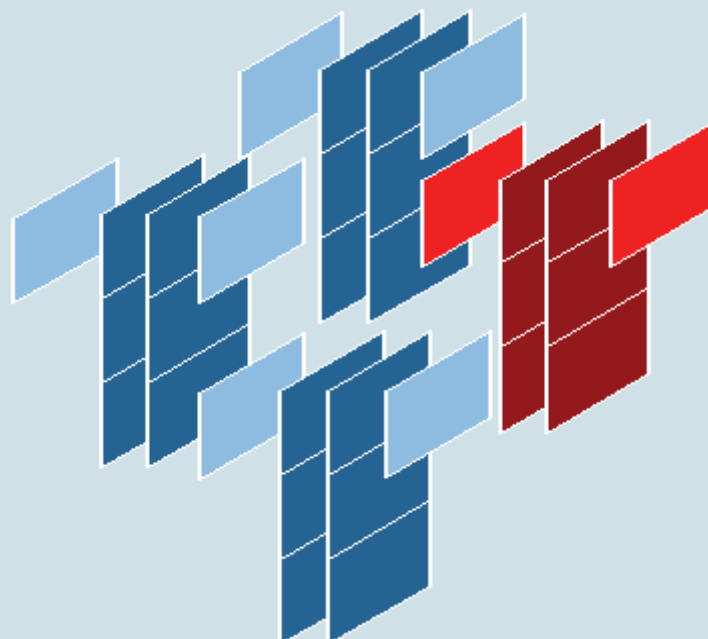


**ISSN 1518-9082**

# **Boletim Técnico**

**da Faculdade de Tecnologia de São Paulo**



**BT/41**

**São Paulo – Agosto/2016**

**CEETEPS**

Centro Estadual de Educação Tecnológica "Paula Souza"  
Governo do Estado de São Paulo

**Conselho Editorial**

**Diretora da FATEC-SP**

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Luciana Reyes Pires Kassab

**Vice-Diretor da FATEC-SP**

Prof. Dr. Juarez Antonio Delibo

**Editor Presidente**

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Regina Maria Ricotta

**Corpo editorial**

Prof. Dr. Eduardo Acedo Barbosa

Prof<sup>a</sup>. Me. Elizabeth Neves Cardoso

Prof. Dr. Marcelo Bariatto Andrade Fontes

Prof. Dr. Milton Silva da Rocha

Prof. Dr. Silvio do Lago Pereira

Prof. Dr. Francisco Tadeu Degasperi

**Edição Web: CEPE - Centro de Pesquisa - FATEC/SP**

O Boletim Técnico é uma publicação da FATEC/SP para divulgação de trabalhos científicos e tecnológicos realizados por docentes e discentes das FATECs nas áreas dos cursos: Análise e Desenvolvimento de Sistemas; Automação de Escritórios e Secretariado; Edifícios; Eletrônica Industrial; Gestão de Turismo; Gestão Empresarial EAD; Hidráulica e Saneamento Ambiental; Instalações Elétricas; Materiais; Microeletrônica; Mecânica de Precisão; Movimentos de Terra e Pavimentação; Processos de Produção; Projetos e Soldagem.

Regras, normas e submissão *on-line* encontram-se no endereço: <http://bt.fatecsp.br>

Boletim Técnico da Faculdade de Tecnologia de São Paulo – FATEC/SP

Praça Coronel Fernando Prestes, 30

01124-060 São Paulo, SP

Contato: [boletimtecnico@fatecsp.br](mailto:boletimtecnico@fatecsp.br)

