



República Federativa do Brasil  
Ministério do Desenvolvimento, Indústria  
e do Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102014021559-0 A2

(22) Data do Depósito: 29/08/2014

(43) Data da Publicação: 22/03/2016

(RPI 2359)



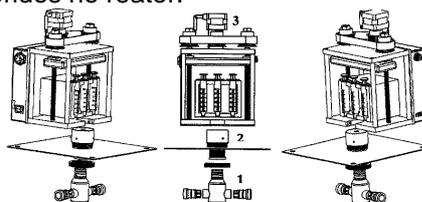
(54) **Título:** INSTRUMENTAÇÃO PARA DOSAGEM DE REAGENTES LÍQUIDOS EM EXPERIMENTOS DE ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO DE RAIOS-X DISPERSIVO (DXAS) E NÃO DISPERSIVO (XAS)

(51) **Int. Cl.:** G01T 1/02; H01L 31/08; G01N 23/083

(73) **Titular(es):** UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

(72) **Inventor(es):** JONDER MORAIS, JOCEMIR BOITA, MARIA DO CARMO MARTINS ALVES, MARCUS VINÍCIUS CASTEGNARO

(57) **Resumo:** INSTRUMENTAÇÃO PARA DOSAGEM DE REAGENTES LÍQUIDOS EM EXPERIMENTOS DE ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO DE RAIOS-X DISPERSIVO (DXAS) E NÃO DISPERSIVO (XAS) A presente invenção diz respeito a um sistema de instrumentação, composto por reator, suporte e dosador, para dosagem de reagentes líquidos, usada para experimentos de espectroscopia de absorção de raios-X Dispersivo (DXAS) e não dispersivo (XAS), in situ e ex situ. O equipamento possibilita estudos de monitoramento de cinéticas de reações químicas em solução, como, por exemplo, durante a síntese de nanomateriais. Também permite o controle da intensidade do sinal de absorção, através da variação da espessura do líquido amostrado no interior do reator. Este reator permite a visualização de mudanças que possam vir a ocorrer com a solução, pois o mesmo é feito de borossilicato (vidro). O conjunto reator-suporte é alinhado de forma simples e rápida com o feixe de raios-X proveniente de fontes de luz síncrotron. O sistema de dosagem possibilita o controle remoto da mistura de reagentes inseridos no reator.



INSTRUMENTAÇÃO PARA DOSAGEM DE REAGENTES LÍQUIDOS EM EXPERIMENTOS DE  
ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO DE RAIOS-X DISPERSIVO (DXAS) E NÃO  
DISPERSIVO (XAS)

**Campo da Invenção**

001 A presente invenção diz respeito a um sistema de instrumentação, composto por reator, suporte e dosador, para dosagem de reagentes líquidos, usada para experimentos de espectroscopia de absorção de raios-X Dispersivo (DXAS) e não dispersivo (XAS), *in situ* e *ex situ*. O equipamento possibilita estudos de monitoramento de cinéticas de reações químicas em solução, como, por exemplo, durante a síntese de nanomateriais. Também permite o controle da intensidade do sinal de absorção, através da variação da espessura do líquido amostrado no interior do reator. Este reator permite a visualização de mudanças que possam vir a ocorrer com a solução, pois o mesmo é feito de borossilicato (vidro). O conjunto reator-suporte é alinhado de forma simples e rápida com o feixe de raios-X proveniente de fontes de luz síncrotron. O sistema de dosagem possibilita o controle remoto da mistura de reagentes inseridos no reator.

**Antecedentes da Invenção**

002 Uma das principais dificuldades da Física Experimental é a execução de experimentos sofisticados, principalmente em razão da indisponibilidade de instrumentação adequada para os estudos que se deseja realizar. Particularmente para investigações que envolvam o uso da técnica de espectroscopia de absorção de raios-X (XAS ou DXAS), a instrumentação para o desenvolvimento de experimentos *in situ* em líquidos tem sido um fator limitante, uma vez que a maioria dos sistemas existentes é desenvolvida para amostras sólidas. Os poucos equipamentos existentes para análise de amostras líquidas possuem uma tecnologia que limitam a qualidade do alinhamento em relação ao feixe de raios-X, não permitem a dosagem controlada de reagentes remotamente, geram vazamentos, não permitem a visualização do líquido dentro do reator. Além disso, tais sistemas utilizam peças e componentes caros, e não permitem o controle da intensidade da

absorção. O presente invento instrumentação para dosagem de reagentes líquidos permite: (i) uma rápida instalação na linha de luz, (ii) o alinhamento com o feixe de raios-X de forma precisa, (iii) a visualização do líquido no interior do reator, (iv) que se utilize peças de fácil reposição e baixo custo, (v) a dosagem de reagentes com velocidade controlável acionado remotamente, (vi) o controle da intensidade da borda de absorção, através dos êmbolos móveis, que definem o tamanho do caminho percorrido no interior da amostra pelo feixe de raios-X transmitido e, conseqüentemente a intensidade da absorção.

