

FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DO ABC
Coordenador(a): Ronei Miotto (CCNH)

PLANO DE TRABALHO

1. TÍTULO DO PROJETO

In situ Pair Distribution Function (PDF) analysis to reveal and control the early stages of platinum nanoparticle synthesis. (Análise In situ da Função de Distribuição de pares para revelar e controlar os primeiros estágios da síntese de nanopartículas de Platina).

2. OBJETO

O projeto necessita do entendimento mais aprimorado dos primeiros estágios da síntese de nanopartículas de Platina. Este entendimento poderá ser obtido por meio das análises de PDF que serão feitas no Advanced Photon Source (APS). Meu papel neste projeto será o auxílio na obtenção das medidas e análise dos dados, além da familiarização com um laboratório de alto nível (que pode obter energias > 60 keV) necessária a este tipo de experimento. Vale salientar que em breve será inaugurado o Sírius (novo acelerador de partículas brasileiro) que terá um linha de luz dedicada aos estudos de PDF e ainda não há muitos usuários da técnica no nosso país. Logo, há necessidade para a universidade e para o país de pessoal treinado e habilitado para tal tarefa.

3. APRESENTAÇÃO

Entender a formação de nanomateriais é fundamental para desenvolver métodos de síntese de nanopartículas com propriedades controladas (tamanho, forma, composição, etc.) para que suas performances (atividade, estabilidade, seletividade, etc.) possam ser otimizadas para aplicações específicas (catálise, energia, medicina, etc.). O grupo da University of Copenhagen desenvolveu um novo método de síntese industrialmente relevante de nanopartículas de metais preciosos (por exemplo, platina) em mono-álcoois alcalinos a partir de sais de cloreto de platina. Em comparação com os métodos de síntese usuais, obtêm-se propriedades catalíticas aprimoradas, e o método de produção mostra características promissoras para aplicações industriais [1]. O tamanho é controlado na faixa de 1 a 6 nm de uma maneira simples, escalável e eficiente de recursos, por meio de um processo de nucleação e crescimento [2]. A natureza do solvente, a base e o precursor usados para a síntese são parâmetros simples, porém importantes.

4. JUSTIFICATIVA:

A partir de estudos anteriores usando SAXS e EXAFS, estabelecemos que eles controlam a cinética da formação, bem como a fase de crescimento das nanopartículas [3]. No entanto, as técnicas de caracterização utilizadas até agora são as mais adequadas para o estudo precoce ou tardio da formação: antes e depois da nucleação. Para entender e controlar ainda mais o mecanismo de crescimento, precisamos entender as estruturas atômicas dos aglomerados pré-nucleação e a transformação estrutural que ocorre dos aglomerados iônicos às partículas sólidas. Nossa hipótese é que a natureza das espécies precursoras/pré-nucleação durante as etapas imediatamente anteriores à nucleação é fundamental. A análise da função de distribuição de pares in situ (PDF) é uma técnica ideal e única para investigar esta hipótese.

Nossa síntese é realizada em baixa temperatura ($<80\text{ }^{\circ}\text{C}$), o que a torna ideal para medições de PDF in-situ com resolução de tempo de escala de segundo a minuto, sem a necessidade de um design extenso de célula. Isso nos permitirá deduzir as mudanças estruturais que ocorrem, como complexos de cloreto de platina reorganizar e formar nanopartículas de platina, o método de produção mostra características promissoras para aplicações industriais [1]. O tamanho é controlado na faixa de 1 a 6 nm em uma maneira simples, escalável e eficiente de recursos por meio de um processo de nucleação e crescimento [2]. A natureza do solvente, a base e o precursor usados para a síntese são parâmetros simples, porém importantes.