# BOLETIM TÉCNICO DA FACULDADE DE TECNOLOGIA DE SÃO PAULO

VOLUME 41 – AGOSTO/2016

## SUMÁRIO

|                                                                                                                                                                                                            |           |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>ARGUMENTAÇÃO MONOLÓGICA: RACIOCÍNIO COERENTE NA PRESENÇA DE INCONSISTÊNCIAS</b><br><i>Luiz Felipe Zarco dos Santos, Lucio Nunes de Lira, Silvio do Lago Pereira.....</i>                                | <b>1</b>  |
| <b>BUSCA ASSÍNCRONA DE CAMINHOS MÍNIMOS</b><br><i>Silvio do Lago Pereira, Luiz Tsutomu Akamine, Lucio Nunes de Lira.....</i>                                                                               | <b>7</b>  |
| <b>DETERMINAÇÃO DE VELOCIDADE DE BOMBAS DE VÁCUO POR BLOQUEIO (choked flow)</b><br><i>Natália Kazumi Gushiken, Edelson da Silva P. Venuto, Prof. Dr. Francisco Tadeu Degasperi.....</i>                    | <b>13</b> |
| <b>EQUAÇÃO FUNDAMENTAL DO PROCESSO DE BOMBEAMENTO EM VÁCUO</b><br><i>Francisco Tadeu Degasperi.....</i>                                                                                                    | <b>19</b> |
| <b>LABORATÓRIO DE PROJETOS ESPECIAIS INCLUSÃO SOCIAL - PRÓTESES E EQUIPAMENTOS DE MOBILIDADE</b><br><i>Carlos Rezende de Menezes.....</i>                                                                  | <b>25</b> |
| <b>MEDIDAS DE ÍNDICE DE REFRAÇÃO DE LÍQUIDOS POR REDES DE DIFRAÇÃO</b><br><i>Luiz Felipe Gonçalves Dib, Eduardo Acedo Barbosa.....</i>                                                                     | <b>31</b> |
| <b>OBTENÇÃO DE FILMES FINOS DE SnO<sub>2</sub> POR EVAPORAÇÃO REATIVA E TRATADOS TERMICAMENTE EM AMBIENTE DE O<sub>2</sub></b><br><i>Kátia Etsuko Etona, Vitor Minet Araújo, Luís da Silva Zambom.....</i> | <b>35</b> |
| <b>PROTÓTIPO DE DISPOSITIVO PARA CALIBRAÇÃO DE GRAVÍMETROS: Uso de Técnica de Análise Vibracional e Balanceamento</b><br><i>Silvestre da Silva Neto, Carlos Frajuca.....</i>                               | <b>42</b> |
| <b>SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE ALUMINA VIA SOL-GEL PROTÉICO UTILIZANDO ÁGUA DE COCO</b><br><i>Danyela Cardoso Carvalho, Vanessa Duarte Del Cacho.....</i>                                                 | <b>48</b> |



# ARGUMENTAÇÃO MONOLÓGICA: RACIOCÍNIO COERENTE NA PRESENÇA DE INCONSISTÊNCIAS

Luiz Felipe Zarco dos Santos<sup>1</sup>, Lucio Nunes de Lira<sup>2</sup>, Silvio do Lago Pereira<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Aluno de graduação em Análise e Desenvolvimento de Sistemas – DTI / FATEC-SP

<sup>2</sup>Aluno de pós-graduação em Análise e Projeto de Sistemas – DTI / FATEC-SP

<sup>3</sup>Prof. Dr. do Departamento de Tecnologia da Informação – FATEC-SP

luiz.santos58@fatec.sp.gov.br, lucio.lira@fatec.sp.gov.br, slago@fatecsp.br

## Resumo

A argumentação é um processo que visa avaliar a coerência de uma conclusão, com base em conhecimento disponível. Normalmente, a argumentação envolve pelo menos dois agentes com pontos de vista divergentes. Na argumentação monológica, porém, um único agente tem todo o conhecimento necessário para gerar argumentos a favor ou contra uma conclusão. Como esses argumentos são conflitantes, para raciocinar coerentemente, o agente precisa simular um diálogo consigo mesmo, pesando prós e contras. Assim, o objetivo deste artigo é definir os fundamentos lógicos de um sistema computacional de argumentação monológica, capaz de simular raciocínio coerente na presença de inconsistências, bem como descrever um protótipo do sistema que foi desenvolvido em Prolog e relatar resultados empíricos obtidos com ele.

## 1. Introdução

Em todas as áreas do conhecimento, a tomada de decisões envolve algum tipo de argumentação em que são avaliados prós e contras a respeito de uma determinada conclusão. Em todos os casos, a argumentação é feita a partir de informações imperfeitas (incompletas ou conflitantes) e requer algum tipo de raciocínio cujas conclusões possam ser anuladas em face de novas evidências.

