

REVISTA

IPT

Tecnologia
e inovação

05

ipt
INSTITUTO DE
PESQUISAS
TECNOLÓGICAS

Agosto/2017



MEIO AMBIENTE

Avaliação com base em critérios específicos garante qualidade de empreendimentos

PARTÍCULAS

Estimativa e avaliação da incerteza de medição pela técnica de espalhamento de luz

ESTRUTURAS

Nova versão de norma da ABNT para inspeção de pontes e viadutos



REVISTA IPT | Tecnologia e Inovação

v.1, n.5, agosto, 2017

Quadrimestral

Conselho Editorial

Adriana Camargo de Brito

Alex Fedozzi Vallone

Alexandre Muselli Barbosa

Ana Carolina Carneiro

Célia Aparecida Lino dos Santos

Claudia Echevengúá Teixeira

Cyntia Matteucci

Denis Bruno Virissimo

Gilder Nader

Juliana Lopes Cardoso

Rima Yehia

Conselho técnico administrativo

Edna Baptista dos S. Gubitoso

Zehbour Panossian

ISSN 2526-5830

Copyright© IPT. Todos os direitos reservados. Todos os textos, imagens, gráficos, e outros materiais são protegidos por direitos autorais e outros direitos de propriedade intelectual pertencentes ao IPT. A reprodução dos textos da Revista IPT somente será permitida para fins didáticos e de pesquisa, desde que com a citação deste material. Proibida a reprodução total ou parcial, com intuito de lucro direto ou indireto, por qualquer meio ou processo.

Créditos técnicos

ARTE E DIAGRAMAÇÃO:

Augusto Max Colin

REVISÃO:

Edna Baptista dos S. Gubitoso

Zehbour Panossian

Av. Prof. Almeida Prado, 532 - Cidade Universitária - Butantã
05508-901 - São Paulo - SP

ISSN 2526-5830

#05

Revista IPT:
Tecnologia
e inovação

Artigos técnicos

SUMÁRIO

p. 06

Desenvolvimento de método para elaboração de projetos de compensação ambiental

p. 17

Principais aspectos abordados na ABNT NBR 9452:2016, a importância das atividades de manutenção em pontes e viadutos e as dificuldades das condições de acesso às inspeções

p. 41

Corrosão e proteção de ímãs de terras raras: revisão de patentes

p. 55

Compactação de sinais de campo para execução de ensaio acelerado de durabilidade

p. 67

Cálculo e avaliação da incerteza estimada de medição de ensaios de análise de tamanho de partículas por espalhamento dinâmico de luz (DLS)

EDITORIAL



Fernando José Gomes Landgraf
Diretor presidente do IPT

Esta quinta edição da 'Revista IPT, Tecnologia e Inovação', lançada em agosto de 2017, marca um momento importante na vida do IPT: o início do planejamento 2018-2022 e a finalização de grandes propostas de projeto voltadas ao apoio do IPT à transformação digital das empresas e dos municípios. Os artigos técnicos selecionados, de autoria de pesquisadores do Instituto, compartilham conhecimento em cinco diferentes áreas, mostram que a casa já está ligada no conceito por diversos caminhos.

Primeiramente, sob o título "Desenvolvimento de método para elaboração de projetos de compensação ambiental", apresenta-se metodologia de avaliação com base em critérios específicos para subsidiar projetos de compensação ambiental para ampliar ganhos. Sua aplicação foi feita numa área em processo de licenciamento para

uma obra da Hidrovia Tietê-Paraná, que previa retirada de árvores isoladas e intervenção em Áreas de Preservação Permanente. O método proposto visa assegurar a qualidade ambiental do empreendimento.

Na sequência, artigo intitulado "Principais aspectos abordados na ABNT NBR 9452:2016, a importância das atividades de manutenção em pontes e viadutos e as dificuldades das condições de acesso às inspeções", focaliza a importância estratégica em se antecipar aos problemas que vêm com o tempo de uso dessas 'Obras de Arte Especiais'. Suas condições estruturais, funcionais e durabilidade devem ser preservadas. Neste sentido, o novo texto da norma traz diretrizes para inspeção que facilitam a interpretação e análise dos dados.

O estudo "Corrosão e proteção de ímãs de terras-raras: revisão de patentes" apresenta uma revisão bibliográfica, com foco em patentes relacionadas à corrosão e proteção em ligas para ímãs de terras-raras. Trata-se de material muito demandado para fabricação de produtos de alto valor agregado, a exemplo de motores para veículos elétricos ou híbridos e geradores eólicos. Hoje, China e Japão lideram os registros de patentes relacionadas à corrosão em ímãs de terras-raras e seus revestimentos.

Artigo intitulado "Compactação de sinais de campo para execução de ensaio acelerado de durabilidade" discute a utilização eficaz da ferramenta compactada. Os autores consideram que, apesar da disponibilidade de recursos computacionais avançados para análise, ensaios físicos de durabilidade seguem como etapa decisiva no projeto mecânico e estrutural de novos produtos. Considerando custos e duração desses ensaios, procura-se reduzir seu tempo de execução mediante compactação dos sinais de campo. Apresentam-se características deste procedimento, comparando benefícios e limitações.

Finalizando esta edição, "Cálculo e avaliação da incerteza estimada de medição de ensaios de análise de tamanho de partículas por espalhamento dinâmico de luz (DLS)" apresenta dados com foco nos ensaios de análise do tamanho de partículas, empregando técnica de espalhamento de luz. Foram identificadas 14 possíveis fontes de incerteza e selecionadas aquelas com maior potencial de impacto.

Desenvolvimento de método para elaboração de projetos de compensação ambiental

Development of a method for elaboration of environmental compensation projects

Mariana Hortelani Carneseca Longo^a, Caroline Almeida Souza^a, Aline Ribeiro Machado^a, Maria Lucia Solera^a, Ana Paula de Souza Silva^a

^a Seção de Sustentabilidade de Recursos Florestais, Centro de Tecnologia de Recursos Florestais, Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A., São Paulo-SP, Brasil.

*E-mail: marihc@ipt.br

Palavras-chave:

compensação ambiental; diagnóstico ambiental; projeto de recuperação ambiental; seleção de áreas; zoneamento ambiental.

Keywords:

environmental compensation; environmental assessment; environmental recovery project; selection of area; environmental zoning.

Resumo

No Estado de São Paulo, a compensação ambiental de áreas objeto de pedido de autorização para supressão de vegetação nativa e intervenção em Áreas de Preservação Permanente (APP) geralmente requer a assinatura do Termo de Compromisso de Recuperação Ambiental (TCRA), celebrado entre órgão ambiental licenciador e o empreendedor. Por ser um processo autodeclaratório por parte do empreendedor, em alguns licenciamentos ambientais não se percebe uma conexão entre o diagnóstico ambiental, a análise de impactos e as propostas de mitigação e de compensação – etapas importantes para garantir a qualidade ambiental do empreendimento. Nesse contexto, este trabalho apresenta um método de avaliação ambiental com base em critérios específicos para subsidiar projetos de compensação ambiental de forma a ampliar os ganhos ambientais. O método foi aplicado em uma área em processo de licenciamento para uma obra da Hidrovia Tietê-Paraná, cujo projeto de compensação ambiental refere-se ao TCRA relativo à supressão de árvores isoladas e à intervenção em APP. A localização proposta para as áreas de compensação ambiental foi definida com vistas a aumentar o tamanho e a conectividade e modificar a forma dos quatro fragmentos existentes. O diagnóstico ambiental realizado incluiu a identificação dos fatores de perturbação e indícios de degradação, o que possibilitou reconhecer as diferentes condições ambientais da área e zonedar as áreas destinadas ao plantio. Para cada classe do zoneamento, definiu-se estratégias específicas de recuperação quanto às ações de conservação, manejo e restauração ecológica, possibilitando a otimização dos ganhos ambientais obtidos com a implantação dos projetos de recuperação ambiental.

Abstract

In São Paulo, the environmental compensation related to the suppression of native vegetation and to the intervention in Permanent Preservation Areas (PPA) generally requires the establishment of the Environmental Recovery Commitment Agreement (ERCA) between the environmental agency and the entrepreneur. Being a self-declaratory process, the environmental licensing sometimes fails to establish a connection between the environmental assessment, the analysis of impacts and the proposed mitigation and compensation - important steps to ensure the environmental quality of the project. In this context, this paper presents an environmental assessment method based on specific criteria to subsidize environmental compensation projects in order to increase the environmental gains. The method was applied in an area under environmental licensing for a work to be done in the Tietê-Paraná Waterway whose environmental compensation project includes planting tree seedlings to meet the ERCA related to the elimination of isolated trees and intervention in PPA. The proposed location for the areas of environmental compensation was set in order to increase the size and the connectivity and modify the shape of four existing fragments. The environmental assessment included the identification of disturbance factors and evidence of degradation which allowed recognizing the different environmental conditions of the area and the zoning of the planting areas. For each zoning-class specific strategies for recovery were defined regarding the actions of conservation, the management and the ecological restoration, allowing the optimization of the environmental gains from the implementation of environmental recovery projects.

1 Introdução

No estado de São Paulo, a compensação ambiental de áreas objeto de pedido de autorização para supressão de vegetação nativa e intervenção em Áreas de Preservação Permanente (APP) geralmente requer a assinatura do Termo de Compromisso de Recuperação Ambiental (TCRA), celebrado entre órgão ambiental licenciador e o empreendedor (SÃO PAULO, 2014). Por ser um processo autodeclaratório por parte do empreendedor, em alguns licenciamentos ambientais não se percebe uma conexão entre o diagnóstico ambiental, a análise de impactos e as propostas de mitigação e de compensação – etapas importantes para garantir a qualidade ambiental do empreendimento.

Fato esse foi observado por Hofmann (2015) que ao analisar os gargalos do licenciamento ambiental no Brasil, concluiu haver falta de visão holística do processo de Avaliação de Impacto Ambiental (AIA) e de conexão lógica e proporcionalidade entre medidas protetivas, mitigadoras, compensatórias e a compensação ambiental. Como proposta de ação para o enfrentamento do problema identificado, a autora sugere a elaboração de manual técnico, com o intuito de orientar sobre as melhores técnicas para AIA, composto por: diagnóstico (associado aos aspectos ambientais específicos de cada tipologia), avaliação de impactos ambientais, prognóstico, avaliação da viabilidade e proposição de medidas protetivas, mitigadoras e compensatórias.

Nesse contexto, este trabalho apresenta um método de avaliação ambiental com base em critérios específicos para subsidiar projetos de compensação ambiental de forma a ampliar os ganhos ambientais.

2 Metodologia

O método proposto é composto por quatro etapas: (i) seleção da área para compensação ambiental; (ii) diagnóstico ambiental; (iii) zoneamento ambiental; e (iv) projetos de compensação ambiental (Figura 1).

A primeira etapa (seleção da área) consiste do reconhecimento da área proposta para projeto de compensação ambiental, em que serão considerados os seguintes aspectos: a) presença de fragmentos florestais na propriedade; b) forma dos fragmentos florestais da propriedade; c) tamanho dos fragmentos florestais da propriedade; d) potencial de conectividade da área de plantio com fragmentos florestais dentro e fora da propriedade; e) potencial da área de plantio em colaborar para a atenuação de processos de degradação dos fragmentos florestais existentes na propriedade; e f) uso do solo do entorno imediato da propriedade.

O reconhecimento prévio em campo permite identificar as alternativas de localização das áreas para compensação ambiental. Para analisar as alternativas, usam-se métricas da paisagem, considerando a paisagem na sua dimensão ecológica ou geográfica, aludida aos sistemas naturais que a configuram (PIRES, 1992). A análise da estrutura da paisagem com a ajuda de métricas ocorre em três níveis, quais sejam: (i) manchas, (ii) classe e (iii) paisagem. A escolha das métricas que serão utilizadas depende da configuração e composição da paisagem a ser analisada.

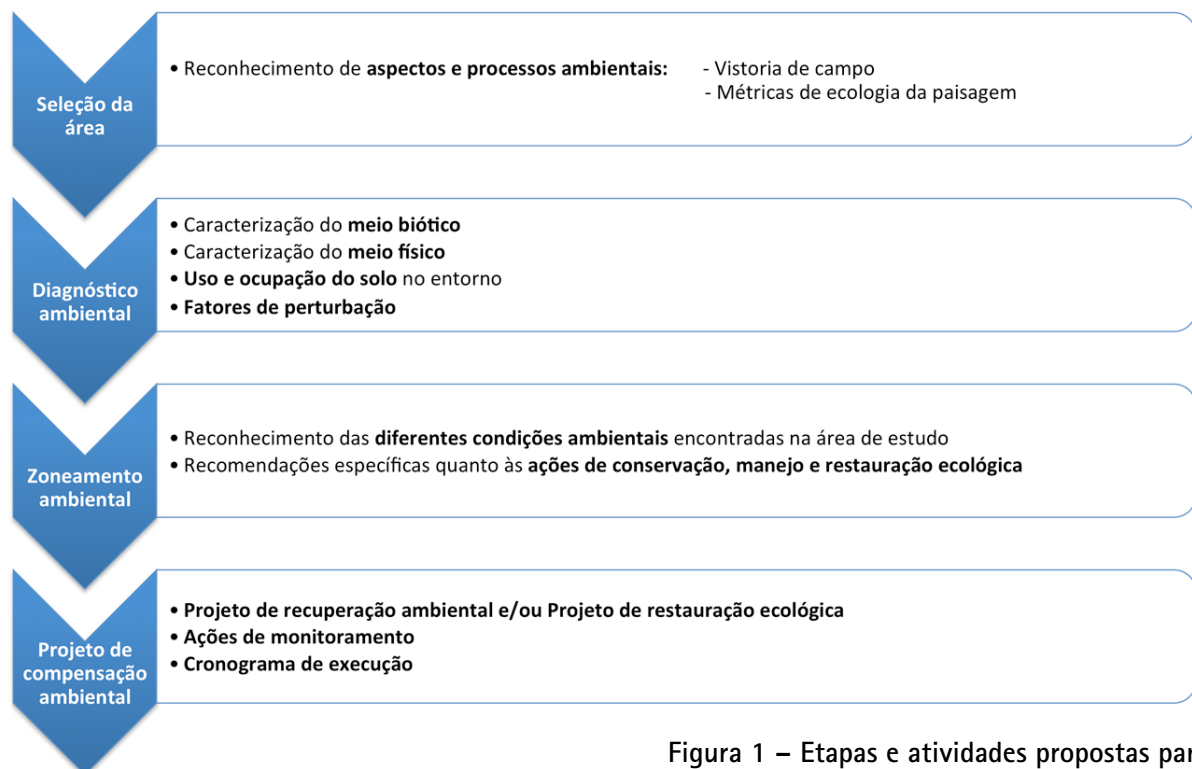


Figura 1 – Etapas e atividades propostas para elaborar projeto de compensação ambiental.

A segunda etapa corresponde ao diagnóstico ambiental dos meios físico e biótico, do uso e ocupação do solo no entorno e da identificação dos fatores de perturbação presentes na área selecionada e destinada ao projeto de compensação ambiental. Com esse diagnóstico detalhado é possível reconhecer as diferentes condições ambientais encontradas na área de estudo e, a partir disso, elaborar o zoneamento das áreas destinadas ao projeto de compensação ambiental (terceira etapa). De acordo com as características ambientais encontradas em cada classe do zoneamento, é possível apresentar recomendações específicas quanto às ações de conservação, manejo e restauração ecológica, que constitui o projeto de compensação ambiental (quarta etapa). Sendo assim, o projeto de compensação proposto pode apresentar mais de um método de recuperação, pois levará em consideração o zoneamento ambiental da área de estudo.

Com o intuito de avaliar o método proposto, este foi aplicado em uma área em processo de licenciamento referente a uma obra de dragagem da Hidrovia Tietê-Paraná, cujo projeto de compensação ambiental se refere ao plantio que visa atender ao TCRA relativo à supressão de árvores isoladas e à intervenção em Área de Preservação Permanente.

3 Resultados e discussão

Na vistoria técnica, foi observado que o entorno imediato da propriedade está composto pela Represa Barra Bonita, área de pasto e um remanescente florestal. A propriedade apresenta quatro fragmentos florestais (Fragmentos 1, 2, 3 e 4). O Fragmento 1, refere-se ao contínuo florestal do entorno, os Fragmentos 2 e 3 estão isolados, e o Fragmento 4, refere-se ao pequeno fundo de vale que margeia um curso d'água.

O reconhecimento dos fragmentos existentes na área permitiu analisar a proposta de localização das áreas destinadas ao projeto de compensação ambiental. Para tal, determinou-se o tamanho dos fragmentos florestais da propriedade, conforme classificação de Almeida (2008) e o índice de circularidade (IC) para conhecer a forma dos fragmentos analisados, conforme Chaturvedi et al. (1926, apud ETTO et al., 2013) e sua classificação conforme Nascimento et al. (2006). O IC é calculado pela fórmula: $IC = 2\sqrt{\pi \cdot S/P}$, na qual S é a área do fragmento e P o perímetro do mesmo fragmento. Essa análise foi repetida até obter a melhor a proposta de localização das áreas de compensação ambiental.

A localização proposta para as áreas de compensação ambiental, tanto para recomposição de Reserva Legal quanto para cumprimento dos TCRA, foi definida de maneira a aumentar a área e modificar a forma dos Fragmentos 1 e 2, bem como conectar o Fragmento 4 ao contínuo florestal onde o Fragmento 1 está inserido. Assim, com a implantação do plantio de compensação ambiental, a área formada pelos Fragmentos 1 e 4 será de 5,5854 ha, com IC igual a 0,64, deixando de ser considerado pequeno, sendo ainda classificada como alongada, porém mais próxima da mudança de classificação para moderadamente alongada (IC entre 0,65 e 0,85). O Fragmento 2 apresentará área de 3,6727 ha, com IC igual a 0,83, continuando a ser considerado um fragmento pequeno com forma moderadamente alongada, porém quase duplicando o seu tamanho original e se aproximando ainda mais à forma considerada ótima (IC maior que 0,85). **A Figura 2** indica a localização dos quatro fragmentos existentes na propriedade, bem como as duas áreas propostas para compensação ambiental.

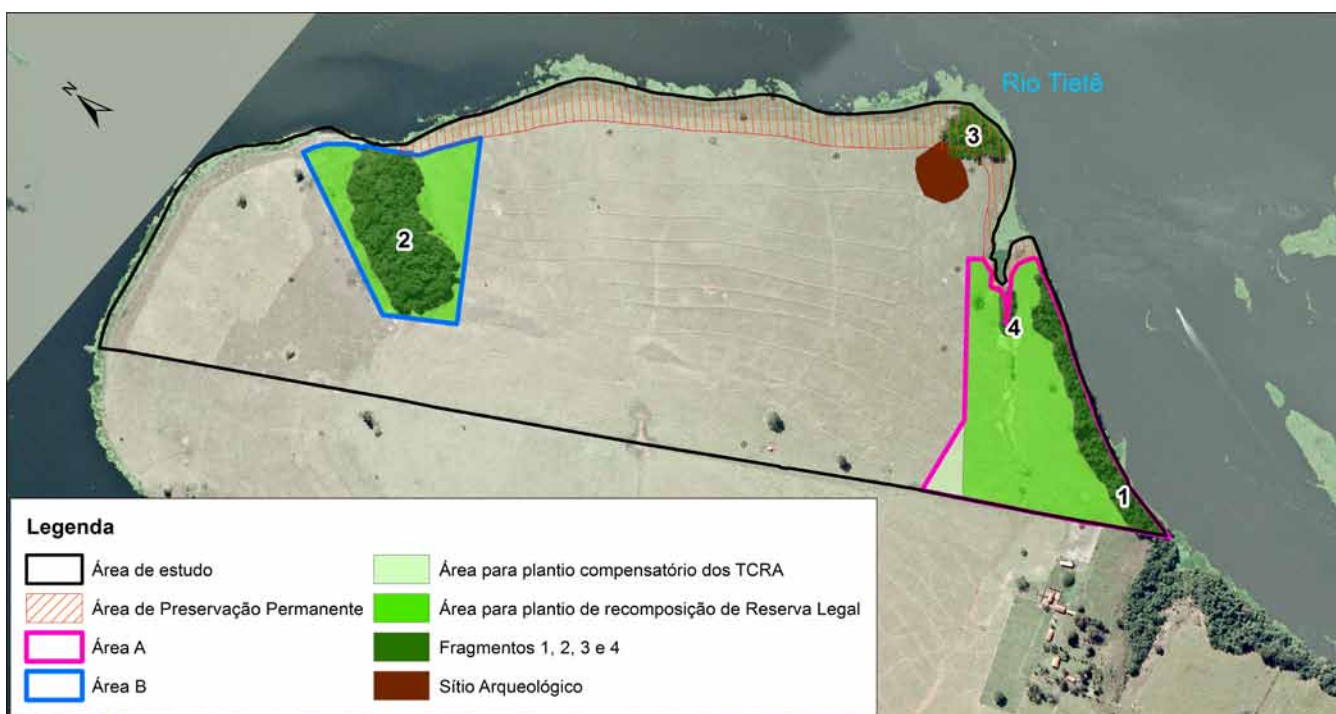


Figura 2 – Localização dos quatro fragmentos existentes na propriedade e das duas áreas propostas para compensação ambiental.

Após a seleção das áreas que serão alvo do projeto de compensação, foi realizada outra vistoria em campo por uma equipe multidisciplinar, para efetuar o diagnóstico ambiental detalhado das áreas de estudo, permitindo reconhecer as diferentes condições ambientais que influenciarão na tomada de decisão acerca do projeto de compensação. O **Quadro 1** apresenta os resultados do diagnóstico ambiental e do zoneamento ambiental, bem como as estratégias de recuperação que levam em consideração as ações prioritárias e complementares de conservação, manejo e restauração ecológica.

Quadro 1 – Zoneamento das áreas destinadas ao projeto de plantio de compensação ambiental, com detalhamento das ações de recuperação.

Área	Classes do zoneamento	Características do meio físico	Características do meio biótico	Fatores de degradação	Estratégias de recuperação	
					Ações prioritárias	Ações complementares
Area A	Fragmento florestal remanescente	Declividade de 25 % a 50 % Ocorrência de solos rasos	Predomínio de árvores com alturas variando de 6 m a 8 m e DAP médio de 15 cm Sub-bosque descontínuo e regeneração natural inexpressiva Baixa diversidade biológica	Desequilíbrio populacional de lianas Risco de trânsito de gado Risco de propagação de fogo	Abertura das covas Calagem e adubação de base Plantio de Enriquecimento Cercamento da área Construção de aceiro	Atividades de manutenção do plantio (Irrigação; Combate às formigas cortadeiras; Coroamento das mudas; Replanteio; Adubação de cobertura)

Continua...