003 O equipamento desenvolvido proporciona melhor e mais bem sucedidos experimentos, especificamente em espectroscopia de absorção de raios-X (XAS) em líquidos, uma técnica de grande importância na investigação de propriedades eletrônicas, estruturais e magnéticas de materiais avançados. Atualmente muitos são os trabalhos que envolvem a caracterização de materiais por XAS, no entanto, poucos são os estudos utilizando amostras líquidas, e menos ainda os estudos que acompanham por XAS a evolução de reações em líquidos, devido à falta de instrumentação adequada para este fim. Dessa forma, a disponibilidade de um equipamento que permita medidas de maior qualidade e em líquido, inclusive durante reações de formação ou modificação de materiais é de grande valor tanto para a pesquisa acadêmica como industrial. Esta instrumentação pode ser usada para investigações que envolvam, por exemplo, a formação de nanomateriais, cuja aplicação industrial tem crescido vertiginosamente nos últimos anos. Com isso, podem ser obtidos resultados mais satisfatórios e sem que sejam perdidas informações durante uma reação que necessite de resolução temporal.

004 No âmbito patentário foram encontrados alguns documentos que tratam de dispositivos de medição de dosagem e absorção de radiação e que são descritos a seguir:

005 **Patente JP2013054020, 21/03/2013, “Radiation absorption measuring apparatus”**. Esse invento trata de um dispositivo que mede a quantidade de absorção de radiação na clínica dentária usando elétrons desemparelhados.

006 **Patente EP2568510, 13/03/2013, Capacitive sensor device for measuring radiation.** Este invento trata de um sensor capacitivo para medidas de radiação. A capacitância entre uma região do sensor e a placa superior é dependente da radiação incidente na região do sensor e difere do presente invento, pois não utiliza nenhum tipo de dosador que possa ser acionado remotamente, não proporciona o controle da espessura do líquido amostrado e não proporciona um alinhamento rápido e fácil com o feixe de raios-X provenientes de radiação síncrotron.

007 **Patente EP2560025, 20/02/2013, Apparatus and method for distinguishing energy bands of photons in multienergy radiation.** Este invento é constituído por um aparelho com a função de distinguir a banda de energia dos fótons de radiação multi-energética que incidem em um sensor e difere da presente invenção que se refere a um conjunto de instrumentação para a realização de experimentos de absorção de raios-X *in situ* e *ex situ*.

008 **Patente KR101203676, 21/11/2012, Dose Measurement Apparatus using Scintillator Screen.** Esta patente descreve um dispositivo para medidas de dosagem de radiação utilizando uma tela fluorescente distribuída em um corpo na qual a radiação eletromagnética incide e difere da presente invenção que se refere a um conjunto de instrumentação para a realização de experimentos de absorção de raios-X *in situ* e *ex situ*.

009 **Patente US20130022169, 24/01/2013, Radiation detecting device.** Refere-se a um equipamento para detecção de radiação, incluindo um cintilador e um arranjo de fotosensores para a recepção de luz. Diferente da presente invenção que descreve um conjunto de instrumentação para a realização de experimentos de absorção de raios-X *in situ* e *ex situ*.

0010 **Patente JP2013213711, 17/10/2013, Diagnostic method of radiation monitoring system and its proofreading condition.** Trata de uma medida para minimizar a radiação emitida por reatores nucleares, deixando de acordo com padrões normais de emissão de radiação nuclear e difere da presente invenção que trata de um conjunto de instrumentação para a realização de experimentos de absorção de raios-X *in situ* e *ex situ*.

**0011 Patente US20130264461, 10/10/2013, Radiation detecting apparatus.**

A invenção trata de um aparelho para detecção de radiação, incluindo um circuito elétrico. O detector de radiação e o circuito elétrico são formados como uma unidade integrada. Diferente do invento proposto que descreve um conjunto de instrumentação para a realização de experimentos de absorção de raios-X *in situ* e *ex situ*.

**0012 Patente KR20130040473, 24/04/2013, Apparatus and method of detecting radioactivity using dielectric resonator.**

Descreve um dispositivo para medir radioatividade usando um ressonador dielétrico, constituído por peças de baixo custo, oferecendo medidas sem perda de energia diferente da presente invenção que propõe um conjunto de instrumentação para a realização de experimentos de absorção de raios-X *in situ* e *ex situ*.

**0013 Patente US20130136233, 03/05/2013, radiation detector, radiographic imaging device, and radiographic imaging system.**

Essa invenção proporciona um detector de radiação com dispositivo para coleta de imagens radiográficas, que permite detectar a radiação irradiada mantendo a qualidade das radiografias e difere do presente invento que utiliza um tipo de dosador que possa ser acionado remotamente, proporciona o controle da espessura do líquido amostrado e realiza um alinhamento rápido e fácil com o feixe de raios-X provenientes de radiação síncrotron.

**0014 Patente WO201347825, 04/04/2013, Radiation detecting apparatus.**

Trata-se de um detector de radiação que detecta através de um grupo de elementos, disposto sobre um substrato de suporte e difere da presente invenção que trata de um conjunto de instrumentação para a realização de experimentos de absorção de raios-X *in situ* e *ex situ*.

0015 As tecnologias descritas nas patentes acima não se aplicam ao tipo de instrumentação reivindicada na presente invenção.

**0016 Patente PI0400677-1 A, 25/02/2004, Célula eletroquímica para estudos de Raios-X *in situ*.**

É a patente que mais se aproxima da presente invenção, mas que também não se trata dessa instrumentação e sim trata de uma célula eletroquímica para estudos de Raios-X *in situ*, a qual possibilita

obter informações sobre o comportamento de alguns materiais como baterias de lítio, durante a aplicação de um potencial. Esse documento diferentemente da invenção proposta, não utiliza nenhum tipo de dosador que possa ser acionado remotamente, não proporciona o controle da espessura do líquido amostrado e não proporciona um alinhamento rápido e fácil com o feixe de raios-X provenientes de radiação síncrotron.

