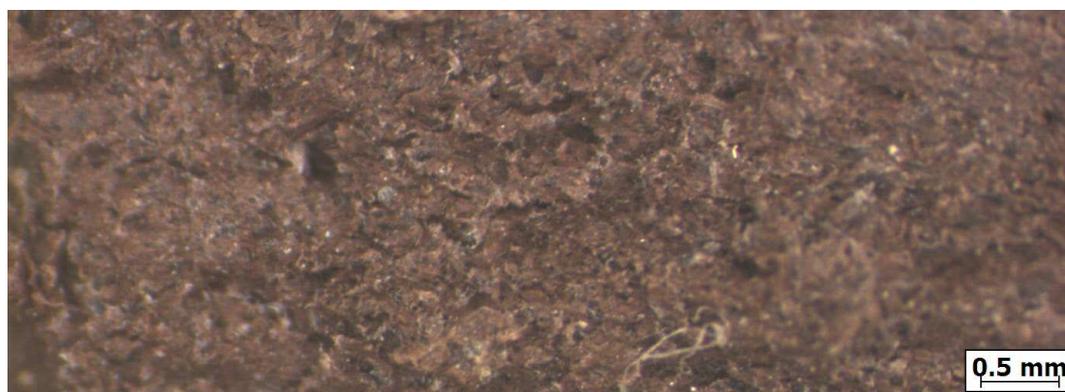
Figura 4.13 - Fotomicrografia óptica do boro amorfo ampliada 500 vezes.



Fonte: Produção do autor (2019).

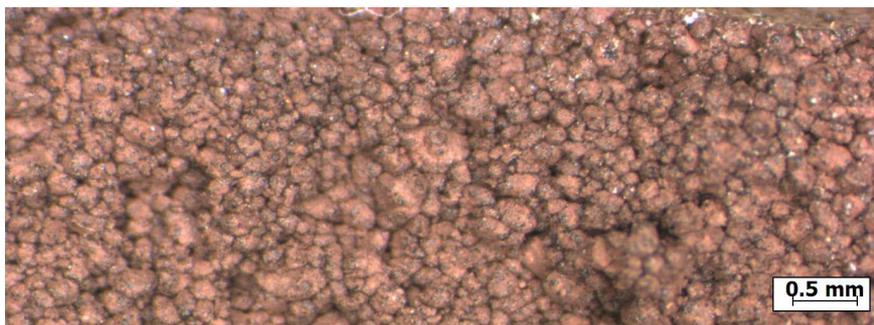
Já para os materiais compósitos, as Figuras 4.14, 4.15, 4.16 e 4.17 mostram os materiais PE+2,5B, PE+5,0B, PE+7,5B e PE+10B, nesta ordem. *A priori*, são notórias as alterações ocorridas na superfície dos compósitos em comparação à superfície fraturada da amostra de PEUAPM utilizada na mesma análise.

Figura 4.14 – Fotomicrografia estereoscópica do material PE+2,5B ampliada 20 vezes.



Fonte: Produção do autor (2019).

Figura 4.15 – Fotomicrografia estereoscópica do material PE+5,0B ampliada 20 vezes.



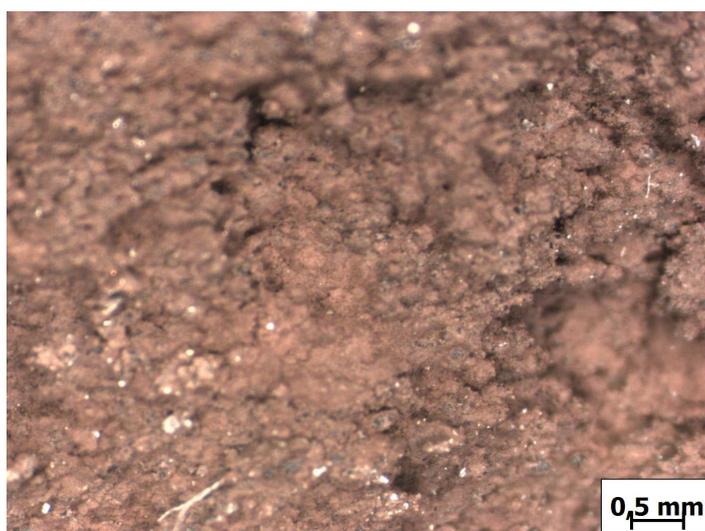
Fonte: Produção do autor (2019).

Figura 4.16 – Fotomicrografia estereoscópica do material PE+7,5B ampliada 20 vezes.



Fonte: Produção do autor (2019).

Figura 4.17 – Fotomicrografia estereoscópica do material PE+10B ampliada 20 vezes.



Fonte: Produção do autor (2019).

Analisando as imagens acima, nota-se que conforme a carga do aditivo aumenta, há formação de grãos mais definidos e em maiores quantidades nos materiais, assim como formações de superfícies ainda mais irregulares. Isso foi notório pela dificuldade de obter foco, mesmo em menores ampliações, nas imagens obtidas das superfícies dos materiais PE+7,5B e PE+10B. O provável responsável pelo aumento na quantidade de grãos nas superfícies analisadas é o boro amorfo, cuja quantidade foi sensivelmente acrescida nos materiais em questão e cujas partículas tendem a se aglomerar mais facilmente na mistura que dá origem aos compósitos antes dos mesmos serem processados.

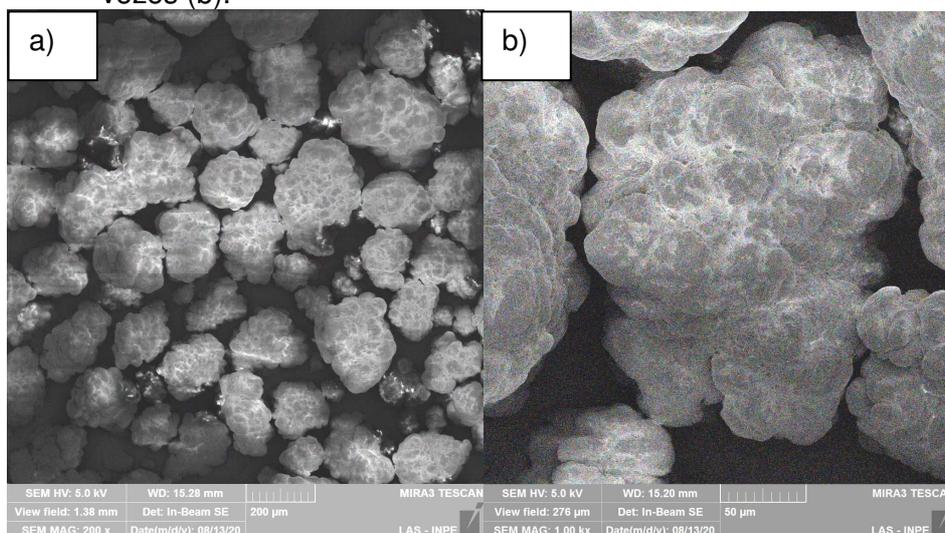
O perfil das imagens feitas das regiões fraturadas dos compósitos PE+2,5B e PE+5,0B corresponde aos resultados obtidos pelas caracterizações mecânicas e termomecânicas, pois fica claro o quanto a matriz conseguiu realizar a dispersão das partículas do aditivo para formar cada material, além de envolvê-las de maneira adequada. Já em relação aos compósitos PE+7,5B e PE+10B, as imagens já corroboram a tendência de que os mesmos sejam mais anisotrópicos em função da maior quantidade de partículas do aditivo aglomeradas e com tamanhos bastante irregulares.

4.7 Microscopia Eletrônica de Varredura

As micrografias foram obtidas para os materiais originários (B e PEUAPM), assim como para os compósitos nas proporções entre matriz e aditivo já discriminadas. Todas as amostras consolidadas foram fraturadas após processo no qual foram mergulhadas em nitrogênio líquido por aproximadamente 4 horas para obtenção de fratura criogênica, em procedimento semelhante ao realizado por Shen *et al* (2015) e Livolant e Bouligand (1989).

Na Figura 4.18 são mostradas as micrografias do PEAUPM em pó e já consolidado. Nota-se que, em relação à matriz já consolidada que estão contidas partículas entre flocos formados na ruptura do material, dando um indicativo de que a consolidação pode não ter sido a mais adequada.

Figura 4.18 – Fotomicroscopias do PEUAPM em pó ampliadas 200 vezes (a) e 1.000 vezes (b).

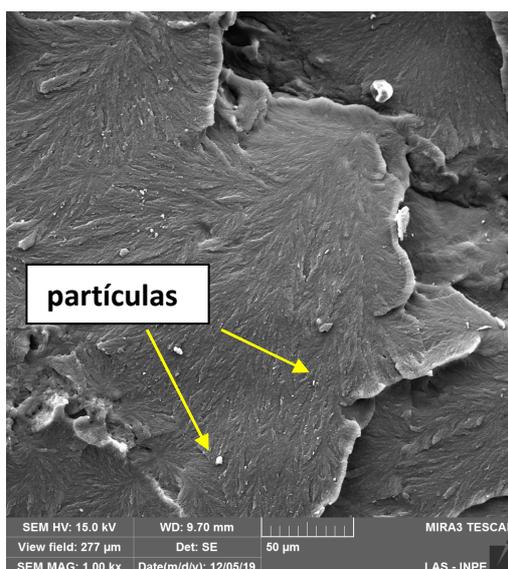


Fonte: Produção do autor (2020).

Nota-se, principalmente na Figura 4.18a), as variações nas dimensões e formas das partículas do PEUAPM.

Já a Figura 4.19 mostra a superfície fraturada de uma amostra de PEUAPM consolidado.

Figura 4.19 – Fotomicroscopia do PEUAPM consolidado ampliada 1.000 vezes.

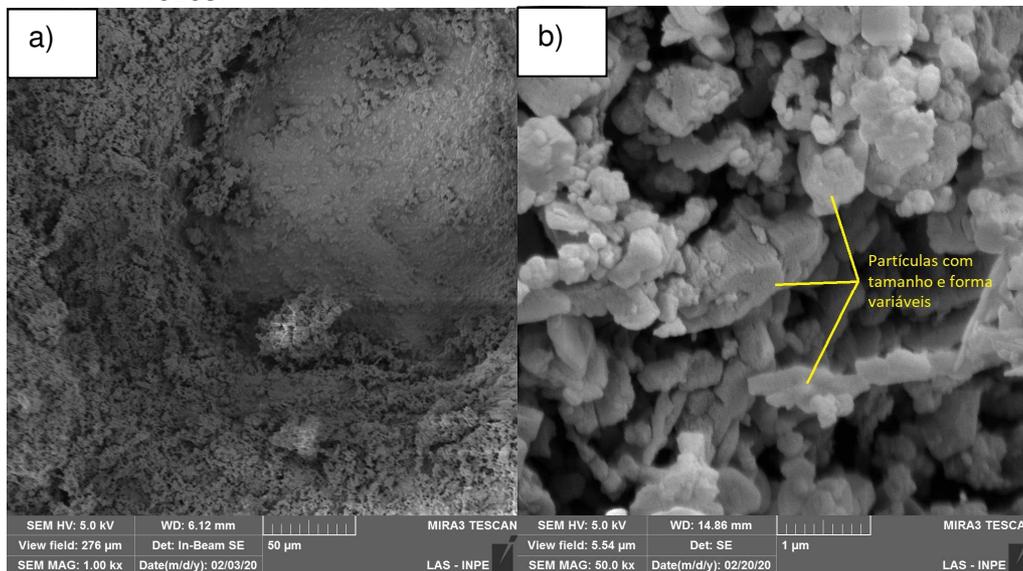


Fonte: Produção do autor (2019).

A própria presença de muitos flocos com aparência fibrosa na região fraturada é um indicativo de que a consolidação da matriz polimérica não tenha ocorrido da forma mais adequada, conforme afirmado por Spiegelberg (2004), assim como partículas provavelmente não fundidas no processo de formação das placas.

Já em relação ao boro, por ser um material de característica amorfa, suas partículas não apresentam forma nem dimensão definidas, conforme é possível verificar na Figura 4.20.

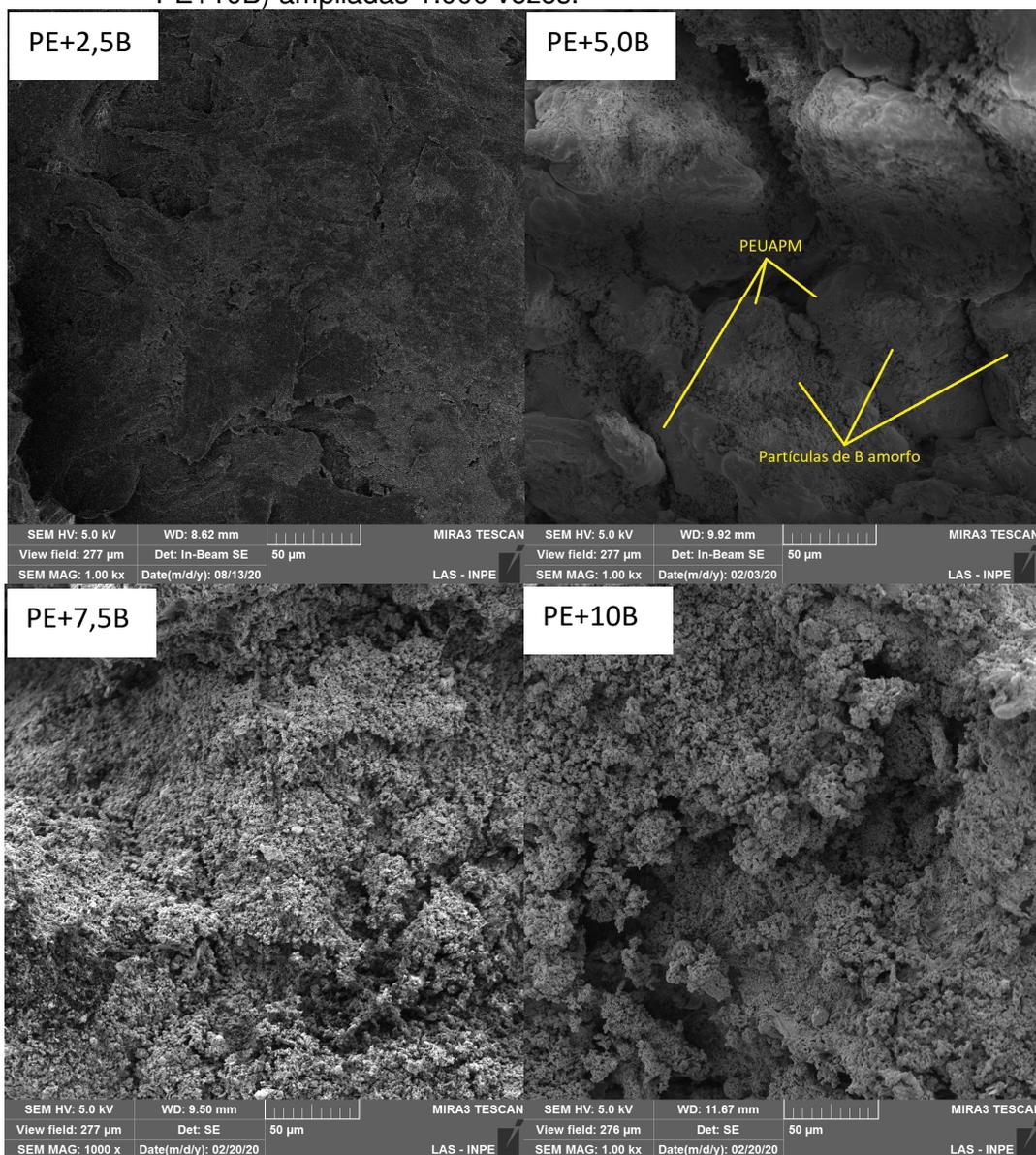
Figura 4.20 – Fotomicroscopias do boro amorfo ampliadas em (a) 1.000 e (b) 50.000 vezes.



Fonte: Produção do autor (2020).

Já no caso das amostras dos materiais compósitos, a depender da quantidade de aditivo presente na composição e da resolução aplicada à superfície do material, é possível identificar e visualizar as duas fases presentes em cada amostra, as quais o PEUAPM apresenta uma melhor definição geométrica enquanto o boro amorfo apresenta bastante indefinição em relação às formas das duas partículas, como é mostrado na Figura 4.21.

Figura 4.21 – Fotomicroscopias dos compósitos (PE+2,5B, PE+5,0B, PE+7,5B e PE+10B) ampliadas 1.000 vezes.



Fonte: Produção do autor (2019).

Nota-se que, com esta resolução, as partículas do aditivo estão bem dispersas na matriz e que, em alguns casos, não é possível identificar de maneira mais imediata a presença da fase polimérica no material, em virtude do aumento bastante considerável da quantidade de aditivo, em função da fração volumétrica do mesmo, contida em cada um dos materiais em questão. É o que acontece com as amostras dos materiais PE+2,5B e PE+5,0B, para os

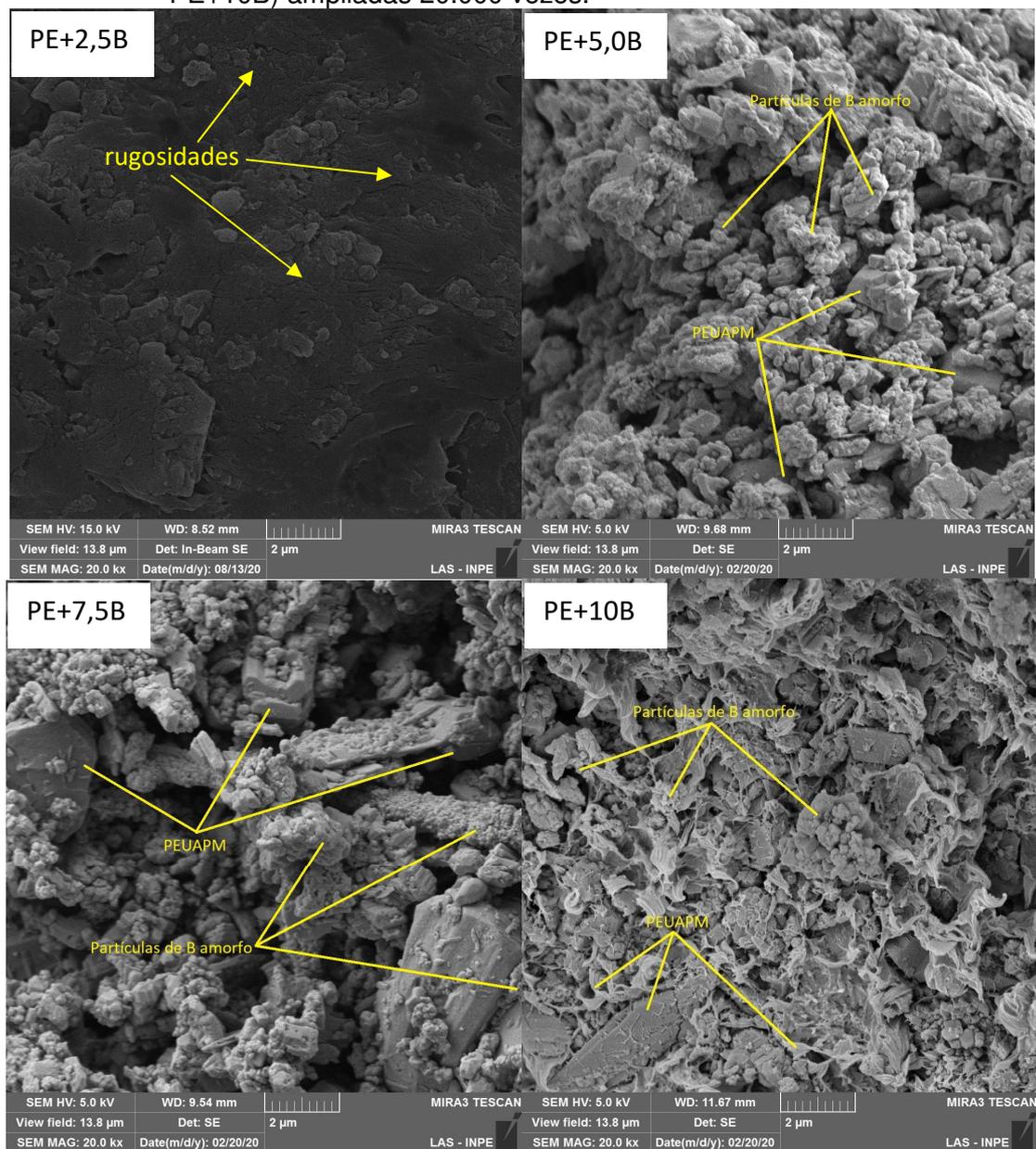
quais em cada superfície fraturada são facilmente visíveis apenas os contornos de grão do mesmo, o que mostra que as partículas do aditivo estão bem envolvidas pela matriz consolidada.