Continuação do quadro 1

Área	Classes do zoneamento	Características do meio físico	Características do meio biótico	Fatores de degradação	Estratégias de recuperação	
					Ações prioritárias	Ações complementares
Área A	Campo antrópico	Declividade entre 3 % a 12 % (impedimento MODERADO à mecanização) Ocorrência de solos mais desenvolvidos	Predomínio de gramínea forrageira exótica (braquiária), sem indícios de regeneração natural de espécies nativas	Presença de espécie exótica invasora Risco de degradação do solo Risco de trânsito de gado Risco de propagação de fogo	Execução de um sistema de drenagem superficial das vias do entorno da área, constituídas de canaletas, rápidos e caixas de captação e transição Recuperação dos sulcos erosivos existentes por meio de aterro compactado Controle da braquiária (roçada e/ou capina química) Abertura de linhas de plantio; Calagem e adubação de base; Plantio total de alta diversidade; Semeadura de adubação verde nas entre linhas do plantio.	Atividades de manutenção do plantio (Irrigação; Combate às formigas cortadeiras; Coroamento das mudas; Replantio; Adubação de cobertura)

Continua...

Continuação do quadro 1

Área	Classes do zoneamento	Características do meio físico	Características do meio biótico	Fatores de degradação	Estratégias de recuperação	
					Ações prioritárias	Ações complementares
Área A	Entorno da linha drenagem	Declividade entre 12 % a 40 % (impedimento FORTE à mecanização) Presença de linha de drenagem intermitente Ocorrência de solos rasos no entorno da linha de drenagem	Predomínio de gramínea forrageira exótica (braquiária), sem indícios de regeneração natural de espécies nativas	Presença de espécie exótica invasora Área de empréstimo (solo exposto) Risco de trânsito de gado Risco de propagação de fogo	Recomposição de solo na área de empréstimo (no período seco) Controle da braquiária (roçada e/ou capina química) Abertura de linhas de plantio e/ou covas Calagem e adubação de base Semeadura de adubação verde	Atividades de manutenção do plantio (Irrigação; Combate às formigas cortadeiras; Adubação de cobertura)
Área B	Fragmento florestal remanescente	Declividade acima de 10 % Presença de linha de drenagem Ocorrência de solos rasos	Predomínio de árvores com altura variando entre 8 m a 12 m e DAP médio de 19 cm Sub-bosque descontínuo e regeneração natural inexpressiva Baixa diversidade biológica	Desequilíbrio populacional de lianas Risco de trânsito de gado Risco de propagação de fogo	Corte seletivo e manual das lianas Abertura das covas Calagem e adubação de base Plantio de enriquecimento Cercamento da área Construção de aceiro	Atividades de manutenção do plantio (Irrigação; Combate às formigas cortadeiras; Coroamento das mudas; Replantio; Adubação de cobertura)

Continua...

Continuação do quadro 1

Área	Classes do zoneamento	Características do meio físico	Características do meio biótico	Fatores de degradação	Estratégias de recuperação	
					Ações prioritárias	Ações complementares
Área B	Campo antrópico	Declividade entre 6 % a 20 % (impedimento variando de MODERADO a FORTE à mecanização) Ocorrência de solos mais desenvolvidos	Predomínio de gramínea forrageira exótica (braquiária), sem indícios de regeneração natural de espécies nativas.	Presença de espécie exótica invasora Risco de trânsito de gado Risco de propagação de fogo Risco de degradação do solo	Execução de um sistema de drenagem superficial das vias do entorno da área, constituídas de canaletas, rápidos e caixas de captação e transição Controle da braquiária (roçada e/ou capina química) Abertura de linhas de plantio Calagem e adubação de base Plantio total de alta diversidade Semeadura de adubação verde nas entre linhas do plantio	Atividades de manutenção do plantio (Irrigação; Combate às formigas cortadeiras; Coroamento das mudas; Replantio; Adubação de cobertura)

4 Conclusões

A implantação das ações apresentadas no projeto de compensação ambiental, relativo à supressão de árvores isoladas e à intervenção em Área de Preservação Permanente, elaborado por meio da metodologia proposta possibilitará a restauração ecológica pretendida considerando a otimização dos ganhos ambientais na área analisada. A otimização dos ganhos ambientais, neste caso, está representada pela atenuação do processo de degradação observado nos fragmentos florestais 1, 2 e 4, por meio do aumento da área e melhoria da forma destes fragmentos, além da promoção da conectividade entre os fragmentos 1 e 4, o que contribui para a melhoria da dinâmica desses fragmentos na paisagem local.

5 Agradecimentos

As autoras agradecem aos pesquisadores da Seção de Investigações, Riscos e Desastres Naturais – Sirden, do IPT, pelas importantes contribuições ao estudo; à Comissão Organizadora do 3º Congresso Brasileiro de Avaliação de Impacto (3º CBAI), realizado pela Associação Brasileira de Avaliação de Impacto, por autorizar a reprodução e divulgação do artigo publicado no Anais do referido congresso, à Empresa Paulista de Planejamento Metropolitano S.A. (EMPLASA), pela disponibilização das fotografias aéreas de 2010/2011, e ao Departamento Hidroviário, da Secretaria de Logística e Transporte do Estado de São Paulo, visto que este trabalho está inserido no Convênio ST/IPT – Apoio Tecnológico para a Hidrovia Tietê Paraná.

6 Referências

ALMEIDA, C. G. **Análise espacial dos fragmentos florestais na área do Parque Nacional dos Campos Gerais, Paraná**. 2008. 72 f. Dissertação (Mestrado em Gestão do Território) – Departamento de Geociências, Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2008.

ETTO, T. L.; LONGO, R. M.; ARRUDA, D. R.; INVENIONI, R. Ecologia da paisagem de remanescentes florestais na Bacia Hidrográfica do Ribeirão das Pedras – Campinas-SP. **Revista Árvore**, v. 37, n. 6, p. 1063-1071, 2013.

HOFMANN, R. M. **Gargalos do licenciamento ambiental federal no Brasil**. Brasília: Consultoria Legislativa, 2015. Disponível em: <<http://bd.camara.gov.br/bd/handle/bdcamara/24039>>. Acesso em: 09 ago. 2016.

NASCIMENTO, M. C.; SOARES, V. P.; RIBEIRO, C. A. S.; SILVA, E. Mapeamento dos fragmentos de vegetação florestal nativa da bacia hidrográfica do rio Alegre, Espírito Santo, a partir de imagens do satélite Ikonos II. **Revista Árvore**, v. 30, n. 3, p. 389-398, 2006.

PIRES, P. S. Procedimentos para a análise da paisagem na avaliação de impactos ambientais. In: SUREHMA / GTZ. **Manual de Avaliação de Impactos Ambientais (MAIA)**. Curitiba: SUREHMA, 1992. 281 p.

SÃO PAULO (Estado). Decreto n. 60.342, de 4 de abril de 2014. Dispõe sobre o procedimento para a imposição de penalidades, no âmbito do Sistema Estadual de Administração da Qualidade Ambiental, Proteção, Controle e Desenvolvimento do Meio Ambiente e Uso Adequado dos Recursos Naturais – SEAQUA, e dá outras providências. **Diário Oficial do Estado**, São Paulo, 5 abr. 2014. Disponível em: <http://www.ambiente.sp.gov.br/legislacao/files/2015/03/DecretoEstadual_60342_2014.pdf>. Acesso em: 08 ago. 2016.

Artigos técnicos

Principais aspectos abordados na ABNT NBR 9452:2016, a importância das atividades de manutenção em pontes e viadutos e as dificuldades das condições de acesso às inspeções

Main aspects covered in ABNT NBR 9452: 2016, the importance of maintenance activities in bridges and viaducts and the difficulties of the conditions of access to the inspections

Ciro José Ribeiro Villela Araujo^a

Resumo

As Obras de Arte Especiais, mais conhecidas como pontes, viadutos e passarelas são estruturas de extrema importância no desenvolvimento econômico e social do país. Estas obras estão sujeitas a todo tipo de ação do meio ambiente, tais como desgastes naturais e carregamentos acidentais durante sua vida útil. Para preservação das condições estruturais, funcionais e de durabilidade, o novo texto da ABNT NBR 9452 apresenta, com melhor clareza, um conjunto de diretrizes e especificações, para a realização das atividades de inspeção, facilitando a interpretação e análise dos dados levantados e proporcionando um trabalho eficiente e eficaz com informações realísticas para as atividades de manutenções. Este trabalho apresenta os principais aspectos observados na nova versão da norma de inspeção em pontes, viadutos e passarelas, mostra importância dos trabalhos de manutenção na vida útil dessas estruturas e as dificuldades nas condições de acesso aos trabalhos de inspeção. Foi realizada uma pesquisa exploratória dos requisitos da norma atual NBR 9452, simulou-se também uma situação hipotética de aumento da vida útil de uma obra de arte especial com atividades de manutenção e foram mostrados casos de dificuldades de acesso em inspeções realizadas e apresentadas algumas alternativas para facilitar os trabalhos de inspeção e manutenção.

^a Seção de Engenharia de Estruturas, Centro Tecnológico de Obras, Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A., São Paulo-SP, Brasil.

*E-mail: ciroaraujo@ipt.br

Palavras-chave:

inspeção; manutenção; ponte; viaduto; passarela; norma ABNT NBR 9452.

Keywords:

inspection; maintenance; bridge; viaduct; walkway, ABNT NBR 9452 standard.

Abstract

The Special Works of Art, better known as bridges, viaducts and catwalks are extremely important structures in the economic and social development of the country. These works are subject to all kinds of environmental action, such as natural wear and accidental loading during their lives. To preserve the structural, the functional and the durability conditions, the new text of ABNT NBR 9452 presents, with greater clarity, a set of guidelines and specifications for conducting the inspection activities, facilitating the interpretation and the analysis of the data collected and providing an efficient and an effective work with realistic information for maintenance activities. This work presents the main aspects observed in the new version of the inspection standard in bridges, overpasses and walkways, shows the importance of maintenance work in the life of these structures and the difficulties in the conditions of access to the inspection work. An exploratory research was carried out on the requirements of the current standard NBR 9452, a hypothetical situation was also simulated to increase the useful life of a special work of art with maintenance activities and cases of access difficulties in Inspections were shown and some alternatives have been presented to facilitate inspection and maintenance work.

1 Introdução

As estradas e demais vias terrestres são importantes para o desenvolvimento social e econômico do país, uma vez que promovem o escoamento da riqueza interna, permitindo o transporte dos alimentos, da matéria prima, dos produtos, das exportações, importações, etc.

Para que esse desenvolvimento seja contínuo e efetivo, é necessária a construção e manutenção permanente das estradas, bem como de todos os elementos que as constituem, tais como, pavimentos, elementos de drenagem, obras de arte especiais, sistemas de sinalização, etc., com atividades de inspeções e intervenções por meio de manutenções periódicas.

A cultura de inspeção e manutenção de Obras de Arte Especiais (OAE's) (pontes rodoviárias, ferroviárias, viadutos, etc.) no Brasil é recente, sendo da década de 80 os primeiros estudos de patologias nas estruturas. Em 2003, foram apresentados com maior destaque aspectos relacionados à durabilidade e degradação das estruturas, com as publicações das revisões das Normas Técnicas, como é o caso da NBR 6118 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2003).

O controle de manutenção das edificações em geral (prédios, residências, indústrias, etc.) é regido por normas técnicas que apresentam requisitos, procedimentos e programas de manutenção preventiva dos elementos estruturais e suas partes constituintes, como acabamentos, revestimentos, instalações elétricas, equipamentos de ar condicionado, elevadores, etc., mencionados nas normas técnicas NBR 14037 e NBR 5674 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2011; 2012). A Norma de Inspeção Predial Nacional do IBAPE (INSTITUTO BRASILEIRO DE AVALIAÇÕES E PERÍCIAS DE ENGENHARIA, 2012) apresenta conceitos e critérios para uma avaliação sistêmica das edificações, classificando as não conformidades constatadas quanto a sua origem, grau de risco e fornecendo orientações técnicas necessárias à melhoria da manutenção dos sistemas e elementos construtivos.

Assim como nos edifícios, as pontes e viadutos também necessitam de um sistema de gestão de controle do estado de conservação. Essas obras estão na sua grande maioria submetidas a diversos tipos de ações do meio ambiente e de carregamentos. Existe uma norma técnica específica para os trabalhos de inspeções em pontes, viadutos e passarelas de concreto, que é a NBR 9452 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016).

Os trabalhos de inspeções em pontes e viadutos são atividades fundamentais na verificação das condições de conservação em que se encontram essas obras e dão subsídios ao planejamento dos trabalhos de manutenção. Também, cabe salientar a importância das condições de acesso aos locais a serem inspecionados, pois em muitas dessas estruturas não existem acessos adequados para os trabalhos de inspeções, principalmente nas regiões das juntas de dilatação e dos aparelhos de apoio, locais que apresentam grande incidência de anomalias.

O objetivo deste trabalho é apresentar os principais aspectos abordados na nova versão dessa norma de inspeção em pontes, viadutos e passarelas, mostrar a importância dos trabalhos de manutenção na vida útil dessas estruturas e abordar as dificuldades nas condições de acesso para os trabalhos de inspeção.

Para isso foi realizada uma pesquisa exploratória dos requisitos da norma atual

NBR 9452 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016) em que foram identificados, avaliados e analisados os principais aspectos abordados na nova versão revisada. Com base em revisão bibliográfica mostrou-se a vida útil de uma obra de arte especial, pela relação entre atividades de manutenção e a degradação temporal da obra em questão, simulou-se também uma situação hipotética de aumento da vida útil com atividades de manutenção. Finalmente, foram mostrados casos de dificuldades de acesso em inspeções realizadas e apresentadas algumas alternativas para facilitar os trabalhos de inspeção e manutenção.

2 Breve descrição de alguns aspectos da atual norma de inspeção em pontes, viadutos e passarelas de concreto

O novo texto da NBR 9452 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016) proporciona uma "padronização" quanto à identificação e avaliação dos elementos constituintes das OAE's. Fornece parâmetros destinados à sua classificação quanto ao estado de conservação e proporciona subsídios para priorizar ações com o objetivo de manutenção e intervenção das obras quanto à gravidade dos problemas observados.

Na sua especificação técnica os elementos pertencentes às pontes e viadutos são identificados em função do nível de importância em relação à segurança estrutural. Nesse aspecto, são designados como elementos principais os elementos que, caso ocorra um dano, podem ocasionar o colapso parcial ou total da obra. Em seguida, vêm os elementos secundários que, por sua vez, são aqueles que podem ocasionar a ruptura em apenas uma parte de um vão e, por fim, os elementos complementares sendo aqueles cujos danos não ocasionarão nenhum comprometimento estrutural.

Essa norma apresenta quatro tipos de inspeções, sendo elas: cadastral, rotineira, especial e extraordinária, essa última foi acrescentada nessa versão de 2016.

Segundo a NBR 9452 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016) as inspeções cadastrais possuem a finalidade de montar um registro da estrutura, sendo a primeira a ser realizada, devendo ser efetuada imediatamente após a conclusão da obra ou quando há uma alteração na configuração da mesma, como reforço estrutural, alargamento e acréscimo da estrutura e mudanças no sistema estrutural.

As inspeções rotineiras são atividades que visam acompanhar o estado de conservação e detectar eventuais anomalias existentes ou que venham a surgir, elas são realizadas com ou sem utilização de equipamentos especiais para análise ou acesso, sendo realizadas à distância, a partir do terreno, do nível d'água ou sobre o tabuleiro, devendo ser realizada num prazo não superior a um ano.

Nas inspeções rotineiras, deve ser verificada a evolução de anomalias já observadas em inspeções anteriores, bem como novas ocorrências, reparos ou recuperações já efetuadas, dando subsídios em tempo hábil ao planejamento dos trabalhos de inspeções especiais, cuja função é diagnosticar de maneira precisa as patologias existentes apresentando os tipos de terapias que as atividades de manutenção devem realizar.

Conforme já mencionado anteriormente, as inspeções especiais são realizadas com base nas inspeções rotineiras devendo ter uma periodicidade de cinco anos, podendo ser postergada para até oito anos, desde que se enquadre economicamente em obras com intervenções de longo prazo, conforme nota de classificação apresentada na NBR 9452 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016) e em obras que seja possível o acesso a todos os seus elementos constituintes, vistoriados durante as inspeções rotineiras.

Em determinados casos as inspeções especiais devem ser antecipadas quando a inspeção anterior indicar uma classificação de intervenção de curto prazo em relação aos parâmetros de desempenho estrutural e de durabilidade, e também quando forem previstas adequações de grande porte, como alargamentos, prolongamentos, reforços e elevação de classe portante (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016).

As inspeções especiais requerem meios e equipamentos que permitam a aproximação aos locais, áreas e pontos inspecionados da estrutura, podendo ser, por exemplo: escadas telescópicas; andaimes tubulares; caminhões com plataforma; caminhões dotados de dispositivos hidráulicos especiais; treliças móveis; guindastes, dispositivos de segurança do trabalho instalados sob os tabuleiros, como redes tensionadas para inspeção, etc.

Em muitos países, inclusive no Brasil, estão sendo utilizados "*DRONES*", que são veículos aéreos não tripulados controlados a distância por meios eletrônicos e computacionais, para auxiliar nos trabalhos de inspeção e monitoramento das estruturas de pontes e viadutos. Ressalta-se que, mesmo com o uso dessa tecnologia, não é dispensável o acompanhamento de profissionais habilitados para realização dos trabalhos de inspeção (ARAUJO, 2014).

Atualmente, o Japão utiliza sistemas de inspeção que podem ser empregados na investigação de superfícies de concreto, com uso de câmeras de alta resolução com infravermelho integrada a softwares. Esses sistemas são capazes de captar imagens a longas distâncias e com alta definição, podendo-se analisar fissuras com aberturas mínimas de até 0,1 mm, rastrear mudanças no comportamento dessas fissuras e avaliar regiões em que o concreto apresenta patologias.

As inspeções extraordinárias estão associadas às necessidades não programadas, por ocorrência de impactos de veículos, trem ou embarcações nas obras, ocorrências de eventos da natureza, como inundações, vendaval, sismos e outros, e quando é necessário avaliar mais criteriosamente um elemento ou parte da obra de arte especial.

Na NBR 9452 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016), são considerados os parâmetros estruturais, de durabilidade e de funcionalidade quanto à avaliação das OAEs, de modo que, para cada parâmetro analisado, são atribuídas notas de classificação, sendo elas: crítica (1), ruim (2), regular (3), boa (4) e excelente (5), o que permite uma visão qualitativa e quantitativa do estado de conservação, que reflete o quão grave podem ser os problemas detectados. A revisão anterior dessa norma, datada de 2012, não apresentava tão detalhadamente essa classificação (NBR 9452 da ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2012). Esses parâmetros de notas de classificação eram apresentados somente em especificações técnicas ou manuais de inspeção de órgãos governamentais reguladores de transportes, como a ARTESP e o DNIT (AGÊNCIA DE TRANSPORTE DO ESTADO DE SÃO PAULO, 2007; DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES, 2004).

Além dessa melhoria sob os aspectos de classificação, essa norma fornece roteiros e modelos de fichas de inspeções bem elaborados e detalhados e, também, desenhos esquemáticos com indicações da nomenclatura dos elementos das obras, facilitando a compreensão da equipe técnica para a identificação da tipologia das obras e dos elementos inspecionados e avaliações quanto às condições de conservação em que se encontram.

Outro aspecto importante que deve ser mencionado é a apresentação de um fluxograma de gerenciamento de Obras de Arte Especiais, que mostra a sequência das inspeções cadastrais, rotineiras, especiais e extraordinárias nas obras de arte, com as respectivas ações de intervenção quando necessárias.

3 A importância das manutenções na melhoria da vida útil das obras de arte especiais

As manutenções em obras de arte especiais são trabalhos destinados à preservação do patrimônio, visando manter e prolongar os aspectos estruturais, funcionais e de durabilidade das obras, retardando as anomalias que venham a surgir e tratando as que se desenvolvem ao longo da vida útil das estruturas.

A garantia de maior vida útil, com satisfatório desempenho funcional e estrutural, depende basicamente de uma adequada manutenção ao longo do tempo. Essa manutenção, tanto preventiva como corretiva, deverá fazer parte de um processo amplo de gestão das rodovias com suas respectivas obras de arte, compreendendo vistorias periódicas que visem identificar as falhas estruturais porventura existentes, diagnosticando-as e, em seguida, definindo as ações de recuperação, caso necessário (VITÓRIO, 2002).

Na **Figura 1**, é apresentado um gráfico que representa as atividades de manutenção em relação à vida útil da estrutura. O eixo da abscissa indica o tempo desde o início da construção (t_0) até a vida útil prolongada da estrutura, promovida por intervenções benéficas realizadas ao longo do tempo (T_L^3). O eixo da ordenada indica a capacidade resistente, sob os aspectos de durabilidade, segurança e resistência (R), e as solicitações (S), são as ações atuantes na estrutura.

A partir do tempo (t_0) a curva $R(t)$ apresenta o comportamento referente à perda de capacidade resistente da estrutura com o passar dos anos e a curva $S(t)$ as solicitações aplicadas na estrutura ao longo do tempo (ESPAÑA, 2011).

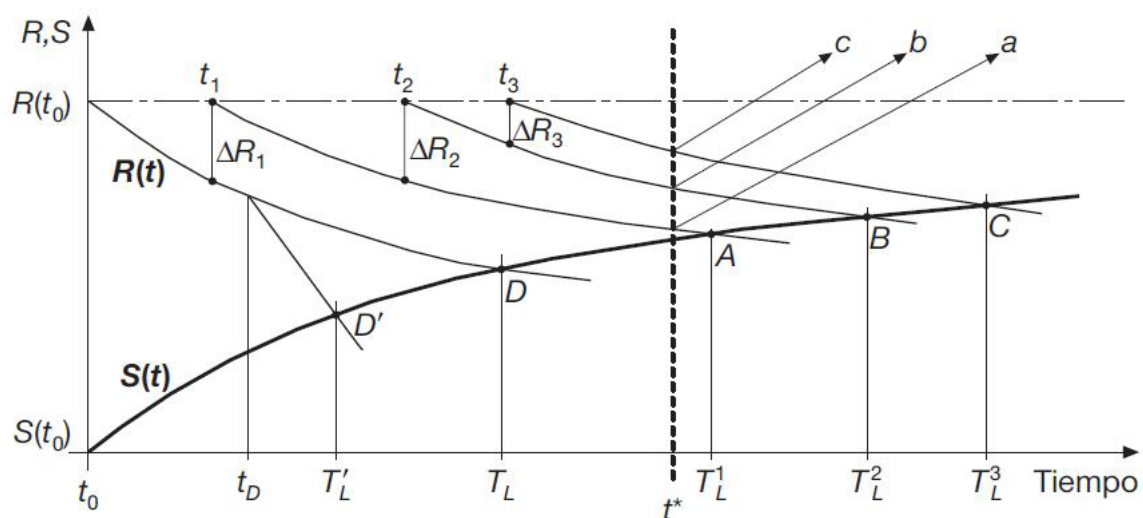


Figura 1 – Gráficos representando as Atividades de manutenção pelo Prolongamento do tempo de vida útil da estrutura.