### **Sumário da Invenção**

0017 A invenção provê um conjunto de instrumentação para a realização de experimentos de absorção de raios-X *in situ* e *ex situ*, no modo dispersivo ou convencional. O equipamento possibilita o controle da intensidade do sinal da borda de absorção, o alinhamento com o feixe de raios-X de forma rápida e precisa e a dosagem de reagentes de forma remota (operador fica ao abrigo dos Raios-X, prejudiciais à saúde).

0018 Em uma realização preferencial o presente invento é composto por três partes, conforme mostra a figura 1:

- a) reator
- b) suporte
- c) dosador

0019 Dentre as vantagens se destaca o sistema de acionamento remoto, que torna possível acompanhar as mudanças em torno da borda de absorção que se esta trabalhando e ao inserir algum tipo de reagente na síntese, também é possível a visualização e filmagem do que está ocorrendo com a síntese. O sistema permite o aumento da intensidade da borda de absorção, apenas regulando os êmbolos do reator e a troca de reator para o início imediato de outra reação é fácil e rápida.

### **Descrição das Figuras**

0020 A figura 1 apresenta as 3 (três) partes da instrumentação de forma explodida, a saber:

- 1) Reator
- 2) Suporte para fixação e alinhamento
- 3) Dosador

0021 **A figura 2** apresenta o reator composto pelas seguintes partes:

- 1) tampa de Teflon<sup>®</sup> com diâmetro maior medindo 33 mm, e furo superior medindo 10 mm;
- 2) corpo do reator em material borossilicato;
- 3) êmbolo em material Teflon<sup>®</sup>, com diâmetro interno de 15 mm, e comprimento total de 27 mm;
- 4) vidro interno ao êmbolo com diâmetro externo de 14,70 mm, com diâmetro interno de 8,20 mm e comprimento de 34 mm;
- 5) tampa do vidro interno ao êmbolo, com diâmetro externo de 15,80 mm, um furo central de 4 mm de diâmetro, e comprimento da tampa de 9,50 mm;
- 6) O-rings de Viton<sup>®</sup> usado para vedação;
- 7) um O-ring de Viton<sup>®</sup> com espessura de 2 mm.

0022 **A figura 3** mostra o Suporte de fixação composto por:

- 1) dispositivo metálico cilíndrico destinado à fixação do reator ao suporte;
- 2) placa em aço inox com dimensões de 220 x 220 mm x 1,50 mm, para fixar o conjunto de instrumentação;
- 3) porca utilizada para prender o conjunto reator-placa, confeccionado em aço inox.

0023 **A figura 4** mostra o dosador com as suas partes abaixo descritas:

- 1) motor de passo, com passo 3 mm, ligada em eletrônica específica, com 40 mm x 30 mm no formato retangular;
- 2) conjunto de polias confeccionada em Teflon<sup>®</sup>, podendo ser confeccionada em metal, passo 3 mm, totalizando 3 polias envolvidas por uma correia sincronizada;
- 3) contra porca para prender as polias, com dimensões de 10 mm de diâmetro interno e 16 mm de diâmetro externo;
- 4) conjunto de fusos esféricos, para movimentar simetricamente a prensa de metal, com passo de rosca 3 mm, medindo 250 mm de comprimento, diâmetro de 10 mm;

- 5) parte superior da armação que constitui o dosador, com dimensões de 180 mm x 120 mm x 10 mm;
- 6) prensa de metal (alumínio), com dimensões 160 mm x 100 mm x 20 mm, com a função de empurrar o conjunto de seringas a fim de dosar os reagentes no reator;
- 7) hastes laterais medindo 200 mm de comprimento e diâmetro de 10 mm, confeccionadas em aço inox, para sustentar a armação do dosador
- 8) conjunto que abriga as seringas, usadas para dosar os reagentes, é uma caixa retangular com dimensões 100 mm x 90 mm x 8 mm, com entrada para três seringas de 10 ml cada;
- 9) parte inferior da armação que constitui o dosador, com as mesmas dimensões de 180 mm x 120 mm x 10 mm, com um furo no formato de semicírculo, com diâmetro de 45 mm, para encaixe da "Parte 1" do item "2";
- 10) seringas de até 10 ml cada, totalizando três no máximo para a dosagem de reagentes;
- 11) eletrônica montada especificamente para o dosador, o qual permite o movimento do motor nos dois sentidos (horário e anti-horário);

#### **Descrição Detalhada da Invenção**

0024 A presente invenção aqui apresentada permite a inserção de reagentes na forma líquida longe do experimento, sem a necessidade de se expor aos raios-X (remotamente), uma vez que é proibida a entrada na cabana experimental após acionamento do feixe de raios-X. Com isso, é possível acompanhar as mudanças que ocorrem desde o primeiro contato dos reagentes com o líquido dentro do reator, com ou sem resolução temporal. A instrumentação também possibilita o controle da espessura da borda de absorção sem a necessidade de colocar ou retirar material de dentro do reator para que alcance a intensidade de absorção adequada para medidas de

absorção de raios-X. Pelo uso do conjunto suporte, também permite um rápido e fácil alinhamento do feixe de raios-X no líquido existente no interior do reator.

0025 A figura 1 mostra o conjunto de instrumentação completo com as três partes de forma explodida, a saber:

- a) Reator
- b) Suporte
- c) Dosador

0026 O dispositivo de instrumentação permite a realização de experimentos de absorção de raios-X *in situ* e *ex situ*, no modo dispersivo ou convencional. O equipamento possibilita o controle da intensidade do sinal da borda de absorção, o alinhamento com o feixe de raios-X de forma rápida e precisa e a dosagem de reagentes de forma remota (operador fica ao abrigo dos Raios-X, prejudiciais à saúde).