A argumentação [1] é um processo que normalmente envolve dois agentes, com conhecimentos conflitantes, que visa verificar a coerência de uma determinada conclusão. Na argumentação monológica, porém, um único agente detém todo o conhecimento necessário para gerar argumentos a favor ou contra uma conclusão. Como esses argumentos são conflitantes, para raciocinar de forma coerente, o agente precisa simular um diálogo consigo mesmo (*refletir*), pesando prós e contras.

Particularmente, em Inteligência Artificial (IA), a argumentação é um processo que *constrói* argumentos (a partir do conhecimento disponível), *identifica* conflitos entre eles, *resolve* estes conflitos e, finalmente, *decide* se uma determinada conclusão é ou não coerente. De fato, o objetivo deste artigo é definir os fundamentos lógicos da argumentação monológica, bem como descrever um protótipo de sistema criado para automatizar esse processo.

O restante deste artigo está organizado do seguinte modo: a Seção 2 define os fundamentos lógicos do sistema de argumentação monológica proposto neste artigo; a Seção 3 descreve as principais funcionalidades de um protótipo desse sistema, que foi desenvolvido em linguagem Prolog; a Seção 4 relata resultados empíricos obtidos com esse protótipo; e, por fim, a Seção 5 apresenta as conclusões finais do trabalho.

## 2. Fundamentos do Sistema Desenvolvido

Em IA, uma base de conhecimentos é um conjunto de regras descrevendo o conhecimento de um especialista em um domínio específico. Tradicionalmente, assume-se que uma base de conhecimentos é *consistente* (i.e., não tem contradições); caso contrário, ela é inútil para um sistema de raciocínio automatizado. Essa suposição é motivada pelo princípio *ex falso quodlibet* [2], segundo o qual qualquer coisa pode ser inferida de uma contradição.

A despeito disso, há diversas aplicações práticas de raciocínio automatizado em que, devido à existência de *exceções*, bases *inconsistentes* devem ser usadas (e.g., direito, política e medicina) [3]. Por exemplo, seja  $\Delta$  uma base de conhecimentos com as informações\*: ‘*Tina is a bird*’, ‘*Birds fly*’ e ‘*Chickens do not fly*’. Sem evidência contrária, é coerente inferir ‘*Tina flies*’ de  $\Delta$ . Agora, suponha que  $\Delta$  seja atualizada com a informação ‘*Tina is a chicken*’, resultando numa nova base  $\Delta'$ . Nesse caso, ambas as conclusões ‘*Tina flies*’ e ‘*Tina does not fly*’ podem ser inferidas de  $\Delta'$  e isso não é coerente (pois é contraditório). Um modo de restaurar a consistência de  $\Delta'$  seria remover a regra ‘*Birds fly*’ (ou, sua exceção ‘*Chickens do not fly*’), mas isto destruiria conhecimento importante. Uma alternativa melhor seria, então, dar *precedência* às exceções. Neste caso, apenas ‘*Tina does not fly*’ poderia ser coerentemente inferida de  $\Delta'$ . De fato, usando relações de precedência, raciocínio coerente na presença de inconsistência torna-se possível.

Segundo Dung [4], argumentação deve ser baseada no princípio de que ‘*quem dá a última palavra vence*’. Por exemplo, seja  $\Delta''$  uma base de conhecimentos com as informações inconsistentes: ‘*Tina is a chicken*’, ‘*Tina is scared*’, ‘*Chickens are birds*’, ‘*Birds fly*’, ‘*Chickens do not fly*’ e ‘*Scared chickens fly*’. Então, a partir de  $\Delta''$ , podemos construir os seguintes argumentos conflitantes:

- A: ‘*Tina is a chicken. Chickens are birds. Birds fly. Therefore, Tina flies.*’
- B: ‘*Tina is a chicken. Chickens do not fly. Therefore, Tina does not fly.*’
- C: ‘*Tina is a chicken. Tina is scared. Scared chickens fly. Therefore, Tina flies.*’

Considerando que ‘*Chickens do not fly*’ é uma exceção à regra ‘*Birds fly*’, e que exceções têm precedência, B ataca A. Portanto, se a argumentação terminasse neste ponto, a conclusão final seria ‘*Tina does not fly*’. Porém, uma argumentação só termina quando não há argumentos

\* Textos descrevendo conhecimento estão em inglês visando à leitura mais fluente das regras codificadas no sistema criado.

mais fortes, e como ‘*Scared chickens fly*’ é uma exceção à regra ‘*Chickens do not fly*’,  $C$  derrota  $B$  (e restabelece  $A$ ). Logo, a única conclusão coerente inferida de  $\Delta^*$  é ‘*Tina flies*’. Este processo argumentativo é sumarizado no grafo da Figura 1, em que os vértices  $A$  e  $C$  indicam argumentos cujas conclusões são coerentes com  $\Delta^*$ .