Fonte: Espanha (2011).

O ponto (D) representa o tempo de vida útil da estrutura sem que tenham sido realizadas atividades de manutenção durante todo o período de vida útil da obra. Nota-se que a curva $S(t)$ é crescente, devido ao acréscimo das solicitações, como o aumento do tráfego de veículos e incrementos de carga devido a atividades realizadas sobre o tabuleiro das OAE's (recapeamentos do pavimento sem a remoção dos pavimentos degradados, etc.). A curva $R(t)$ é decrescente, indicando a perda de capacidade resistente da estrutura com o passar dos anos, devido à degradação da estrutura por ações do meio ambiente e por ausência de manutenções adequadas (ESPAÑA, 2011).

O ponto (D') indica uma situação indesejada, em que o tempo de vida útil da estrutura não é atingido, por falta de manutenção associada a perda de capacidade resistente prematura da estrutura com a degradações dos elementos estruturais.

Os pontos A, B e C indicam os limites em que a obra apresenta segurança estrutural [momento em que as curvas $R(t)$ e $S(t)$ se interceptam]. Observa-se que nos três casos o tempo de vida da estrutura foi prolongado, devido às intervenções realizadas pelas manutenções, em $\Delta R1$; $\Delta R2$ e $\Delta R3$ (ESPAÑA, 2011).

Verifica-se, no gráfico mostrado na **Figura 1**, que as intervenções realizadas pelas atividades de manutenção ($\Delta R1$; $\Delta R2$ e $\Delta R3$) contribuem para um maior tempo de vida útil da estrutura (T_L^1 ; T_L^2 ; e T_L^3), se comparado com a mesma estrutura sem a realização das atividades de manutenção T_L (ESPAÑA, 2011).

No intuito de exemplificar o gráfico mostrado na **Figura 1**, imaginemos a situação de uma ponte que será submetida a diversos tipos de manutenção ao longo de sua vida útil. A **Figura 2** mostra a situação de vida útil da estrutura sem a realização de atividades de manutenção. A intersecção das curvas R e S , no ponto D é o momento em que a vida útil é atingida no tempo t_f .

Na **Figura 3**, é representada uma manutenção $R1$, decorrente de pintura dos elementos estruturais da ponte e pequenos reparos nas barreiras rígidas e passeios. Com a aplicação de pintura adequada, reduz-se o tempo de carbonatação do cobrimento de concreto das armaduras, prolongando o tempo de vida útil da estrutura em t_1 .

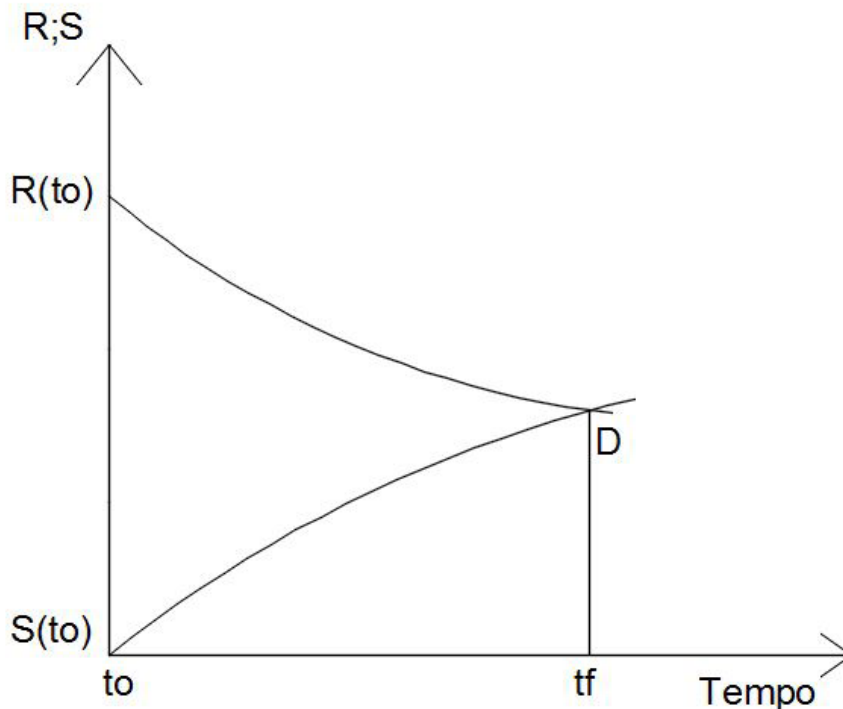


Figura 2 – Comportamento da estrutura sem ações de intervenção.

Fonte: elaboração própria.

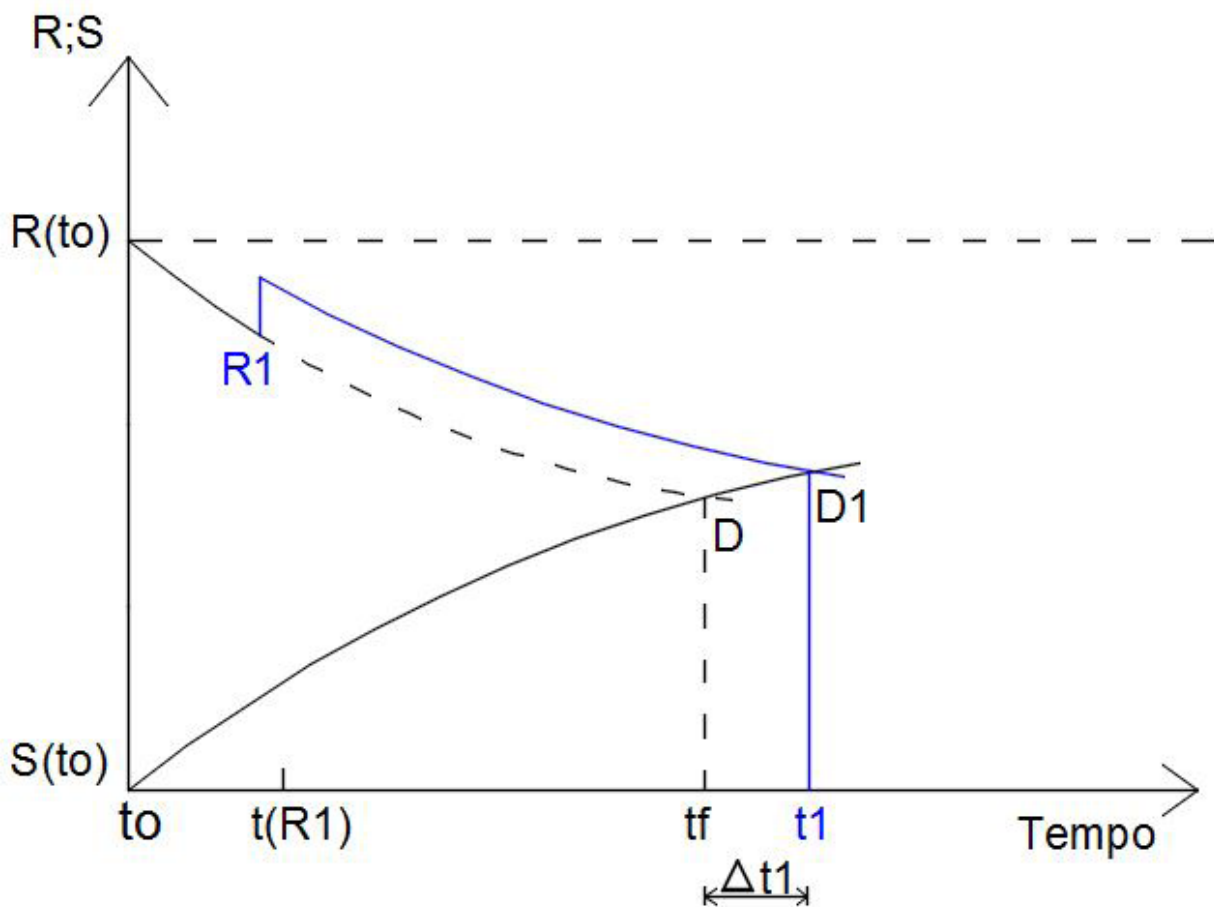


Figura 3 – Comportamento da estrutura com intervenções de manutenção por meio de pintura (R1), e o respectivo prolongamento da vida útil.

Fonte: elaboração própria.

Em continuidade aos trabalhos de manutenção apresentados na **Figura 3**, a intervenção R2 representada na **Figura 4**, indica ações de tratamento de corrosão inicial em armaduras das vigas longitudinais da superestrutura e melhoria do sistema de drenagem. Essa corrosão era provocada pela drenagem inadequada da tubulação de captação de águas pluviais da região dos passeios que despejavam as águas nas laterais das vigas, provocando a aceleração do processo de corrosão das armaduras. Com esta intervenção, houve um prolongamento da vida útil da estrutura em t_2 ($\Delta T1 + \Delta T2$).

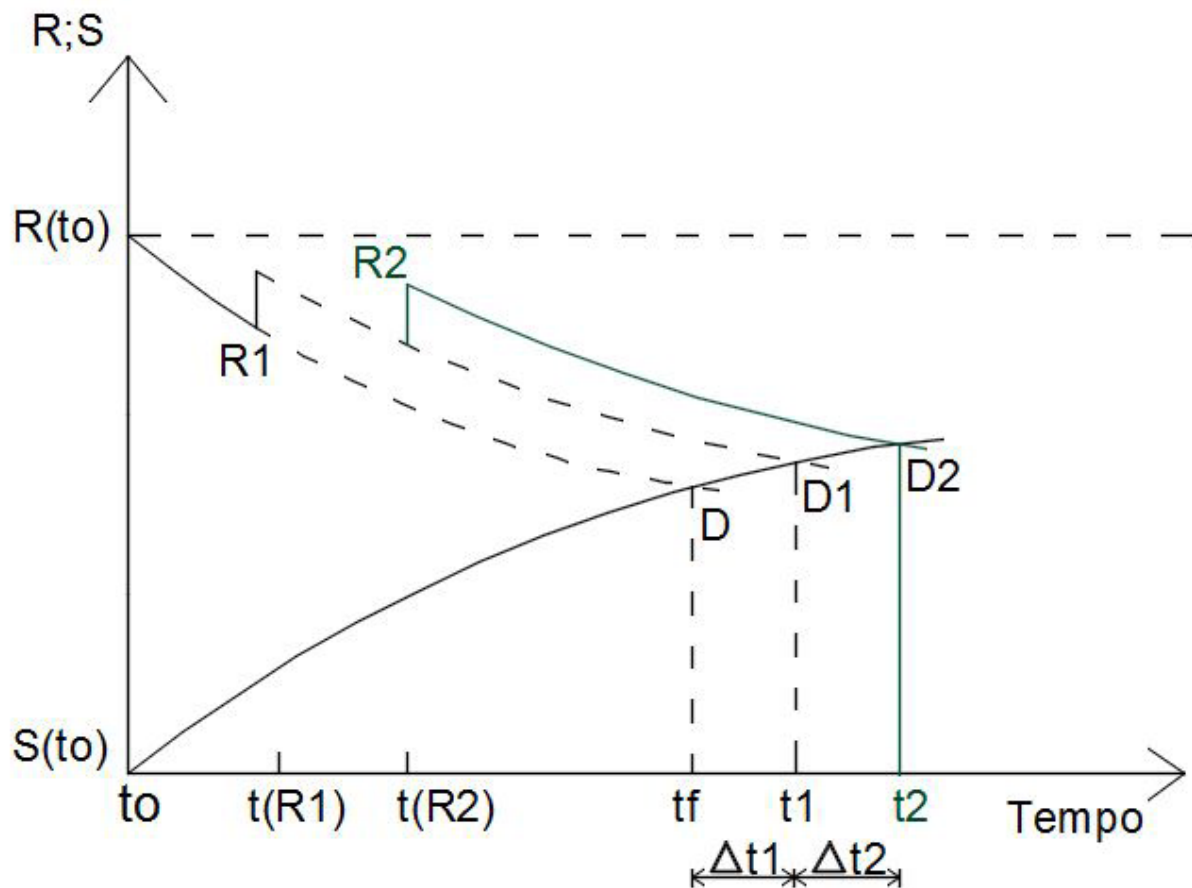


Figura 4 – Comportamento da estrutura com intervenções de manutenção por meio de pintura (R1), tratamento de corrosão e melhoria do sistema de drenagem (R2).

Fonte: elaboração própria.

A Figura 5 mostra a intervenção R3 correspondente a um reforço estrutural, por exemplo: uma protensão externa, a fim de solucionar problemas de vibrações excessivas da superestrutura com o aumento do tráfego de veículos de carga pesada sobre a ponte.

Com a utilização de reforço estrutural, a ponte passou a ter um tempo de vida útil de $t_3 = (T1+T2+T3)$.

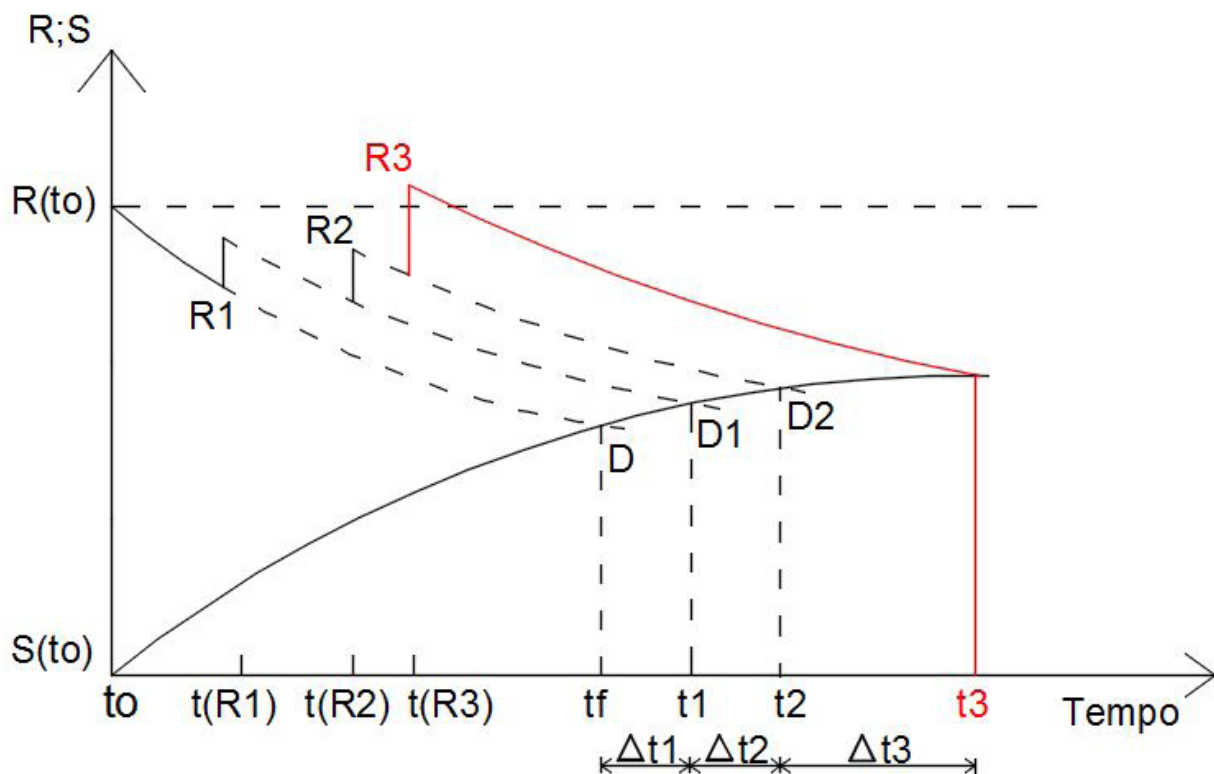


Figura 5 – Comportamento da estrutura com intervenções de manutenção por meio de pintura (R1), tratamento de corrosão e melhoria do sistema de drenagem (R2) e reforço estrutural por meio de protensão externa (R3).

Fonte: elaboração própria.

Como podem ser observadas nos gráficos, as manutenções proporcionam um aumento na vida útil das estruturas e, para que sejam eficazes e viáveis sob os aspectos financeiros, estruturais, funcionais e de durabilidade, é necessária uma gestão de atividades de inspeção e manutenção com procedimentos de inspeções sistemáticos, previstos por toda a vida útil da estrutura, com início a partir da sua fase de construção, identificando o real estado das obras, analisando e diagnosticando as suas condições, de modo que se planeje e priorize as intervenções efetivamente necessárias permitindo a elaboração orçamentos realistas.

4 As principais dificuldades de acesso às regiões inspecionadas

Normalmente as inspeções especiais realizadas em viadutos e pontes que não permitem acesso pela região inferior do tabuleiro (existência de rios, vales, grandes avenidas, estradas, etc.), são realizadas por meio de caminhões posicionados sobre as obras de arte, providos de dispositivos mecânicos articulados e com cestos que permitem a aproximação do profissional ao local inspecionado (Figuras 6 e 7), ou por instalação provisória de passarelas com a utilização de andaimes nestas regiões (Figuras 8 e 9).



Figura 6 – Inspeção realizada em ponte com auxílio de caminhão com dispositivo mecânico articulado – Interdição de uma faixa de rolamento para posicionamento do caminhão.

Fonte: elaboração própria.



Figura 7 – Inspeção realizada pela equipe do IPT na região inferior do tabuleiro da ponte, realizada com o auxílio de caminhão provido de dispositivo mecânico articulado e com cesto.
Fonte: elaboração própria.



Figura 8 – Sistema de plataforma provisório para realização de atividades de manutenção.
Fonte: elaboração própria.



Figura 7 – Inspeção realizada pela equipe do IPT na região inferior do tabuleiro da ponte, realizada com o auxílio de caminhão provido de dispositivo mecânico articulado e com cesto.

Fonte: elaboração própria.

Na maioria das OAE's existentes no Brasil, os trabalhos de inspeções são prejudicados devido às dificuldades de acesso às regiões a serem inspecionadas, por impossibilidade da utilização de caminhões para inspeção, pois esses interditam faixas de rolamento ou pela dificuldade dos acessos aos locais necessários para realização das vistorias. Atualmente, existe uma carência de conceitos em projetos estruturais que contemplem dispositivos auxiliares instalados nas estruturas, como plataformas permanentes para inspeção e manutenção.

Este tipo de solução é mais indicado para locais que não interfiram na malha viária dos centros urbanos e obras com gabaritos altos, que permitam a livre movimentação de veículos e embarcações sob a Obra de Arte.

Na Ponte Pênsil em São Vicente – SP, antes das reformas e recuperação estrutural realizada em toda a obra, existia uma plataforma móvel instalada sob o tabuleiro, que permitia os trabalhos de inspeção e manutenção ao longo de toda sua extensão. As imagens das Figuras 10 e 11 são datadas do ano de 2010, período anterior à fase de reforma e recuperação da ponte.

Esse sistema com plataforma móvel de manutenção instalada sob as obras de arte é muito eficaz, pois além de possibilitar as inspeções próximas aos encontros, é possível inspecionar todos os elementos estruturais e possibilitar os trabalhos de manutenções periódicas de pintura e tratamento contra corrosão dos elementos estruturais metálicos.



Figura 10 – Ponte Pênsil localizada na cidade de São Vicente – SP.
Fonte: elaboração própria.

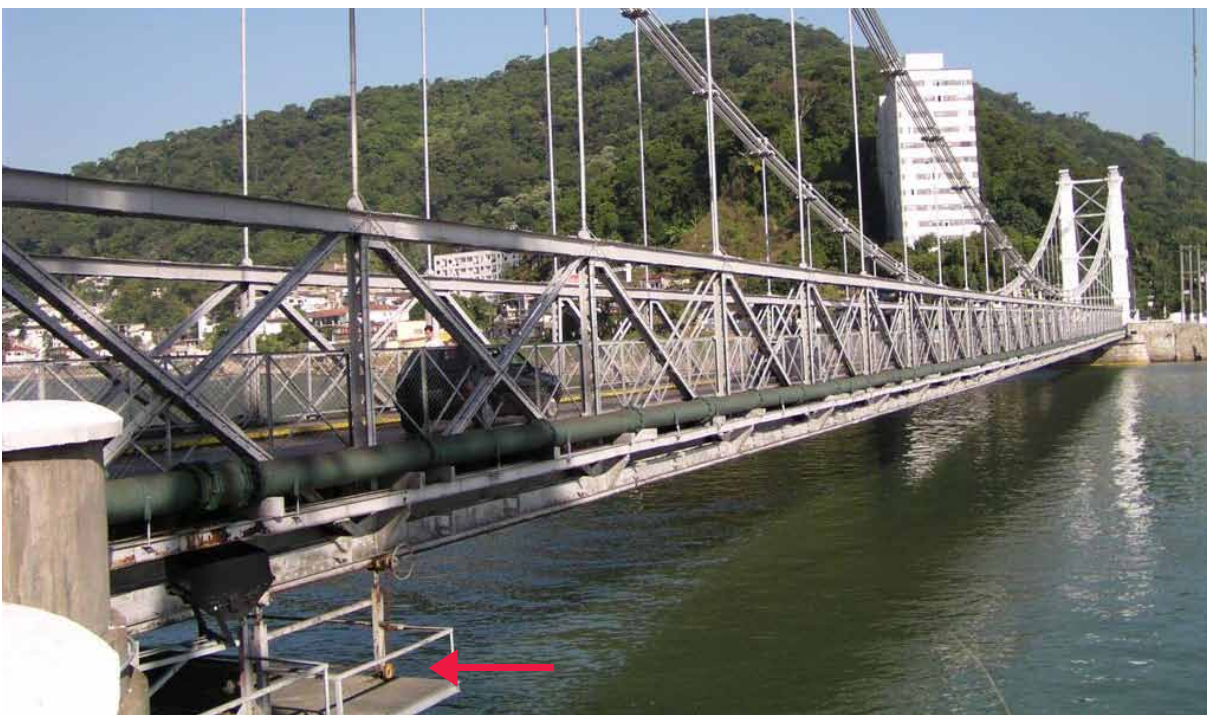


Figura 11 – Outra vista da ponte. A seta indica a plataforma móvel para inspeção e manutenção, instalada sob a ponte.
Fonte: elaboração própria.