**1. Reator:** o reator é fabricado em borossilicato (vidro), que permite a visualização do líquido em seu interior, e possui dois êmbolos móveis, fabricados em Teflon<sup>®</sup>, ou ainda confeccionados em nylon ou polietileno. O volume do reator é de 30 ml, podendo ser fabricado em volumes maiores ou menores, desde que o nível do líquido analisado cubra completamente os êmbolos, a fim de permitir a análise. O reator pode ser aquecido até 150° C e permite a inserção de uma barra magnética para agitação da solução. Para evitar vazamentos dos líquidos a serem analisados, é usado junto a cada um dos êmbolos um conjunto de três anéis de vedação (“O-rings”) e uma janela de Kapton<sup>®</sup>, material transparente aos raios-X e que podem ser utilizados outros materiais transparentes aos raios-x, tal como quartzo e mica. O reator também conta com uma tampa com um furo central roscada na abertura superior, a fim de possibilitar a entrada de líquidos (reagentes). A tampa é roscada ao reator e acoplada ao suporte, para que ambos fiquem presos na mesa da linha de luz síncrotron. A figura 2 mostra o reator em detalhes e as dimensões de suas partes com mais detalhes, de acordo com a numeração.

0027 O **Reator** (figura 2) contem as seguintes partes e dimensões:

- 1) tampa de Teflon<sup>®</sup>, que também pode ser confeccionada em polietileno ou nylon, com diâmetro maior medindo 33 mm, e furo superior medindo 10 mm, sendo o mesmo destinado à passagem de reagentes para dentro do reator;
- 2) reator construído em borossilicato (vidro), com rosca para prender a tampa de Teflon<sup>®</sup> (1), com diâmetro de entrada para líquidos de 14,70 mm, diâmetro do corpo do reator de 35 mm, diâmetro para entrada de êmbolos 15,10 mm e externo 17,50 mm, distância entre um braço e outro de 58 mm, e volume equivalente a 30 ml (podendo ser maior ou menor, desde que respeite o nível da tampa de Teflon<sup>®</sup>);
- 3) êmbolo confeccionado em material Teflon<sup>®</sup>, com diâmetro interno de 15 mm, e comprimento total de 27 mm. Contém 3 entradas para O-rings, e um ressalto de 2 mm, ao qual serve para manusear o êmbolo;
- 4) vidro interno ao êmbolo com diâmetro externo de 14,70 mm, com diâmetro interno de 8,20 mm e comprimento de 34 mm, para abranger 100 % do feixe de raios-X incidente no líquido dentro do reator. Possui uma rosca na sua ponta, o qual encaixa uma tampa com diâmetro interno de 11 mm;
- 5) tampa do vidro interno ao êmbolo, com diâmetro externo de 15,80 mm, um furo central de 4 mm de diâmetro, e comprimento da tampa de 9,50 mm, no qual o mesmo é roscado contra o vidro do êmbolo prendendo um pedaço de Kapton<sup>®</sup> para evitar vazamentos e permitir a passagem total do feixe de raios-X sem que este seja atenuado;
- 6) O-rings de Viton<sup>®</sup> ou silicone, este conjunto de 2 O-rings impede o vazamento de líquidos para fora do reator;
- 7) Um O-ring de Viton<sup>®</sup> ou silicone com espessura de 2 mm, usado para evitar o choque do êmbolo com o braço de vidro do reator, evitando assim a quebra do reator.

**2. Suporte para fixação e alinhamento:** O suporte é confeccionado em aço inox, porém podem ser utilizados outros materiais metálicos ou plásticos, desde que sejam rígidos o suficiente e tem a função de fixar o reator e alinhá-lo ao

feixe de raios-X proveniente de fontes de luz síncrotron. O suporte possui uma placa, com um furo em cada um dos quatro cantos, que servem para a fixação do sistema na mesa experimental por meio de parafusos lineares. No centro da chapa metálica há um elemento metálico cilíndrico destinado à fixação do reator ao suporte. Este dispositivo possui três parafusos em sua lateral, sendo estes ajustáveis, com objetivo de prender adequadamente a tampa do reator. O dispositivo cilíndrico é preso na chapa através de uma porca, a qual permite o giro em ângulo até 360°, o que permite a otimização do alinhamento do reator. O centro do suporte e a tampa do reator possuem furos concêntricos, para que as soluções (reagentes dissolvidos) possam ser inseridas no reator. Esta parte do equipamento pode ser mais bem visualizada junto de suas partes na figura 3.

0028 O **Suporte para fixação e alinhamento** (figura 3), contém os seguintes itens e dimensões:

- 1) suporte confeccionado em aço inox (também podendo ser utilizado outros materiais metálicos ou plásticos), este possui um furo central superior com diâmetro de 8,70 mm, o qual serve para a passagem de reagentes, um diâmetro inferior com 44,30 mm, com a finalidade de prender a tampa (parte 1 "Reator"), no suporte;
- 2) placa metálica confeccionada em aço inox, possui 4 furos em cada uma das laterais, de 10,60 mm, um furo central o qual é prendido o suporte com diâmetro de 41 mm, as dimensões da placa são de 220 x 220 mm x 1,50 mm, tais dimensões podem ser modificadas de acordo com a mesa experimental disponível na linha de luz síncrotron;
- 3) porca utilizada para prender o conjunto reator-placa, confeccionado em aço inox, com diâmetro interno de 40 mm e diâmetro externo de 52 mm, e espessura de 7,40 mm.