Ainda sobre o que é possível visualizar nas superfícies dos materiais PE+2,5B e PE+5,0B, as suas superfícies fraturadas assemelham-se mais ao que é identificado no PEUAPM do que em relação aos demais materiais analisados neste trabalho. Comparando a superfície deste material compósito com os demais, existem quantidades menores de rugosidades na superfície deste material. Estas mesmas rugosidades, praticamente ausentes na superfície da amostra da matriz polimérica sem aditivo, podem ocorrer em função da presença de partículas de boro amorfo no seio do material, o que pode explicar essa discreta alteração na morfologia das amostras de PE+2,5B e PE+5,0B, conforme relatado na literatura (ABDASALAM, 2019).

Ao realizar a comparação em termos de dispersão em ambas as figuras (4.20 e 4.21), além observar a boa qualidade na distribuição do aditivo na matriz polimérica do compósito, é evidente a verificação que as morfologias dos materiais sofrem bastante alteração em função da variação da quantidade de boro amorfo adicionado no material, fato esse que pode explicar principalmente os resultados obtidos em relação aos ensaios mecânicos dos materiais pesquisados.

Enquanto as partículas de boro amorfo mantiveram seu aspecto original em todos os materiais nos quais o aditivo está presente, a matriz polimérica deixa de ter uma morfologia de aparência fibrosa, exceto no material PE+2,5B (notórias nas Figuras 4.20a) e 4.21), e passa a ter um aspecto morfológico mais semelhante a de um material particulado com distribuição uniforme do aditivo na sua superfície (Figura 4.21). Isso fica ainda mais notório quando amplia-se as imagens das superfícies fraturadas nas imagens obtidas em MEV. Claro, fazendo-se a comparação com a Figura 4.19, relativa ao PEUAPM consolidado.

Figura 4.22 – Fotomicroscopias dos compósitos (PE+2,5B, PE+5,0B, PE+7,5B e PE+10B) ampliadas 20.000 vezes.



Fonte: Produção do autor (2019).

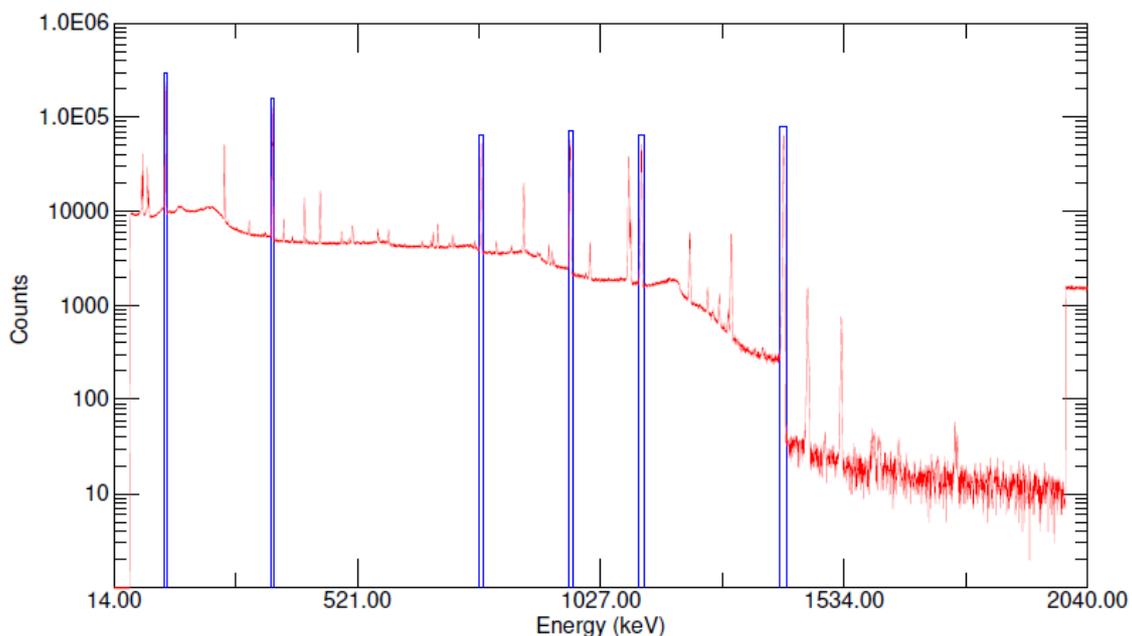
As imagens contidas nas Figuras 4.21 e 4.22 mostram que nos compósitos PE+2,5B e PE+5,0B as partículas de boro amorfo apresentaram melhor dispersão na matriz polimérica do que nos compósitos PE+7,5B e PE+10B. Nos compósitos com maiores cargas de aditivo, as partículas de boro amorfo ficaram mais aglomeradas, passando uma ideia de que o aditivo pode ter saturado a matriz polimérica com as quantidades de aditivo contidas nos

compósitos PE+7,5B e PE+10B, mas com boa distribuição nos materiais PE+2,5B e PE+5,0B. Essas variações na microestrutura de cada compósito podem ser capazes de explicar os comportamentos dos materiais em relação aos ensaios de TMA e de tração, já que os compósitos PE+2,5B e PE+5,0B apresentaram variações de comportamento mais regulares em função do aumento de carga e bastante irregulares nos compósitos PE+7,5B e PE+10B, muito em função dos mesmos tenderem a apresentar maior anisotropia em virtude de tais aglomerações das partículas do aditivo.

4.8 Espectroscopia e dosimetria de radiações

Os materiais foram irradiados por uma fonte de ^{152}Eu , cujo espectro de emissão gama compreende picos de emissão em energias variando de 121,78 keV a 1457,6 keV, conforme pode ser observado no espectro constante da Figura 4.23.

Figura 4.23 – Espectro com as energias de fótons analisados neste trabalho (indicadas pelos retângulos azuis).



Fonte: Produção do autor (2019).

Dentre os diferentes picos de emissão do ^{152}Eu , foram escolhidos seis picos cobrindo uma ampla faixa de energia de interesse (de 121 a 1457 keV), cujas probabilidades de desintegração significativa permitem uma análise espectroscópica adequada em um tempo de aquisição aceitável, os quais são identificados na Tabela 4.8 pelas letras A a F.

Tabela 4.8 – Energias dos picos de maior relevância ou intensidade do espectro do ^{152}Eu .

Energia do pico / keV	Probabilidade de desintegração / %	Denominação
121,779±0,003	28,58	A
344,272±0,007	26,5	B
778,890±0,016	12,94	C
964,05±0,03	14,60	D
1112,08±0,04	13,64	E
1408,03±0,03	21,00	F

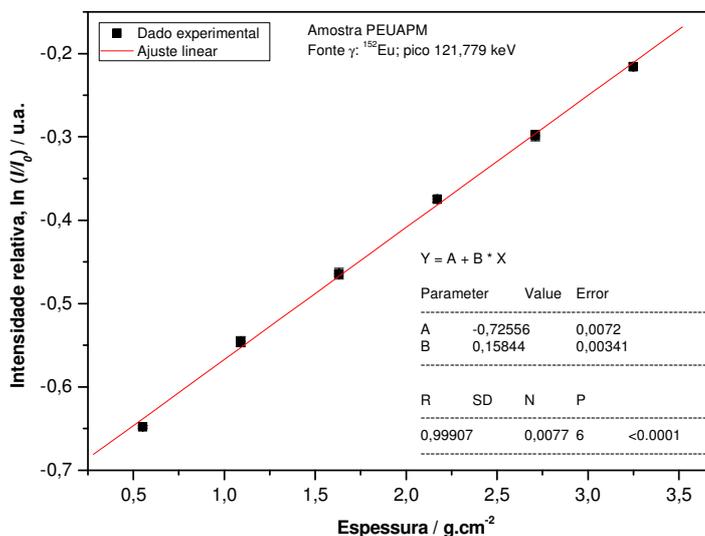
Fonte: Produção do autor; laea, (1984).

Os valores das intensidades para cada energia de pico denominada na Tabela 4.8 foram calculados dividindo-se a intensidade determinada após o período de cada experimento de exposição às radiações pelo tempo real utilizado para cada a irradiação de todas as amostras do sistema colocado para ser irradiado, de forma a obter a taxa de detecção (I da equação 3.13) após a blindagem, para cada energia separadamente. O valor de I_0 foi obtido de forma similar, sem a presença de qualquer atenuador no arranjo.

Os dados obtidos através desta técnica foram adquiridos através do aplicativo *Maestro* e o tratamento adequado foi realizado em outros aplicativos como MS Excel e Origin, através de ajustes lineares e exponenciais, quando necessário. A Figura 4.24 traz como exemplo um tratamento feito, através de ajuste linear, para dados nos quais são relacionados a intensidade relativa ou razão entre as intensidades de fótons, $\ln(I_0/I)$ que incidem sobre o sistema, em função da espessura. Esse ajuste fornece o coeficiente angular que é a atenuação total mássica $\left(\frac{\mu}{\rho}\right)$ relacionada ao pico com fótons de determinada energia.

Os demais gráficos com curvas ajustadas estão contidos no Apêndice A deste trabalho.

Figura 4.24 – gráfico da intensidade relativa, $\ln(I_0/I)$, em função da espessura do sistema.



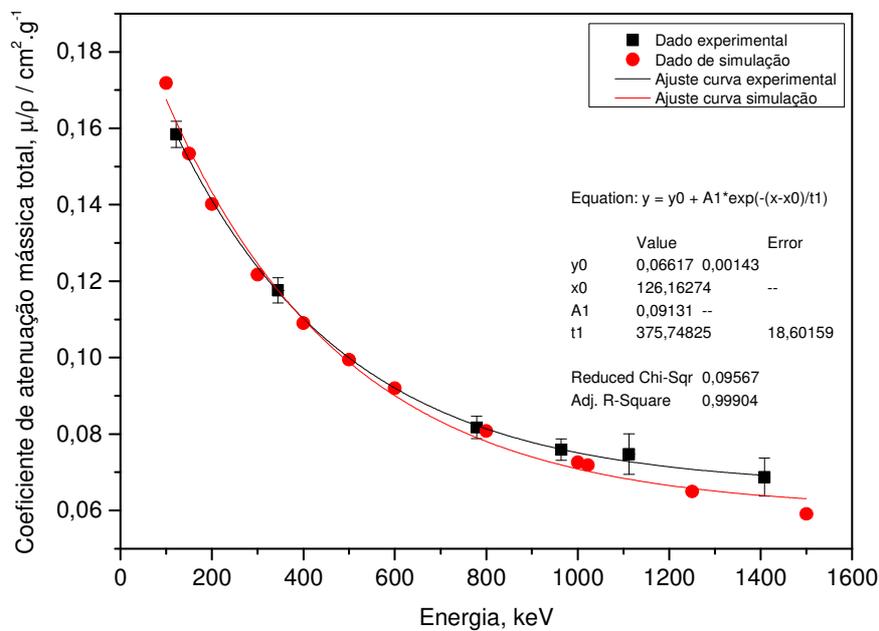
Fonte: Produção do autor (2019).

A partir da obtenção destes coeficientes angulares nos ajustes lineares realizados em cada conjunto irradiado, foram obtidas curvas de coeficientes de atenuação mássica total em função da energia dos fótons que interagem com cada sistema utilizado. É a partir das comparações feitas entre os resultados

obtidos neste e com as informações que já existem na literatura específica que é possível determinar se os materiais estudados neste trabalho possuem boas características em relação à atenuação das radiações que são objeto deste estudo.

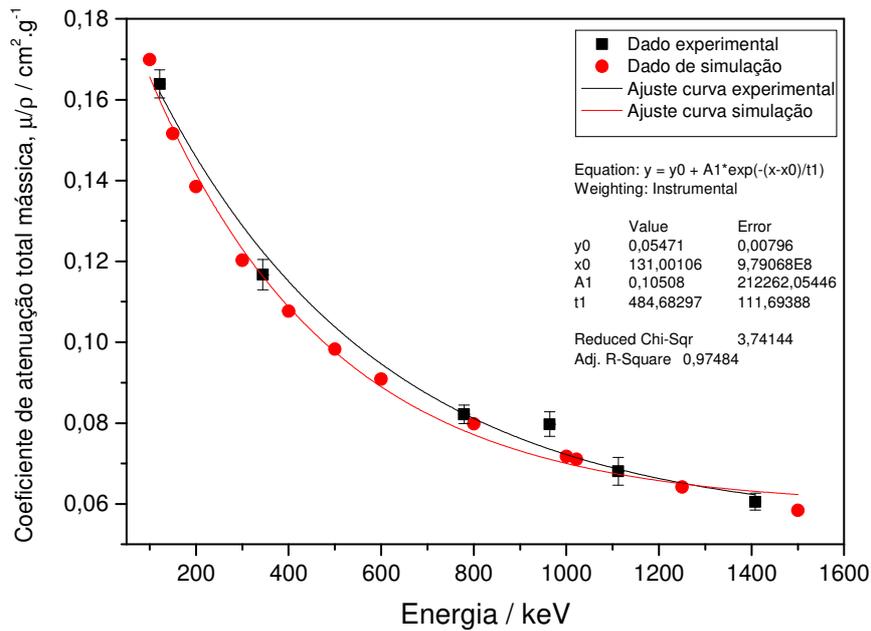
As Figuras 4.25 à 4.29 apresentam os gráficos obtidos através de dados experimentais e também aqueles que foram determinados através de simulações no XCOM. Os dados de simulação, com seus respectivos ajustes, constam no Apêndice B deste trabalho (NIST, 2020).

Figura 4.25 – Gráfico de μ/ρ em função da energia de fótons no PEUAPM.



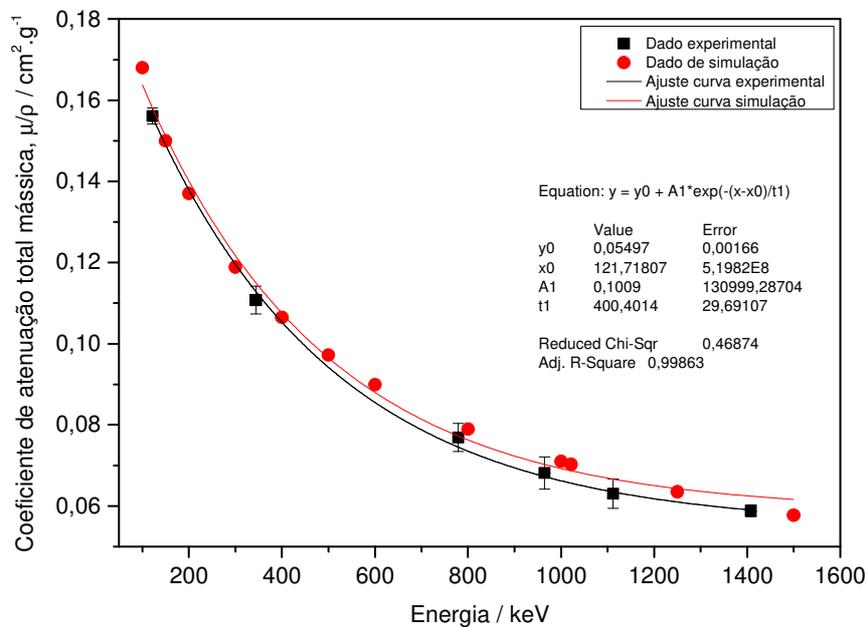
Fonte: Produção do autor (2019); Nist (2020).

Figura 4.26 – Gráfico de μ/ρ em função da energia de fótons no PE+2,5B.



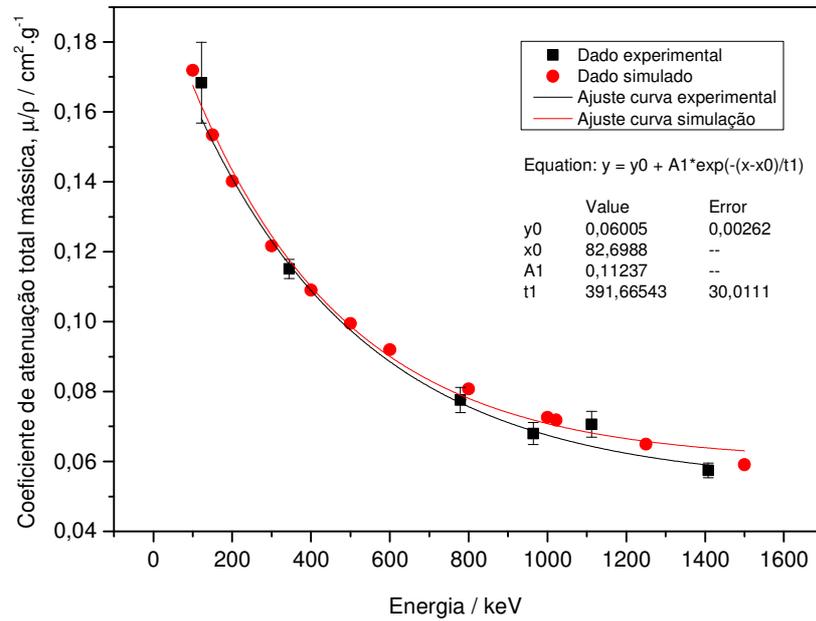
Fonte: Produção do autor (2019); Nist (2020).