Um exemplo de plataforma fixa existente no Brasil, para inspeção, manutenção e monitoramento da estrutura está localizada sob o viaduto VA 19 da Rodovia dos Imigrantes em Cubatão – SP (**Figura 12**).



Figura 12 – Plataforma metálica instalada sob o viaduto VA 19 da Rodovia dos Imigrantes em Cubatão – SP, utilizada pela Seção de Engenharia de Estruturas do IPT para os trabalhos de inspeção.
Fonte: elaboração própria.

Outro exemplo de ponte metálica que possui plataforma móvel de inspeção e manutenção permanente é a Ponte Minami Bisan-Seto, localizada na rodovia Seto-Chuo no Japão. Sua tipologia estrutural é pênsil, construída em 1988, com 1723 m de comprimento e vão central de aproximadamente 1100 m, destinada ao tráfego de veículos rodoviários e ferroviários.

As **Figuras 13 e 14** mostram as imagens da ponte e da plataforma de manutenção fixada em trilhos instalados nas laterais da ponte.



Figura 13 – Ponte Minami Bisan-Seto.
Fonte: elaboração própria.



Figura 14 – Vista do acesso à plataforma móvel, mostrada na Figura 13.
Fonte: elaboração própria.

As **Figuras 15 e 16** mostram outros exemplos de pontes no Japão, com plataformas metálicas fixadas nas regiões de juntas de dilatação. Nota-se a presença destas plataformas de inspeção e manutenção em todas as juntas deste sistema viário, o que representa a preocupação deste país na manutenção de suas OAE's.



Figura 15 – Plataformas fixas para inspeção e manutenção de sistema viário no Japão. As setas indicam os locais onde estão instaladas as plataformas.

Fonte: elaboração própria.



Figura 16 – Detalhe da plataforma instalada na região de junta, indicada na seta 1 da Figura 15. Note-se que as plataformas estão instaladas em ambos os lados.
Fonte: elaboração própria.

Uma situação semelhante à anterior, neste caso no Brasil, as Figuras 17 e 18 mostram duas vias importantes, onde a superestrutura dos viadutos encontra-se em alturas de cerca de 60 m, e não é prevista a utilização de plataformas auxiliares para inspeção e monitoramento das juntas. Neste caso, para possibilitar os trabalhos de inspeção, deve ser recorrido o uso de caminhões com cestos, os quais necessitam de interdição de faixas de rolamento, elaboração de plano para execução da atividade, gastos com despesas de recursos de aluguel de veículos e conseqüentemente aumento no tempo de execução dos trabalhos.



Figura 17 – Viaduto com altura de aproximadamente de 60 metros. A seta indica o local da junta de dilatação, mostrando a inexistência de plataforma para inspeção e manutenção.

Fonte: elaboração própria.



Figura 18 – Outra vista do viaduto mostrado na Figura 17.

Fonte: elaboração própria.

A utilização de sistemas auxiliares fixados nas estruturas (Figuras 12 a 16), para realização de trabalhos de inspeção e manutenção, possibilitam a atuação frequente dos profissionais ao local inspecionado e antecipam ações de manutenção, reduzindo a possibilidade de degradação da estrutura e conseqüentemente os custos de manutenção com a detecção precoce de eventuais anomalias que venham a prejudicar o bom funcionamento da obra. Cabe salientar que em regiões de centros urbanos, tal solução às vezes não é possível e também não são bem vistas sob os aspectos arquitetônicos, porém em regiões não urbanizadas é uma solução eficiente e eficaz em termos de inspeção e manutenção.

5 Conclusões

Este trabalho apresentou os aspectos da nova versão da ABNT NBR 9452 e a importância das atividades de inspeções nas pontes e viadutos, que permitiu concluir, dentre outros aspectos, que a verificação das condições estruturais, funcionais e de durabilidade das superestruturas das OAE's dão subsídios ao planejamento dos trabalhos de manutenção.

O novo texto da NBR 9452 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016) padroniza e facilita a identificação e avaliação do estado de conservação das obras de arte especiais (OAEs), por meio de parâmetros de classificação do estado de conservação quanto à gravidade dos problemas observados.

Com a realização de inspeções periódicas, conforme estabelecido nas recomendações da NBR 9452 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016), é possível detectar em tempo hábil, as anomalias que venham a surgir ou que estão em desenvolvimento, direcionando-as para os trabalhos de inspeções especiais e extraordinárias, os quais indicam as respectivas intervenções a serem realizadas nas atividades de manutenção, reduzindo-se custos de recuperação ou reforço estrutural.

Para possibilitar os trabalhos de inspeções, é necessário que haja condições para verificações visuais dos locais a serem inspecionados, principalmente em regiões de grande importância funcional e estrutural, como juntas de dilatação e aparelhos de apoio, muitas vezes localizados em regiões de difícil acesso, não permitindo a visualização e constatação de eventuais anomalias.

Existe uma carência no Brasil de conceitos em projetos estruturais que contemplem dispositivos auxiliares instalados nas estruturas, como por exemplo, plataformas para inspeção e manutenção, principalmente nas regiões de juntas de dilatação e nos apoios das superestruturas.

Quando essas inspeções não são realizadas periódica e adequadamente, as patologias existentes nas OAE's podem se desenvolver e provocar danos estruturais e funcionais, colocando em risco a segurança estrutural, as pessoas e os veículos que transitam sobre ou sob elas.

Apesar do incentivo a cultura de inspeção em pontes e viadutos, com as melhorias apresentadas na versão atual da NBR 9452 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2016), ainda há muito a ser feito em relação a um programa de gestão das obras de arte especiais no Brasil, com procedimentos sistemáticos de inspeções ao longo de toda a vida útil da estrutura, de modo que as atividades de manutenção sejam eficazes e viáveis sob os aspectos financeiros, estruturais, funcionais e de durabilidade.

Portanto, a ausência de um plano de inspeção periódico, agravado pela falta de manutenção, acarreta em acidentes e, conseqüentemente, na necessidade da investigação pericial, além de todo um prejuízo econômico e social decorrente da proporção do acidente.

6 Referências

AGÊNCIA DE TRANSPORTE DO ESTADO DE SÃO PAULO. **Controle das Obras de Arte Especiais** (ET-00.000.000-0-C21 / 002). São Paulo: ARTESP, 2007.

ARAUJO, C. J. R. V. Soluções inovadoras: vistoriando Obras de Arte Especiais. **Notícias da Construção**. SindusCon, São Paulo, v. 11, n. 138, p. 60-62, 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 14037**: Diretrizes para elaboração de manuais de uso, operação e manutenção das edificações: Requisitos para elaboração e apresentação dos conteúdos. Rio de Janeiro: ABNT, 2011. 16 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5674**: Manutenção de edificações: Requisitos para o sistema de gestão de manutenção. Rio de Janeiro: ABNT, 2012. 25 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 6118**: Projetos de estruturas de concreto: procedimento. Rio de Janeiro: ABNT, 2003.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9452**: Vistorias de pontes e viadutos de concreto. Rio de Janeiro: ABNT, 2012. 11 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 9452**: Vistorias de pontes, viadutos e passarelas de concreto. Rio de Janeiro: ABNT, 2016. 48 p.

DEPARTAMENTO NACIONAL DE INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES. **Inspeções em pontes e viadutos de concreto armado e protendido** - Procedimento. Rio de Janeiro: DNIT, 2004. 18 p.

ESPAÑA. Ministerio de Fomento. **EHE-08**: Instrucción de Hormigon Estructural. 5. ed. Madrid: Centro de Publicações, 2011.

INSTITUTO BRASILEIRO DE AVALIAÇÕES E PERÍCIAS DE ENGENHARIA. **Norma de inspeção predial nacional**. São Paulo: IBAPE, 2012.

VITÓRIO, J. A. P. **Pontes rodoviárias**: fundamentos, conservação e gestão. Recife: CREA-PE, 2002.

Corrosão e proteção de ímãs de terras raras: revisão de patentes

Corrosion and protection of rare earth magnets: patent review

Célia Aparecida Lino dos Santos^a, Yuri Basile Tukoff Guimarães^b e Zehbour Panossian^c

Resumo

Os ímãs permanentes à base de terras raras tornaram-se muito importantes por serem empregados em produtos com alto valor agregado como os motores de veículos elétricos ou híbridos e em geradores eólicos. Este artigo tem como objetivo apresentar uma revisão bibliográfica sobre as patentes relacionadas à corrosão e proteção contra a corrosão das ligas de (Nd-Pr)-Fe-B. A China e o Japão lideram os registros de patentes relacionadas à corrosão de ímãs de terras raras e aos revestimentos desses ímãs. O revestimento protetivo à base de resina epóxi apresenta o maior número de patentes. As patentes foram depositadas, principalmente, por empresas fabricantes ou grandes consumidoras dos ímãs permanentes enquanto que as instituições de pesquisa e as universidades ficam em segundo plano. Durante a década de 1990, os revestimentos metálicos de Ni, Zn (Zn e suas ligas) e Cr, aplicados por eletrodeposição, e o Ni, aplicado também por deposição química, passaram a ser utilizados como revestimentos protetores de ímãs permanentes. Revestimentos à base de resina epóxi precedidos de fosfatização e selagem também foram empregados. Na década de 2000, passou-se a utilizar a técnica de deposição em fase vapor para aplicar camadas protetivas metálicas e orgânicas. As patentes mais recentes estão voltadas para desenvolver uma liga magnética com adição de elementos como Ga, Al, Dy, Ho, Ni e Co com o objetivo de obter uma liga com maior resistência à corrosão.

Abstract

Permanent magnets based on rare earths have become very important because they are used in products with high added value such as electric or hybrid motor vehicles and wind generators. This article aims at presenting a bibliographical review on patents related to corrosion and corrosion protection of (Nd, Pr)-Fe-B alloys. China

a Laboratório de Corrosão e Proteção, Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A., São Paulo-SP, Brasil.

b Coordenadoria de Planejamento e Negócios, Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A., São Paulo-SP, Brasil.

c Diretoria Executiva, Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A., São Paulo-SP, Brasil.

*E-mail: clsantos@ipt.br

Palavras-chave:

ímã permanente; corrosão; proteção contra corrosão.

Keywords:

environmental compensation; environmental assessment; environmental recovery project; selection of area; environmental zoning.

and Japan are leading the patent records related to corrosion of rare-earth magnets and coatings of these magnets. The epoxy-resin-based protective coating presents the largest number of patents. The patents were deposited mainly by manufacturers or by large permanent-magnet consumers while research institutions and universities are in the background. During the 1990's, metallic finishes of Ni, Zn (Zn and its alloys) and Cr, applied by electrodeposition, have been used as protective coating of permanent magnets. Epoxy resin based-coatings preceded with phosphating and sealing processes have also been employed. In early 2000, a vapor deposition technique was used to apply on protective metal and organic layers. The most recent patents are directed to develop a magnetic alloy with an addition of elements such as Ga, Al, Dy, Ho, Ni and Co for an alloy with greater resistance to corrosion.

1 Introdução

Os ímãs à base de terras raras (TR) são amplamente empregados em produtos de alto valor agregado como os veículos híbridos, os veículos elétricos e geradores eólicos de energia elétrica. As principais ligas magnéticas à base de elementos de terras raras são Sm-Co e (Nd-Pr)-Fe-B, sendo que a liga (Nd-Pr)-Fe-B, em especial, é susceptível à corrosão (LUCAS et al., 2015).

A fabricação dos ímãs de TR é um processo complexo que envolve várias etapas. De um modo geral, a produção começa pelo estabelecimento da composição química da liga, seguida da sua fusão. Na sequência, há uma etapa de moagem e consolidação do pó obtido, uma etapa de acabamento (tratamento de superfície para proteção contra corrosão) e, a etapa final, que é a magnetização. Essas etapas podem ser executadas por dois processos: por metalurgia do pó (sinterização – ímãs sinterizados) ou por solidificação rápida (ímãs ligados). Os ímãs permanentes de TR utilizados nos produtos de alta tecnologia e de maior valor agregado são produzidos por metalurgia do pó (ímãs sinterizados). A etapa de proteção contra a corrosão é de fundamental importância para a produção dos ímãs permanentes (BROWN, 2016).

O Centro de Tecnologia em Metalurgia e Materiais do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo - IPT tem conduzido projetos para a redução de neodímio e didímio (mistura de neodímio e praseodímio) e para produção da liga magnética (Nd-Pr)-Fe-B. Participa, também, de um projeto recém-aprovado da chamada CNPq-INCT, intitulada Processamento e Aplicação de Ímãs de Terras Raras para Indústria de Alta Tecnologia (PATRIA) que tem como objetivo construir as bases de apoio científico e tecnológico ao desenvolvimento da cadeia produtiva de terras raras no Brasil.

Todas essas iniciativas motivaram a realização de uma revisão bibliográfica sobre corrosão e proteção contra a corrosão de ímãs de TR, concretizada por meio de um projeto financiado pelo próprio IPT e pela Fundação de Apoio ao IPT (Projeto de Capacitação N°500113A (PTC – 102615)).

O presente artigo apresenta a revisão das patentes relacionadas ao tema corrosão e proteção contra a corrosão dos ímãs de TR, no período compreendido entre 1996 e 2015. Essa revisão faz parte do referido projeto de capacitação.

2 Metodologia

O software Questel Orbit® foi empregado para a localização de patentes e as palavras-chave que determinaram as estratégias de busca foram selecionadas com base nos revestimentos mais frequentes no mercado (VACUUMSCHMELZE GMBH & CO, 2013).

A estratégia de busca (1) foi composta por:

- corrosão e ímãs permanentes – (corrosion OR corrod+ OR corrosiv+ OR anti_corrosion OR anti_corrosiv+) AND (permanent+ 2D magnet+);
- corrosão, ímãs permanentes e revestimentos – (corrosion OR corrod+ OR corrosiv+ OR anti_corrosion OR anti_corrosiv+) AND (permanent+ 2D magnet+) AND (coating+ OR covering OR layer+ OR spray+ OR paint+).

A estratégia de busca (2) foi composta por:

- ímãs permanentes e galvanização: (permanent+ 2D magnet+) AND ((coating+ OR covering OR layer+ OR spray+ OR paint+) AND (galvani+));
- ímãs permanentes e eletrodeposição: (permanent+ 2D magnet+) AND ((coating+ OR covering OR layer+ OR spray+ OR paint+) AND (electrodeposit+));
- ímãs permanentes e eletrólise: (permanent+ 2D magnet+) AND ((coating+ OR covering OR layer+ OR spray+ OR paint+) AND (electroless));
- ímãs permanentes e deposição por vapor: (permanent+ 2D magnet+) AND ((coating+ OR covering OR layer+ OR spray+ OR paint+) AND (ion 3D vapor+ 3D deposit+));
- ímãs permanentes e revestimentos a base de resina epóxi: (permanent+ 2D magnet+) AND ((coating+ OR covering OR layer+ OR spray+ OR paint+) AND (epoxy));
- ímãs permanentes e silano: (permanent+ 2D magnet+) AND ((coating+ OR covering OR layer+ OR spray+ OR paint+) AND (silane)).

3 Desenvolvimento

Na **Figura 1**, são apresentados os resultados associados às palavras-chave: "ímãs permanentes e corrosão" e "ímãs permanentes e corrosão e revestimentos", estratégia de busca (1).

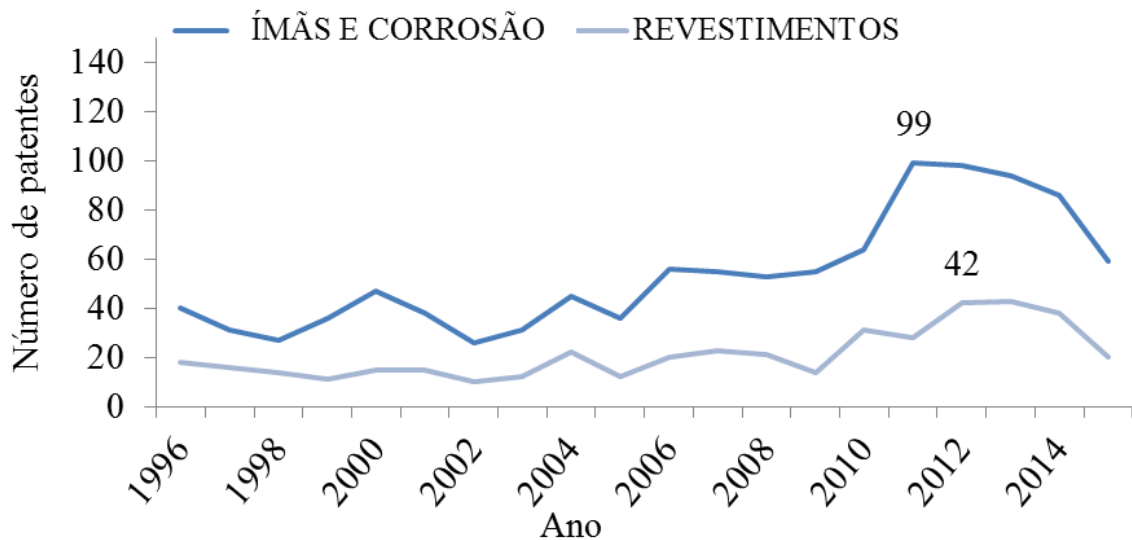


Figura 1 – Número total de patentes entre 1996 e 2015 relacionadas às palavras-chave: "ímãs permanentes e corrosão" (ímãs e corrosão) e "ímãs permanentes e corrosão e revestimentos" (revestimentos).

Fonte: Elaborado pelos autores.

Na **Figura 1**, vê-se que os ápices ocorreram entre 2011 (ímãs e corrosão) e 2012 (revestimentos), para cada busca realizada. Em linhas gerais, o número de patentes relacionadas às palavras-chave "ímãs permanentes e corrosão" (ímãs e corrosão) foram o dobro daquelas relacionadas a "ímãs permanentes e corrosão e revestimentos" (revestimentos), desde 1996.

Na **Figura 2** e na **Figura 3**, apresentam-se dois gráficos que relacionam a porcentagem de patentes depositadas e os respectivos países de origem entre 1996 e 2015. Os países estão identificados pelas siglas: Br-Brasil; CN-China, DE-Alemanha, EP-Europa, FR-França, GB-Grã-Bretanha, JP-Japão, KR-Coreia do Sul, RU-Rússia, US- Estados Unidos da América e WO- patentes depositadas no Patent Cooperation Treaty (PCT).

Os líderes de depósitos de patentes levantados para as buscas "ímã e corrosão" e "revestimento" são a China e o Japão, **Figura 2** e **Figura 3**.

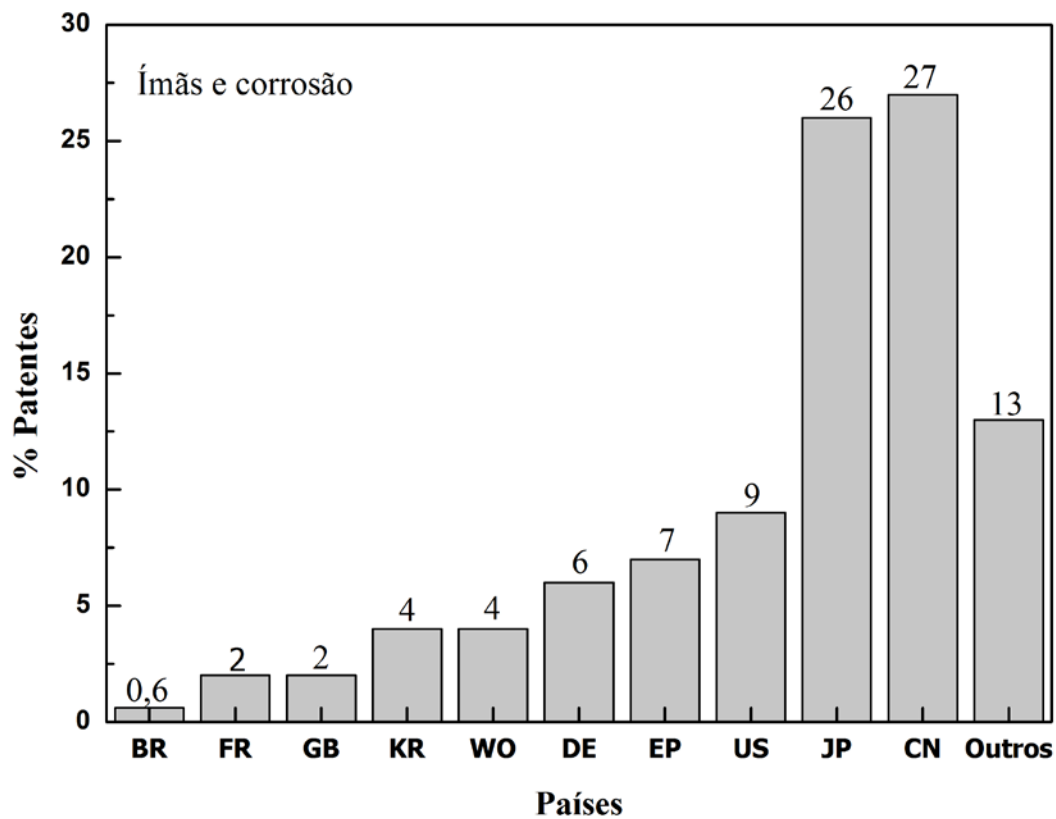


Figura 2 – Número total de patentes, expresso em porcentagem, em relação aos países de origem entre 1996 e 2015. (a) "ímãs permanentes e corrosão" (Ímãs e corrosão).

Fonte: Elaborado pelos autores.