**3. Dosador:** Esta parte da instrumentação possui os seguintes componentes: fusos esféricos, rolamentos, polias sincronizadas, correia sincronizada, motor de passo, prensa de metal (alumínio, latão, aço) ou nylon, e uma eletrônica, que permite a variação de velocidade da dosagem e o controle de forma

remota ao experimento. Neste sistema é possível acoplar até três seringas de até 10 ml cada, e controlar a vazão partindo de 0,06 ml/s até 0,48 ml/s (valores obtidos com seringas de 5 ml). Pequenas modificações mecânicas permitiriam variar o número de seringas, bem como seus volumes (capacidades). A escolha da quantidade de seringas e do volume de cada uma delas, aliado ao ajuste da velocidade de dosagem, permite que o sistema experimental aqui apresentado (reator, suporte e dosador) seja aplicável a uma vasta gama de reações com líquidos. Esta parte e seus componentes estão mostrados na figura 4.

0029 O **Dosador** (figura 4) contém os seguintes itens e dimensões:

- 1) motor de passo, com passo 3 mm, ligada em eletrônica específica (detalhes em anexo), com 40 mm x 30 mm no formato retangular, acoplado a ele existe uma das 3 polias com passo 3 mm, o qual serve de força motriz, movendo as duas outras polias, através de uma correia sincronizada de passo 3 mm;
- 2) conjunto de polias confeccionada em Teflon<sup>®</sup>, podendo ser em confeccionada em metal, passo 3 mm, totalizando 3 polias envolvidas por uma correia sincronizada, duas das três polias são acopladas a fusos esféricos de passo 3 mm com o objetivo de promover o movimento da prensa metálica;
- 3) contra porca que tem a finalidade de prender as polias, com a finalidade de não deixa-las soltas, suas dimensões são de 10 mm de diâmetro interno e 16 mm de diâmetro externo do tipo sextavado;
- 4) conjunto de fusos esféricos, com objetivo de movimentar simetricamente a prensa de metal, com passo de rosca 3 mm, medindo 250 mm de comprimento, diâmetro de 10 mm;
- 5) parte superior da armação que constitui o dosador, com dimensões de 180 mm x 120 mm x 10 mm;
- 6) prensa de metal (alumínio), com dimensões 160 mm x 100 mm x 20 mm, com a função de empurrar o conjunto de seringas a fim de dosar os reagentes no reator;

- 7) hastes laterais num total de quatro hastes medindo 200 mm de comprimento e diâmetro de 10 mm, confeccionada em aço inox, tem o objetivo de sustentar a armação do dosador;
- 8) conjunto que abriga as seringas, usadas para dosar os reagentes, é uma caixa retangular com dimensões 100 mm x 90 mm x 8 mm, com entrada para três seringas de 10 ml cada;
- 9) parte inferior da armação que constitui o dosador, com as mesmas dimensões apresentadas na "**Parte 5**", com um furo no formato de semicírculo, com diâmetro de 45 mm, para encaixe da "**Parte 1**" do item "**2**";
- 10) seringas de até 10 ml cada, totalizando três no máximo para a dosagem de reagentes;
- 11) eletrônica montada especificamente para o dosador, o qual permite o movimento do motor nos dois sentidos (horário e anti-horário), com variação de velocidade de rotação do motor de acordo com esquema elétrico em anexo.

### **Reivindicações**

1. INSTRUMENTAÇÃO PARA DOSAGEM DE REAGENTES LÍQUIDOS EM EXPERIMENTOS DE ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO DE RAIOS-X DISPERSIVO (DXAS) E NÃO DISPERSIVO (XAS), Caracterizado por compreender:

- a) Reator
- b) Suporte
- c) Dosador

2. INSTRUMENTAÇÃO PARA DOSAGEM DE REAGENTES LÍQUIDOS EM EXPERIMENTOS DE ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO DE RAIOS-X DISPERSIVO (DXAS) E NÃO DISPERSIVO (XAS) DE ACORDO COM O ITEM a) DA REIVINDICAÇÃO 1, Caracterizado pelo reator, como visto na Figura 1:

- i) ser fabricado em borossilicato;
- ii) possuir dois êmbolos móveis, fabricados em Teflon<sup>®</sup>;
- iii) ter volume de 30 ml, podendo ser fabricado em volumes maiores ou menores, desde que o nível do líquido analisado cubra completamente os êmbolos, a fim de permitir a análise;
- iv) poder ser aquecido até 150 °C e permitir a inserção de uma barra magnética para agitação da solução;
- v) para evitar vazamentos dos líquidos a serem analisados, é usado junto a cada um dos êmbolos um conjunto de três anéis de vedação ("O-rings") e uma janela de Kapton<sup>®</sup>, ou outro material transparente aos raios-X, tal como quartzo e mica;
- vi) ter uma tampa com um furo central roscada na abertura superior, a fim de possibilitar a entrada de líquidos (reagentes);
- vii) A tampa é roscada ao reator e acoplada ao suporte, para que ambos fiquem presos na mesa da linha de luz síncrotron.