Figura 4.27 – Gráfico de μ/ρ em função da energia de fótons no PE+5,0B.



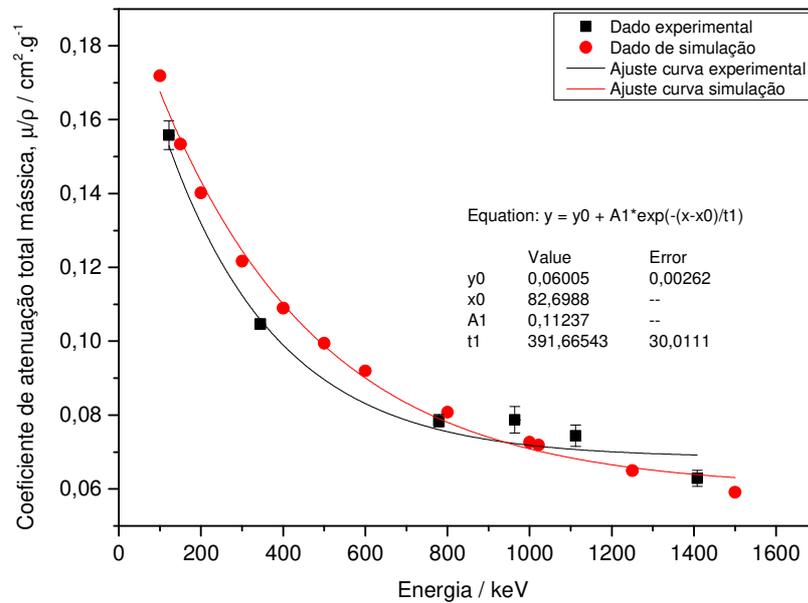
Fonte: Produção do autor (2019); Nist (2020).

Figura 4.28 – Gráfico de μ/ρ em função da energia de fótons no PE+7,5B.



Fonte: Produção do autor (2019); Nist (2020).

Figura 4.29 – Gráfico de μ/ρ em função da energia de fótons no PE+10B.



Fonte: Produção do autor (2019), Nist (2020).

A análise dos gráficos contidos em cada uma das Figuras 4.25 à 4.29 mostra que as diferenças entre os dados experimentais e simulados são pequenas, principalmente para os fótons com as energias referentes aos picos A, B, C, D e E.

No intervalo de energia referente ao efeito fotoelétrico, que é aquele analisado com os fótons utilizados para esta técnica, nota-se que os materiais PEUAPM e PE+2,5B mostraram melhores desempenhos nos resultados experimentais, se comparados aos obtidos via simulação, enquanto que os demais materiais apresentaram o oposto, ou seja, resultados simulados indicando melhores coeficientes de atenuação total mássica do que aqueles obtidos experimentalmente.

A partir dos dados extraídos das Figuras 4.24 à 4.28, foi possível construir a Tabela 4.9, com os valores dos coeficientes de atenuação total mássica para os picos de energia dos fótons em cada sistema.

Tabela 4.9 – Valores experimentais de μ/ρ para cada pico de energia em cada um dos materiais produzidos.

Pico	Coeficientes de atenuação total mássica, μ/ρ / $\text{cm}^2.\text{g}^{-1}$				
	PEUAPM	PE+2,5B	PE+5,0B	PE+7,5B	PE+10B
A	0,1584±0,0034	0,1639±0,0035	0,1561±0,0020	0,1683±0,0116	0,1558±0,0039
B	0,1176±0,0033	0,1167±0,0038	0,1108±0,0034	0,1151±0,0027	0,1046±0,0014
C	0,0817±0,0029	0,0822±0,0023	0,0769±0,0035	0,0776±0,0036	0,0784±0,0017
D	0,0759±0,0028	0,0797±0,0030	0,0682±0,0040	0,0680±0,0032	0,0787±0,0036
E	0,0748±0,0053	0,0677±0,0034	0,0631±0,0036	0,0706±0,0037	0,0744±0,0029
F	0,0687±0,0050	0,0606±0,0021	0,0589±0,0014	0,0575±0,0021	0,0628±0,0022

Fonte: Produção do autor (2019).

De imediato, já é possível verificar que para a maioria dos picos de energia contidos no espectro do material radioisótopo utilizado para a irradiação, a atenuação da intensidade relativa dos fótons que incidiram em cada um dos sistemas apresentou redução, tanto em função da presença do aditivo quanto em relação ao aumento da carga utilizada do mesmo, conforme estudos já evidenciados na literatura. Apesar de alguns comportamentos irregulares, em geral, o material PE+10B apresentou menor capacidade de atenuação de radiações que os demais para a maioria das energias analisadas neste trabalho (PEREIRA, 2013; TOYEN *et al*, 2019).

Para efeito comparativo, em cada um dos mesmos gráficos foram inseridos os dados obtidos por meio de simulação no XCOM a respeito da atenuação total mássica para cada um dos materiais estudados, conforme mostra a Tabela 4.10.

Tabela 4.10 – Valores de μ/ρ simulados para cada pico de energia em cada um dos materiais produzidos.

Pico	Coeficientes de atenuação total mássica, $\mu/\rho / \text{cm}^2.\text{g}^{-1}$				
	PEUAPM	PE+2,5B	PE+5,0B	PE+7,5B	PE+10B
A	0,1617	0,1599	0,1580	0,1619	0,1615
B	0,1176	0,1163	0,1150	0,1177	0,1177
C	0,0790	0,0781	0,0773	0,0790	0,0790
D	0,0719	0,0711	0,0702	0,0718	0,0718
E	0,0682	0,0674	0,0666	0,0681	0,0681
F	0,0639	0,0631	0,0624	0,0638	0,0638

Fonte: Produção do autor (2019); Nist (2020).

Diferente do que foi verificado com os dados experimentais, nos dados obtidos por simulação são notórias as correlações entre redução da intensidade relativa, presença do aditivo e aumento da carga do mesmo, dando a entender que, se fato, o boro amorfo pode prejudicar as características atenuadoras de radiações ao ser adicionado à matriz polimérica em questão.

Na Tabela 4.11 estão dispostos os dados relativos à razão entre cada um dos dados experimentais e teóricos dos coeficientes de atenuação total mássica para cada um dos materiais.

Tabela 4.11 – Razão entre os valores de μ/ρ experimental e simulado para cada pico de energia em cada um dos materiais produzidos.

Pico	Razão entre os coeficientes de atenuação total mássica experimental e simulado				
	PEUAPM	PE+2,5B	PE+5,0B	PE+7,5B	PE+10B
A	0,9796	1,0250	0,9880	1,0395	0,9647
B	1,0000	1,0034	0,9635	0,9779	0,8887
C	1,0342	1,0525	0,9948	0,9823	0,9924
D	1,0556	1,1210	0,9715	0,9471	1,0961
E	1,0968	1,0045	0,9474	1,0367	1,0925
F	1,0751	0,9604	0,8897	0,9013	0,9843

Fonte: Produção do autor (2019); Nist (2020).

Os dados da Tabela 4.11 não permitem decidir com clareza se os resultados experimentais e simulados coadunam, já que para algumas energias as diferenças percentuais ficam, em parte considerável dos dados, entre 0 e 1, indicando que os materiais caracterizados apresentaram piora em relação à atenuação total mássica; já outros, a minoria, mostram que os materiais

apresentaram melhores desempenhos em relação aos resultados simulados, pois a razão fornece valores maiores que 1.

É importante verificar o quanto a diferença relativa para o pico F diminuiu com o aumento de aditivo, com exceção para o material PE+10B, o que pode ser explicado pelo fato de que o material apresentou alguns problemas durante o seu processamento.

A Tabela 4.12 mostra os valores dos coeficientes de atenuação linear total (μ) que são calculados para cada pico de energia com o auxílio dos valores de massa específica, já determinados experimentalmente, e indicados na Tabela 4.1 e com os valores dos coeficientes de atenuação total mássica contidos na Tabela 4.9.

Tabela 4.12 – Coeficientes de atenuação total experimental dos materiais.

Pico	Coeficientes de atenuação total linear experimentais, μ / cm^{-1}				
	PEUAPM	PE+2,5B	PE+5,0B	PE+7,5B	PE+10B
A	0,15±0,00	0,16±0,00	0,15±0,00	0,17±0,01	0,17±0,01
B	0,11±0,00	0,11±0,00	0,11±0,00	0,11±0,00	0,11±0,00
C	0,08±0,00	0,08±0,00	0,08±0,00	0,08±0,00	0,08±0,00
D	0,07±0,00	0,08±0,00	0,07±0,00	0,07±0,00	0,08±0,01
E	0,07±0,00	0,06±0,00	0,06±0,00	0,07±0,00	0,07±0,00
F	0,06±0,00	0,06±0,00	0,06±0,00	0,06±0,00	0,05±0,00

Fonte: Produção do autor (2019).

Os dados da Tabela 4.12 mostram, mais uma vez, que comparando todos os sistemas estudados neste trabalho, os coeficientes de atenuação total, para cada energia, tendem a diminuir em função da presença e do aumento da carga de aditivo entre os materiais analisados.

A Tabela 4.13 fornece os valores dos coeficientes de atenuação total obtidos por meio de simulação no XCOM e com auxílio dos valores de massa específica teóricos contidos na Tabela 4.1 deste trabalho.

Tabela 4.13 – Coeficientes de atenuação total simulados dos materiais.

Pico	Coeficientes de atenuação total linear simulados, μ / cm^{-1}				
	PEUAPM	PE+2,5B	PE+5,0B	PE+7,5B	PE+10B
A	0,15	0,15	0,16	0,16	0,17
B	0,11	0,11	0,11	0,12	0,12
C	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08
D	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07
E	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07
F	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07

Fonte: Produção do autor (2019); Nist (2020).

Nota-se, diferentemente do que se conferiu nos dados contidos na Tabela 4.10 (de valores de μ/ρ simulados), verifica-se a tendência de aumento do valor de μ em função da presença e do aumento da carga do aditivo na matriz de

PEUAPM, o que é um indicativo de que esse fato verificado ocorra em função do aumento da massa específica de cada material em questão.

Dessa forma, é possível verificar alguma correlação entre o aumento da carga ou quantidade de aditivo no compósito e a melhora nas propriedades de atenuação das radiações gama apenas nos compósitos PE+2,5B e PE+5,0B em comparação com o PEUAPM, conforme a literatura também mostra (PEREIRA, 2013; TOYEN *et al*, 2019).

Quando é feita a análise em relação aos compósitos PE+7,5B e PE+10B, nota-se que a variação das propriedades de atenuação apresentou um comportamento bem irregular em relação ao que o PEUAPM forneceu como resultado. Essas diferenças, principalmente em relação àquilo que era esperado em relação aos dados obtidos por simulação, pode ser devida ao que foi observado em termos microestruturais destes materiais (visualizados nas imagens obtidas pela MEV-FEG e na microscopia estereoscópica), que apresentaram grandes aglomerações do aditivo no seio de cada compósito, o que tende a fazer com que cada material tenha um comportamento considerado anômalo tanto em comparação com a matriz polimérica pura quanto sobre os dados obtidos por simulação.

Outro fator que pode explicar o comportamento diferente do esperado para estes dois compósitos (PE+7,5B e PE+10B) em relação aos demais materiais deste trabalho é o conjunto de dados obtidos para a massa específica. Como o coeficiente de atenuação mássica depende de ρ , e esta propriedade foi bastante comprometida para os compósitos com maior adição de boro (vide Tabela 4.1) em função dos problemas correlatos ao processamento, acredita-se que esse fator possa explicar o porquê dos resultados relacionados à atenuação de radiações tenham apresentado considerável flutuação e até grandes incertezas.

5 CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS

As técnicas voltadas para a obtenção de imagens das superfícies fraturadas dos materiais consolidados acabaram ratificando os comportamentos dos materiais nos ensaios mecânicos e termomecânicos, em virtude das disposições dos seus componentes. A microscopia estereoscópica foi capaz de mostrar o quão o aditivo está bem disperso e coberto pela matriz, e o mesmo foi possível verificar em relação às imagens obtidas por MEV. Também foi possível verificar, em termos de variação entre as microestruturas de cada material, o quanto a superfície dos compósitos PE+2,5B e PE+5,0B se assemelham mais à do PEUAPM, evidenciando que os materiais, de fato, tendem a apresentar poucas diferenças nas propriedades citadas.

Também fica claro que as microestruturas dos compósitos PE+7,5B e PE+10B mostraram materiais com grandes aglomerações de partículas do aditivo nas suas formações e provavelmente a saturação da matriz polimérica para cargas de aditivo a partir da que pode estar contida no material PE+7,5B, fatos que podem evidenciar os comportamentos atípicos em relação ao que o PEUAPM e os outros dois compósitos (PE+2,5B e PE+5,0B) apresentaram em termos de resultados nas técnicas de caracterização aplicadas neste trabalho.

Parte dos compósitos produzidos (PE+2,5B e PE+5,0B) apresentaram resultados em relação à massa específica ou densidade bastante próximos aos que foram obtidos de forma teórica, no qual essa propriedade e a fração de aditivo tendem a serem grandezas diretamente proporcionais. Porém, ficou nítida a diferença em relação aos compósitos PE+7,5B e PE+10B. Essa diferença, evidente nos materiais com maiores cargas do aditivo, podem ser devidas a uma etapa específica processo de produção, no qual as placas de material obtidas precisaram ser lavadas em função do considerável desprendimento de boro amorfo, não devidamente incorporado ao compósito.

É importante frisar também que a atenuação mássica depende diretamente da massa específica e o fato da mesma não ter apresentado resultados muito distintos em relação ao teórico para os compósitos com

maiores quantidades de boro amorfo pode explicar os comportamentos anômalos destes materiais em relação à atenuação de radiações.

Em relação à espectrometria em FTIR, as bandas e picos específicos do aditivo, presentes nos espectros dos materiais compósitos, corroboram que o mesmo foi incorporado ao material, sendo que, em função da sua coloração é possível que sejam mascarados alguns dados específicos da matriz polimérica ou até mesmo de possíveis ligações ou interações entre os dois componentes presentes em cada amostra do material compósito. Ainda sobre essa técnica, os problemas que ocorreram no processamento dos compósitos PE+7,5B e PE+10B não comprometeram de maneira muito significativa os dados obtidos.

No caso da análise por DSC, na qual foi possível determinar tanto a T_F de cada material quanto o %X, verificou-se que ocorreram pequenas alterações da temperatura em questão nos compósitos PE+2,5B e PE+5,0B, em comparação com o PEUAPM, e considerável aumento da cristalinidade quando há um aumento significativo da quantidade de aditivo (do PEUAPM para o PE+2,5B) e uma redução (do PE+2,5B para o PE+5,0B). Esses fatores podem ser explicados por um possível aumento quantidade de regiões amorfas no seio de cada compósito e podem ter reduzido a mobilidade das cadeias poliméricas e aumentado a T_F de cada um dos materiais compósitos, alterando a cristalinidade do material; com acréscimo de aditivo (no PE+5,0B), a maior aglomeração de boro amorfo pode ter comprometido um pouco o %X, com interações mais fracas entre moléculas do aditivo e da matriz, o que explicaria a discreta redução na cristalinidade. Pode-se concluir também que as microestruturas dos compósitos PE+7,5B e PE+10B, nas quais as partículas do aditivo estão muito aglomeradas, associadas aos problemas nos respectivos processamentos dos mesmos indiquem o porquê destes apresentarem comportamentos tão irregulares em relação às propriedades térmicas.

Em relação aos resultados de TMA, observou-se que os dados de T_{DC} e α_l obtidos indicam, mais uma vez que pode ter ocorrido um aumento da quantidade de regiões amorfas em função do aumento da quantidade de aditivo nos materiais compósitos PE+2,5B e PE+5,0B, em comparação ao que

foi encontrado para o PEUAPM, já evidenciado nos resultados de DSC. Essa tendência explica o porquê dos valores de T_{DC} aumentarem com o acréscimo de aditivo na formação dos compósitos citados, enquanto α_l diminui de PEUAPM para PE+2,5B, mas aumenta de PE+2,5B para PE+5,0B.

Já em relação aos compósitos PE+7,5B e PE+10B, observou-se que os dados relativos à T_{DC} e α_l apresentaram comportamentos extremamente irregulares, provavelmente em função dos problemas de processamento dos mesmos.

Foi observado também que o valor de T_{DC} é como um ponto de inflexão da curva de TMA, pois ocorre grande variação em termos de dilatação térmica quando se comparam os resultados de α_l para intervalos de temperatura anteriores e posteriores à T_{DC} , sendo que os valores de α_l regridem para o material PE+2,5B, indicando que a presença de aditivo, nesta quantidade, faz com que o material compósito dilate menos que a matriz polimérica não aditivada, mas quando compara-se este compósito com o PE+5,0B, a quantidade de aditivo que existe a mais neste material pode indicar que as regiões presentes proporcionem uma espécie de impedimento de natureza espacial, e não apenas em termos de ligações químicas ou interações mais fortes, que pode explicar o aumento de α_l e também de T_{DC} .

Já em relação aos ensaios de tração, a presença do aditivo e a variação da quantidade do mesmo, nos materiais compósitos, proporcionaram aos mesmos menor tenacidade e maior fragilidade, sendo que tais propriedades são inversamente e diretamente proporcionais ao aumento de carga de boro amorfo, respectivamente. Outras propriedades como LRT , ϵ e σ foram prejudicadas em função da maior quantidade de aditivo nos materiais. Já o material contendo apenas o PEUAPM mostrou mais ductibilidade que os demais. Sempre considerando as características microestruturais observadas nos compósitos PE+7,5B e PE+10B nas fotomicrografias contidas neste trabalho, além dos problemas relativos ao processamento do material.

Em relação às análises das propriedades de atenuação de radiações, observou-se que a presença e a variação da quantidade de aditivo foram

importantes para melhorar tais características nos materiais, principalmente nos compósitos PE+2,5B e PE+5,0B, em comparação com a matriz polimérica pura, e que os mesmos apresentaram tendências semelhantes a dos dados simulados no XCOM, para o intervalo de domínio do comportamento fotoelétrico das radiações aplicada e simulada. No caso específico do compósito PE+2,5B, este apresentou melhor desempenho em termos de atenuação de radiações que os demais materiais (PEUAPM e outros compósitos deste trabalho), pois apresentou melhores valores dos coeficientes de atenuação mássica.

Em relação aos compósitos PE+7,5B e PE+10B, percebeu-se que essas propriedades não apresentaram comportamentos regulares, tanto em comparação ao PEUAPM (experimental) quanto em relação aos dados simulados. As características microestruturais, que indicam que estes sejam materiais mais anisotrópicos, podem explicar esse comportamento anômalo.