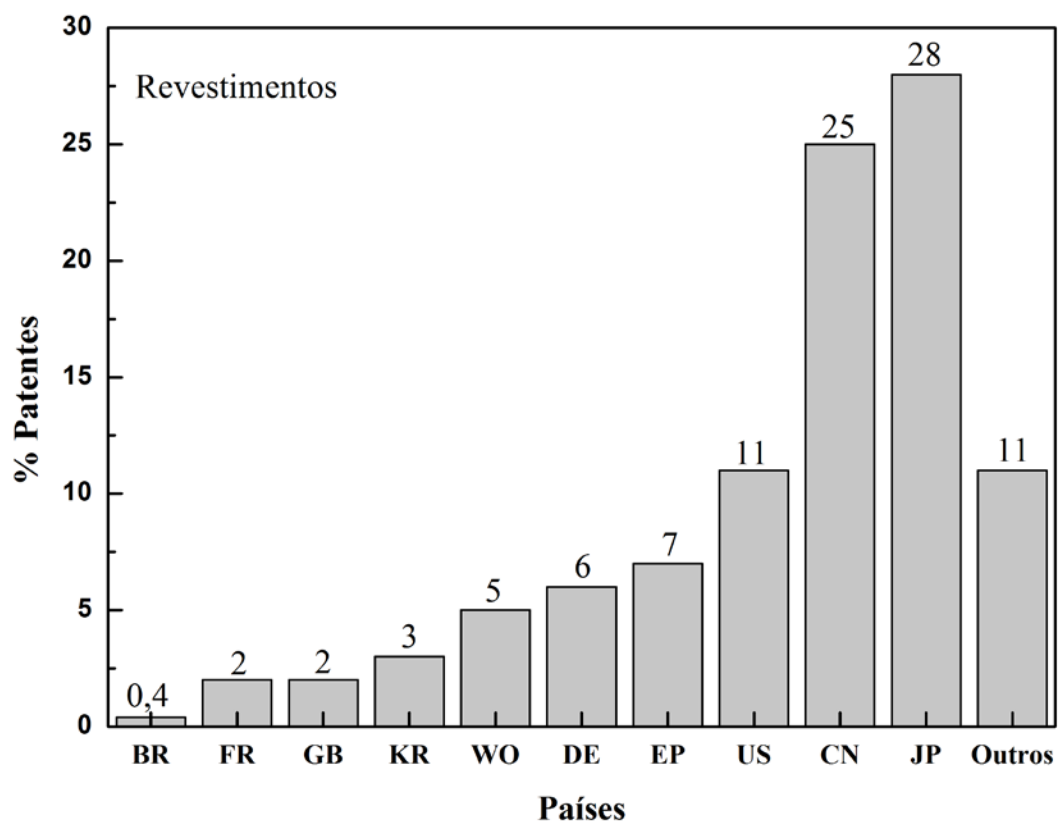


Figura 3 – Número total de patentes, expresso em porcentagem, em relação aos países de origem entre 1996 e 2015. (b) "ímãs permanentes e corrosão e revestimentos" (Revestimentos).

Fonte: Elaborado pelos autores.

Na **Figura 4**, apresenta-se o gráfico que relaciona as patentes dos diferentes tipos de revestimentos protetivos compreendidas entre 1996 e 2015. Observa-se que as patentes sobre revestimento epóxi apresentam-se em maior número em todo o intervalo de tempo pesquisado.

O ápice dos depósitos de patentes foi em 2010 para todas as tecnologias de proteção, com destaque para o revestimento epóxi. A partir de 2013, verificou-se queda do número de depósitos independente do tipo de revestimento, **Figura 4**.

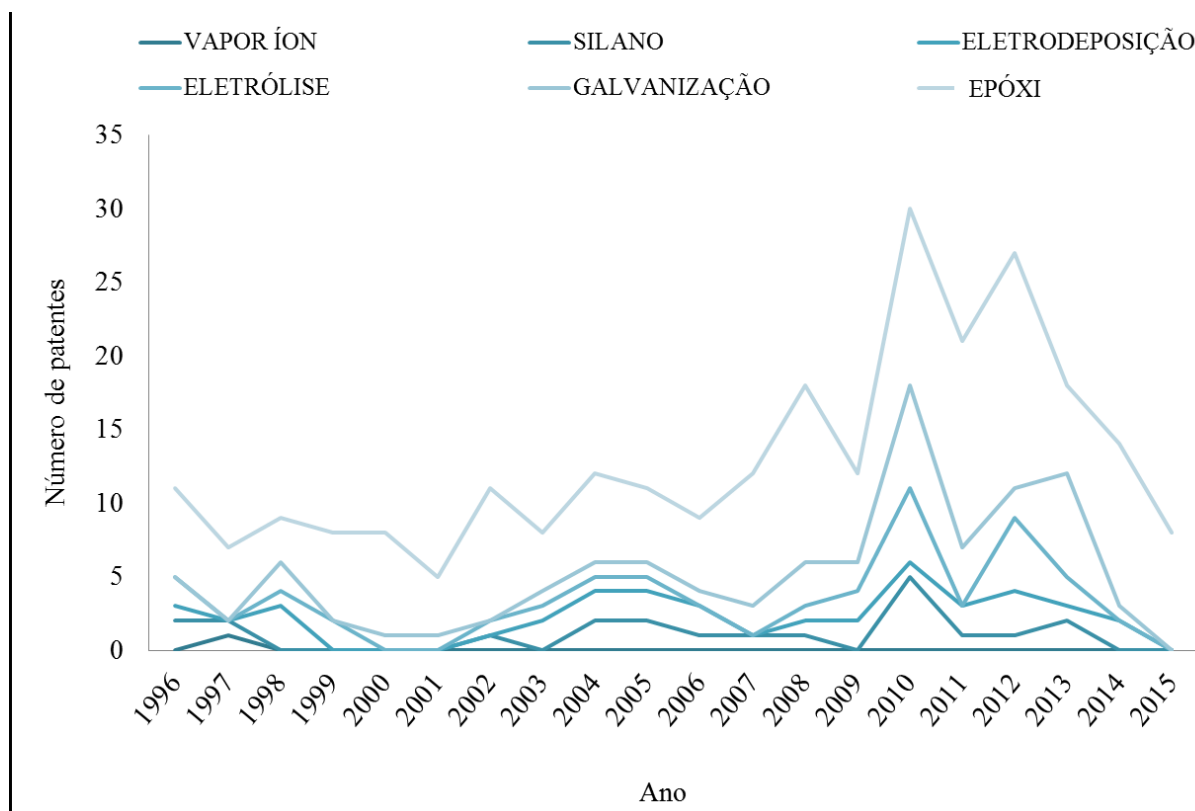


Figura 4 – Número total de patentes relacionadas aos tipos de revestimentos compreendido entre 1996 e 2015.

Fonte: Elaborado pelos autores.

As patentes sobre revestimentos protetivos foram depositadas, principalmente, por empresas. Na **Figura 5**, apresentam-se gráficos que relacionam as técnicas de revestimentos com as entidades depositárias das patentes.

A empresa presente em quatro categorias (eletrodeposição, eletrólise, vapor íon e silano) é a Sumitomo Special Metals Co. Ltd., com um total de 14 patentes, **Figura 5**. Existem poucas universidades ou centros de pesquisa titulares de patentes:

- Universidade de Eindhoven, duas patentes;
- Sun Yat-Sem University, duas patentes;
- Gewerk Institute, duas patentes;
- Dalian Polytechnical, uma patente.

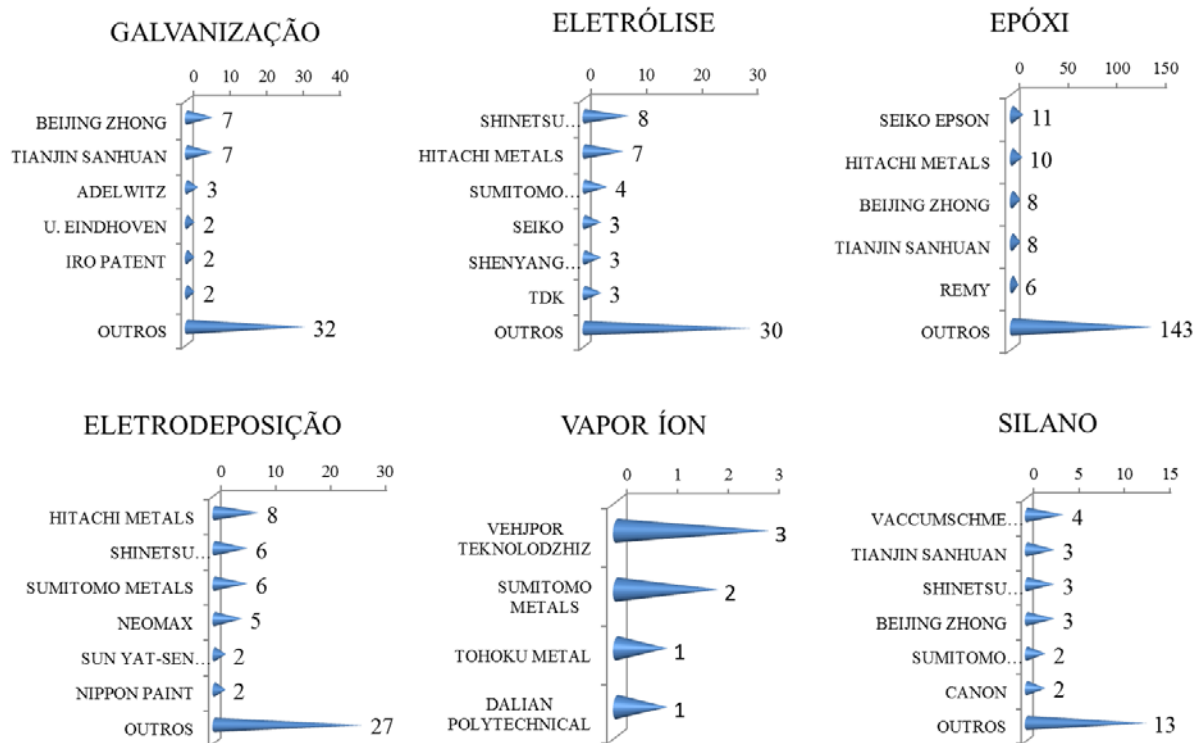


Figura 5 – Entidades depositárias das patentes relativas aos revestimentos protetivos.

Fonte: Elaborado pelos autores.

A susceptibilidade à corrosão da liga magnética Nd-Fe-B foi constatada desde o seu desenvolvimento na década de 1980. Nessa época, patentes voltadas à produção dos ímãs e à sua proteção contra a corrosão foram registradas.

Em 1989, a empresa Sumitomo Special Metals Co. Ltd. obteve duas patentes para os processos de proteção dos ímãs de Nd-Fe-B com revestimentos eletrodepositados de:

- Ni, Ni e suas ligas ou Cr, de maneira a formar uma camada resistente à corrosão (SUMITOMO SPECIAL METALS CO. LTD., 1989a);
- Zn ou Zn e suas ligas, seguido pela aplicação de uma resina sobre a camada de Zn/liga Zn, de maneira a formar uma camada resistente à corrosão (SUMITOMO SPECIAL METALS CO. LTD., 1989b).

A empresa Namiki Precision Jewel Co. Ltd. obteve a patente "*Method of manufacture of permanent magnets*", em 1990. No texto inicial dessa patente, ressaltou-se que as ligas magnéticas a base de TR eram susceptíveis à corrosão, em especial a liga Nd-Fe-B. Para proteção dos ímãs, a eletrodeposição de camadas de Cr ou Ni já estavam sendo utilizadas, porém, a liga poderia sofrer corrosão durante as etapas do processo de eletrodeposição. Foram observados destacamento do revestimento e o aparecimento de pequenos furos na superfície dos ímãs. Dessa maneira, propunha-se outro revestimento para a proteção superficial dos ímãs (NAMIKI PRECISION JEWEL CO. LTD., 1990).

A invenção desenvolveu um tratamento térmico sob atmosfera de oxigênio, de nitrogênio, e de suas misturas, para a obtenção de camadas de oxidação protetivas. O ímã permanente foi produzido por metalurgia do pó e empregou a liga de composição R(T, M)_z, onde (NAMIKI PRECISION JEWEL CO. LTD., 1990):

- R representa elementos de TR como Nd, Pr, La e Dy;
- T representa um metal de transição como o Fe, ou a mistura Fe-Co;
- M representa o elemento B;
- z varia de 4 a 9.

O processo envolveu as seguintes etapas (NAMIKI PRECISION JEWEL CO. LTD., 1990):

- conformação (do pó) por prensagem para a obtenção do corpo verde;
- sinterização do corpo verde entre 900 °C e 1200 °C;
- tratamento térmico sob atmosfera de oxigênio, de nitrogênio, e de suas misturas entre 900 °C e 1200 °C;
- usinagem das peças tratadas;
- envelhecimento das peças usinadas sob aquecimento entre 300 °C e 900 °C sob atmosfera de oxigênio, de nitrogênio, e de suas misturas a pressão entre 10⁻⁸ Torr e 1,0 Torr.

Segundo a patente, as etapas de sinterização, tratamento térmico e envelhecimento devem seguir estritamente as faixas de temperaturas especificadas para evitar danos à microestrutura da liga. Os tempos de aquecimento variaram de 1800 s a 3600 s (NAMIKI PRECISION JEWEL CO. LTD., 1990).

Em 1990, a empresa Kollmorgen Corporation patenteou um processo para proteção contra a corrosão e fixação dos ímãs de Nd-Fe-B em dispositivos de motores elétricos. A proteção consistiu da fosfatização dos ímãs com fosfato de zinco, seguido de cromatização. Os ímãs foram fixados aos dispositivos dos motores elétricos por um adesivo epóxi flexível. A seguir, o conjunto ímã + motor foi revestido com tinta à base de amida-imida ou com tinta de fundo (primer) epóxi rico em zinco ou cromo. A tinta epóxi à base de amida-imida requereu o pré-tratamento da liga magnética com fosfatização. Foram empregados banhos de fosfatização e tintas comerciais. As tintas de fundo empregadas possuíam 60 % de sólidos (KOLLMORGEN CORPORATION, 1990).

Se a camada de fosfato fosse danificada/arrancada antes ou durante o posicionamento do ímã no dispositivo do motor, ela deveria ser reparada localmente fazendo-se a limpeza da região com água quente, seguido de etanol e do banho de fosfatização que poderia ser aplicado por borrifamento ou por pincel (KOLLMORGEN CORPORATION, 1990).

Em 1992, a empresa Shin-Etsu Chemical Co. Ltd. obteve sua patente sobre o processo de fabricação de ímãs de Nd-Fe-B por metalurgia do pó e proteção dos mesmos com aplicação de revestimento de Ni por eletrodeposição, ou por deposição química, ou, ainda, pela fosfatização do ímã seguido de aplicação de resina epóxi (SHIN-ETSU CHEMICAL CO. LTD., 1992).

Segundo essa patente, a liga magnética era composta, basicamente, por: um elemento de TR; boro; cobalto, cromo, ou a combinação de ambos; um dos elementos alumínio, nióbio, molibdênio e titânio e ferro. O neodímio foi o principal elemento de TR empregado. A quantidade dos elementos de TR deve ser mantida entre 13 % (porcentagem atômica) e 15 % (porcentagem atômica) porque, quando a quantidade é inferior a 13 % (porcentagem atômica), o corpo sinterizado pode apresentar uma alta densidade atingindo 95 % da densidade verdadeira¹, o que levaria a diminuição da força coercitiva do ímã. Por outro lado, a presença de elementos de TR acima de 15 % (porcentagem atômica) elevaria a susceptibilidade da liga à oxidação ao ar (SHIN-ETSU CHEMICAL CO. LTD., 1992).

A patente informa ainda que o número de poros superficiais pode diminuir muito quando o corpo sinterizado apresenta, pelo menos, a densidade de 95 % da densidade verdadeira. Densidades inferiores a 95 % podem prejudicar a aderência de filmes protetores sobre a superfície do ímã. Foram empregados banhos convencionais de níquel (por eletrodeposição ou deposição química) para a produção de camadas de Ni de 8 µm a 20 µm. As camadas de resina epóxi (tinta eletroforética) ficaram entre 10 µm e 30 µm, incluindo o pré-tratamento de fosfatização (SHIN-ETSU CHEMICAL CO. LTD., 1992).

¹ Densidade verdadeira: densidade da liga fundida.

A TDK Corporation, em 1992, patenteou um processo para proteção contra a corrosão de ímãs sinterizados de Nd-Fe-B que consistia na deposição em fase vapor de um metal como o alumínio, níquel, cromo, cobre e cobalto como primeira camada de proteção do ímã. Sobre essa camada metálica, foi produzida uma camada de paraxilileno² ou cloroparaxilileno obtida pelo plasma dos polímeros ou pela pirólise dos dímeros de paraxilileno ou cloroparaxilileno. A espessura final de ambas as camadas foi três vezes maior que a rugosidade (Ra) da superfície do ímã (TDK CORPORATION, 1992).

A proteção dos ímãs de Nd-Fe-B foi desenvolvida por diversas rotas tecnológicas desde o início da produção dos mesmos, como foi destacado nas patentes já apresentadas. Faz-se um salto no tempo para destacar duas patentes da década de 2000 relacionadas à deposição em fase vapor, dado ao número de patentes correlatas publicadas na década de 1990.

A empresa Vacuumschmelze GmbH patenteou, em 2003, um processo de revestimento de ímãs de Nd-Fe-B com alumínio por meio de deposição em fase de vapor (IVD). O processo compreendeu a etapa de limpeza superficial dos ímãs sinterizados com solução aquosa ácida (de 0,2 % a 25 % em massa); lavagem com solvente hidrofílico; fosfatização ou cromatização da superfície; lavagem com fluido desaguante; aquecimento e secagem. Após esse preparo, os ímãs foram recobertos com alumínio por IVD seguido por um tratamento térmico à temperatura acima de 400 °C por, pelo menos, 1800 s (VACUUMSCHMELZE GMBH, 2003).

Em 2003, Sun Quan obteve a patente de um processo de limpeza da superfície dos ímãs de Nd-Fe-B por meio de limpadores ultrassônicos (100 kHz) e agentes desengraxantes. A limpeza fazia parte do pré-tratamento das peças para posterior deposição química em fase vapor do polímero p-xileno (*Parylene*) (SUN QUAN, 2003).

A tendência mais recente tem sido o esforço em desenvolver ligas magnéticas mais resistentes à corrosão e, não somente, revestimentos contra a corrosão. A seguir são apresentadas duas patentes nessa linha.

A empresa Ningbo Zhaobao Magnet Co. LTD.(2015), patenteou o método de fabricação da liga de NdFeB com boa resistência à corrosão. A liga é composta, em massa, por: 10 % - 15 % de Pr; 18 % - 21 % de Nd; 3 % - 5 % de Ho; 0,5 % - 0,8 % de F; 0,5 % - 2,0 % de Ni; 0,1 % - 0,2% de Mn; 0,1 % - 0,35 % de Cu; 0,1 % - 0,5 % de Al; 0,6 % - 1,2 % de B e balanço de Fe. Um estágio de sinterização com micro-ondas foi adaptado na fabricação da liga. A microestrutura, as propriedades magnéticas e a resistência à corrosão do ímã foram efetivamente melhoradas, além da ampliação da faixa de produtos magnéticos desenvolvidos.

A patente da empresa Ganzhou Chengbo Tech Services Co. LTD., obtida em 2016, trata da liga de ímã permanente de NdFeB e do método de preparação. A composição da liga, em massa, é: 29,5 % - 32,75 % de Pr-Nd; 0,98 % - 1,48 % de B; 0,5 % - 2,5 % de Ga; 0,4 % - 0,6 % de Dy; 0,2 % - 0,8 % de Al; 0,6 % - 0,8 % de Co e balanço de Fe. Pr-Nd, B, Ga, Al, Dy, Co e Fe foram fundidos e transformados em lingotes. Na sequência, os lingotes foram triturados e moídos a pó, conformados, sinterizados, temperados, usinados e tratados superficialmente. A liga obtida apresentou elevada temperatura Curie (melhores características de temperatura). A pulverização da liga por corrosão melhorou destacadamente, a gama de aplicação foi ampliada e a vida útil prolongada (GANZHOU CHENGBO TECH SERVICES CO LTD, 2016).

4 Conclusões

O levantamento dos dados das patentes mostrou que a China e o Japão lideram os depósitos de patentes seja na categoria "Ímãs permanentes e corrosão" ou "Revestimentos". A categoria revestimento epóxi apresentou o maior número de patentes depositadas, enquanto que a categoria vapor íon apresentou o menor número. As empresas lideram os depósitos de patentes relacionadas a revestimentos protetivos ao passo que as universidades ou centro de pesquisas ficam em segundo plano.

Desde o desenvolvimento da liga (Nd-Pr)Fe-B, houve a preocupação de protegê-la contra a corrosão. As patentes consultadas mostraram que durante a década de 1990, revestimentos metálicos de Ni, Zn (Zn e suas ligas) e Cr foram desenvolvidos por eletrodeposição e, para o Ni, também por meio de deposição química. Revestimentos à base de resina epóxi precedidos de fosfatização e selagem, também foram empregados. Na década de 2000, passou-se a utilizar a deposição em fase vapor para a deposição de camadas protetivas metálicas e orgânicas. As patentes mais recentes estão voltadas para desenvolver uma liga magnética com adição de elementos como Ga, Al, Dy, Ho, Ni e Co com o objetivo de obter uma liga magnética com maior resistência à corrosão.

5 Agradecimentos

Os autores agradecem à Fundação de Apoio ao IPT – FIPT pelo financiamento do Projeto de Capacitação N°500113A/(PTC 1026/15): "Corrosão e proteção contra corrosão de ímãs permanentes de terras raras – Ímãs Permanentes".

6 Referências

BROWN, D. N. Fabrication, processing technologies, and new advances for RE-Fe-B Magnets. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 52, n. 7, p. 1-9, July 2016. <http://dx.doi.org/10.1109/tmag.2016.253548>.

GANZHOU CHENGBO TECH SERVICES CO LTD (China). Deng Fei. **NdFeB permanent magnet material and preparation method thereof**. CN n° CN105679482 (A), 18 Apr. 2016, 15 June 2016.

KOLLMORGEN CORPORATION (USA). Gavin G. Hassell; E. Layne; John H. Mabie. **Protection and bonding of neodymium-boron-iron magnets used in the formation of magnet assemblies**. US n° 4935080, 11 Jan. 1989, 19 June 1990.

LUCAS, J.; LUCAS, P.; LE MERCIER, T.; ROLLAT, A.; DAVENPORT, W. G. **Rare earths science, technology, production and use**. Amsterdam: Elsevier, 2015. 369 p.

NAMIKI PRECISION JEWEL CO. LTD. (Japão). Nobuo Imaizumi. **Method of manufacture of permanent magnets**. JP n° US4902357, 27 June 1987, 20 Feb. 1990.

NINGBO ZHAOBAO MAGNET CO LTD (China). He Qijun. **Corrosion-resistant sintered NdFeB magnet and manufacturing method thereof**. CN n° CN104952580(A), 29 May 2015, 30 Sept. 2015.

SHIN-ETSU CHEMICAL CO. LTD. (Japan). K. Ohashi. **Rare earth based permanent magnet having corrosion-resistant surface film and method for the preparation thereof**. JP n° USA 5082745, 29 Nov. 1990, 21 Jan. 1992.

SUMITOMO SPECIAL METALS CO. LTD. (Japão). Hamada Shigeki; Nakamura Hiroko. **Manufacture of corrosion-resistant permanent magnet**. JP n° JPH01223711 (A), 03 Mar. 1988, 09 June 1989a.