3. INSTRUMENTAÇÃO PARA DOSAGEM DE REAGENTES LÍQUIDOS EM EXPERIMENTOS DE ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO DE RAIOS-X DISPERSIVO (DXAS) E NÃO DISPERSIVO (XAS) DE ACORDO COM A REIVINDICAÇÃO 2, Caracterizado pelo reator, como visto na Figura 2 conter as seguintes partes e dimensões:

- i) tampa de Teflon<sup>®</sup> com diâmetro maior medindo 33 mm, e furo superior medindo 10 mm, sendo o mesmo destinado à passagem de reagentes para dentro do reator;
- ii) reator construído em borossilicato, com rosca para prender a tampa de Teflon<sup>®</sup>, com diâmetro de entrada para líquidos de 14,70 mm, diâmetro do corpo do reator de 35 mm, diâmetro para entrada de êmbolos 15,10 mm e externo 17,50 mm, distância entre um braço e outro de 58 mm, e volume equivalente a 30 ml (podendo ser maior ou menor, desde que respeite o nível da tampa de Teflon<sup>®</sup>);
- iii) êmbolo confeccionado em material Teflon<sup>®</sup>, com diâmetro interno de 15 mm, e comprimento total de 27 mm; contém 3 entradas para O-rings, e um ressalto de 2 mm, ao qual serve para manusear o êmbolo;
- iv) vidro interno ao êmbolo com diâmetro externo de 14,70 mm, com diâmetro interno de 8,20 mm e comprimento de 34 mm, para abranger 100% do feixe de raios-X incidente no líquido dentro do reator; possui uma rosca na sua ponta, o qual encaixa uma tampa com diâmetro interno de 11 mm;
- v) tampa do vidro interno ao êmbolo, com diâmetro externo de 15,80 mm, um furo central de 4 mm de diâmetro, e comprimento da tampa de 9,50 mm, no qual o mesmo é roscado contra o vidro do êmbolo prendendo um pedaço de Kapton<sup>®</sup> para evitar vazamentos e permitir a passagem total do feixe de raios-X sem que este seja atenuado;
- vi) O-rings de Viton<sup>®</sup> usado para vedação, este conjunto de 2 O-rings impede o vazamento de líquidos para fora do reator;
- vii) um O-ring de Viton<sup>®</sup> com espessura de 2 mm, usado para evitar o choque do êmbolo com o braço de vidro do reator, evitando assim a quebra do reator.

4. INSTRUMENTAÇÃO PARA DOSAGEM DE REAGENTES LÍQUIDOS EM EXPERIMENTOS DE ESPECTROSCÓPIA DE ABSORÇÃO DE RAIOS-X DISPERSIVO (DXAS) E NÃO DISPERSIVO (XAS) DE ACORDO COM O ITEM b) DA REIVINDICAÇÃO 1, Caracterizado pelo suporte para fixação e alinhamento, como visto na Figura 3:

- I) ser confeccionado em aço inox (também podendo ser utilizados outros materiais metálicos ou plásticos, desde que sejam rígidos o suficiente);
- II) possuir uma placa, com um furo em cada um dos quatro cantos, que servem para a fixação do sistema na mesa experimental por meio de parafusos lineares;
- III) no centro da chapa metálica possuir um elemento metálico cilíndrico destinado à fixação do reator ao suporte;
- IV) o respectivo dispositivo possuir três parafusos em sua lateral, sendo estes ajustáveis, com objetivo de prender adequadamente a tampa do reator;
- V) o dispositivo cilíndrico é preso na chapa através de uma porca, a qual permite o giro em ângulo até 360°, o que permite a otimização do alinhamento do reator;
- VI) O centro do suporte e a tampa do reator possuem furos concêntricos, para que as soluções (reagentes dissolvidos) possam ser inseridas no reator.

5. INSTRUMENTAÇÃO PARA DOSAGEM DE REAGENTES LÍQUIDOS EM EXPERIMENTOS DE ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO DE RAIOS-X DISPERSIVO (DXAS) E NÃO DISPERSIVO (XAS) DE ACORDO COM A REIVINDICAÇÃO 4, Caracterizado pelo suporte para fixação e alinhamento, como visto na Figura 3 conter os seguintes itens e dimensões:

- I) suporte confeccionado em aço inox (também podendo ser utilizado outros materiais metálicos ou plásticos), este possui um furo central superior com diâmetro de 8,70 mm, o qual serve para a passagem de reagentes, um diâmetro inferior com 44,30 mm, com a finalidade de prender a tampa (parte 1 "Reator"), no suporte;
- II) placa metálica confeccionada em aço inox, possui 4 furos em cada uma das laterais, de 10,60 mm, um furo central o qual é prendido o suporte com diâmetro de 41 mm, as dimensões da placa são de 220 x 220 mm x 1,50 mm, tais dimensões podem ser

modificadas de acordo com a mesa experimental disponível na linha de luz síncrotron;

III) porca utilizada para prender o conjunto reator-placa, confeccionado em aço inox, com diâmetro interno de 40 mm e diâmetro externo de 52 mm, e espessura de 7,40 mm.

6. INSTRUMENTAÇÃO PARA DOSAGEM DE REAGENTES LÍQUIDOS EM EXPERIMENTOS DE ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO DE RAIOS-X DISPERSIVO (DXAS) E NÃO DISPERSIVO (XAS) DE ACORDO COM O ITEM C) DA REIVINDICAÇÃO 1, Caracterizado pelo suporte para fixação e alinhamento, como visto na Figura 4 compreender: fusos esféricos, rolamentos, polias sincronizadas, correia sincronizada, motor de passo, prensa de metal (alumínio), e uma eletrônica, que permite a variação de velocidade da dosagem e o controle de forma remota ao experimento.