Considerando as perspectivas sobre materiais de PEUAPM-B, fica a sugestão de produzir compósitos com cargas de aditivo menores que as utilizadas nas amostras de PE+7,5B e PE+10B, visto que é importante ter certeza de que os materiais produzidos tenham quantidades de aditivo fidedignas ao que seja proposto. As informações contidas nesta dissertação podem fornecer uma referência que seja suficiente para nortear qual pode ser uma quantidade ótima de aditivo nos compósitos para que o estudo continue sendo realizado, já que os materiais citados acima apresentaram problemas durante a obtenção que comprometeram diversas das propriedades estudadas.

Proporcionar irradiações com dosagens maiores que 100 kGy para avaliar os efeitos deste procedimento nas propriedades analisadas neste trabalho, assim como verificar possíveis correlações de dosagens maiores aplicadas aos materiais com a carga de aditivo contida nos materiais e as propriedades já citadas.

Pela vasta quantidade de publicações de compósitos de matriz polimérica semelhante a que foi utilizada neste trabalho, seria interessante promover a funcionalização dos componentes presentes no compósito para fazer estudos

semelhantes aos realizados aqui. Essa etapa na obtenção do material compósito pode trazer resultados interessantes e que podem melhorar diversas características dos materiais estudados.

Uma dúvida que surgiu foi em relação à interação entre as moléculas da matriz polimérica e do aditivo. Como a técnica de FTIR não forneceu dados mais robustos em relação aos materiais analisados, cabe a utilização de técnicas mais apuradas, tais como espectroscopia Raman e espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios-X (XPS) para verificar bandas e/ou picos específicos de ligações químicas que porventura estejam presentes na estrutura molecular do material, principalmente após passar por processos com maiores dosagens de irradiação, conforme proposto no parágrafo acima.

Também fica como sugestão para compor essas perspectivas a irradiação por nêutrons nos materiais utilizados neste trabalho, principalmente pelo fato do aditivo, boro amorfo, compor uma abundante literatura sobre blindagens para este tipo de radiação cósmica.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDALSALAM, A. H. et al. A study of gamma attenuation property of UHMWPE / Bi₂O₃ nanocomposites. **Chemical Physics**, v. 523, p. 92–98, 2019. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0301010419302733>>. Acesso em: 11 jan. 2020.

AHMED, S. N. **Physics and engineering of radiation detection**. Londres: Academic Press, 2007.

ANDREWS, R. J.; GRULKE, E. A. Glass transition temperatures of polymers. In: _____. **Polymer handbook**. Nova Iorque: John Wiley & Sons, 1999.

APARECIDA, A. H.; FOOK, M. V. L.; GUASTALDI, A. C. Estudo da modificação da superfície do PEUAPM por solução de H₂O₂ para utilização como biomaterial. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS, 10., 2009, Foz do Iguaçu. **Anais...** Foz do Iguaçu, 2009. Disponível em: <<https://www.ipen.br/biblioteca/cd/cbpol/2009/PDF/206.pdf>>. Acesso em: 10 jul. 2019.

AMERICAN STANDARD FOR TESTING AND MATERIALS. **D638-14**: standard test method for tensile properties of polymer matrix composite materials. EUA, dec. 2014. 17p.

AMERICAN STANDARD FOR TESTING AND MATERIALS. **D792-00**: standard test methods for density and specific gravity (relative density) of plastics by displacement. EUA, dec. 2000. 6p.

ATKINS, D. F.; SHRIVER, P. W. Os grupos do boro e do carbono. In: _____. **Química inorgânica**. Porto Alegre: Artmed, 2003. Cap. 10.

AVINO, S. et al. Ionizing radiation detectors based on Ge-doped optical fibers inserted in resonant cavities. **Sensors (Switzerland)**, v. 15, n. 2, p. 4242–4252, 2015. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/25686311>>. Acesso em: 02 ago. 2018.

AW, J. J. Cosmic radiation and commercial air travel. **Journal of Travel Medicine**, v. 10, n. 1, p. 19–28, 2003. Disponível em: <<https://academic.oup.com/jtm/article-pdf/10/1/19/5101918/jtm10-0019.pdf>>. Acesso em: 18 fev. 2019.

BAIR, H.E. et al. Thermomechanical analysis. In: MENCZEL, J. D., PRIME, R.B. (Ed.). **Thermal analysis of polymers**. Hoboken: John Wiley and Sons, 2009. Cap. 4.

BARBOSA, L. A. et al. Polietileno de baixa densidade - PEBD : mercado, produção, principais propriedades e aplicações. **Revista Espacios**, v. 38, n. 2005, p. 10–23, 2017. Disponível em: <<http://www.revistaespacios.com/a17v38n17/a17v38n17p10.pdf>>. Acesso em: 02 ago. 2018.

BEHERA, R. P. et al. Total ionizing dose effects in GaAs-Si based electronic components. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON INNOVATIONS IN POWER AND ADVANCED COMPUTING TECHNOLOGIES, 2017. **Proceedings...** IEEE, 2017. Disponível em: <<https://ieeexplore.ieee.org/document/8245063>>. Acesso em: 18 ago. 2018.

BOTELHO, M. F. **Grandezas, quantidades e unidades usadas em protecção contra as radiações**. Coimbra: Universidade de Coimbra, 2006. Notas de aula. 24 p. Disponível em: <http://www.fis.uc.pt/data/20072008/apontamentos/apnt_175_0.pdf>. Acesso em: 08 set. 2018.

BRACCO, P. et al. A review of experimental studies of the role of free-radicals in polyethylene oxidation. **Polymer Degradation and Stability**, v. 155, p. 67–83, 2018. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0141391018302222/pdf?md5=f2e4f4dd5234ba4d8601f7918cd2ff63&pid=1-s2.0-S0141391018302222-main.pdf>>. Acesso em: 15 jul. 2019.

BRASKEM. **UTEC – compression molding**. Technical Bulletin. São Paulo: Braskem, 2006. 2 p. Disponível em: <<http://www.utec.com.br/download/utec/21467?file=301Compression%20Molding.pdf>>. Acesso em: 20 set. 2018.

BRASKEM. **Folha de dados**: Polietileno de ultra-alto peso molecular (PEUAPM) UTEC6541. São Paulo: Braskem, 2012. 2 p. Disponível em: <<http://www.braskem.com.br/cms/Principal/produto/download?id=BVcAT2lkCHI=&folhadados=true>>. Acesso em: 20 set. 2018.

BRASKEM. **Polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE)**. São Paulo: Braskem, 2018. 8 p. Disponível em: <<https://www.braskem.com.br/cms/Principal/Catalogo/Download?CodigoCatalogo=22>>. Acesso em: 01 ago. 2018.

BRODU, E. et al. Reducing the temperature of a C/C composite heat shield for solar probe missions with an optically selective semi-transparent pyrolytic boron nitride (pBN) coating. **Carbon**, v. 82, n. C, p. 39–50, 2015. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0008622314009841>>. Acesso em: 18 ago. 2018.

BROWN, M. E. Thermomechanometry. In: _____. **Introduction to thermal analysis: techniques and applications**. Grahamstown: Kluwer Academic Publishers, 2001. Cap. 6.

BUJA, A. et al. Cancer incidence among female flight attendants: a meta-analysis of published data. **Journal of Women's Health**, v. 15, n. 1, p. 98–105, 2006. Disponível em: <<https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/16417424/>>. Acesso em: 18 ago. 2018.

CALLISTER, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2012.

CARDOSO, S. C.; BARROSO, M. F. **Rápida introdução à física de radiações**. Rio de Janeiro: CEDERJ, 2005. 12 p. Disponível em <<http://www.if.ufrj.br/~marta/cederj/radiacoes/fr-unidade2.pdf>>. Acesso em: 18 jul. 2018.

COSTA, L.; BRACCO, P. Mechanisms of crosslinking and oxidative degradation of UHMWPE. In: KURTZ, S. M. (Ed.). **The UHMWPE Handbook: ultra-high molecular weight polyethylene in total joint replacement**. San Diego: Elsevier Academic, 2004. Cap. 11.

COUTINHO, F. M. B.; MELLO, I. L.; SANTA MARIA, L. C. Polietileno: principais tipos, propriedades e aplicações. **Polímeros**, v. 13, n. 1, p. 01-13, 2003. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0104-14282003000100005&lng=pt&tlng=pt>. Acesso em: 02 ago. 2018.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. Microscópio eletrônico de varredura (MEV). In: _____. **Microscopia eletrônica de varredura – aplicações e preparação de amostras**. Porto Alegre: PUCRS, 2007. Cap. 1.

DEVINE, R. A. B. Macroscopic and microscopic effects of radiation in amorphous SiO₂. **Nuclear Instruments Methods Physics Research, Section B**, v. 91, p. 378–390, 1994. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0168583X94962537>>. Acesso em: 24 ago. 2018.

DIXON, K.W. Decomposition rates of organic free radicals initiators: glass transition temperatures of polymers. In: _____. **Polymer handbook**. Nova Iorque: John Wiley & Sons, 1999. Cap. 4.

DORE, S. **A radiação ionizante: o que é, fontes de radiação / efeitos biológicos**. Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2004. Disponível em <<http://www.if.ufrj.br/~dore/FisRad/FisRad1.pdf>>. Acesso em: 18 jul. 2018.

EICHMILLER, F. et al. Mechanical properties of ultra high molecular weight polyethylene NIST reference material number 8456. **Journal of Research of NIST**, v. 22, Abr. 2001. Disponível em: <<https://www.nist.gov/publications/mechanical-properties-ultra-high-molecular-weight-polyethylene-nist-reference-material>>. Acesso em 08 dez. 2019.

EVANS, B. R.; LIAN, J.; JI, W. Evaluation of shielding performance for newly developed composite materials. **Annals of Nuclear Energy**, v. 116, p. 1–9, 2018. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0306454918300227>>. Acesso em: 15 set. 2018.

FEDERICO, C. A. et al. Considerações a respeito de proteção radiológica de tripulações de aeronaves no Brasil. **International Nuclear Information System**, v. 42, p. 1–8, 2011. Disponível em: <https://inis.iaea.org/collection/NCLCollectionStore/_Public/42/081/42081710.pdf>. Acesso em: 28 ago. 2018.

FEDERICO, C. A. et al. Effects of cosmic radiation in aircrafts: a discussion about aircrew over South America. **Journal of Aerospace Technology and Management**, v. 4, n. 2, p. 219–225, 2012. Disponível em: <http://www.jatm.com.br/papers/vol4_n2/JATMv4n2_p219-225_Effects_of_Cosmic_Radiation_in_Aircrafts_A_Discussion_about_Aircrew_over_South_America.pdf>. Acesso em: 28 ago. 2018.

GABER, F. A.; EL-SARRAF, M. A.; KANSOUH, W. A. Utilization of boron oxide glass and epoxy/ilmenite assembly as two layer shield. **Annals of Nuclear Energy**, v. 57, p. 106–110, 2013. Disponível em: <<https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0306454913000534?token=3A2B0CE1ED1A9A2C2740137B2B94CA10E9134B32B1A26D6D96F6510B7C585A1750B06C58FFBE0C8282F8925677706A09>>. Acesso em: 17 jul. 2019.

GOODHEW, P. J.; HUMPHREYS, J.; BEANLAND, R. The transmission electron microscope. In: _____. **Electron microscopy and analysis**. Reino Unido: Taylor and Francis, 2001. Cap. 4.

GOWDA, S. et al. Photon mass attenuation coefficients, effective atomic numbers and electron densities of some thermoluminescent dosimetric compounds. **PRAMANA – Journal of Physics**, v. 63, n. 3, p. 529–541, 2004. Disponível em: <<https://link.springer.com/article/10.1007/BF02704481>>. Acesso em: 10 jul. 2019.

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY. **Set of 8 calibrated gamma emitting sources**. Vienna: International Atomic Energy Agency, 1984.

İRİM, G. et al. Physical, mechanical and neutron shielding properties of h-BN/Gd₂O₃/HDPE ternary nanocomposites. **Radiation Physics and Chemistry**, n. 144, p. 434–443, ago., 2017. Disponível em: <<http://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2017.10.007>>. Acesso em 12 set. 2018.

IVASHCHENKO, V. I. et al. First-principles study of crystalline and amorphous AlMgB₁₄-based materials. **Journal of Applied Physics**, v. 205105, n. 119, 14 p., 2016. Disponível em: <<https://aip.scitation.org/doi/abs/10.1063/1.4952391>>. Acesso em: 10 jan. 2020.

JUMPEE, C.; WONGSAWAENG, Innovative neutron shielding materials composed of natural rubber-styrene butadiene rubber blends, boron oxide and iron(III) oxide. **Journal of Physics: Conference Series**. 2015, 611, 012019. 10 p. Disponível em: <<https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1742-6596/611/1/012019/pdf>>. Acesso em: 18 fev. 2019.

KHONAKDAR, H. A. et al. An investigation of chemical crosslinking effect on properties of high-density polyethylene. **Polymer**, v. 44, n. 15, p. 4301–4309, 2003. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S003238610300363X#:~:text=The%20results%20showed%20a%20new,'chemical%20crosslinking'%20of%20HDPE.&text=However%2C%20chemical%20crosslinking%20had%20no,d,decreased%20with%20increase%20in%20BCUP>>. Acesso em: 14 ago. 2018.

KÖMMLING, A. et al. Effect of high-dose gamma irradiation on (U)HMWPE neutron shielding materials. **Radiation Physics and Chemistry**, v. 142, p. 29–33, 2018. Disponível em:

<<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0969806X16305321>>.

Acesso em: 12 set. 2018.

KURTZ, S. M. A primer on UHMWPE. In: _____. **The UHMWPE handbook: ultra-high molecular weight polyethylene in total joint replacement**. San Diego: Elsevier Academic, 2004. Cap. 1.

LEIGHTON, R. B. Radioactivity. In: _____. **Principles of modern physics**. Tóquio: McGraw-Hill, 1959. Cap 15.

LEITE, R. M. G.; MURAOKA, I. Controle térmico. In: PRADO, A. F. B. A.; KUGA, H. K. (Ed.). **Fundamentos de tecnologia espacial**. São José dos Campos: INPE, 2001. Cap. 8.

LI, X. et al. High temperature resistant polyimide / boron carbide composites for neutron radiation shielding. **Composites Part B**, v. 159, p. 355–361, 2019.

Disponível em:

<[Acesso em: 01 dez. 2019.](https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S135983681631160X#:~:text=Boron%20carbide%20(B4C,content%20of%2010B%20element.&text=Wit%20h%20the%20B4C,even%20mechanical%20properties%20partly%20declined.>https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S135983681631160X#:~:text=Boron%20carbide%20(B4C,content%20of%2010B%20element.&text=Wit%20h%20the%20B4C,even%20mechanical%20properties%20partly%20declined.>.</p></div><div data-bbox=)

LIMA JÚNIOR, E. P. **Compósito de polietileno de ultra-alto peso molecular reforçado por nanopartículas de carbeto de boro para proteção balística**.

Tese (Doutorado) - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2017.

Disponível em: <<http://aquarius.ime.eb.br/~debiasi/Edio.pdf>>. Acesso em: 10 dez. 2019.

LUCAS, E. F. et al. Análises termomecânicas: análise termomecânica (TMA) e análise termodinâmico-mecânica (DTMA). In: _____. **Caracterização de polímeros: determinação de peso molecular e análise térmica**. Rio de Janeiro: E-papers Serviços Editoriais, 2001. Cap. 11.

MANO, E. B. Propriedades que caracterizam os materiais. In: _____.

Polímeros como materiais de engenharia. São Paulo: Edgard Blücher, 1991. Cap. 2.

MANO, E. B.; MENDES, L. C. **Introdução a polímeros**. São Paulo: Edgard Blücher, 2004.

MARTÍNEZ-MORLANES, M. J. et al. Effects of gamma-irradiation on UHMWPE / MWNT nanocomposites. **Composites Science and Technology**, v. 71, p. 282–288, 2011. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0266353810004525>>. Acesso em: 10 jul. 2019.

MATTHIÄ, D.; SCHAEFER, M.; MEIER, M. M. Economic impact and effectiveness of radiation protection measures in aviation during a ground level enhancement. **Journal of Space Weather and Space Climate**, v. 5, p. A17, 2015. Disponível em: <<https://www.swsc-journal.org/articles/swsc/pdf/2015/01/swsc140044.pdf>>. Acesso em: 29 ago. 2018.

MEIER, M. M.; MATTHIÄ, D. A space weather index for the radiation field at aviation altitudes. **Journal of Space Weather and Space Climate**, v. 4, p. 3–7, 2014. Disponível em: <<https://www.swsc-journal.org/articles/swsc/pdf/2014/01/swsc140002.pdf>>. Acesso em: 31 ago. 2018.

MELO, M. F. S.; SILVANY NETO, A. M. Perfil de morbidade, aspectos ergonômicos e psicossociais, fadiga e perturbação do ciclo circadiano de pilotos de aviação comercial: uma revisão narrativa. **Revista Baiana de Saúde Pública**, v. 36, n. 3, p. 683-698, 2012. Disponível em: <<http://files.bvs.br/upload/S/0100-0233/2012/v36n3/a3458.pdf>>. Acesso em: 05 jul. 2018.

MOEZ, A. A.; ALY, S. S.; ELSHAER, Y. H. Molecular and biomolecular spectroscopy effect of gamma radiation on low density polyethylene (LDPE) films: optical , dielectric and FTIR studies. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, v. 93, p. 203–207, 2012. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1386142512001357>>. Acesso em: 11 jul. 2019.

MOTHÉ, C. G.; AZEVEDO, A. D. **Análise térmica de materiais**. São Paulo: Artliber, 2009.

NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY. **XCOM: photon cross sections database**. Disponível em: <<https://physics.nist.gov/PhysRefData/Xcom/html/xcom1.html>>. Acesso em: 20 out. 2019.

NOROOZI, M. et al. Structural and mechanical properties of amorphous AlMgB₁₄ thin films deposited by DC magnetron sputtering on Si, Al₂O₃ and MgO substrates. **Applied Physics A: Materials Science and Processing**, v. 126, n. 2, p. 1–6, 2020. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/338884393_Structural_and_mechanical_properties_of_amorphous_AlMgB14_thin_films_deposited_by_DC_magnetron_sputtering_on_Si_Al2O3_and_MgO_substrates>. Acesso em: 05 jul. 2020.

NOUAILHETAS, Y. **Apostila educativa – radiações ionizantes e a vida**. Rio de Janeiro: Comissão Nacional de Energia Nuclear, 2007. 42 p. Disponível em: <<http://www.cnen.gov.br/images/cnen/documentos/educativo/radiacoes-ionizantes.pdf>>. Acesso em: 18 jul. 2018.

ODENWALD, S.; GEYER, A. **Radiation math - mathematical problems featuring radiation effects applications**. Disponível em: <https://www.nasa.gov/sites/default/files/files/Radiation_Math.pdf>. Acesso em: 09 nov. 2018.