SUMITOMO SPECIAL METALS CO. LTD. (Japão). Hamada Shigeki; Nakamura Hiroko. **Manufacture of corrosion-resistant permanent magnet**. JP n° JPH01223712 (A), 03 Mar. 1988, 06 Sept. 1989b.

SUN QUAN (China). Xu Zhizhun. **Pre-cleaning process of Nd-Fe-B permanent magnet surface to be coated with anticorrosive p-xylene polymer layer**. CN n° CN1299708, 21 Jan. 2001, 03 Dec. 2003.

TDK CORPORATION (Japão). Saku Masatoshi Nakayama; Urawa Koichi Yajima; Kunihiro Ueda. **Highly corrosion-resistant rare-earth-iron magnets**. JP nº US 5154978, 22 Mar. 1990, 13 Oct. 1992.

VACUUMSCHMELZE GMBH (Alemanha). Harald Staubach; Lotar Zapf. **Method for improving the corrosion protection of permanent magnets containing rare earth metals**. Alemanha nº US 6562289 B1, 02 July 1999, 13 May 2003. 2003.

VACUUMSCHMELZE GMBH & CO. KG (Alemanha). **Coating**. 2013. Disponível em: <<http://www.vacuumschmelze.com/index.php?id=1130>>. Acesso em: 29 nov. 2016.

Compactação de sinais de campo para execução de ensaio acelerado de durabilidade

Field data compression for durability accelerated test execution

Rynaldo Zanotele Hemerly de Almeida^{a*}, José Gabriel Vicente^a, Sérgio Francisco Dela Antônio^a, Luiz Eduardo Lopes^a, Bruno Lucena^b

a Laboratório de Equipamentos Mecânicos e Estruturas, Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A., São Paulo-SP, Brasil.

b Lab Test & Simulations, CNHi, Curitiba-PR, Brasil.

*E-mail: rynaldo@ipt.br

Palavras-chave:

durabilidade; fadiga; *rainflow*.

Keywords:

durability; fatigue; *rainflow*.

Resumo

Apesar da disponibilidade de ferramentas computacionais avançadas para análise de engenharia, os ensaios físicos de durabilidade continuam sendo uma etapa decisiva no projeto mecânico estrutural de novos produtos. Devido aos consideráveis custos e durações desses ensaios, profissionais qualificados procuram reduzir seus tempos de execução realizando-se a compactação de sinais de campo. Neste artigo, são apresentadas características do procedimento de compactação de sinais comparando-se os benefícios e limitações em sua utilização.

Abstract

Despite the availability of advanced computational tools for engineering analysis, physical durability tests still are a decisive step in structural mechanical design of new products. Due to significant costs and durations of these tests, qualified people work in order to reduce the test execution time based on field data compression. In this paper, compression procedure characteristics are presented and benefits and limitations of its employment are pointed out.

1 Introdução

O projeto estrutural de novos produtos, notadamente o desenvolvimento de chassis ou subsistemas de veículos (automóveis, ônibus, caminhões) e máquinas automotoras (agrícolas, construção civil, etc.), passa por diversas etapas de validação, dentre as quais muitas são realizadas utilizando ferramentas computacionais de engenharia. Entretanto, devido à dificuldade em se modelar detalhes de fabricação (soldas, por exemplo) e suas consequências na vida em fadiga da estrutura do produto, recorre-se a execução de ensaios físicos laboratoriais de durabilidade (JOHANNESSON, SPECKERT, 2014; SHAFIULLAH, WU, 2013).

Devido aos consideráveis custos e durações desses ensaios, procura-se reduzir seus tempos de execução. Existem diferentes abordagens para se acelerar e executar ensaios de durabilidade (JOHANNESSON, SPECKERT, 2014; HALFPENNY, 2006), mas, de forma geral, são seguidas as etapas destacadas na **Figura 1**.

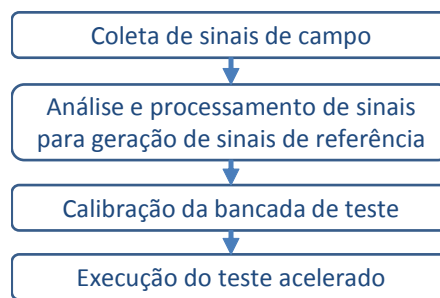


Figura 1 – Sequência de etapas para a realização de ensaio de durabilidade acelerado.

Primeiramente é realizada a coleta de sinais de campo, para que sejam levantados subsídios para a caracterização da solicitação mecânica da estrutura ou subsistema. Em geral, são medidas deformações em pontos críticos (previamente identificados por simulação computacional ou experiência) e acelerações em pontos estratégicos (extremidade de eixos, base de subsistemas, etc.). Nota-se que a coleta de sinais campo pode ser realizada em condições usuais de operação do produto ou em condições mais severas, como em uma pista de prova, em que se conheça a correspondência entre as vidas em fadiga de cada condição.

Em seguida, os sinais de campo são analisados e processados para geração de sinais referenciais, para calibração da bancada de ensaio. Dependendo da estratégia de ensaio utilizada, pode-se gerar desde sinais mais simples, como blocos de senos, a sinais mais complexos, que replicam situações mais significativas de campo. Tanto num caso quanto no outro, existe a possibilidade de se acelerar o ensaio pela amplificação do sinal de referência. Essa técnica permite alcançar grande fator de redução de tempo de ensaio, pois, devido à relação exponencial entre vida em fadiga e deformação, um ligeiro aumento no carregamento implica num grande aumento de dano na estrutura por intervalo de tempo. Entretanto, a amplificação de sinais deve ser utilizada com muita cautela, pois pode causar

deformações plásticas localizadas em regiões de concentração de tensão e distorcer os resultados de fadiga da estrutura (HALFPENNY, 2006; SHAFIULLAH, WU, 2013), além de não propiciar garantia de proporcionalidade de amplificação das solicitações em toda a estrutura, principalmente na existência de vibrações próximas a frequências de ressonância estruturais. A técnica utilizada neste artigo não se baseia na amplificação de sinais, mas na eliminação de trechos que causam pouco dano, como explicado a seguir.

Uma vez gerados os sinais de referência, parte-se para a calibração da bancada de ensaio. Nessa etapa, busca-se definir quais entradas devem ser impostas aos atuadores da bancada de forma a se reproduzir, nos sensores instalados na estrutura, os desejados sinais de referência. Nota-se que para isso a bancada de ensaio deve ser capaz de excitar a estrutura de modo apropriado. Podem ser suficientes bancadas mais simples, com um único atuador, como ilustra a **Figura 2**, utilizada na execução de teste de durabilidade de um cortador de pontas de uma colheitadeira de cana-de-açúcar, ou necessárias montagens mais complexas (HABTOUR et al., 2014), como a bancada de seis graus de liberdade ilustrada na **Figura 3**, utilizada no ensaio de durabilidade do chassi de uma colheitadeira de cana-de-açúcar. Ambos os ensaios foram desenvolvidos e executados no Laboratório de Equipamentos Mecânicos e Estruturas (LEME) do IPT.



Figura 2 – Exemplo de bancada de um único atuador.



Figura 3 – Exemplo de bancada com seis atuadores.

Por fim, com a bancada de ensaio calibrada, pode-se executar o ensaio de durabilidade acelerado.

Nas próximas seções, apresenta-se o princípio do método de compactação de sinais e aplica-se esse método em caso real de sinais coletados em campo. Em sequência, são analisados os ganhos em redução de tempo de ensaio e limitações na representação do sinal de campo original.

2 Método de compactação de sinais

Durante a operação de veículos e máquinas automotoras é comum a ocorrência de eventos esporádicos que causam danos significativos a suas estruturas. Complementarmente, períodos longos de operação contínua podem causar relativamente pouco dano estrutural. Dessa forma, a essência do método de compactação de sinais é a eliminação de trechos dos sinais de campo em que a estrutura sofre pouco dano (HALFPENNY, 2006). Nota-se que o termo dano se refere à porção da vida em fadiga que já foi atingida por consequência de solicitações mecânicas variáveis no tempo. Baseando-se no modelo de Palmgren-Miner, pode-se calcular o dano utilizando-se a **Equação 1** (JOHANNESSON, SPECKERT, 2014), em que um valor maior ou igual a um significa falha por fadiga.

$$D = \sum_i \frac{n_i}{N_i}$$

Onde:

D = dano

N_i = número de ciclos em que ocorria a falha por fadiga do material sob um nível de solicitação S_i

n_i = número de ciclos já atingidos sob um nível de solicitação S_i

Como usualmente possuem certo conteúdo em frequência e amplitudes variáveis no tempo, as solicitações mecânicas são melhor caracterizadas utilizando-se abordagens baseadas no método de *Rainflow* para contagem de ciclos e cálculo de dano (JOHANNESSON, SPECKERT, 2014; AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIAL, 2011; SCHIJVE, 2010).

Após a eliminação dos trechos de pouco dano, é feita a junção dos trechos preservados, interpolando-se, de forma suave, seus instantes de início e término.

Assim, o algoritmo de compactação é composto pelas seguintes etapas:

- a. Divisão do sinal em trechos e cálculo de seus danos D_i ;
- b. Identificação de D_{\max} (máximo de D_i);
- c. Se $\frac{D_i}{D_{\max}} \leq c$, então elimina trecho (onde c é um limiar pré-definido); e
- d. Junção de trechos preservados.

Naturalmente, por ser constituído de trechos do sinal original, o sinal compactado sempre possui dano menor que o original. Mas, geralmente, a diminuição de duração é mais significativa que a diminuição de dano. Assim, obtém-se vantagem na utilização do sinal compactado.

No Sinal de Campo, de deformação, apresentado na parte superior da **Figura 4**, por exemplo, nota-se que há trechos com ciclos de pequena amplitude e, em instantes específicos, ocorrem ciclos de maiores amplitudes (e maior dano) sobrepostos a ciclos de menores amplitudes. Após a eliminação de trechos de pequeno dano e junção dos trechos preservados, obtém-se um Sinal Compactado como o apresentado na parte inferior da **Figura 4**.

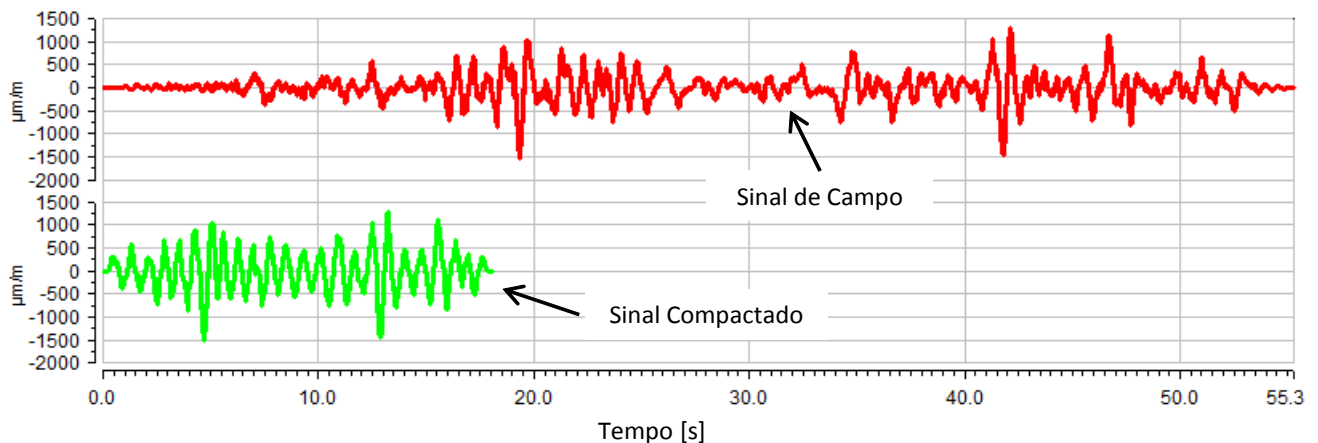


Figura 4 – Compactação por eliminação de trechos com pouco dano.

Existem particularidades de implementação desse algoritmo que dependem de seus desenvolvedores. Dois softwares reconhecidos no mercado são o LMS Tecware da SIEMENS e o nCode da HBM. No software LMS Tecware, disponível no IPT e utilizado nos exemplos desse artigo, devem ser definidos parâmetros da curva de fadiga do material da estrutura sob análise (curva SN) e dois parâmetros principais para execução do algoritmo de compactação: a importância relativa entre danos de cada trecho (*Relative filter width*) e a duração da sobreposição na junção dos sinais preservados (*overlap for cut operation*). O primeiro parâmetro define, por meio de um valor percentual, o limiar para a eliminação de trechos de pequeno dano, com referência nos trechos de maior dano. Já o segundo define a duração da sobreposição necessária para se fazer uma transição suave entre dois trechos consecutivos que foram preservados no sinal. Quanto maior for a duração, mais suave se torna a transição. Porém, menor será a eficácia da compactação.

Além da aplicação para um único sinal, esse método pode ser aplicado para um conjunto de sinais diferentes de sensores instalados numa mesma estrutura. Neste caso, o algoritmo verifica se os danos são simultaneamente pequenos em todos os sinais para, então, eliminar trechos de mesma duração em todos os sinais. Dessa forma, preserva-se a fase entre os diversos sinais.

Os sinais compactados permanecem similares aos sinais originais quanto ao dano e também quanto ao seu conteúdo de frequência (HALFPENNY, 2006). A preservação do conteúdo de frequência é de fundamental importância, pois, nesses casos, a solicitação mecânica variável no tempo é consequência da vibração estrutural, que é fortemente dependente do conteúdo em frequência de suas fontes de excitação e das frequências naturais da estrutura. Para a avaliação do conteúdo em frequência dos sinais, recorre-se normalmente ao cálculo da densidade espectral de potência ou PSD do inglês *power spectrum density* (HABTOUR et al., 2014), que resulta em curvas da potência do sinal em função da frequência. Matematicamente podem ser estimadas pelo quadrado da magnitude da Transformada de Fourier, normalizada pela frequência (PRESS et al., 1992).

De forma geral, quanto mais intensa for a compactação (de acordo com os parâmetros do algoritmo), maior será a distorção do conteúdo de frequência do sinal, como será exemplificado a seguir.

3 Exemplo de aplicação do método de compactação em caso real

Para ilustrar os efeitos do método de compactação de sinais foram processados os sinais de deformação de três *strain gages* (GA, GB e GC) obtidos em três diferentes condições de operação de uma máquina agrícola (Pista I, Pista II e Pista III).

Para cada condição de operação, foi feita a compactação de cada sinal independentemente (apenas para demonstração das características do algoritmo) e a compactação conjunta dos três sinais (como deve ser efetivamente realizada nesse caso).

O parâmetro de importância relativa entre danos de cada trecho foi ajustado de forma a se obter sinais compactados com danos variando entre 60 % e 95 % dos danos dos sinais originais. O parâmetro de sobreposição na junção de sinais preservados foi mantido constante, igual a 0,2 s.

Nas **Figuras 5 a 7** podem ser observadas as durações dos sinais compactados em relação às durações dos sinais originais, em que a legenda *Gages* se refere à compactação conjunta dos sinais dos três *strain gages*.

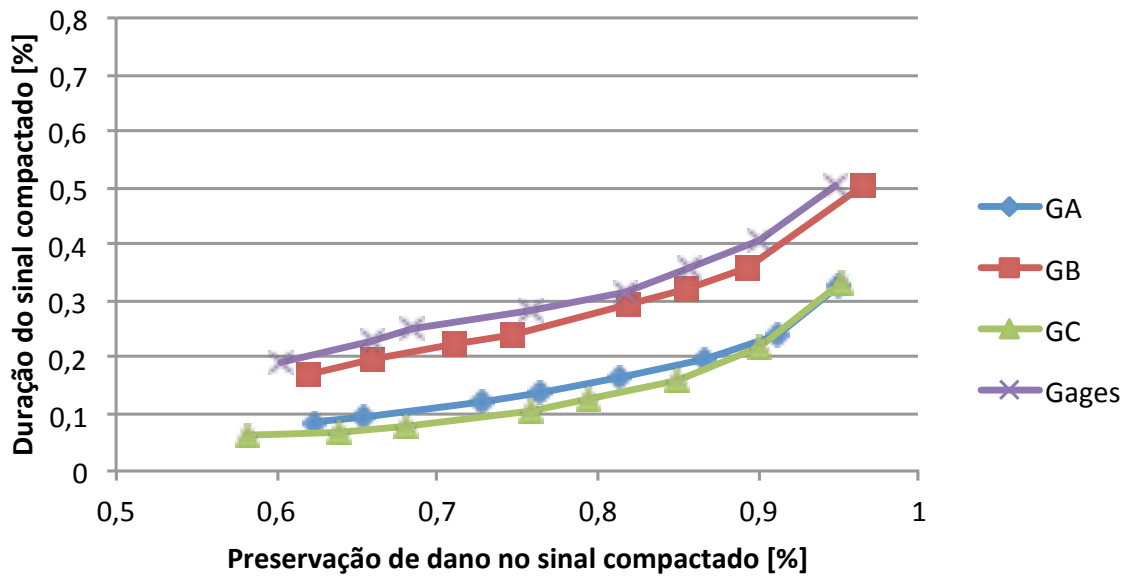


Figura 5 – Resultados de compactação para Pista I.

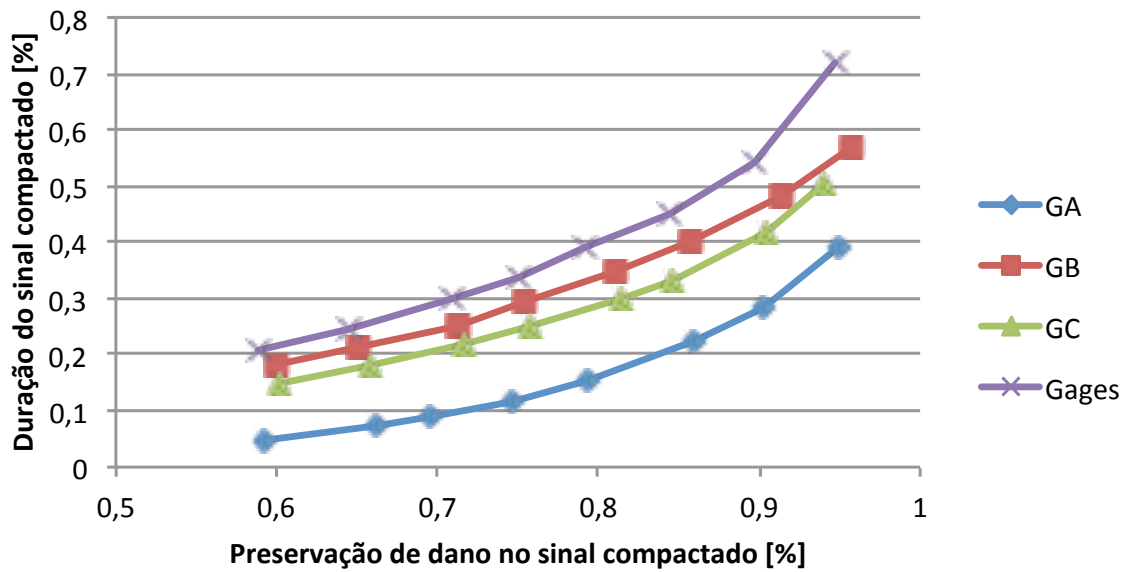


Figura 6 – Resultados de compactação para Pista II.

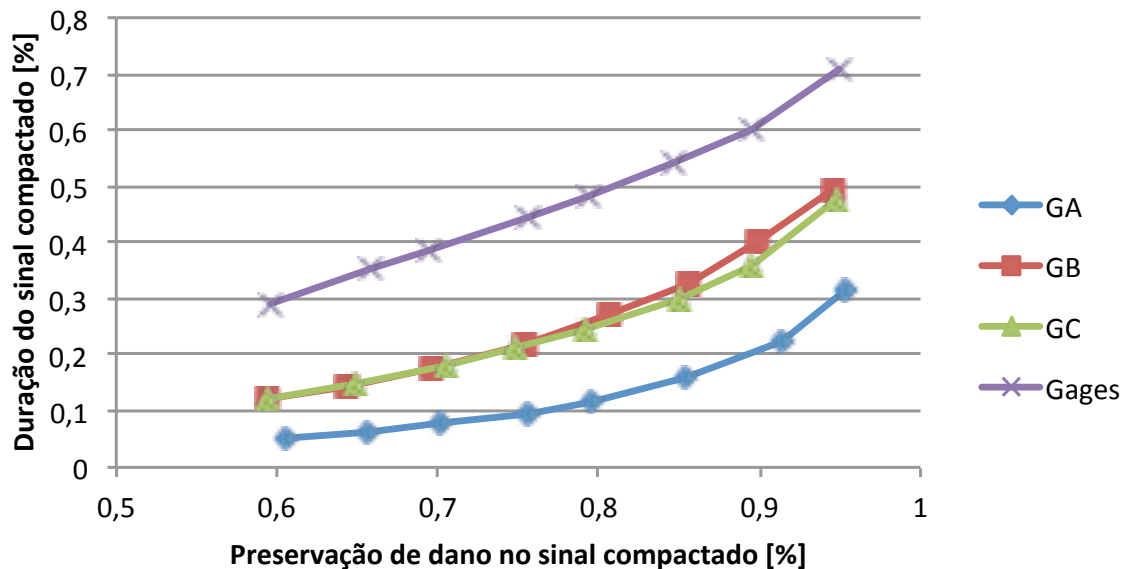


Figura 7 – Resultados de compactação para Pista III.

Observa-se, em todos os casos, que a diminuição nas durações dos sinais é mais significativa que a diminuição de seus danos. Notadamente para a Pista I, mesmo com a preservação de aproximadamente 95 % do dano do sinal original, a duração do sinal compactado é de aproximadamente 50 % da duração do sinal original, considerando-se os três *strain gages* em conjunto.

Nota-se ainda que a compactação conjunta dos sinais é sempre menos eficaz em diminuição da duração pois está limitada a simultaneidade de trechos de pequeno dano em todos os sinais em processamento. Nas Pistas I e II os resultados da compactação conjunta ficaram próximos aos resultados da compactação de um sinal isoladamente. Já na Pista III, diversos trechos de pequeno dano dos sinais não foram simultâneos, resultando numa compactação conjunta menos eficaz.

Considerando que o sinal compactado pode ser replicado tantas vezes quanto necessário para se atingir 100 % do dano do sinal original, são obtidos efetivamente os fatores de redução de tempo de ensaio apresentados na **Figura 8**, em que foram considerados apenas os exemplos de compactação conjunta dos três sensores instalados na estrutura.