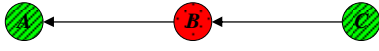


Figura 1 – Argumentos coerentes com  $\Delta^*$ .

## 2.1. Representação de Conhecimento

Neste trabalho, o conhecimento é representado em lógica proposicional [5]. Um *átomo* denota uma proposição. Um *literal*  $\lambda$  é um átomo  $\alpha$  ou sua negação  $\neg\alpha$ . Os literais  $\alpha$  e  $\neg\alpha$  são *complementares*. O literal especial  $\top$  denota uma proposição verdadeira e não tem complementar. Uma *conjunção* é uma expressão  $\lambda_1 \wedge \dots \wedge \lambda_k$ , em que cada  $\lambda_i$  ( $1 \leq i \leq k$ ) é um literal. Usamos  $\Lambda(\lambda_1 \wedge \dots \wedge \lambda_k)$  para denotar  $\{\lambda_1, \dots, \lambda_k\}$ . Particularmente,  $\Lambda(\top) = \emptyset$ .

Uma *regra revogável* é uma expressão  $\ell: \phi \rightarrow \lambda$ , em que o *rótulo*  $\ell$  é o identificador da regra, o *antecedente*  $\phi$  é uma conjunção e o *consequente*  $\lambda \neq \top$  é um literal. Se  $\phi = \top$ , a regra revogável  $\ell$  é chamada *presunção*. Duas regras revogáveis  $\ell$  e  $\ell'$  são *conflitantes*, denotado por  $\ell \diamond \ell'$ , se elas têm consequentes complementares.

Uma *regra de precedência* é uma expressão  $\ell \prec \ell'$ , declarando que a regra revogável  $\ell$  tem precedência sobre a regra revogável  $\ell'$ . Regras de precedência são usadas para resolver conflitos entre regras revogáveis. Se  $\ell$  e  $\ell'$  são regras revogáveis conflitantes e  $\ell' \prec \ell$ , então  $\ell$  *ataca*  $\ell'$  (mas  $\ell'$  não ataca  $\ell$ ). Note que, se  $\ell \prec \ell'$  e  $\ell' \prec \ell$ , então as regras revogáveis  $\ell$  e  $\ell'$  *bloqueiam* uma à outra.

Uma *base de conhecimentos*  $\Delta$  é um conjunto de regras revogáveis e regras de precedência.

## 2.2. Construção de Argumentos

Uma *árvore de derivação* de um literal  $\lambda$  a partir de uma base  $\Delta$ , denotada por  $\Upsilon_{\Delta}^{\lambda}$ , é uma árvore tal que:

- A raiz de  $\Upsilon_{\Delta}^{\lambda}$  é rotulada com o literal  $\lambda$ .
- Para cada nó em  $\Upsilon_{\Delta}^{\lambda}$  rotulado com um literal  $\lambda'$ , há uma regra revogável  $\phi \rightarrow \lambda' \in \Delta$ .
- Se  $\phi = \top$ , então o nó rotulado com  $\lambda'$  é um nó folha em  $\Upsilon_{\Delta}^{\lambda}$ ; senão, se  $\phi = \lambda_1 \wedge \dots \wedge \lambda_k$ , esse nó tem  $k$  nós filhos rotulados com  $\lambda_1, \dots, \lambda_k$ , respectivamente.

Usamos  $\Delta \vdash \lambda$  para indicar que existe uma árvore  $\Upsilon_{\Delta}^{\lambda}$ .