OKUNO, E. Efeitos biológicos das radiações ionizantes: acidente radiológico de Goiânia. **Estudos Avançados**, v. 27, n. 77, p. 185–200, 2013. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/ea/v27n77/v27n77a14.pdf>>. Acesso em: 18 jul. 2018.

ÖZDEMİR, T.; GÜNGÖR, A.; REYHANCAN, A. Flexible neutron shielding composite material of EPDM rubber with boron trioxide: mechanical, thermal investigations and neutron shielding tests. **Radiation Physics and Chemistry**, v. 131, p. 7–12, 2017. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0969806X16305461>>. Acesso em: 04 dez. 2018.

ORGANIZAÇÃO MUNDIAL DE SAÚDE. **Estabelecendo um diálogo sobre riscos de campos eletromagnéticos**. Genebra: OMS, 2002. Disponível em: <https://www.who.int/peh-emf/publications/Risk_Portuguese.pdf?ua=1>. Acesso em: 01 ago. 2018.

PEREIRA, M. A. **Polietileno de ultra alto peso molecular como material de base para blindagens da radiação cósmica em aplicações aeroespaciais**. Dissertação (Mestrado) - Instituto Tecnológico da Aeronáutica, São José dos Campos, 2013. Disponível em: <<http://www.bdita.bibl.ita.br/tesesdigitais/64193.pdf>>. Acesso em: 01 ago. 2018.

PEACOCK, A. J. Characterization and testing. In: _____. **Handbook of polyethylene: structures, properties and applications**. Nova Iorque: Marcel Dekker, 2000. Cap. 6.

POVH, B. et al. Detectors. In: _____. **Particles and nuclei: an introduction to the physical concepts**. Berlim: Springer, 2003. Appendix A2.

PROTASSOV, V. D. Organoplastics. In: SHALIN, R. E. (Ed.). **Polymer matrix composites**. Londres: Chapman & Hall, 1995. Cap. 4.

RETO, M. A. S. Polietilenos: mercado Brasileiro sofre com crise na transformação. **Revista Plástico Moderno**, 21 dez. 2012. Disponível em: <[RODRIGUES, D. D.; BROUGHTON, J. G. Silane surface modification of boron carbide in epoxy composites. **International Journal of Adhesion & Adhesives**, v. 46, p. 62–73, 2013. Disponível em: <<https://reader.elsevier.com/reader/sd/pii/S0143749613001012?token=C1F127B3396F8A0DB13F38491AB5A00063F28799B1602E8CDAC43266A2BDC5A6F4A03ACA4546A3CC5C7237357C09C02A>>. Acesso em: 17 jul. 2019.](https://www.plastico.com.br/polietilenos-mercado-brasileiro-do-polimero-sofre-com-crise-na-transformacao/#:~:text=Polietilenos%20%20Mercado%20brasileiro%20do%20pol%C3%ADmero%20sofre%20com%20crise%20na%20transforma%C3%A7%C3%A3o&text=De%20acordo%20com%20esse%20estudo,148%2C1%20bilh%C3%B5es%20em%202017.>:~:text=Polietilenos%20%20Mercado%20brasileiro%20do%20pol%C3%ADmero%20sofre%20com%20crise%20na%20transforma%C3%A7%C3%A3o&text=De%20acordo%20com%20esse%20estudo,148%2C1%20bilh%C3%B5es%20em%202017.>. Acesso em: 18 ago. 2018.</p></div><div data-bbox=)

ROMANOS, J. et al. Infrared study of boron – carbon chemical bonds in boron-doped activated carbon. **Carbon**, v. 4, p. 1–7, 2012. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0008622312009220>>. Acesso em: 17 jul. 2019.

SÁ, J.R. et al. Interação da física das radiações com o cotidiano : uma prática multidisciplinar para o Ensino de Física. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 39, p. 1–11, 2017. Disponível em: <https://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1806-11172017000100603&lng=en&nrm=iso&tlng=pt#B4>. Acesso em: 18 dez. 2019.

SABA, N.; JAWAID, M. A review on thermomechanical properties of polymers and fibers reinforced polymer composites. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, v. 67, p. 1–11, 2018. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1226086X18303083/pdf?>

md5=4e340d0a037a0a397d38243b3e01a152&pid=1-s2.0-S1226086X18303083-main.pdf>. Acesso em: 26 jul. 2019.

SADRANI, S. A. et al. Preparation of UHMWPE / carbon black nanocomposites by in situ Ziegler – Natta catalyst and investigation of product thermo-mechanical. **Polymer Bulletin**, v. 73, n. 4, p. 1085–1101, 2016. Disponível em: <<https://link.springer.com/content/pdf/10.1007/s00289-015-1536-8.pdf>>. Acesso em: 10 dez. 2019.

SHACKELFORD, J. F. **Introdução à ciência dos materiais para engenheiros**. São Paulo: Pearson Education do Brasil, 2008.

SHANI, G. Thermoluminescent dosimetry. In: _____. **Radiation dosimetry – instrumentation and methods**. Boca Raton: CRC Press, 2001. Cap. 4.

SHEN, H. et al. Effective dissolution of UHMWPE in HDPE improved by high temperature melting and subsequent shear. **Polymer Engineering and Science**, v. 22, n. 2, p. 270-276, 2015. Disponível em: <<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/pen.23898>>. Acesso em: 05 jul. 2019.

SHI, G. et al. In-situ fabrication of a UHMWPE nanocomposite reinforced by SiO₂ nanospheres and its tribological performance. **Materials Chemistry and Physics**, v. 236, , 2019. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0254058419305681> >. Acesso em: 10 jan. 2020.

SHIN, J. W. et al. Polyethylene/boron-containing composites for radiation shielding. **Thermochimica Acta**, v. 585, p. 5–9, 2014. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0040603114001361>>. Acesso em: 18 fev. 2019.

SILVA, R. et al. Occupational cosmic radiation exposure in portuguese airline pilots: study of a possible correlation with oxidative biological markers. **Radiation and Environmental Biophysics**, v. 52, n. 2, p. 211–220, 2013. Disponível em: <<https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23412012>>. Acesso em: 05 jul. 2018.

SILVERSTEIN, R. M. et al. Infrared spectroscopy. In: _____. **Spectrometric identification of organic compounds**. Hoboken: John Wiley & Sons, 2005. Cap. 3.

SMITH, W. F.; HASHEMI, J. Materiais compósitos. In: _____. **Fundamentos de engenharia e ciência dos materiais**. Porto Alegre: AMGH, 2012. Cap. 12.

SOUZA, P. P. *et al.* A transição vítrea: uma apresentação. **Química Nova na Escola**, n. 20, nov. 2004. Disponível em: <<http://qnesc.sbq.org.br/online/qnesc20/v20a04.pdf>>. Acesso em: 20 abr. 2020.

SOUZA, R. **Estudo alemão revela quais são os smartphones que mais emitem radiação**. São Bernardo do Campo: Canal Tech, 2018. Disponível em: <<https://canaltech.com.br/smartphone/estudo-alemao-revela-quais-sao-os-smartphones-que-mais-emitem-radiacao-109766/>>. Acesso em: 04 nov. 2018.

SPEYER, R. Dilatometry and Interferometry. In: _____. **Thermal analysis of materials**. Nova Iorque: Marcel Dekker, 1994. Cap. 7.

SPIEGELBERG, S. Characterization of physical, chemical, and mechanical properties of UHMWPE. In: KURTZ, S. M. (Ed.). **The UHMWPE handbook: ultra-high molecular weight polyethylene in total joint replacement**. San Diego: Elsevier Academic, 2004. Cap. 12.

TALLEY, C. P. Preparation and properties of massive amorphous elemental boron. In: KOHN, J. A.; NYE, W. F.; GAULÉ, G. K. (Ed). **Boron: synthesis, structure and properties - proceedings of the conference on boron**. Nova Iorque: Springer Science and Business, 1960. Cap. 13.

TARIQ, N. H. *et al.* Cold spray additive manufacturing: a viable strategy to fabricate thick B4C/Al composite coatings for neutron shielding applications. **Surface and Coatings Technology**, v. 339, p. 224–236, 2018. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0257897218301105> >. Acesso em: 08 dez. 2018.

TAUHATA, L.; SALATI, I.; DI PRINZIO, R.; DI PRINZIO, A. R. **Radioproteção e dosimetria: fundamentos**. Rio de Janeiro: Comissão Nacional de Energia Nuclear, 2014. 372 p. Disponível em: <http://www.cnen.gov.br/images/CIN/PDFs/Tahuata_Fundamentos.pdf>. Acesso em: 05 ago. 2018.

TERREMOTO, L. A. A. **Fundamentos de tecnologia nuclear: reatores**. São Paulo: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, 2003. Notas de aula. Disponível em: <<https://social.stoa.usp.br/articles/0016/2630/TNR5764-AP.pdf>>. Acesso em: 15 set. 2018.

TODD, B.; UZNANSKI, S. Radiation risks & mitigation in electronic systems. **CAS - CERN Accelerator School: Power Converters**, v. 3, p. 1–19, 2015. Disponível em: <<https://cds.cern.ch/record/2038628/files/245-263-Todd.pdf>>. Acesso em: 01 set. 2018.

TOPPER, A. D. et al. Compendium of current total ionizing dose and displacement damage results from NASA Goddard Space Flight Center and NASA Electronic Parts and Packaging Program. In: IEEE NSREC RADIATION EFFECT DATA WORKSHOP, 2017. **Proceedings...** IEEE, 2017. Disponível em: <<https://ntrs.nasa.gov/archive/nasa/casi.ntrs.nasa.gov/20170006864.pdf>>. Acesso em: 28 ago. 2018.

TOYEN, D. et al. Sm₂O₃ / UHMWPE composites for radiation shielding applications: mechanical and dielectric properties under gamma irradiation and thermal neutron shielding. **Radiation Physics and Chemistry**. v. 164, Apr. 2019. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0969806X19303901>>. Acesso em: 11 jan. 2020.

TSCHIPTSCHIN, A. P. **Microscopia eletrônica de varredura e microanálise química**. São Paulo: USP, 2013. Notas de aula. Disponível em: <<http://www.pmt.usp.br/pmt5858/1AULA.pdf>>. Acesso em: 21 out. 2018.

UCHIHORI, Y. et al. Radiation altitude measurements aboard NASA ER-2 high aircraft with the Liulin-4J portable spectrometer. **Advances in Space Research**, p. 41 - 46, 2003. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0273117703903681>>. Acesso em: 17 dez. 2019.

WANG, H. et al. More wear-resistant and ductile UHMWPE composite prepared by the addition of radiation crosslinked UHMWPE powder. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 134, n. 13, p. 1–11, 2017. Disponível em: <<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/app.44643>>. Acesso em: 05 nov. 2019.

XU, Z. G. et al. The design of a novel neutron shielding B₄C/Al composite containing Gd. **Materials and Design**, v. 111, p. 375–381, 2016. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0264127516310474>>. Acesso em: 18 jul. 2018.

YANG, G.R. et al. FTIR and UV study of amorphous silicon-boron alloys deposited by LPCVD. **Material Research Society Symposium Proceedings**, v.

426, p. 83–88, 2011. Disponível em:
<<https://www.cambridge.org/core/journals/mrs-online-proceedings-library-archive/article/ftir-and-uv-study-of-amorphous-siliconboron-alloys-deposited-by-lpcvd/0598568EE5000C2861B9905073F4A8B0>>. Acesso em: 08 dez. 2018.

YANG, X. et al. Morphology characterization and the phase separation behavior of UHMWPE/recycled-PA6 blends using FTIR imaging and thermomechanical analysis. **Advances in polymer technology**, v. 37, p. 2609-2615, 2018. Disponível em: <<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/adv.21936>>. Acesso em: 20 mar. 2020.

YOSHIMURA, E. M. Física das radiações: interação da radiação com a matéria. **Revista Brasileira de Física Médica**, v. 3, n. 1, p. 57–67, 2009. Disponível em: <<https://www.rbfm.org.br/rbfm/article/view/35/v3n1p57>>. Acesso em: 17 dez. 2019.

YOUNG, H. D.; FREEDMAN, R. A. **Física III, Sears e Zemansky – eletromagnetismo**. 14.ed. São Paulo: Pearson Education, 2015.

APÊNDICE A – OBTENÇÃO DOS DADOS SIMULADOS NO PROGRAMA XCOM

É através do programa XCOM, oferecido pela NIST, que é possível obter dados simulados de fótons de alta energia para efeito de comparação com os dados experimentais obtidos na espectroscopia de radiação. Neste programa, de utilização bem intuitiva, basta informar inicialmente dados sobre a identificação da classificação do material cujas propriedades precisam ser simuladas, como elemento químico, composto ou mistura de componentes. Além disso, é possível definir se as informações sobre as radiações que são objetos da simulação terão informações fornecidas manualmente pelo usuário ou através de algum arquivo a ser adicionado ao sistema como base de dados. A Figura A.1 mostra a tela com tais características.

Figura A.1 – tela inicial do XCOM com as informações preliminares do material a ser simulado

The screenshot shows the XCOM software interface. At the top left is the NIST logo (National Institute of Standards and Technology, Physical Meas. Laboratory). To the right is the XCOM logo. Below the logo is the section title "Element/Compound/Mixture Selection". Underneath is a paragraph of instructions: "In this database, it is possible to obtain photon cross section data for a single element, compound, or mixture (a combination of elements and compounds). Please fill out the following information:". A "Help" link is provided. The main form is titled "Identify material by:" and contains three radio buttons: "Element", "Compound", and "Mixture" (which is selected). Below this is another section titled "Method of entering additional energies: (optional)" with two radio buttons: "Enter additional energies by hand" (selected) and "Additional energies from file (Note: Your browser must be file-upload compatible)". At the bottom of the form are "Submit Information" and "Reset" buttons. A small XCOM logo is visible in the bottom left corner of the screenshot.

Fonte: NIST (2019).

Já a Figura A.2 mostra a tela subsequente do XCOM na qual é necessário disponibilizar para o sistema as informações mais específicas sobre o material e as energias de radiação que serão simuladas. Nesta tela é necessário dispor

a fração mássica do material, as energias específicas para a simulação dos dados relativos à atenuação para cada uma delas e o intervalo de medição.

Figura A.2 – tela do XCOM para as informações específicas do material e das energias a serem simuladas

Fill out the form to select the data to be displayed:

[Help](#)

Enter the formulae and relative weights separated by a space for each compound. One compound per line. For example:

H2O 0.9
NaCl 0.1

Note: Weights not summing to 1 will be normalized.

Optional output title:

<p>Graph options:</p> <ul style="list-style-type: none"><input checked="" type="checkbox"/> Total Attenuation with Coherent Scattering<input type="checkbox"/> Total Attenuation without Coherent Scattering<input type="checkbox"/> Coherent Scattering<input type="checkbox"/> Incoherent Scattering<input type="checkbox"/> Photoelectric Absorption<input type="checkbox"/> Pair Production in Nuclear Field<input type="checkbox"/> Pair Production in Electron Field<input type="checkbox"/> None	<p>Additional energies in MeV: (optional) (up to 100 allowed)</p> <p>Note: Energies must be between 0.001 - 100000 MeV (1 keV - 100 GeV) (only 4 significant figures will be used). One energy per line. Blank lines will be ignored.</p> <div style="border: 1px solid black; height: 30px; width: 80px; margin: 5px 0;"></div> <p><input checked="" type="checkbox"/> Include the standard grid</p> <p>Energy Range:</p> <p>Minimum: <input style="width: 50px;" type="text" value="0.001"/> MeV</p> <p>Maximum: <input style="width: 50px;" type="text" value="100000"/> MeV</p>
---	---

Fonte: NIST (2019).

Os dados obtidos são dispostos em arquivos de extensão .csv para utilização em outros programas e aplicativos para tratamento de dados em planilhas.

APÊNDICE B – DETALHAMENTO DOS DADOS EXPERIMENTAIS DOS EXPERIMENTOS DE RADIAÇÃO GAMA

Os dados contidos nas seções B.1 e B.2 estão organizados em tabelas referentes a cada material submetido ao experimento e, cada uma das mesmas, tem dados separados por energia de fóton especificada nos dados de calibração para a fonte emissora de radiação.

B.1 – Dados das medidas de transmissão / radiação do PEUAPM não aditivado

Para os dados a seguir, considera-se que a primeira linha com os dados relativos a cada energia seja referente a um experimento feito sem qualquer amostra de material no sistema utilizado, sendo que a taxa de contagem, para estes casos específicos, será I_0 .

Tabela B.1 – Taxa de contagem de fótons transmitidos através do PEUAPM não-aditivado

Energia / keV	Espessura / g.cm^{-2}	Taxa de contagem (ciclo.s^{-1})	$\ln(I_0/I)$
121,779±0,003	0,00±0,00	1,0225±0,0045	0,0000±0,0000
	0,55±0,00	1,9548±0,0031	-0,6480±0,00157
	1,09±0,00	1,7646±0,0105	-0,5457±0,0060
	1,63±0,00	1,6265±0,0104	-0,4642±0,0064
	2,17±0,00	1,4873±0,0054	-0,3747±0,0036
	2,71±0,00	1,3780±0,0085	-0,2984±0,0062

Continua na próxima página.

Tabela B.1 – Continuação da página anterior

	3,25±0,00	1,2687±0,0057	-0,2158±0,0045
344,272±0,007	0,00±0,00	0,6833±0,0037	0,0000±0,0000
	0,55±0,00	1,3440±0,0026	-0,6764±0,0019
	1,09±0,00	1,2581±0,0090	-0,6104±0,0072
	1,63±0,00	1,1833±0,0090	-0,5491±0,0076
	2,17±0,00	1,1203±0,0047	-0,4944±0,0042
	2,71±0,00	1,0308±0,0074	-0,4111±0,0072
	3,25±0,00	0,9821±0,0050	-0,3627±0,0051
778,890±0,016	0,00±0,00	0,4784±0,0035	0,0000±0,0000
	0,55±0,00	0,7772±0,0022	-0,4851±0,0029
	1,09±0,00	0,7426±0,0079	-0,4395±0,0106
	1,63±0,00	0,7189±0,0079	-0,4072±0,0110
	2,17±0,00	0,6767±0,0042	-0,3467±0,0062
	2,71±0,00	0,6555±0,0067	-0,3148±0,0103
	3,25±0,00	0,6226±0,0046	-0,2633±0,0073
964,05±0,03	0,00±0,00	0,6134±0,0035	0,0000±0,0000
	0,55±0,00	0,9309±0,0022	-0,4170±0,0024
	1,09±0,00	0,9026±0,0079	-0,3862±0,0106
	1,63±0,00	0,8671±0,0079	-0,3461±0,0091

Continua na próxima página

Tabela B.1 – Continuação da página anterior

	2,17±0,00	0,8330±0,0042	-0,3059±0,0050
	2,71±0,00	0,7983±0,0067	-0,2635±0,0084
	3,25±0,00	0,7584±0,0046	-0,2121±0,0060
1112,08±0,04	0,00±0,00	0,6045±0,0035	0,0000±0,0000
	0,55±0,00	0,8974±0,0022	-0,3951±0,0025
	1,09±0,00	0,8691±0,0078	-0,3630±0,0089
	1,63±0,00	0,8515±0,0078	-0,3426±0,0092
	2,17±0,00	0,7970±0,0042	-0,2765±0,0053
	2,71±0,00	0,7746±0,0067	-0,2480±0,0086
	3,25±0,00	0,7346±0,0046	-0,1949±0,0062
1408,03±0,03	0,00±0,00	0,975±0,0038	0,0000±0,0000
	0,55±0,00	1,3775±0,0024	-0,3452±0,0018
	1,09±0,00	1,3441±0,0087	-0,3207±0,0065
	1,63±0,00	1,2601±0,0086	-0,2562±0,0068
	2,17±0,00	1,2263±0,0045	-0,2290±0,0037
	2,71±0,00	1,1809±0,0074	-0,1912±0,0062
	3,25±0,00	1,1547±0,0049	-0,1688±0,0043

Fonte: Produção do autor (2020).