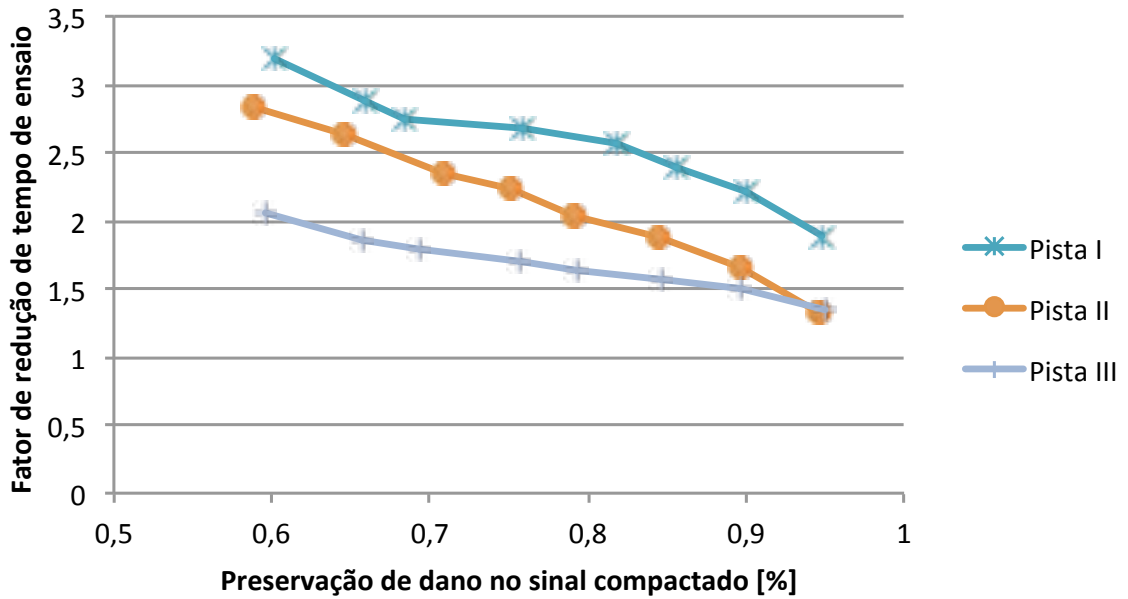


Figura 8 – Fator de redução de tempo de ensaio.

Observa-se que a compactação cada vez mais intensa leva a reduções significativas no tempo de ensaio. Entretanto, pode levar à distorção do sinal no domínio da frequência. Na Figura 9 são apresentadas as densidades espectrais de potência (PSD) do sinal original GA da Pista II e dos sinais compactados a 90 %, 80 %, 70 % e 60 % de preservação de dano.

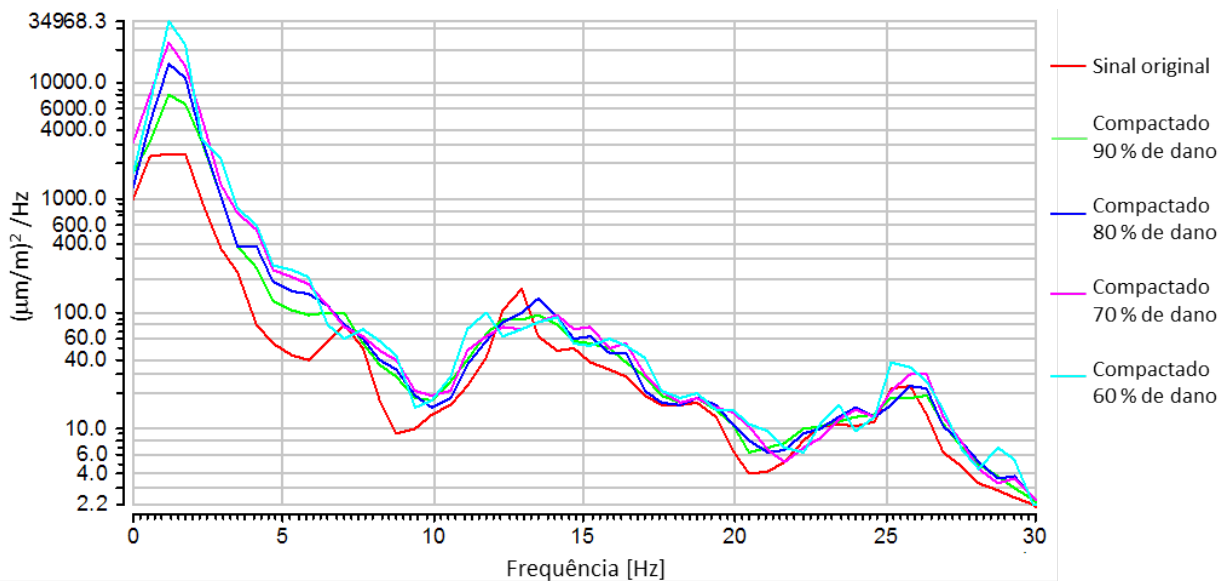


Figura 9 – Evolução da densidade espectral em função da compactação do sinal.

Pode ser observado que as densidades espectrais, de modo geral, foram preservadas. Em algumas frequências específicas, há atenuação ou mesmo amplificação das componentes do sinal. Particularmente neste exemplo, isso ocorre principalmente no primeiro pico, próximo a 2 Hz, em que as componentes do sinal são amplificadas com o aumento da compactação (ou diminuição da preservação de dano). Não há critérios bem estabelecidos na literatura para a aceitação ou rejeição dos sinais compactados em função dessas variações na densidade espectral. Assim, deve-se basear na experiência do profissional para tomada de decisão. Em geral, trabalhando-se na faixa de 70 % a 80 % de preservação de dano no sinal compactado, as alterações nas densidades espectrais podem ser toleradas. Nessas condições, seria obtido um fator de redução de tempo de ensaio entre duas e três vezes, o que é bastante significativo para ensaios de durabilidade que podem durar meses de execução. Dependendo das características do sinal, o fator de redução de tempo de ensaio pode chegar a cinco vezes ou mais (HALFPENNY, 2006).

Ressalta-se que os fatores de redução de tempo de ensaio, obtidos nos softwares de processamento de sinais, somente serão atingidos no ensaio de durabilidade se o sinal compactado for efetivamente reproduzido na bancada de ensaio, por meio da execução de sua calibração de modo adequado.

4 Conclusões

A compactação de sinais é vantajosa, pois permite a execução de ensaios de durabilidade de forma acelerada sem distorcer significativamente as características dos sinais, seja no domínio do tempo, seja no domínio da frequência.

5 Agradecimentos

Os autores agradecem à CNHi pela autorização de publicação de fotos de ensaio de seus produtos e, em especial, aos seus funcionários Aristides Filho e Rodrigo Silva (*Field Data Acquisition*), Diego Hoepfner e João Paulo Conceição (*Virtual Simulations*), Sandro Moreira, Marcus Vinicius dos Santos, Luiz Leandro Junior e Rafael Gazeta (*Support Team*).

6 Referências

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIAL. **E1049-85**: standard practices for cycle counting in fatigue analysis. West Conshohocken: ASTM, 2011. 10 p.

HABTOUR, E.; CONNON, W.; POHLAND, M. F.; STANTON, S. C.; PAULUS, M.; DASGUPTA, A. Review of response and damage of linear and nonlinear systems under multiaxial vibration. **Shock and Vibration**, v. 2014, Article ID 294271, p. 1-21, 2014. Disponível em: <<http://downloads.hindawi.com/journals/sv/2014/294271.pdf>>. Acesso em: 08 ago. 2017.

HALFPENNY, A. Methods for accelerating dynamic durability tests. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON RECENT ADVANCES IN STRUCTURAL DYNAMICS, 9., 2006, Southampton. **Proceedings...** Southampton: 2006. Disponível em: <http://www.ncode.com/fileadmin/mediapool/nCode/downloads/Whitepaper_nCode_MethodsforAcceleratingDynamicDurabilityTests_v2-Halfpenny.pdf>. Acesso em: 8 ago. 2017.

JOHANNESSON, P.; SPECKERT, M. **Guide to load analysis for durability in vehicle engineering**. Chichester: John Wiley & Sons, 2014. 434 p.

PRESS, W. H.; TEUKOLSKY, S. A.; VETTERLING, W. T.; FLANNERY, B. P. **Numerical recipes in fortran 77: the art of scientific computing**. New York: Cambridge University Press, 1992. v. 1, 973 p. Disponível em: <https://websites.pmc.ucsc.edu/~fnimmo/eart290c_17/NumericalRecipesinF77.pdf>. Acesso em: 08 ago. 2017.

SCHIJVE, J. **Fatigue of structures and materials**. Delft: Springer, 2010. 621 p.

SHAFIULLAH, A. K. M., WU, C. Q. Generation and validation of loading profiles for highly accelerated durability tests of ground vehicle components. **Engineering Failure Analysis**, v. 33, p. 1-16, 2013.

Cálculo e avaliação da incerteza estimada de medição de ensaios de análise de tamanho de partículas por espalhamento dinâmico de luz (DLS)

Calculation and evaluation of the estimated measurement uncertainty of particle size analysis by - dynamic light scattering (DLS)

Cyntia Matteucci^a, Aline Cotta Dinis^b, Kleber Lanigra Guimarães^c

Resumo

A análise de tamanho de partículas por espalhamento dinâmico de luz é uma técnica aplicada na caracterização de nanodispersões, microemulsões e soluções coloidais. O resultado do ensaio deve ser apresentado com a incerteza estimada de medição, a falta dessa informação poderá ser relevante para a validade ou aplicação dos resultados do ensaio ou, até mesmo afetar a conclusão sobre a conformidade com um limite especificado. Este artigo tem como objetivo apresentar a estimativa e a avaliação da incerteza de medição para os ensaios de análise de tamanho de partículas, por meio da técnica de espalhamento de luz (DLS). O método para a estimativa foi baseado em um Guia para a expressão de incerteza de medição, que emprega a "lei de propagação de incertezas" e foram identificadas 14 possíveis fontes de incerteza. O resultado da incerteza expandida é de 4,0 % com probabilidade de abrangência de 95 % para um material de 101,8 nm de diâmetro, atendendo as expectativas do laboratório, com base nas informações encontradas na literatura. A repetibilidade obtida foi de 1,0 %, dentro da faixa de valores estipulada na norma de referência (menor que 2 %). A partir da avaliação da contribuição de cada fonte de incerteza, foram selecionadas as que terão maior impacto se implementadas ações para diminuí-las.

^a Gerência de Gestão da Qualidade, Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A., São Paulo-SP, Brasil.

^b Pesquisadora Visitante do Laboratório de Processos Químicos e Tecnologia de Partículas, Núcleo de Bionomanufatura, Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A., São Paulo-SP, Brasil

^c Laboratório de Processos Químicos e Tecnologia de Partículas, Núcleo de Bionomanufatura, Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A., São Paulo-SP, Brasil.

*E-mail: cyntiamt@ipt.br

Palavras-chave:

estimativa de incerteza; tamanho de partícula; espalhamento dinâmico de luz; DLS

Keywords: luncertainty estimate; particle size; dynamic light scattering

Abstract

Particle size analysis by dynamic light scattering is a technique applied in the characterization of nanodispersions, microemulsions and colloidal solutions. The test results should be presented with the estimated measurement uncertainty. The lack of such information may be relevant to the validity or the application of the test results or even may affect the conclusion on conformity with a specified limit. The aim of this paper is to present the estimation and the evaluation of the measurement uncertainty of particle size - light scattering (DLS) assays. The method for estimating was based on a guide to measurement uncertainty expression which employs the "Uncertainty Propagation Law" and identified 14 sources of uncertainty. The result of the expanded uncertainty is 4.0 % with 95 % coverage probability for a material of 101.8 nm in diameter, meeting the expectations of the laboratory, based on information found in the literature. The repeatability obtained was 1.0 %, within the range of values stipulated in the reference standard (less than 2 %). From the evaluation of the contribution of each source of uncertainty the ones that will have the greatest impact if actions were implemented to reduce them were selected.

1 Introdução

A análise de tamanho de partículas por espalhamento dinâmico de luz é uma técnica aplicada na caracterização de (nano) dispersões, (micro) emulsões e soluções coloidais. O tamanho das partículas dispersas em um meio líquido pode influenciar em propriedades como reatividade, cinética de dissolução, estabilidade de dispersões coloidais, eficácia de entrega em sistemas carreadores de fármacos, entre outras.

A metodologia para realização desta análise é estabelecida na norma ISO 22412 da *International Organization for Standardization*, inicialmente publicada em 2008 e substituída pela versão atual, publicada em 2017 (ISO 22412:2017 (E) – *Particle size analysis – Dynamic light scattering (DLS)*).

A técnica de espalhamento dinâmico de luz (DLS), também chamada de espectroscopia de correlação de fótons (PCS) ou ainda de espalhamento de luz quasi elástico (QELS) é baseada na avaliação de luz visível resultante da diferença no índice de refração entre partículas dispersas em um meio e o índice de refração do meio de dispersão. O método é aplicado para partículas suspensas em um líquido na faixa de 0,6 nm a 10360 nm, dependendo do equipamento utilizado, das propriedades ópticas do material, do meio de dispersão e do software (NANOREG, 2017).

Na análise de tamanho de partículas por DLS, partículas submicrométricas suspensas em um fluido estão em constante movimento aleatório (movimento Browniano), resultante da interação com as moléculas que compõem o meio dispersante. Na teoria de Stokes-Einstein do movimento Browniano, o movimento da partícula numa concentração muito baixa pode ser determinado pela viscosidade e temperatura do meio dispersante e pelo tamanho da partícula. No caso de baixas concentrações de sólido em suspensão, trata-se de um diâmetro hidrodinâmico (RÓZ, 2015).

Varenne, Botton e Merlet (2015) estudaram a padronização e a validação do protocolo de determinação de tamanho de partículas por espalhamento dinâmico de luz para caracterização de dois nanomateriais monodispersos estáveis, realizando medições a 20 °C e 25 °C, utilizando materiais de referência certificados e avaliando os valores de incerteza estimados para a robustez, repetibilidade, precisão intermediária e exatidão. As incertezas expandidas obtidas nesse estudo foram de 7,0 % e 3,8 % para os padrões de 60 nm e 203 nm, respectivamente, a 20 °C e 6,8 % e 3,8v% para os padrões de 60 nm e 203 nm, respectivamente, a 25 °C (VARENNE; BOTTON; MERLET, 2015).

Em 2016, o protocolo estudado por Varenne, Botton e Merlet (2015) foi aplicado para avaliação de nanomateriais com diâmetros de 100 nm e 400 nm e as incertezas expandidas obtidas foram 4,4 % e 3,6 %, respectivamente, ambos a 20 °C. Nesse estudo, foram consideradas as incertezas oriundas da repetibilidade, precisão intermediária e exatidão, considerando influências da temperatura e do volume de amostra utilizado (VARENNE et al. 2016).

Apesar das recentes publicações sobre a metodologia de análise de tamanho de partículas por DLS e validações do método, as informações sobre a estimativa de incerteza de medição para essa técnica de caracterização ainda são escassas. Se o resultado do ensaio for apresentado sem a incerteza estimada de medição, a falta dessa informação poderá ser relevante para validade ou aplicação dos resultados do ensaio ou, até mesmo, afetar a conclusão sobre a conformidade com um limite especificado. Conhecer a incerteza do resultado do ensaio de análise de tamanho de partículas é importante para apresentar aos clientes um resultado completo com a qualidade de medição quantificada. Além disso, para o Laboratório de Processos Químicos e Tecnologia de Partículas (LPP), do Núcleo de Bionanomanufatura (BIONANO) /IPT possibilita um aprofundamento do conhecimento do ensaio, inclusive das contribuições de cada fonte de incerteza para o controle e busca de melhorias.

Em vista da importância e das justificativas de se conhecer a incerteza estimada de medição de um ensaio, este artigo tem como objetivo apresentar a estimativa e avaliação da incerteza dos ensaios de análise de tamanho de partículas por meio da técnica de espalhamento dinâmico de luz (DLS).

2 Procedimento metodológico

2.1 Método de ensaio

A análise de tamanho de partículas por espalhamento dinâmico de luz foi realizada conforme a norma ISO 22412 da *International Organization for Standardization* (2017). Nessa análise, foi utilizado o equipamento analisador de tamanho de partículas *Nanoplus, Particulate System*.

Conforme a norma ISO 22412 da *International Organization for Standardization* (2017) o princípio deste ensaio é que as partículas em suspensão recebem um feixe de luz e o espalhamento da luz é dependente da interação deste feixe (radiação eletromagnética) com as partículas em suspensão e também da mobilidade dessas partículas, ou seja, da velocidade com que elas se movem. A luz espalhada pelas partículas é detectada por um ângulo (θ) em relação à luz incidente (a posição do detector em relação à luz incidente depende do equipamento utilizado na análise).

A qualificação do equipamento foi realizada utilizando medições em Materiais de Referência Certificados (MRC) para construção de uma curva analítica, relacionando os diâmetros nominais dos MRCs (abscissa) com os valores médios obtidos em três determinações (ordenada). Foram utilizados os MRCs de valores nominais 19 nm, 60 nm e 100 nm de diâmetro para construção da curva analítica.

As principais etapas da preparação da amostra estão representadas na **Figura 1**:

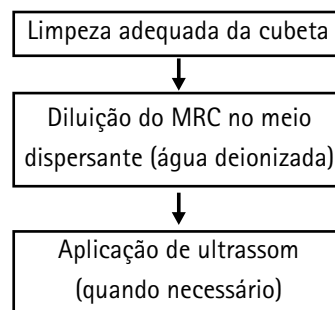


Figura 1 – Principais etapas da preparação da amostra.

Fonte: Elaboração própria.

As principais etapas da análise de tamanho de partículas estão representadas na **Figura 2**:

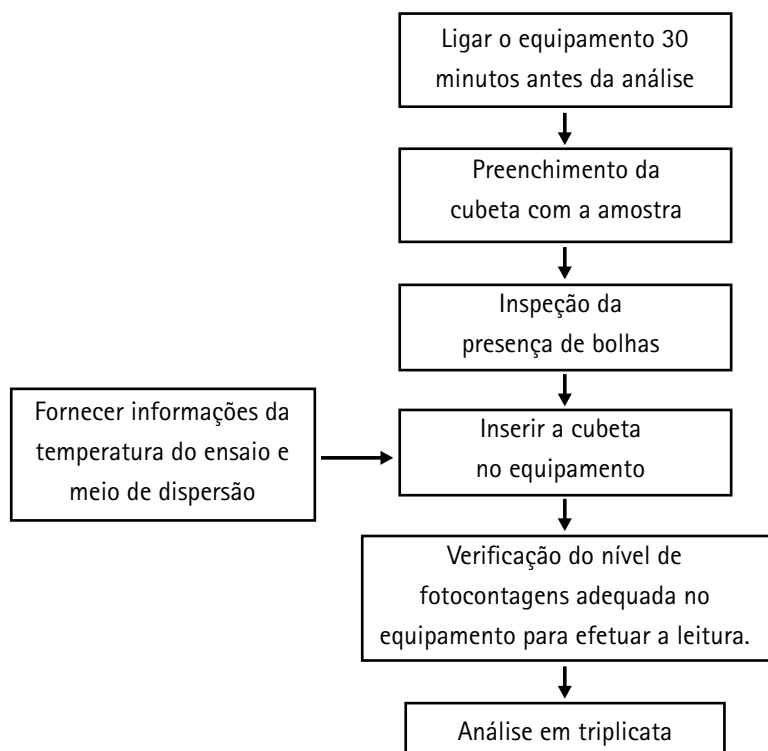


Figura 2 – Principais etapas da preparação da amostra.

Fonte: Elaboração própria.

As medições foram realizadas utilizando um equipamento analisador de tamanho de partículas *Nanoplus, Particulate System*, com laser diodo de comprimento de onda de 663,5 nm e ângulo de espalhamento de 165°. A temperatura adotada para as medições foi 25 °C e foi utilizado como meio dispersante, a água deionizada. Nessas condições, o índice de refração foi de 1,3328 e a viscosidade 0,8878 cP (mPa·s), conforme dados registrados no software *Nanoplus Version 5.22*.

No preparo das amostras, 4 gotas de Material de Referência Certificado NIST SRM1963a 100 nm *Diameter Polystyrene Spheres*, de 06.10.2014 (validade 15.05.2017), foram diluídas em 20 mL de água deionizada e filtrada em membrana de 0,2 µm. Para cada amostra, realizou-se 70 acumulações (*runs*), o procedimento foi realizado em triplicata.

2.2 Método para calcular a estimativa de incerteza de medição

O método para a estimativa de incerteza de medição foi baseado no Guia para a expressão de incerteza de medição (BARATTO et al., 2012) que aplica a "lei de propagação de incertezas". A sequência do procedimento é definir o mensurando, o modelo matemático de medição, identificar as fontes de incerteza, quantificar as fontes de incerteza, calcular o coeficiente de sensibilidade, verificar se existe correlação entre as componentes de incerteza, calcular a incerteza combinada e calcular a incerteza expandida.

2.2.1 Definição do mensurando

O mensurando do ensaio é o diâmetro hidrodinâmico, valor expresso em nanometro (nm).

2.2.2 Determinação do modelo matemático de medição

A norma ISO 22412 da International Organization for Standardization (2017) estabelece o modelo matemático (**Equação 1**) para o cálculo do diâmetro hidrodinâmico como:

$$d = \frac{k \cdot (T)}{3 \cdot \pi \cdot \eta \left(\frac{\Gamma}{q^2} \right)} \quad (1)$$

Em que:

d = Diâmetro hidrodinâmico, em nm

k = Constante de Boltzman em JK⁻¹

T = Temperatura em K

η = Viscosidade do meio dispersante em Pa·s

Γ = Taxa de decaimento em 1/s

q = Vetor dispersão em m⁻¹ (**Equação 2**)

$$q = \frac{(4 \cdot \pi \cdot \eta)}{\lambda} \cdot \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \quad (2)$$

Em que:

q = Vetor dispersão em m⁻¹

n = Índice de refração do meio de dispersão (adimensional)

θ = Ângulo de espalhamento em rad

λ = Comprimento de onda em m

2.2.3 Busca das possíveis fontes de incerteza

A partir do modelo matemático foram listadas as variáveis de entrada para o cálculo do mensurando, através do acompanhamento do ensaio em auditoria técnica e com as informações do *Good Practice Guide* N° 119 (BOYD et al., 2011) foi elaborado o diagrama de causa e efeito (Espinha de peixe) apresentado na **Figura 3**, com objetivo de identificar as fontes de incerteza relacionadas a essas variáveis.