7. INSTRUMENTAÇÃO PARA DOSAGEM DE REAGENTES LÍQUIDOS EM EXPERIMENTOS DE ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO DE RAIOS-X DISPERSIVO (DXAS) E NÃO DISPERSIVO (XAS) DE ACORDO COM A REIVINDICAÇÃO 6, CARACTERIZADO POR Neste sistema ser possível acoplar até três seringas de até 10 ml cada, e controlar a vazão partindo de 0,06 ml/s até 0,48 ml/s; pequenas modificações mecânicas permitiriam variar o número de seringas, bem como seus volumes (capacidades).

8. INSTRUMENTAÇÃO PARA DOSAGEM DE REAGENTES LÍQUIDOS EM EXPERIMENTOS DE ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO DE RAIOS-X DISPERSIVO (DXAS) E NÃO DISPERSIVO (XAS) DE ACORDO COM A REIVINDICAÇÃO 7, CARACTERIZADO PELO Dosador, como visto na figura 4, conter os seguintes itens e dimensões:

I) motor de passo, com passo 3 mm, ligada em eletrônica específica, com 40 mm x 30 mm no formato retangular, acoplado a ele existe uma das 3 polias com passo 3 mm, o qual serve de força motriz, movendo as duas outras polias, através de uma correia sincronizada de passo 3 mm;

II) conjunto de polias confeccionada em Teflon<sup>®</sup>, podendo ser em confeccionada em metal, passo 3 mm, totalizando 3 polias envolvidas por uma correia sincronizada, duas das três polias são acopladas a

fusos esféricos de passo 3 mm com o objetivo de promover o movimento da prensa metálica;

III) contra porca que tem a finalidade de prender as polias, com a finalidade de não deixa-las soltas, suas dimensões são de 10 mm de diâmetro interno e 16 mm de diâmetro externo do tipo sextavado;

IV) conjunto de fusos esféricos, com objetivo de movimentar simetricamente a prensa de metal, com passo de rosca 3 mm, medindo 250 mm de comprimento, diâmetro de 10 mm;

V) parte superior da armação que constitui o dosador, com dimensões de 180 mm x 120 mm x 10 mm;

VI) prensa de metal (alumínio, latão, aço) ou nylon, com dimensões 160 mm x 100 mm x 20 mm, com a função de empurrar o conjunto de seringas a fim de dosar os reagentes no reator;

VII) hastes laterais num total de quatro hastes medindo 200 mm de comprimento e diâmetro de 10 mm, confeccionada em aço inox, tem o objetivo de sustentar a armação do dosador;

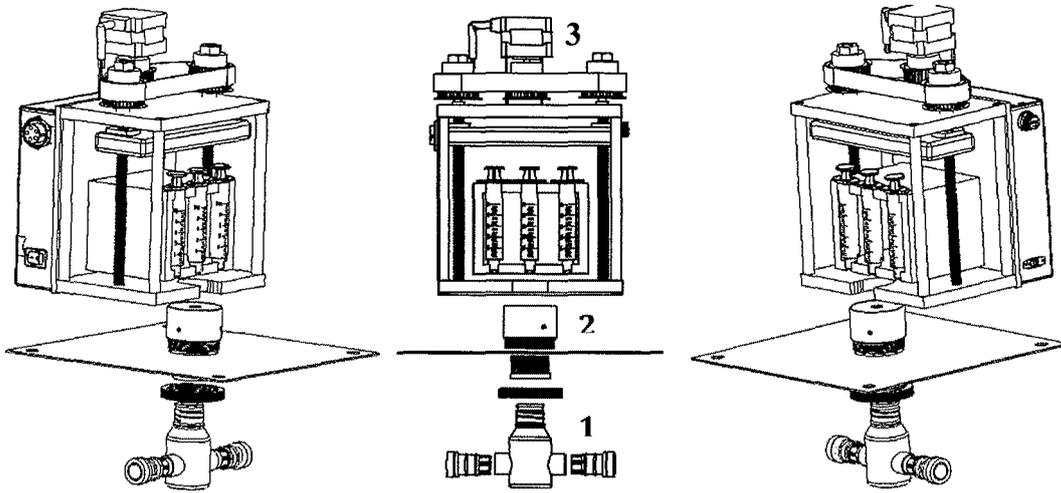
VIII) conjunto que abriga as seringas, usadas para dosar os reagentes, é uma caixa retangular com dimensões 100 mm x 90 mm x 8 mm, com entrada para três seringas de 10 ml cada;

IX) parte inferior da armação que constitui o dosador, com um furo no formato de semicírculo, com diâmetro de 45 mm;

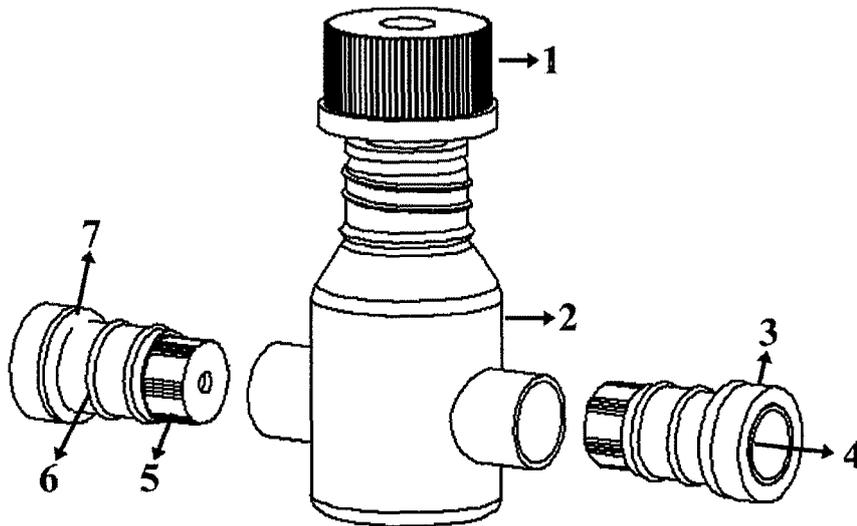
X) seringas de até 10 ml cada, totalizando três no máximo para a dosagem de reagentes;