B.2 – Dados das medidas de transmissão / radiação do PEUAPM aditivado

Para os dados a seguir, considera-se que a primeira linha com os dados relativos a cada energia seja referente a um experimento feito sem qualquer amostra de material no sistema utilizado, sendo que a taxa de contagem, para estes casos específicos, será I_0 .

Tabela B.2 – Taxa de contagem de fótons transmitidos através do material PE+2,5B.

Energia / keV	Espessura / g.cm ⁻²	Taxa de contagem / ciclo.s ⁻¹	ln (I_0/I)
121,779±0,003	0,00±0,00	1,13433±0,00401	0,00000±0,00000
	0,76±0,00	1,31330±0,00735	-0,146500±0,005598
	1,53±0,00	1,16132±0,00808	-0,023513±0,006961
	2,30±0,00	1,03035±0,00457	0,096146±0,004439
	3,05±0,00	0,90690±0,00650	0,223762±0,007167
	3,78±0,00	0,81710±0,00387	0,328029±0,004735
	4,53±0,00	0,70122±0,00176	0,480974±0,002514
344,272±0,007	0,00±0,00	0,71366±0,00328	0,000000±0,000000
	0,76±0,00	0,87694±0,00614	-0,206032±0,007005
	1,53±0,00	0,78694±0,00686	-0,097752±0,008718

Continua na próxima página.

Tabela B.2 – Continuação da página anterior.

	2,30±0,00	0,7288±0,0039	-0,0210±0,0054
	3,05±0,00	0,6767±0,0057	0,0533±0,0084
	3,78±0,00	0,6185±0,0034	0,1431±0,0055
	4,53±0,00	0,5559±0,0016	0,2498±0,0028
778,890±0,016	0,00±0,00	0,4888±0,0031	0,0000±0,0000
	0,76±0,00	0,5749±0,0057	-0,1623±0,0098
	1,53±0,00	0,5434±0,0064	-0,1059±0,0118
	2,30±0,00	0,5128±0,0037	-0,0479±0,0072
	3,05±0,00	0,4842±0,0054	0,0094±0,0111
	3,78±0,00	0,4508±0,0033	0,0809±0,0072
	4,53±0,00	0,4217±0,0015	0,1475±0,0036
964,05±0,03	0,00±0,00	0,6255±0,0031	0,0000±0,0000
	0,76±0,00	0,7220±0,0057	-0,1435±0,0079
	1,53±0,00	0,6919±0,0064	-0,1010±0,0118
	2,30±0,00	0,6388±0,0037	-0,0210±0,0058
	3,05±0,00	0,6003±0,0054	0,0410±0,0090
	3,78±0,00	0,5754±0,0033	0,0835±0,0057
	4,53±0,00	0,5365±0,0016	0,1534±0,0029
1112,08±0,04	0,00±0,00	0,6361±0,0031	0,0000±0,0000

Continua na próxima página.

Tabela B.2 – Continuação da página anterior.

	0,76±0,00	0,6915±0,0056	-0,0836±0,0081
	1,53±0,00	0,6634±0,0064	-0,0420±0,0097
	2,30±0,00	0,6329±0,0037	0,0050±0,0058
	3,05±0,00	0,5968±0,0054	0,0638±0,0091
	3,78±0,00	0,5716±0,0033	0,1069±0,0057
	4,53±0,00	0,5354±0,0016	0,1724±0,0029
1408,03±0,03	0,00±0,00	0,9779±0,0034	0,0000±0,0000
	0,76±0,00	1,0765±0,0061	-0,0961±0,0057
	1,53±0,00	1,0358±0,0070	-0,0575±0,0068
	2,30±0,00	0,9715±0,0040	0,0066±0,0041
	3,05±0,00	0,9374±0,0059	0,0423±0,0063
	3,78±0,00	0,8959±0,0036	0,0885±0,0040
	4,53±0,00	0,8602±0,0017	0,1282±0,0020

Fonte: Produção do autor (2020).

Tabela B.3 – Taxa de contagem de fótons transmitidos através do material PE+5,0B.

Energia / keV	Espessura / g.cm ⁻²	Taxa de contagem / ciclo.s ⁻¹	ln (I ₀ /I)
121,779±0,003	0,00±0,00	1,4096±0,0046	0,0000±0,0000
	0,76±0,00	1,2570±0,0076	0,1146±0,0061
	1,51±0,00	1,1164±0,0050	0,2332±0,0045
	2,25±0,00	1,0027±0,0064	0,3392±0,0064
	2,98±0,00	0,8934±0,0046	0,4561±0,0052
	3,67±0,00	0,8039±0,0060	0,5616±0,0074
	4,41±0,00	0,7066±0,0040	0,6906±0,0057
344,272±0,007	0,00±0,00	0,9104±0,0038	0,0000±0,0000
	0,76±0,00	0,8305±0,0063	0,0919±0,0076
	1,51±0,00	0,7812±0,0043	0,1531±0,0055
	2,25±0,00	0,7199±0,0055	0,2348±0,0076
	2,98±0,00	0,6590±0,0040	0,3232±0,0061
	3,67±0,00	0,6118±0,0052	0,3974±0,0086
	4,41±0,00	0,5561±0,0036	0,4929±0,0064
778,890±0,016	0,00±0,00	0,6119±0,0035	0,0000±0,0000

Continua na próxima página.

Tabela B.3 – Continuação da página anterior.

	0,76±0,00	0,5756±0,0060	0,0611±0,0103
	1,51±0,00	0,5450±0,0040	0,1157±0,0073
	2,25±0,00	0,5070±0,0052	0,1880±0,0103
	2,98±0,00	0,4865±0,0039	0,2293±0,0079
	3,67±0,00	0,4667±0,0051	0,2709±0,0109
	4,41±0,00	0,4304±0,0035	0,3518±0,0081
964,05±0,03	0,00±0,00	0,7577±0,0035	0,0000±0,0000
	0,76±0,00	0,7015±0,0060	0,0770±0,0085
	1,51±0,00	0,6754±0,0040	0,1150±0,0073
	2,25±0,00	0,6484±0,0052	0,1557±0,0081
	2,98±0,00	0,6032±0,0039	0,2281±0,0064
	3,67±0,00	0,5724±0,0051	0,2805±0,0090
	4,41±0,00	0,5551±0,0035	0,3112±0,0064
1112,08±0,04	0,00±0,00	0,7434±0,0035	0,0000±0,0000
	0,76±0,00	0,6951±0,0059	0,0672±0,0085
	1,51±0,00	0,6550±0,0040	0,1267±0,0061
	2,25±0,00	0,6202±0,0052	0,1812±0,0084
	2,98±0,00	0,6031±0,0039	0,2092±0,0064

Continua na próxima página.

Tabela B.3 – Continuação da página anterior.

	3,67±0,00	0,5820±0,0051	0,2448±0,0088
	4,41±0,00	0,5440±0,0035	0,3122±0,0065
1408,03±0,03	0,00±0,00	1,1273±0,0038	0,0000±0,0000
	0,76±0,00	1,0784±0,0064	0,0444±0,0060
	1,51±0,00	1,0217±0,0044	0,0984±0,0043
	2,25±0,00	0,9781±0,0057	0,1420±0,0058
	2,98±0,00	0,9432±0,0042	0,1784±0,0045
	3,67±0,00	0,9044±0,0056	0,2204±0,0062
	4,41±0,00	0,8658±0,0039	0,2639±0,0045

Fonte: Produção do autor (2020).

Tabela B.4 – Taxa de contagem de fótons transmitidos através do material PE+7,5B.

Energia / keV	Espessura / g.cm ⁻²	Taxa de contagem / ciclo.s ⁻¹	ln (I ₀ /I)
121,779±0,003	0,00±0,00	1,2712±0,0050	0,0000±0,0000
	0,77±0,00	1,1417±0,0098	0,1075±0,0086
	1,53±0,00	0,9967±0,0022	0,2433±0,0022
	2,24±0,00	0,8949±0,0043	0,3510±0,0048
	2,98±0,00	0,7644±0,0039	0,5086±0,0051
	3,76±0,00	0,6418±0,0036	0,6834±0,0056
	4,52±0,00	0,6285±0,0031	0,7044±0,0049
344,272±0,007	0,00±0,00	0,8064±0,0041	0,0000±0,0000
	0,77±0,00	0,7394±0,0081	0,0867±0,0110
	1,53±0,00	0,6688±0,0018	0,1870±0,0028
	2,24±0,00	0,6279±0,0037	0,2501±0,0059
	2,98±0,00	0,5661±0,0034	0,3537±0,0059
	3,76±0,00	0,5290±0,0040	0,4214±0,0076
	4,52±0,00	0,4809±0,0027	0,5169±0,0057
778,890±0,016	0,00±0,00	0,5399±0,0038	0,0000±0,0000
	0,77±0,00	0,4953±0,0077	0,0863±0,0156

Continua na próxima página.

Tabela B.4 – Continuação da página anterior.

	1,53±0,00	0,4784±0,0018	0,1210±0,0037
	2,24±0,00	0,4504±0,0036	0,1813±0,0079
	2,98±0,00	0,4201±0,0033	0,2509±0,0078
	3,76±0,00	0,3961±0,0036	0,3096±0,0092
	4,52±0,00	0,3792±0,0027	0,3534±0,0071
964,05±0,03	0,00±0,00	0,6797±0,0038	0,0000±0,0000
	0,77±0,00	0,6346±0,0077	0,0687±0,0121
	1,53±0,00	0,6063±0,0018	0,1144±0,0037
	2,24±0,00	0,5875±0,0035	0,1457±0,0060
	2,98±0,00	0,5484±0,0033	0,2146±0,0060
	3,76±0,00	0,5212±0,0030	0,2655±0,0057
	4,52±0,00	0,4964±0,0027	0,3142±0,0055
1112,08±0,04	0,00±0,00	0,6632±0,0038	0,0000±0,0000
	0,77±0,00	0,6223±0,0077	0,0637±0,0123
	1,53±0,00	0,6090±0,0018	0,0854±0,0029
	2,24±0,00	0,5805±0,0035	0,1333±0,0061
	2,98±0,00	0,5453±0,0033	0,1959±0,0061
	3,76±0,00	0,5151±0,0031	0,2528±0,0060

Continua na próxima página.

Tabela B.4 – Continuação da página anterior.

	4,52±0,00	0,4896±0,0027	0,3035±0,0056
1408,03±0,03	0,00±0,00	1,0106±0,0042	0,0000±0,0000
	0,77±0,00	0,9737±0,0082	0,0372±0,0085
	1,53±0,00	0,9492±0,0019	0,06267±0,0020
	2,24±0,00	0,9069±0,0039	0,1083±0,0043
	2,98±0,00	0,8652±0,0036	0,1553±0,0042
	3,76±0,00	0,8288±0,0034	0,1983±0,0041
	4,52±0,00	0,7966±0,0030	0,2379±0,0038

Fonte: Produção do autor (2020).

Tabela B.5 – Taxa de contagem de fótons transmitidos através do material PE+10B.

Energia / keV	Espessura / g.cm ⁻²	Taxa de contagem / ciclo.s ⁻¹	ln (I ₀ /I)
121,779±0,003	0,00±0,00	1,3254±0,0046	0,0000±0,0000
	0,69±0,00	1,2594±0,0031	0,0511±0,0025
	1,40±0,00	1,1339±0,0072	0,1561±0,0064
	2,00±0,00	1,0134±0,0023	0,2684±0,0023
	2,62±0,00	0,9532±0,0023	0,3296±0,0024
	3,34±0,00	0,8475±0,0067	0,4472±0,0079
	4,01±0,00	0,7150±0,0035	0,6172±0,0049
344,272±0,007	0,00±0,00	0,7837±0,0038	0,0000±0,0000
	0,69±0,00	1,2594±0,0031	-0,0752±0,0031
	1,40±0,00	0,7864±0,0061	-0,0034±0,0078
	2,00±0,00	0,7348±0,0020	0,0645±0,0027
	2,62±0,00	0,6934±0,0020	0,1224±0,0028
	3,34±0,00	0,6377±0,0059	0,2062±0,0092
	4,01±0,00	0,5974±0,0031	0,2714±0,0052
778,890±0,016	0,00±0,00	0,6148±0,0035	0,0000±0,0000
	0,69±0,00	0,5827±0,0024	0,0535±0,0042

Continua na próxima página.

Tabela B.5 – Continuação da página anterior.

	1,40±0,00	0,5462±0,0058	0,1183±0,0107
	2,00±0,00	0,5254±0,0019	0,1571±0,0035
	2,62±0,00	0,4973±0,0019	0,2120±0,0038
	3,34±0,00	0,4752±0,0056	0,2574±0,0119
	4,01±0,00	0,4492±0,0030	0,3137±0,0067
964,05±0,03	0,00±0,00	0,7577±0,0035	0,0000±0,0000
	0,69±0,00	0,7219±0,0024	0,0483±0,0034
	1,40±0,00	0,6759±0,0058	0,1142±0,0107
	2,00±0,00	0,6557±0,0019	0,1446±0,0028
	2,62±0,00	0,6246±0,0019	0,1932±0,0030
	3,34±0,00	0,5652±0,0058	0,2931±0,0103
	4,01±0,00	0,5648±0,0030	0,2938±0,0053
1112,08±0,04	0,00±0,00	0,7289±0,0035	0,0000±0,0000
	0,69±0,00	0,7096±0,0024	0,0268±0,0034
	1,40±0,00	0,6699±0,0057	0,0845±0,0085
	2,00±0,00	0,65366±0,00186	0,1090±0,0028
	2,62±0,00	0,61687±0,00189	0,1669±0,0031
	3,34±0,00	0,60102±0,00568	0,1930±0,0094
	4,01±0,00	0,56689±0,00302	0,2514±0,0053

Continua na próxima página.

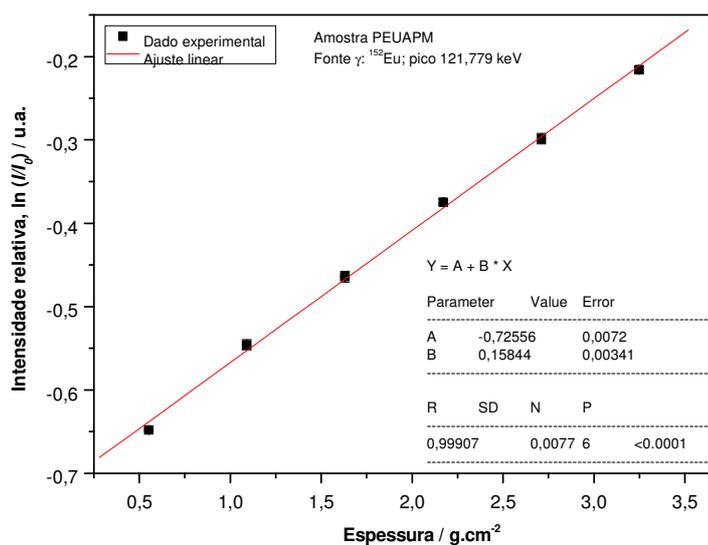
Tabela B.5 – Continuação da página anterior.

1408,03±0,03	0,00±0,00	1,1273±0,0038	0,0000±0,0000
	0,69±0,00	1,0825±0,0027	0,0406±0,0025
	1,40±0,00	1,0470±0,0062	0,0740±0,0060
	2,00±0,00	1,0319±0,0021	0,0885±0,0020
	2,62±0,00	0,9813±0,0021	0,1388±0,0021
	3,34±0,00	0,9293±0,0062	0,1932±0,0067
	4,01±0,00	0,9151±0,0033	0,2086±0,0036

Fonte: Produção do autor (2020).

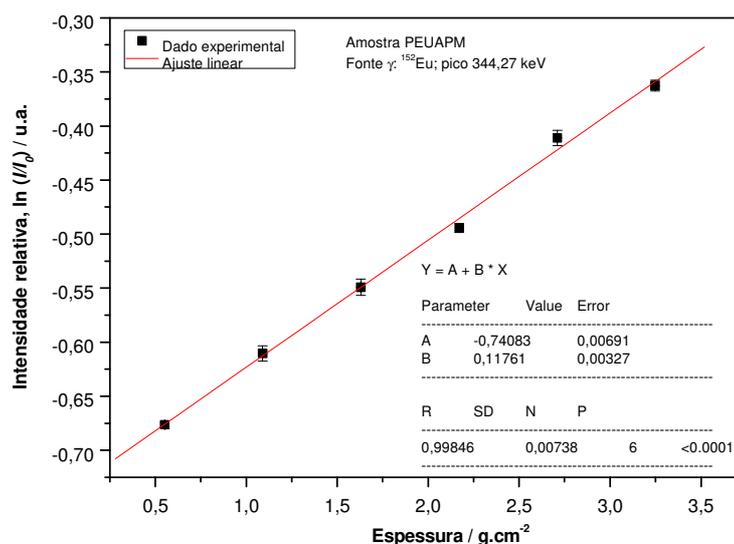
APÊNDICE C – DETALHAMENTO DOS DADOS EXPERIMENTAIS DOS EXPERIMENTOS DE TRANSMISSÃO DE RADIAÇÃO DOS MATERIAIS

Figura C.1 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PEUAPM para 121,779 keV.



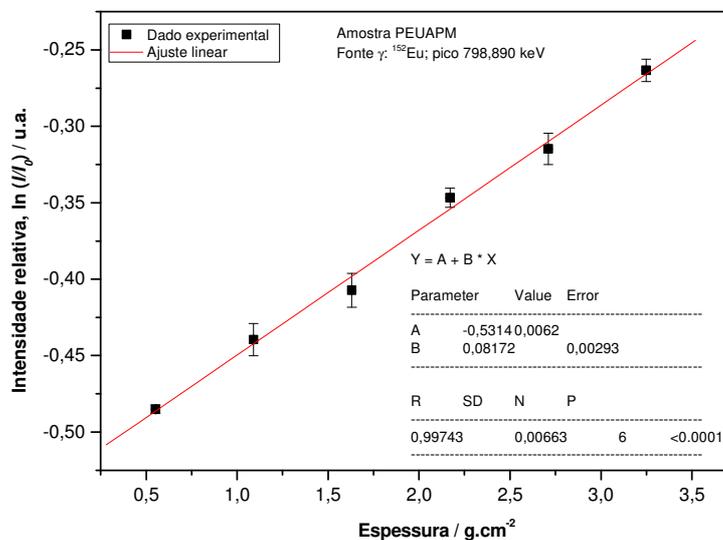
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.2 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PEUAPM para 344,27 keV.