5. OBJETIVOS:

Os estudos de PDF in situ complementarão os dados EXAFS e SAXS existentes e estabelecerão se, antes da nucleação, o solvente influencia a natureza das espécies precursoras e intermediárias formadas, já que seremos capazes de deduzir a estrutura atômica das espécies pré-nucleação. Esse conhecimento deve (i) ajudar a racionalizar o mecanismo em jogo antes ou no estágio inicial da nucleação. Isso levará a estratégias para controlar a cinética e o tamanho alcançado durante a produção de nanopartículas. Por exemplo, os resultados ajudarão a (ii) selecionar/projetar uma combinação otimizada de precursor-solvente para uma produção confiável de nanopartículas. Medidas in situ resolvidas no tempo permitirão, além disso, (iii) seguir diretamente os mecanismos de nucleação. (iv) A influência do solvente e a cinética relacionada da formação das principais espécies intermediárias serão identificadas. Mais conhecimento será adquirido sobre o mecanismo geral de crescimento dos cristais de metais preciosos.

6. METODOLOGIA

Vamos realizar estudos in situ e estudos ex situ complementares para obter insights sobre os mecanismos de nucleação. Dados de alta qualidade ex situ de dois precursores diferentes (sais de platina em soluções alcalinas) em diferentes solventes / com diferentes aditivos serão medidos. Isso deve levar cerca de 2 horas (incluindo testes, experiência medições e tempo de buffer). Os estudos in situ irão revelar os mecanismos de formação de Pt a partir de clusters pré-nucleação. O efeito do solvente, a natureza do aditivo alcalino, a natureza do precursor e sua concentração (2 valores para cada parâmetro) podem ser estudados em 8 experimentos in situ. Com base nas medições anteriores in-situ do SAXS, a nucleação ocorre em cerca de 4-6 horas, dependendo das condições de síntese. Esses experimentos devem então levar cerca de: $2h + 6 \times 4h + 2 \times 8h +$ medições de radiação de fundo, configuração, testes e tempo de buffer = 48 horas. As misturas de reação serão feitas de H_2PtCl_6 a 2,5-10 mM em metanol alcalino ou etanol com uma razão base/Pt de 0 ou 20, de maneira similar aos estudos anteriores [1-4]. A reação ocorre a baixas temperaturas ($50\text{ }^{\circ}\text{C}$ - $70\text{ }^{\circ}\text{C}$), e os SAXS estudados mostraram que a reação pode ser feita em capilares fechados aquecidos com um soprador de ar quente. Usaremos capilares kapton, que podem ser aquecidos usando um túnel de criostato.

7. METAS, ETAPAS E ATIVIDADES

As metas estão descritas na tabela a seguir bem como seus objetivos.

	METAS	OBJETIVOS
<i>i</i>	Visita à University of Copenhagen	Estabelecer a colaboração com a Prof ^a Kirsten M. O. Jensen
<i>ii</i>	Convite para a participação no projeto	Conhecer e tornar-me usuária do APS, laboratório de última geração para medidas de PDF
<i>iii</i>	Execução das medidas experimentais no APS	Obter dados de alta qualidade para as análises
<i>iv</i>	Medidas auxiliares	Complementar (se necessário) informações
<i>v</i>	Análise dos dados	Neste caso, deduzir a estrutura atômica das espécies (nanopartículas de platina) pré-nucleação
<i>vi</i>	Preparação de divulgação científica	Publicações de alto impacto
<i>vii</i>	Possível visita da Prof. Kirsten à UFABC	Para conhecer a Universidade e ministrar um minicurso sobre a técnica de análise de dados de PDF

8. PRAZO E CRONOGRAMA DE EXECUÇÃO

ATIVIDADES	Mês							
	7	8	9	10	11	12	1/19	2/19
	jul	ago	set	out	nov	dez	jan	fev
Visita à University of Copenhagen								
Convite para a participação no projeto								
Execução das medidas experimentais no APS								
Medidas auxiliares								
Análise dos dados								
Preparação de divulgação científica								
Possível visita da Prof. Kirsten à UFABC para ministração de um minicurso sobre a técnica de PDF								

9. INDICADORES

Publicação em revista científica indexada.