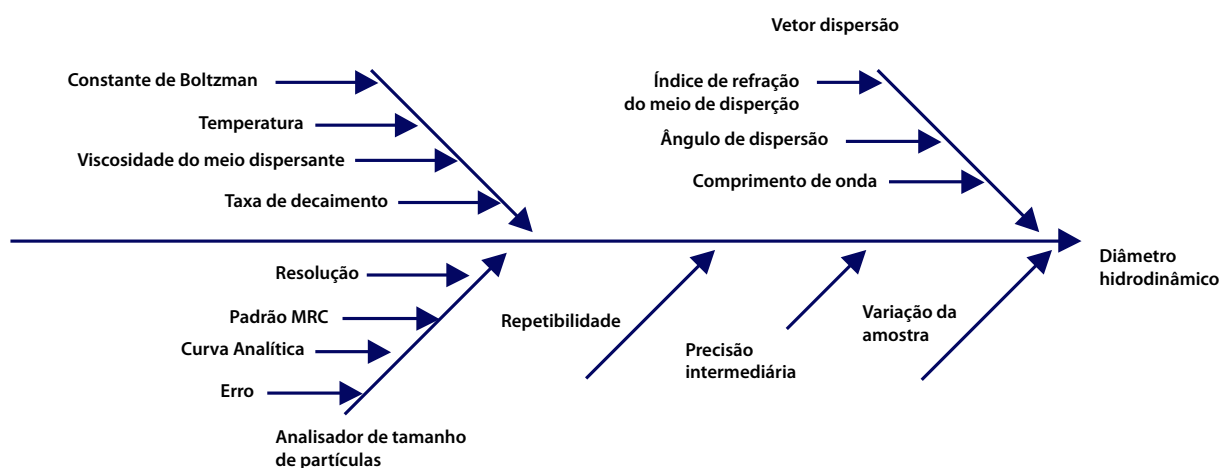


Figura 3 - Diagrama de causa e efeito (Espinha de peixe).

Fonte: Elaboração própria.

2.2.4 Fontes de incerteza

Foram identificadas como possíveis fontes de incertezas:

- Índice de refração do meio de dispersão;
- Comprimento de onda;
- Ângulo de espalhamento;
- Vetor dispersão;
- Constante de Boltzman;
- Temperatura;
- Viscosidade do meio dispersante;
- Taxa de decaimento;
- Resoluções do Analisador de tamanho de partículas;
- Curva analítica;
- Material de Referência Certificado;
- Erro;
- Repetibilidade de medição;
- Precisão intermediária.

2.2.5 Quantificação dos componentes de incerteza

Baseado no Guia Eurachem/CITAC (ELLISON; ROSSLEIN; WILLIAMS, 2002), *Good Practice Guide* nº 119 (BOYD et al., 2011) e Guia para a expressão de incerteza de medição (BARATTO et al., 2012) foram obtidas diversas incertezas padrão e as respectivas distribuições de probabilidade.

2.2.5.1 Índice de refração do meio de dispersão

A incerteza padrão do índice de refração do meio de dispersão (água deionizada) foi calculada conforme a **Equação 3**, considerando a diferença entre o valor teórico e o valor lido. A distribuição de probabilidade utilizada foi retangular.

$$u_n = \sqrt{\left(\frac{n_{\text{teórico}} - n_{\text{lido}}}{\sqrt{3}}\right)^2} \quad (3)$$

2.2.5.2 Comprimento de onda

A incerteza padrão do comprimento de onda foi calculada conforme a **Equação 4**, considerando a resolução (0,1 nm) do Analisador de tamanho de partículas com uma distribuição de probabilidade retangular.

$$u_\lambda = \sqrt{\left(\frac{\text{resolução}}{\sqrt{3}}\right)^2} \quad (4)$$

2.2.5.3 Ângulo de espalhamento

A incerteza padrão do ângulo de espalhamento é 0,008 %. Para determinar essa incerteza padrão foi convertido em porcentagem o valor utilizado no estudo de caso IV do *Good Practice Guide* nº 119 (BOYD et al., 2011).

2.2.5.4 Vetor dispersão

A incerteza padrão do vetor dispersão foi calculada conforme a **Equação 5**. Optou-se por determinar a incerteza padrão do vetor dispersão igual ao valor do vetor multiplicado pela raiz quadrada da soma das incertezas padrão relativas das grandezas de entrada do índice de refração do meio de dispersão, do comprimento de onda e do ângulo de dispersão porque a **Equação 2** inclui produtos e quociente. (ELLISON; ROSSLEIN; WILLIAMS, 2002).

$$uc_q = q \cdot \sqrt{\left(\frac{u_n}{n}\right)^2 + \left(\frac{u_\lambda}{\lambda}\right)^2 + \left(\frac{\sin\left(\frac{u_\theta}{2}\right)}{\sin\left(\frac{\theta}{2}\right)}\right)^2} \quad (5)$$

2.2.5.5 Constante de Boltzman

A incerteza padrão da Constante de Boltzman é $0,00000079 \cdot 10^{-23} \text{ JK}^{-1}$ (MOHR; NEWELL; TAYLOR, 2016).

2.2.5.6 Temperatura

Para determinar a incerteza padrão da temperatura (**Equação 6**) foi convertido em porcentagem o valor informado no Manual da Qualidade do Equipamento *Nanoplus, Particulate System* (0,2 °C). A distribuição de probabilidade utilizada foi retangular.

$$u_T = \sqrt{\frac{\left((T + 273,15) \cdot \left(\frac{0,2}{T}\right)\right)}{\sqrt{3}}} \quad (6)$$

2.2.5.7 Viscosidade do meio dispersante

A incerteza padrão da viscosidade do meio dispersante (solvente) a 25 °C foi calculada (**Equação 7**) combinando a incerteza da água a 20 °C definida pela norma ISO/TR 3666 (*INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION*, 1998), como sendo 1,0016 mPa·s e a diferença entre o valor lido a 25 °C e o valor do banco de dados do equipamento *Nanoplus, Particulate System* a 25 °C. A distribuição de probabilidade foi normal ($k = 2$) para o valor normalizado e retangular para a diferença entre os valores.

$$u_{\eta 25^\circ\text{C}} = \sqrt{\left(\frac{u_{\eta 20^\circ\text{C}}}{2}\right)^2 + \left(\frac{\text{Erro}_{\eta 25^\circ\text{C}}}{\sqrt{3}}\right)^2} \quad (7)$$

2.2.5.8 Taxa de decaimento

A incerteza padrão da taxa de decaimento foi calculada (**Equação 8**) de forma conservadora, considerando a diferença entre o maior e menor valor (amplitude) da taxa de decaimento, valores esses registrados no *software* do analisador de tamanho de partículas. A distribuição de probabilidade utilizada foi retangular.

$$u_{\Gamma} = \sqrt{\left(\frac{Maior_{\Gamma} - Menor_{\Gamma}}{\sqrt{3}}\right)^2} \quad (8)$$

2.2.5.9 Equipamento (Analisador de tamanho de partículas)

A incerteza padrão do equipamento foi obtida de quatro componentes: a resolução do analisador de tamanho de partículas, a curva analítica, o Material de Referência Certificado (MRC) e o Erro.

A incerteza da Curva Analítica foi calculada conforme o Procedimento do Guia Eurachem item A5.4 etapa 3. A distribuição de probabilidade utilizada foi retangular.

A incerteza herdada da produção do MRC foi calculada com os valores do Certificado do Material de Referência (Incerteza expandida e o respectivo fator de abrangência). O Erro foi quantificado (Valor do MRC – Valor lido) com distribuição retangular. A combinação dessas fontes de incerteza estão na **Equação 9**.

$$u_{C_{Equip}} = \sqrt{\left(\frac{Resolução}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{U_{padrão}}{k_{padrão}}\right)^2 + (curva)^2 + \left(\frac{Erro}{\sqrt{3}}\right)^2} \quad (9)$$

2.2.5.10 Repetibilidade

A repetibilidade (Repe), isto é, a precisão de medição foi estabelecida na condição de um único operador utilizar o mesmo procedimento de medição, em um mesmo local (Laboratório LPP/BIONANO/IPT), utilizando um único equipamento e repetição em triplicata de análise do item Material de Referência Certificado. A repetibilidade foi quantificada pelo cálculo de desvio padrão.

2.2.6 Coeficiente de sensibilidade

O coeficiente de sensibilidade é definido como a razão de variação de grandezas de saída em relação à grandeza de entrada e o valor é obtido por derivada parcial. A seguir são apresentadas as equações 10 a 14 para calcular os coeficientes de sensibilidade para a constante de Boltzman, a temperatura, a viscosidade do meio dispersante, a taxa de decaimento e o vetor de dispersão respectivamente.

$$\frac{\partial d}{\partial k} = \frac{(T + 273,15)}{3 \cdot \pi \cdot \eta \cdot \left(\frac{\Gamma}{q^2}\right)} \quad (10)$$

$$\frac{\partial d}{\partial T} = \frac{k}{3 \cdot \pi \cdot \eta \cdot \left(\frac{\Gamma}{q^2}\right)} \quad (11)$$

$$\frac{\partial d}{\partial \eta} = \frac{-(k(T + 273,15))}{3 \cdot \pi \cdot \eta^2 \cdot \left(\frac{\Gamma}{q^2}\right)} \quad (12)$$

$$\frac{\partial d}{\partial \Gamma} = \frac{-(k \cdot (T + 273,15)) \cdot \left(\frac{1}{q^2}\right)}{3 \cdot \pi \cdot \eta \cdot \left(\frac{\Gamma}{q^2}\right)^2} \quad (13)$$

$$\frac{\partial d}{\partial q} = \frac{-(k \cdot (T + 273,15)) \cdot \left(3 \cdot \pi \cdot \eta \cdot \Gamma \cdot \left(\frac{-2}{q^3}\right)\right)}{3 \cdot \pi \cdot \eta \cdot \left(\frac{\Gamma}{q^2}\right)^2} \quad (14)$$

2.2.7 Verificação se existe correlação entre as componentes de incerteza

Se constatada a existência de correlação entre as componentes de incerteza, a mesma deve ser considerada como uma contribuição de incerteza de correlação.

Não foi identificada correlação das grandezas de entrada no modelo matemático do diâmetro hidrodinâmico, pois os valores da temperatura e da viscosidade do meio dispersante são dados de entrada do *software*, e o vetor dispersão e a constante de Boltzmann são os valores que não se alteram no ensaio. Logo, essas componentes são obtidas de forma independente.

2.2.8 Incerteza combinada

Com a identificação das fontes de incerteza, obtenção das incertezas padrão e dos coeficientes de sensibilidade, é possível calcular a incerteza combinada do diâmetro hidrodinâmico com as Equações 15 e 16.

$$uc_d = \sqrt{(uc_{Equip})^2 + (uc_d)^2 + (Repe)^2} \quad (15)$$

$$uc_d = \sqrt{\left(uk \cdot \frac{\partial d}{\partial k}\right)^2 + \left(uT \cdot \frac{\partial d}{\partial T}\right)^2 + \left(u\eta_{25C} \cdot \frac{\partial d}{\partial \eta}\right)^2 + \left(u\Gamma \cdot \frac{\partial d}{\partial \Gamma}\right)^2 + \left(uq \cdot \frac{\partial d}{\partial q}\right)^2} \quad (16)$$

2.2.9 Fator de abrangência e Incerteza expandida

O Fator de abrangência (k) é um fator numérico utilizado como um multiplicador da incerteza padrão combinada do diâmetro hidrodinâmico de medição, de modo a obter uma incerteza expandida de medição (**Equação 17**). O fator de abrangência foi determinado para o nível de confiança de 95,45 %, utilizando o valor do grau de liberdade efetivo, calculado a partir da fórmula de Welch-Satterhwaite (**Equação 18**) do Guia para a expressão de incerteza de medição (BARATTO et al., 2012).

$$U_{medição} = uc_{medição} \cdot k \quad (17)$$

$$\gamma_{eff} = \frac{u^4(y)}{\sum_{i=1}^n \frac{u_i^4(y)}{\gamma_i}} \quad (18)$$

3 Resultados e discussão

O valor médio do diâmetro das partículas foi calculado pelo *software Nanoplus Version 5.22*, utilizando o método de análise CONTIN. Os valores registrados nas análises realizadas são apresentados na **Tabela 1**.

Amostra	Diâmetro médio (nm)	Índice de Polidispersividade – PI ¹	Taxa de decaimento (1/s)
SRM1963a 100 nm_1	100,7	0,047	3043,9
SRM1963a 100 nm_2	101,9	0,042	3006,0
SRM1963a 100 nm_3	102,8	0,018	2979,9

Tabela 1 – Valores registrados nas análises do SRM 1963a.

Fonte: Elaboração própria.

O valor médio do diâmetro hidrodinâmico, obtido após três determinações foi 101,8 nm. A incerteza expandida do diâmetro hidrodinâmico é de 4,0 %. A incerteza padrão combinada foi multiplicada por um fator de abrangência $k = 2,13$, para uma distribuição normal correspondente a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95 %.

Conforme apresentado na **Figura 4**, considerando o desvio padrão da amostra zero, a maior contribuição (53,1 %) vem dos cinco parâmetros do modelo matemático (**Equação 1**), depois a repetibilidade de medição (30,9 %), e a menor contribuição é o analisador de tamanho de partículas (16 %).

Valores das contribuições das fontes de incerteza em %, considerando o desvio padrão da amostra zero



Figura 4 – Valores das contribuições das fontes de incerteza em porcentagem, considerando o desvio padrão da amostra como zero.

Fonte: Elaboração própria.

¹ Valor indicado pela norma ISO 22412:2017: inferior a 0,07.

Conforme apresentado na **Figura 5**, a maior contribuição dos cinco parâmetros do modelo matemático (**Equação 1**) é a taxa de decaimento (87,1 %), depois a temperatura (11,3 %), e viscosidade do meio dispersante. As demais contribuições (constante de Boltzman e vetor dispersão) são desprezíveis.

Valores das contribuições das fontes de incerteza em %, dos parâmetros do modelo matemático

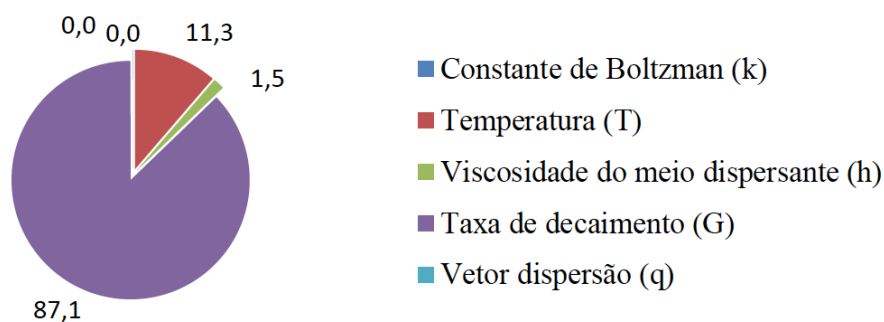


Figura 5 – Valores das contribuições das fontes de incerteza em porcentagem dos cinco parâmetros do modelo matemático (Equação 1).

Fonte: Elaboração própria.

Conforme apresentado na **Figura 6**, a maior contribuição do Analisador de tamanho de partículas é a incerteza herdada do Material de Referência Certificado (52,8 %), depois a incerteza da curva analítica (47,2 %), e as demais contribuições (resolução e erro) são desprezíveis.

Valores das contribuições das fontes de incerteza em %, do Equipamento (Analisador de tamanho partículas)

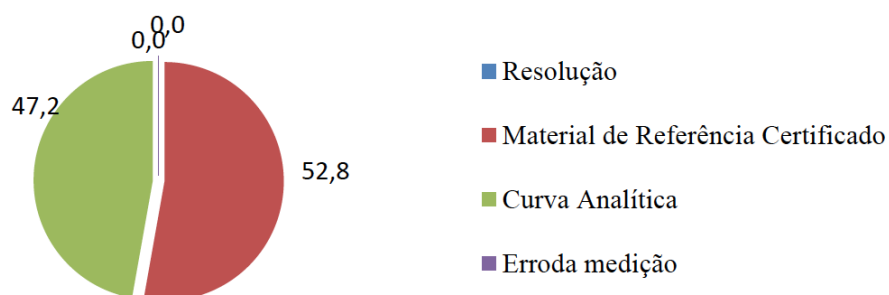


Figura 6 – Valores das contribuições das fontes de incerteza em porcentagem do Analisador de tamanho de partículas.

Fonte: Elaboração própria.

O valor do fator de abrangência ($k = 2,13$), conforme o documento Avaliação de dados de medição: Guia para a expressão de incerteza de medição – GUM, nota do item 2.3.6, está dentro do esperado, isto é tipicamente na faixa de 2 a 3.

O valor da repetibilidade de medição do ensaio (1,0 %), segundo a norma ISO 22412 da *International Organization for Standardization* (2017), está dentro do esperado (< 2,0 %).

Comparando o valor da incerteza relativa (1,87 %) apresentada no IV estudo de caso do *Good practice Guide* n° 119 (BOYD et al., 2011) com o LPP/BIONANO/IPT (4,0 %), o valor do laboratório é maior. Nos cálculos, o laboratório considerou treze fontes de incerteza: todas as fontes de incerteza do *Good practice Guide* n° 119 (BOYD et al., 2011) e também as incertezas associadas ao equipamento utilizado e a herdada do Material de Referência.

A fonte de incerteza da Precisão Intermediária não foi considerada, pois está em estudo, uma vez que a condição a ser avaliada contemplará dois equipamentos *Nanoplus, Particulate System*, o mesmo procedimento de medição, o mesmo técnico, o mesmo laboratório e medições repetidas no mesmo MRC.

Comparando o valor da incerteza relativa (4,4 %) apresentada no protocolo estudado por Varenne, Botton e Merlet (2015) para avaliação de nanomateriais com diâmetros de 100 Para o nível de confiança de 95,45 %, nm com o do LPP/BIONANO/IPT (4,0 %), o valor do laboratório é menor. No protocolo estudado por Varenne, Botton e Merlet (2015) foram consideradas as incertezas oriundas da repetibilidade, precisão intermediária e exatidão, considerando influências da temperatura e do volume utilizado na cubeta.

4 Conclusões

O cálculo da estimativa de incerteza possibilitou quantificar a qualidade da medição dos ensaios de análise de tamanho de partículas (4,0 %). Esse valor poderá variar, em função da amostra.

A partir da análise de contribuição das fontes de incertezas, que possibilita ao grupo concentrar-se nas fontes que terão maior impacto se diminuídas, estão identificadas as fontes curva analítica, taxa de decaimento e repetibilidade de medição.

O LPP/BIONANO/IPT tem condições de apresentar o resultado com uma declaração sobre a incerteza de medição (item 5.10.3.1.c da norma NBR ISO/IEC 17025 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2005)).

Recomenda-se que, em trabalhos futuros, seja feito um esforço para a diminuição da incerteza, explorando as fontes identificadas de maior impacto, para obtenção de melhoria contínua e do aprofundamento nas variáveis do ensaio.

5 Agradecimentos

Pelo empenho de Thaís Aragão Horoiwa ao cumprimento de sua missão junto ao IPT.

6 Referências

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO/IEC 17025**: Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro: ABNT, 2005.

BARATTO, A. C. et al. (Coord.) **Avaliação de dados de medição**: guia para a expressão de incerteza de medição: GUM 2008. Rio de Janeiro: INMETRO, 2012. 141 p. Disponível em: <http://www.inmetro.gov.br/inovacao/publicacoes/gum_final.pdf>. Acesso em: 20 jun. 2017.

BOYD, R. D. et al. **Good practice guide for the determination of the size and size distribution of spherical nanoparticle sample**. Teddington, UK: NPL, 2011. (Measurement Good Practice Guide, n. 119). Disponível em: <<http://www.npl.co.uk/publications/Good-practice-guide-for-the-determination-of-the-size-distributions-of-spherical-nanoparticle-samples.>>. Acesso em: 20 jun. 2017.

ELLISON, S. L. R.; ROSSLEIN, M.; WILLIAMS, A. (Ed.). **Guia EURACHEM/CITAC determinando a incerteza na medição analítica**. Rio de Janeiro: Sociedade Brasileira de Metrologia, 2002. Disponível em: <<http://allchemistry.iq.usp.br/pub/metabolizando/Beta021115.pdf>>. Acesso em: 20 jun. 2017.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 22412**: Particle size analysis - Dynamic light scattering (DLS). Geneve: ISO, 2017. Disponível em: <<https://www.iso.org/standard/65410.html>>. Acesso em: 20 jun. 2017.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO/TR 3666**: Viscosity of water. Geneve: ISO, 1998. Disponível em: <<https://www.iso.org/standard/28607.html>>. Acesso em: 20 jun. 2017.

MOHR, P. J.; NEWELL, D. B.; TAYLOR, B. N. CODATA recommended values of the fundamental physical constants: 2014. **Reviews of Modern Physics**, Minneapolis, v. 88, p. 1-77, July/Sept. 2016.

NANOREG. **NRCWE SOP for measurement of hydrodynamic Size- Distribution and Dispersion Stability by Dynamic Light Scattering (DLS)**. 2017. 11 p. Disponível em: <http://rivm.nl/en/About_RIVM/International_Affairs/International_Projects/Completed/NANoREG/deliverables/NANoREG_D2_08_SOP_02_For_measurement_of_hydrodynamic_Size_Distribution_and_Dispersion_Stability_by_DLS.org>. Acesso em: 20 jun. 2017.

RÓZ, A. L. D. , LEITE, F. De L. , FERREIRA, M. , OLIVEIRA JR,O. N. De. **Técnicas de Nanocaracterização: Princípios e aplicações**. Rio de Janeiro: Elsevier Editora, v. 3, 2015.

VARENNE, F., BOTTON, J., MERLET, C. Standardization and validation of a protocol of size measurements by dynamic light scattering for monodispersed stable nanomaterial characterization. **Colloids And Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 486, p. 124-138, 2015. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.colsurfa.2015.08.043>.

VARENNE, F.; BOTTON, J.;MERLET, C.; HILLAIEREAU, H.; LEGRAND, F. X.; BARRAT, G.; VAUTHIER, C. Size of monodispersed nanomaterials evaluated by dynamic light scattering: Protocol validated for measurements of 60 and 203nm diameter nanomaterials is now extended to 100 and 400nm. **International Journal Of Pharmaceutics**, v. 515, n. 1-2, p. 245-253, 2016. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijpharm.2016.10.016>.

IPT
Instituto de Pesquisas Tecnológicas
do Estado de São Paulo

Av. Prof Almeida Prado, 532
Cidade Universitária - Butantã - São Paulo - SP
CEP 05508-901

Central de Relacionamento com o Cliente

(11) 3767-4102 / 4456 / 4091

ipt@ipt.br

www.ipt.br

Redes sociais

twitter.com/@iptsp

youtube.com/IPTbr

facebook.com/iptsp