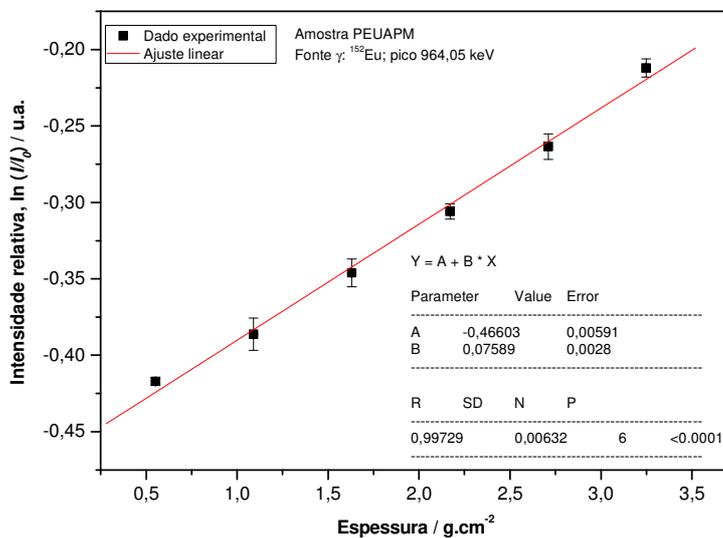
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.3 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PEUAPM para 798,890 keV.



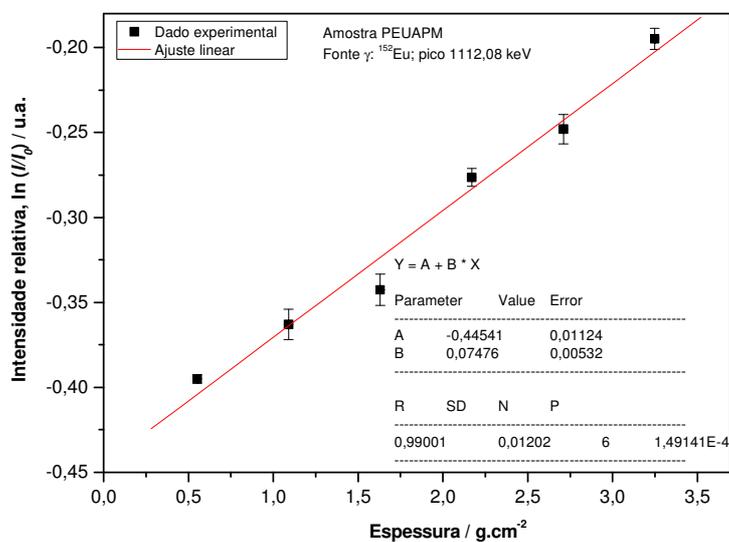
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.4 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PEUAPM para 964,05 keV.



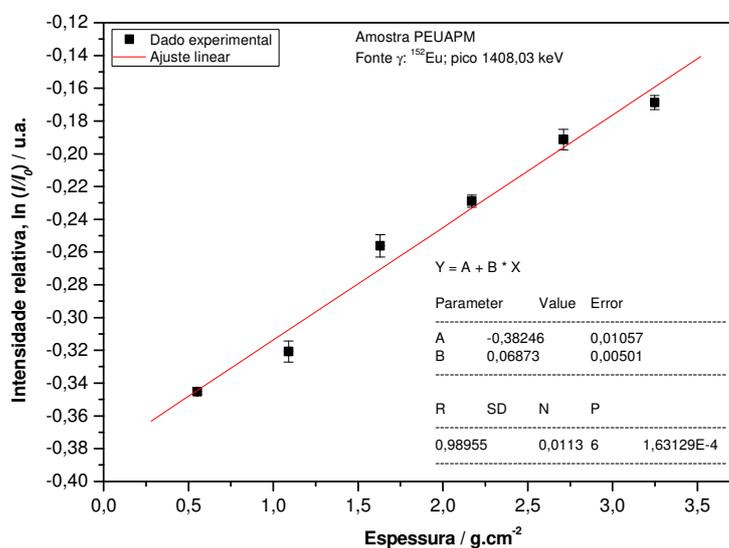
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.5 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PEUAPM para 1112,08 keV.



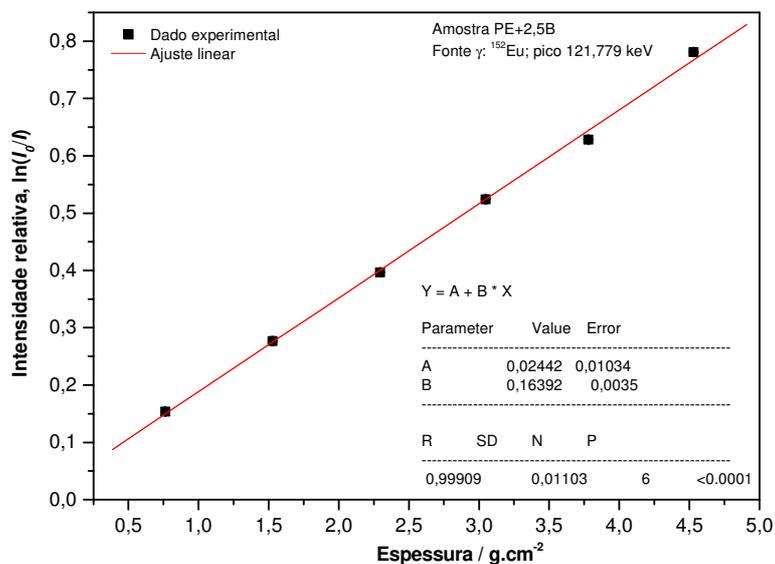
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.6 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PEUAPM para 1408,03 keV.



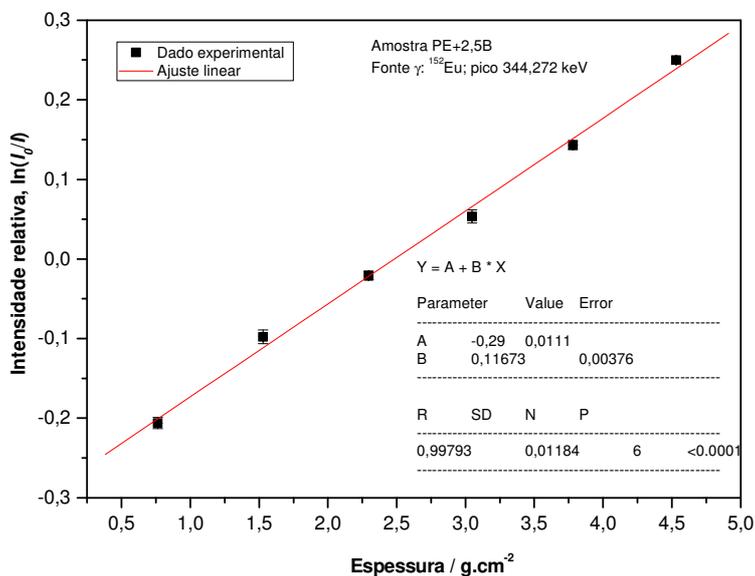
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.7 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+2,5B para 121,779 keV.



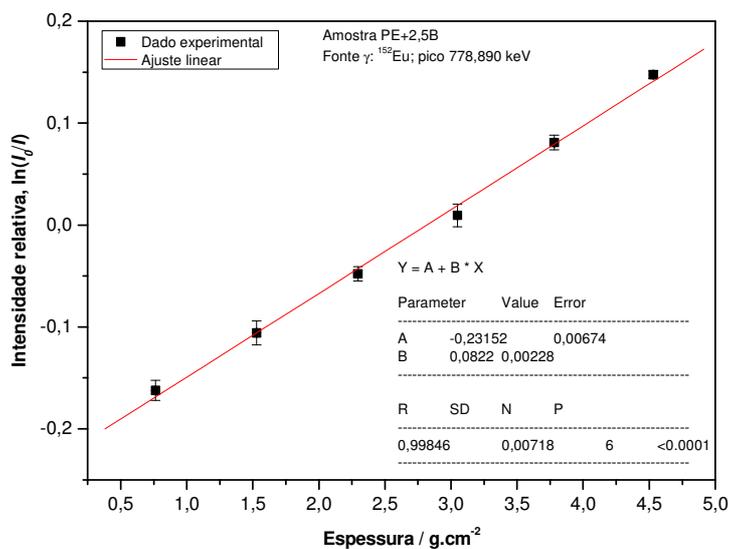
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.8 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+2,5B para 344,272 keV.



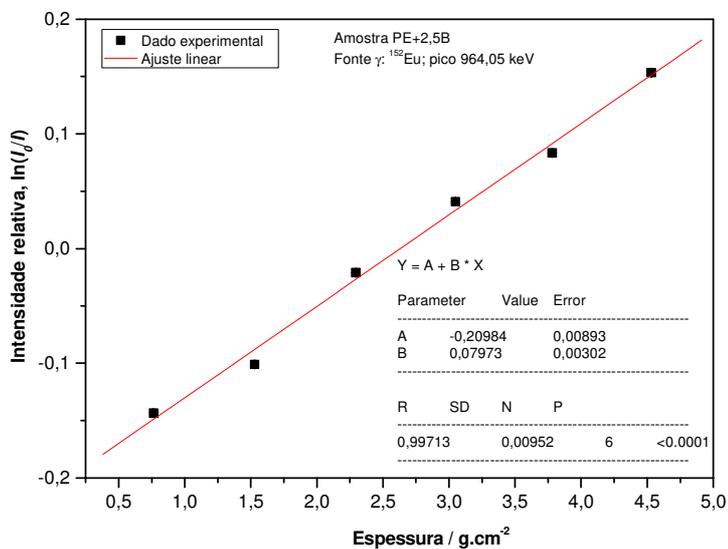
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.9 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+2,5B para 778,980 keV.



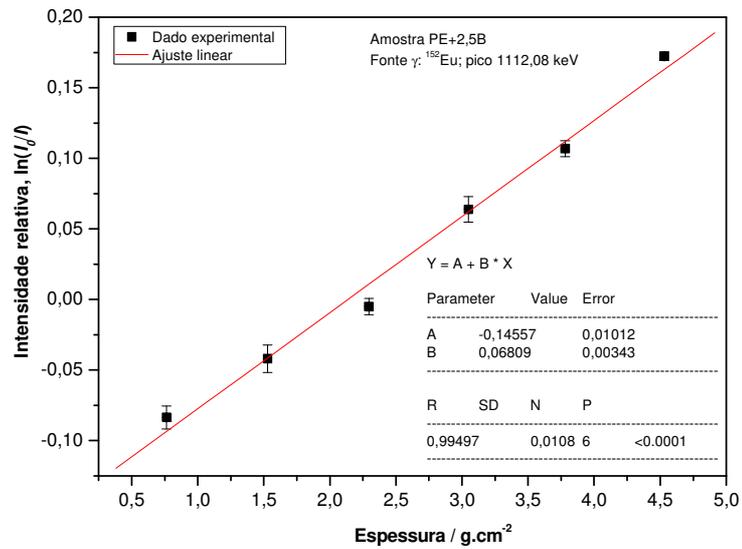
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.10 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+2,5B para 964,05 keV.



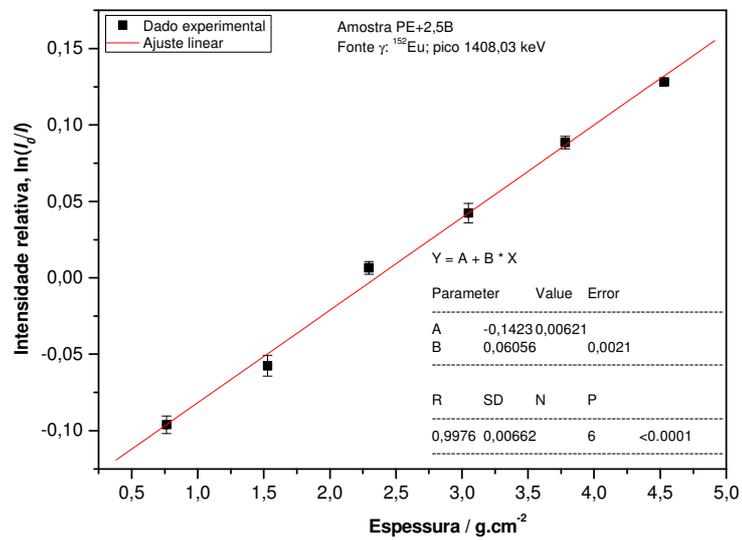
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.11 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+2,5B para 1112,08 keV.



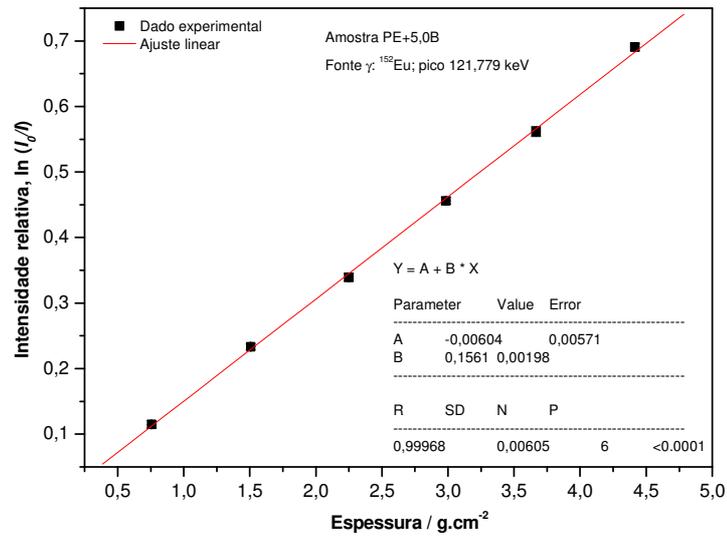
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.12 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+2,5B para 1408,03 keV.



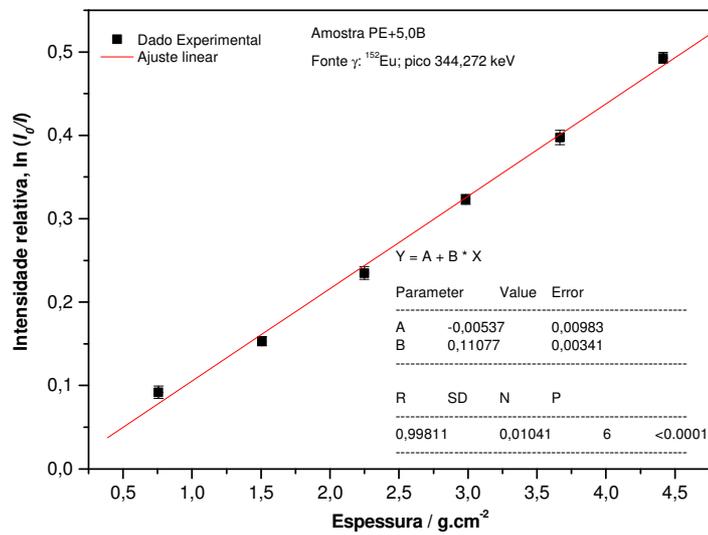
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.13 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+5,0B para 121,779 keV.



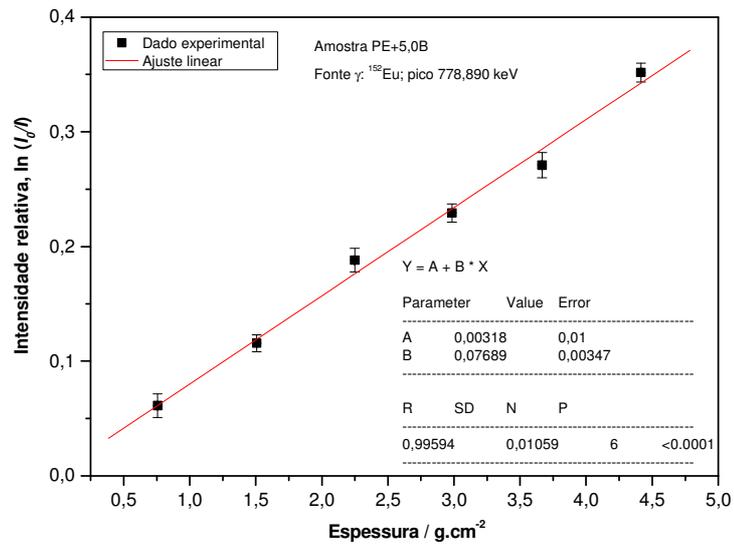
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.14 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+5,0B para 344,272 keV.



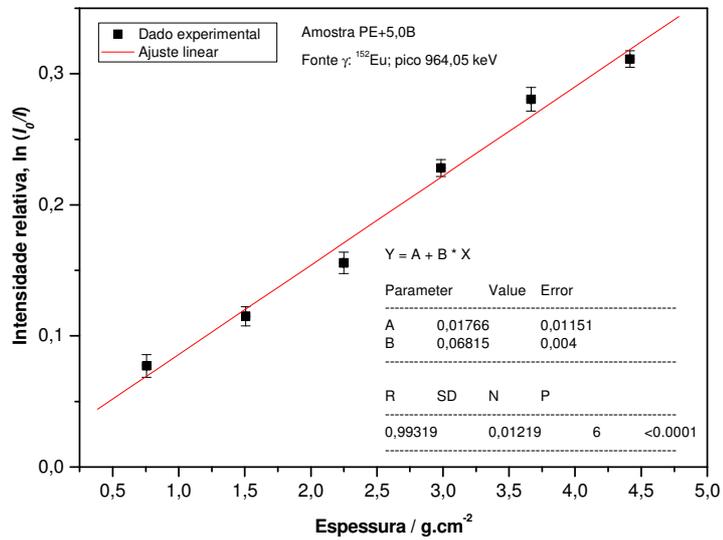
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.15 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+5,0B para 778,890 keV.