XI) eletrônica montada especificamente para o dosador, o qual permite o movimento do motor nos dois sentidos (horário e anti-horário), com variação de velocidade de rotação do motor de acordo com esquema elétrico em anexo.

**Figuras**



**Figura 1**



**Figura 2**

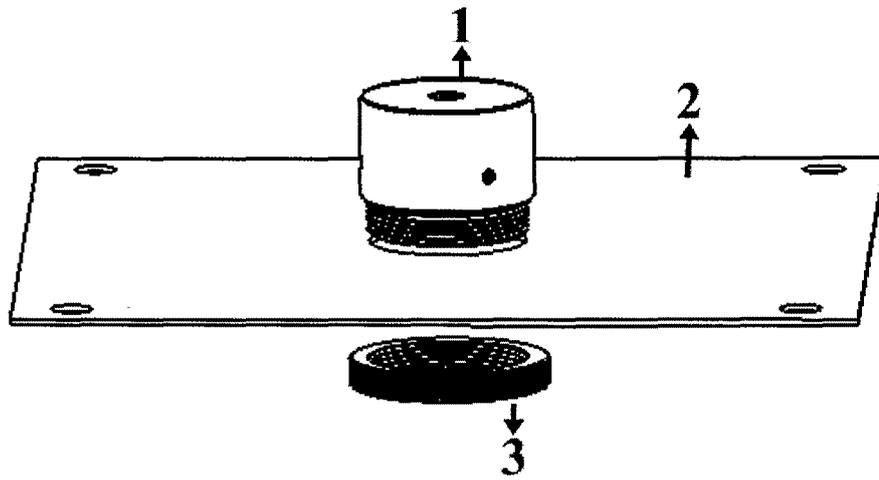


Figura 3

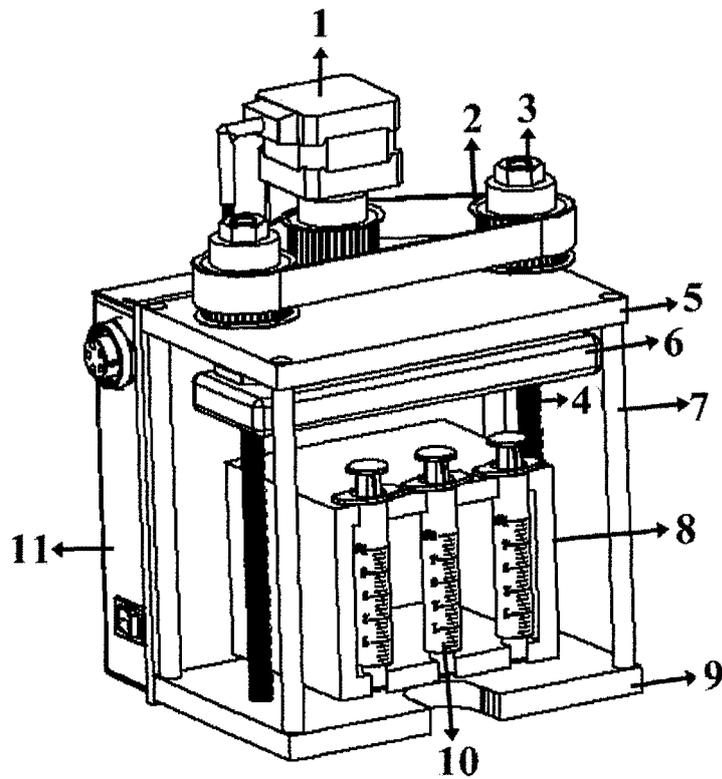


Figura 4

### Resumo

#### INSTRUMENTAÇÃO PARA DOSAGEM DE REAGENTES LÍQUIDOS EM EXPERIMENTOS DE ESPECTROSCOPIA DE ABSORÇÃO DE RAIOS-X DISPERSIVO (DXAS) E NÃO DISPERSIVO (XAS)

A presente invenção diz respeito a um sistema de instrumentação, composto por reator, suporte e dosador, para dosagem de reagentes líquidos, usada para experimentos de espectroscopia de absorção de raios-X Dispersivo (DXAS) e não dispersivo (XAS), *in situ* e *ex situ*. O equipamento possibilita estudos de monitoramento de cinéticas de reações químicas em solução, como, por exemplo, durante a síntese de nanomateriais. Também permite o controle da intensidade do sinal de absorção, através da variação da espessura do líquido amostrado no interior do reator. Este reator permite a visualização de mudanças que possam vir a ocorrer com a solução, pois o mesmo é feito de borossilicato (vidro). O conjunto reator-suporte é alinhado de forma simples e rápida com o feixe de raios-X proveniente de fontes de luz síncrotron. O sistema de dosagem possibilita o controle remoto da mistura de reagentes inseridos no reator.