10. RESULTADOS ESPERADOS

As metas propostas neste projeto visam o aprimoramento e compreensão das propriedades estruturais do grupo de moléculas que serão contempladas para o estudo. Garantir a caracterização estrutural que é de crucial relevância para o desenvolvimento e otimização de desse grupo de nanopartículas. Espera-se ainda, a implementação de uma nova ferramenta analítica ao escopo de técnicas usadas por nosso grupo de pesquisa aqui na UFABC. Esperamos realizar um estudo das possibilidades de aplicação do método de análise da função de distribuição de pares (PDF) à caracterização de outros materiais desenvolvidos aqui em diversos grupos com quem colaboramos, a exemplo: grupo da Prof^a Iseli Nantes e Prof^a Amedea Seabra. Este será um trabalho de base, visto que é uma vertente nova para nosso grupo de pesquisa. O objetivo é agregar esta ferramenta analítica àquelas que já são tradicionalmente utilizadas em nosso grupo para analisar dados de difração de raios X, agora de espalhamento total.

11. EQUIPE DO PROJETO

Técnicos da unidade executora ou externos responsáveis pela formulação, implantação, monitoramento e avaliação do projeto. Deverá ser indicado, obrigatoriamente, um coordenador.

EQUIPE TÉCNICA							
Nome	CPF	SLAPE	Instituição (vínculo empregatício)	Função no projeto	Carga horária Total	Duração da participação (meses)	Valor Total (quando envolver pagamento)
Fanny Nascimento Costa	099125677-81	1656779	Docente UFABC	Pesquisadora convidada	240h	8	-

12. PREVISÃO ORÇAMENTÁRIA:

O custo total para realização do projeto é de R\$ 0,00, com aplicação prevista conforme discriminado abaixo.

ITENS DE DESPESA	VALOR (R\$)
PESSOA FÍSICA	
CLT	-
Autônomo	-
Estagiário	-
Bolsa de Extensão	-
Bolsa de Pesquisa	-
Bolsa de Ensino	-
MATERIAL DE CONSUMO	
Material de consumo nacional	-
MATERIAL PERMANENTE E EQUIPAMENTOS	
Equipamento nacional	-
Material Permanente Nacional	-
Livros	-
SOFTWARE	
Software ou licença de software	-
PASSAGENS	
Passagens aéreas nacionais	-
Passagens aéreas internacionais	-
Passagens terrestres	-
DIÁRIAS	
Diárias nacionais (R\$320,00 - CNPq)	-
Diárias internacionais	-
PESSOA JURÍDICA	
Exemplo: Serviços gráficos (faixas, banners, folders e panfletos)	-
Exemplo: Serviços de apoio à realização de eventos (cerimonial, locação de equipamentos de som, coffee break)	-
Exemplo: Serviços de transporte	-
Exemplo: Serviços de manutenção de Equipamentos	-
IMPORTAÇÃO	
Material de consumo importado	-
Equipamento importado	-
Despesas acessórias de importação	-
CUSTO OPERACIONAL ADMINISTRATIVO	
Custo Operacional Fundep (quando necessário) entre 8% e 10%	-
RECOLHIMENTO VIA GRU – RESOLUÇÃO DA UFABC	
UFABC (entre 8% e 10% quando se aplicar)	-
TOTAL	

12.1 Fonte de Financiamento

Como pesquisadora convidada do projeto, as despesas são de responsabilidade da Prof^a Kirsten Jensen da University of Copenhagen. Quanto às despesas de viagem eu arcarei com as mesmas.

13. CONCLUSÃO

A implementação de uma nova ferramenta analítica ao escopo de técnicas de análise estrutural usadas por nosso grupo de pesquisa (difração de raios X) aqui na UFABC será de imensa importância. Esperamos realizar um estudo das possibilidades de aplicação do método de análise da função de distribuição de pares (PDF) à caracterização de outros materiais desenvolvidos aqui em diversos grupos com quem colaboramos, a exemplo: grupo da Prof^a Iseli Nantes e Prof^a Amedea Seabra, visto que é um método importantíssimo quando se trata de análise de nanoestruturas ou materiais amorfos, para os quais ainda não há nenhuma técnica mais específica na universidade para o estudo “estrutural” (ordem de curto e médio alcance atômico) dos mesmos.

14. APROVAÇÃO NA INSTITUIÇÃO

Este projeto foi aprovado pelo Conselho do Centro _____ em ____/____/_____.

Santo André, 23 de Julho de 2018.

Professor(a) Dr(a). Fanny Nascimento Costa
Coordenador(a) do Projeto