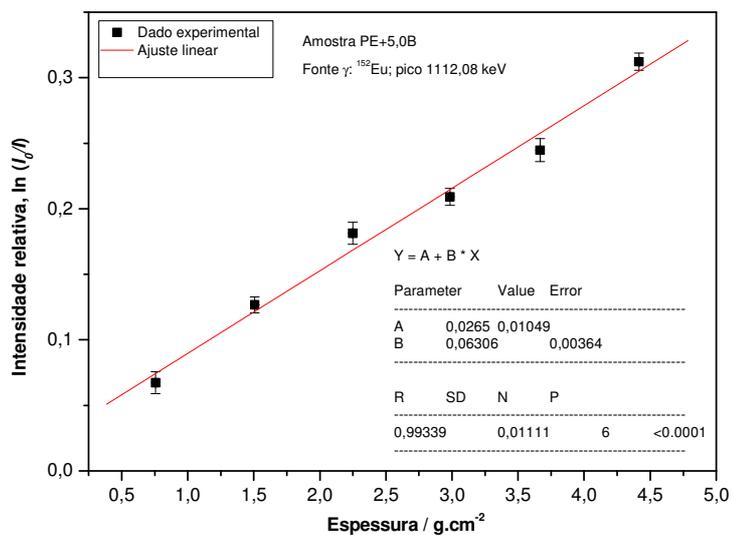
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.16 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+5,0B para 964,05 keV.



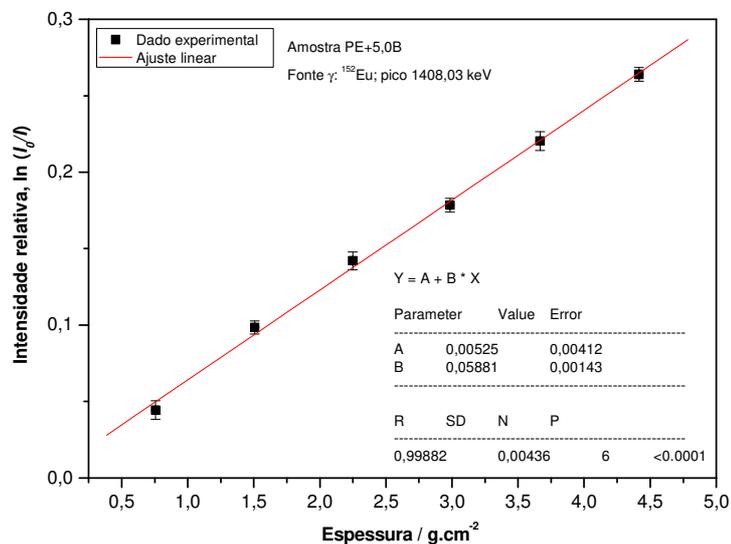
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.17 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+5,0B para 1112,08 keV.



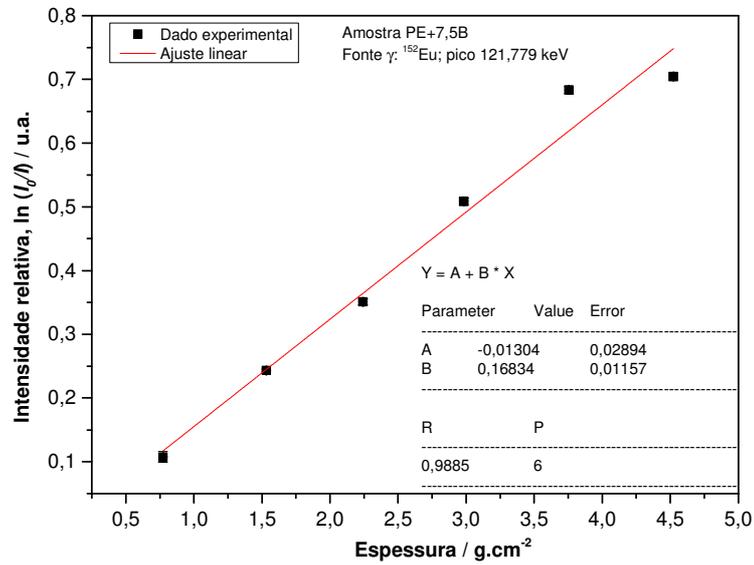
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.18 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+5,0B para 1408,03 keV.



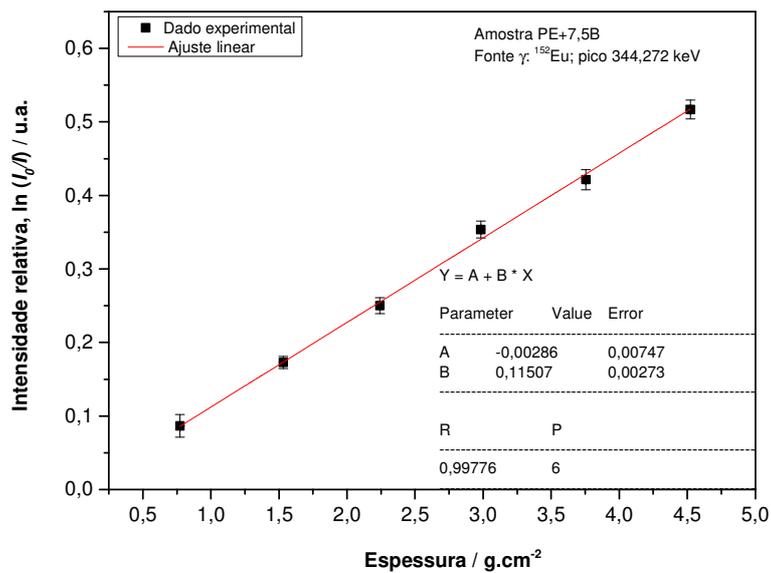
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.19 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+7,5B para 122,779 keV.



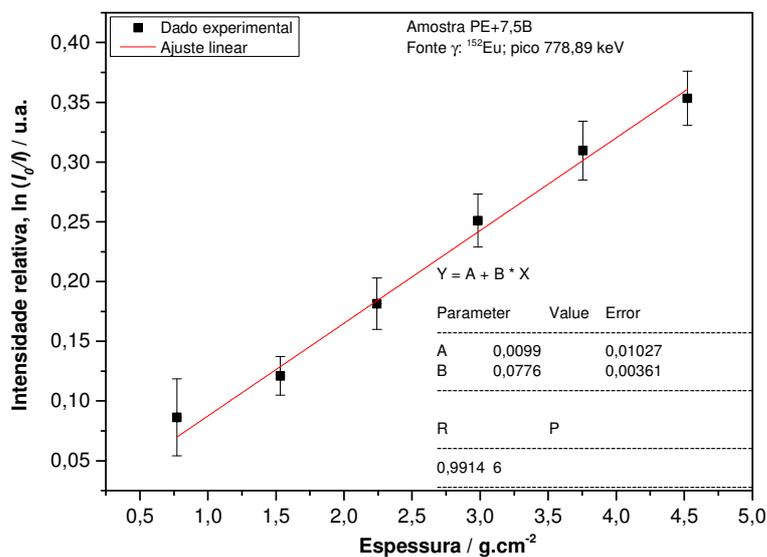
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.20 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+7,5B para 344,272 keV.



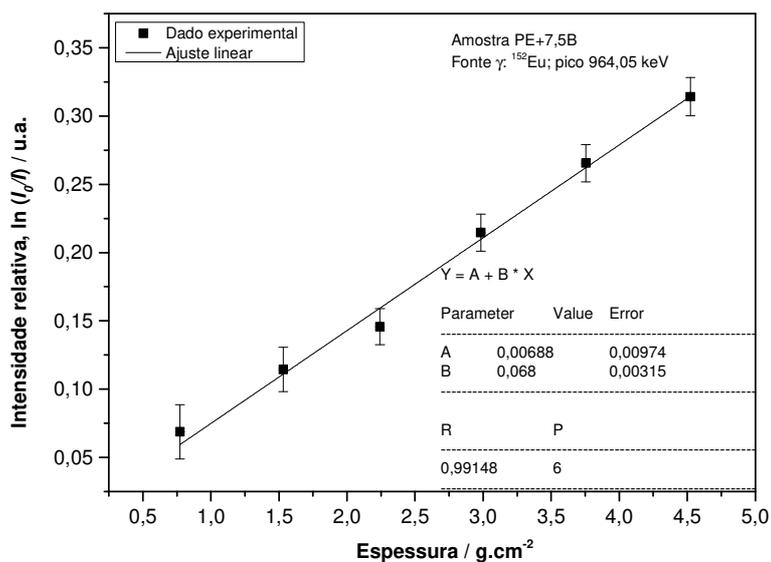
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.21 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+7,5B para 778,890 keV.



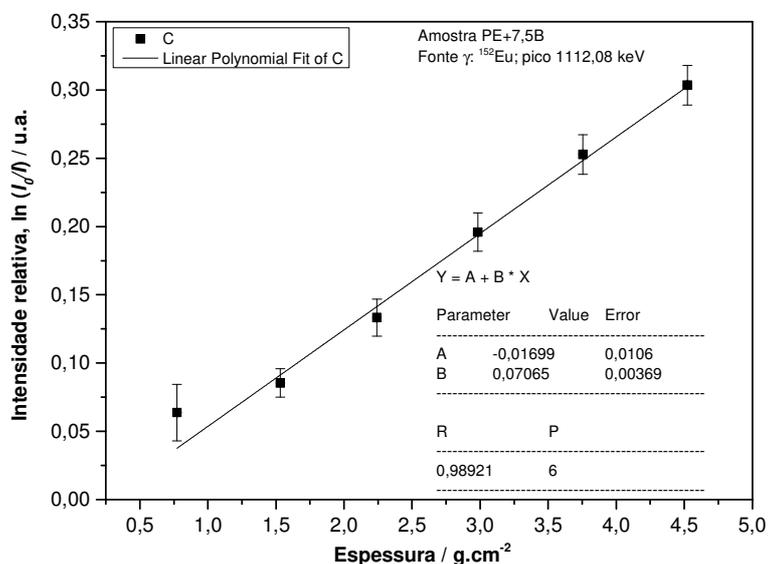
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.22 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+7,5B para 964,05 keV.



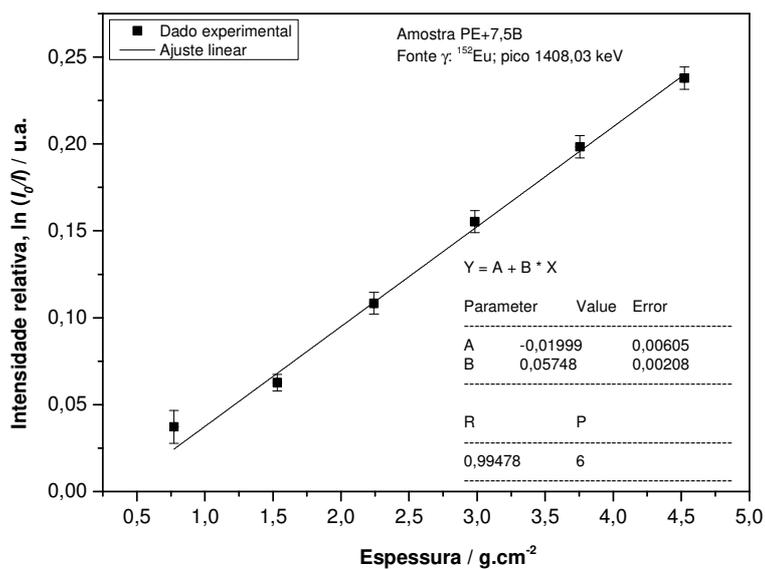
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.23 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+7,5B para 1112,08 keV.



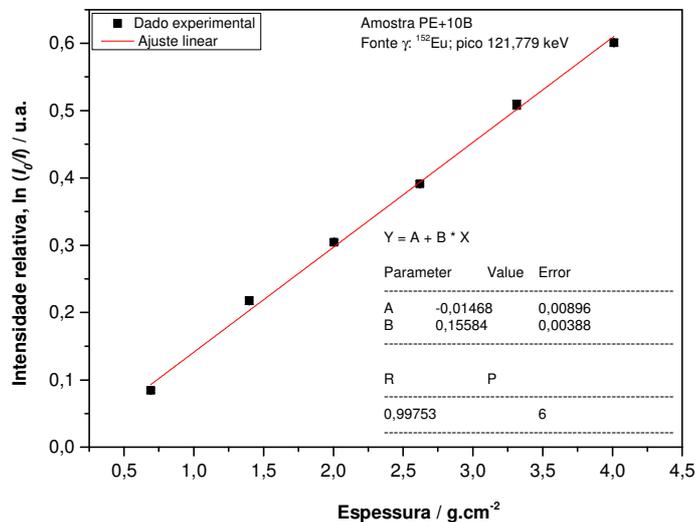
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.24 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+7,5B para 1408,03 keV.



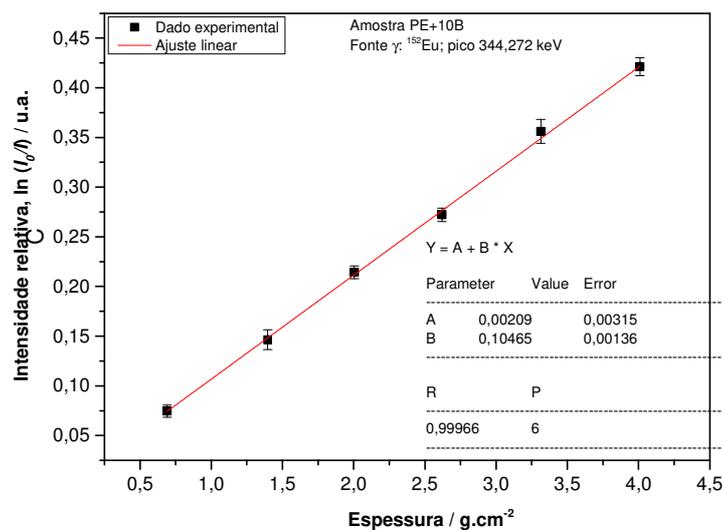
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.25 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+10B para 121,779 keV.



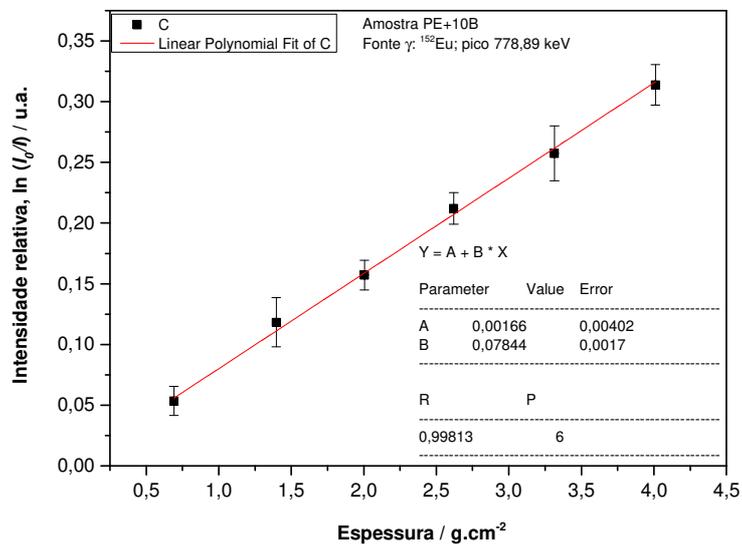
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.26 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+10B para 344,272 keV.



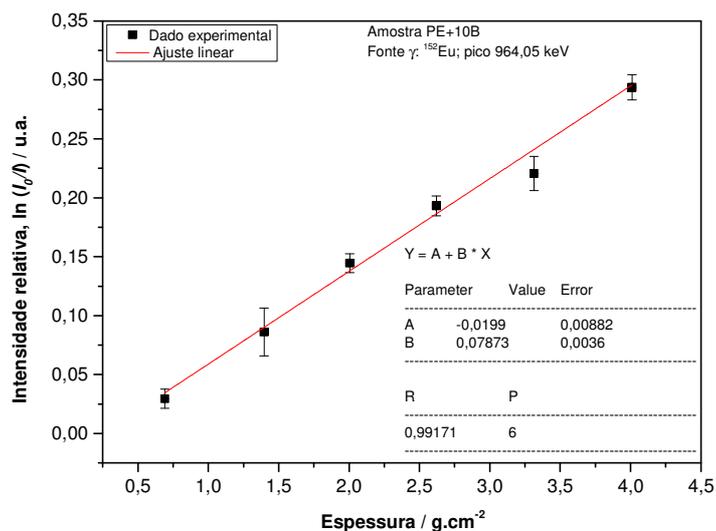
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.27 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+10B para 778,890 keV.



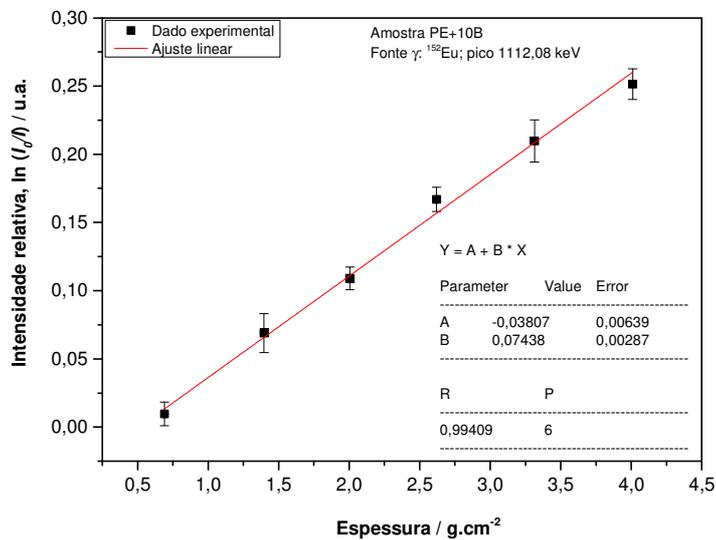
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.28 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+10B para 964,05 keV.



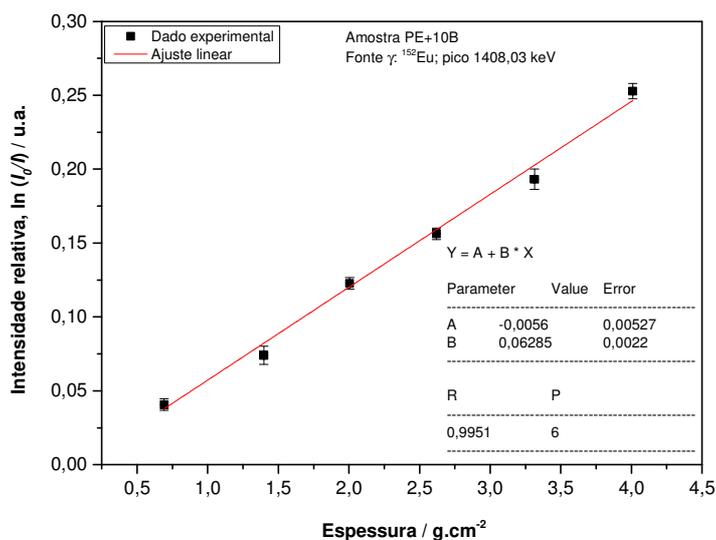
Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.29 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+10B para 1112,08 keV.



Fonte: Produção do autor (2020).

Figura C.30 – Gráfico de $\ln(I_0/I)$ em função da espessura de PE+10B para 1408,03 keV.



Fonte: Produção do autor (2020).