Por exemplo, a Figura 2 mostra uma árvore de derivação de  $f$  a partir da base de conhecimentos  $\Delta^*$  definida a seguir (onde os átomos  $c, s, d, b$  e  $f$  denotam ‘*chicken*’, ‘*scared*’, ‘*dead*’, ‘*bird*’ e ‘*fly*’, respectivamente).

$$\Delta^* = \left\{ \begin{array}{l} 1: \top \rightarrow c, \quad 2: \top \rightarrow s, \quad 3: \top \rightarrow d, \quad 4: c \rightarrow b, \\ 5: b \rightarrow f, \quad 6: c \rightarrow \neg f, \quad 7: c \wedge s \rightarrow f, \quad 8: c \wedge d \rightarrow \neg f, \\ 6 < 5, \quad 7 < 6, \quad 8 < 7 \end{array} \right\}$$

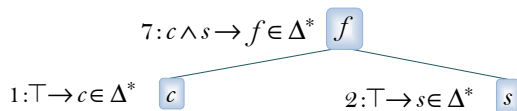


Figura 2 – Árvore de derivação de  $f$  a partir de  $\Delta^*$ .

Uma árvore de derivação de  $\lambda$  a partir de  $\Delta$  pode ser automaticamente gerada por um algoritmo de *busca regressiva em profundidade* [6]. Uma vez gerada essa árvore, o argumento correspondente pode ser facilmente extraído dela (e.g., coletando numa lista toda fórmula cujo consequente rotula um nó dessa árvore). Por exemplo, para a árvore na Figura 2, o argumento construído é:

$$\{1: \top \rightarrow c, 2: \top \rightarrow s, 7: c \wedge s \rightarrow f\} \vdash f$$

## 2.3. Identificação de Conflitos entre Argumentos

Podemos usar o algoritmo citado na Seção 2.2 para obter todos os argumentos que podem ser construídos a partir de uma base de conhecimentos  $\Delta$ . Por exemplo, o conjunto de todos os argumentos que podem ser automaticamente construídos a partir de  $\Delta^*$  é o seguinte:

$$\begin{aligned} A_1 &= \{1: \top \rightarrow c\} \vdash c \\ A_2 &= \{2: \top \rightarrow s\} \vdash s \\ A_3 &= \{3: \top \rightarrow d\} \vdash d \\ A_4 &= \{1: \top \rightarrow c, 4: c \rightarrow b\} \vdash b \\ A_5 &= \{1: \top \rightarrow c, 6: c \rightarrow \neg f\} \vdash \neg f \\ A_6 &= \{1: \top \rightarrow c, 4: c \rightarrow b, 5: b \rightarrow f\} \vdash f \\ A_7 &= \{1: \top \rightarrow c, 2: \top \rightarrow s, 7: c \wedge s \rightarrow f\} \vdash f \\ A_8 &= \{1: \top \rightarrow c, 3: \top \rightarrow d, 8: c \wedge d \rightarrow \neg f\} \vdash \neg f \end{aligned}$$

O *grafo de conflitos* correspondente a esse conjunto de argumentos é ilustrado na Figura 3. Observe que, sem regras de precedência, os conflitos entre  $A_5, A_6, A_7$  e  $A_8$  não podem ser resolvidos. Consequentemente, nem  $f$ , nem  $\neg f$ , pode ser aceito como conclusão coerente de  $\Delta^*$ .

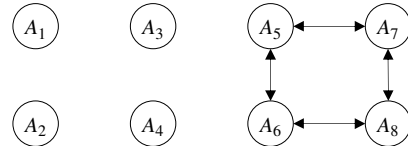


Figura 3 – Conflitos entre argumentos de  $\Delta^*$ .

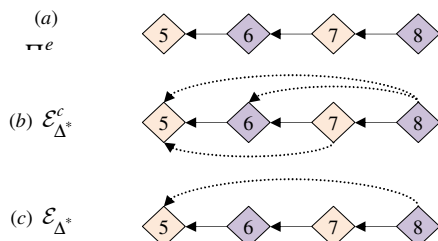
## 2.4. Relações de Precedência

Seja  $L_{\Delta}$  o conjunto de rótulos  $\ell$  usados numa base  $\Delta$ . Uma relação binária  $\prec$  é uma *ordem parcial estrita* sobre  $L_{\Delta}$  se ela é *antirreflexiva* ( $\ell \not\prec \ell$ ) e *transitiva* (se  $\ell \prec \ell'$  e  $\ell' \prec \ell''$ , então  $\ell \prec \ell''$ ). Claramente, se  $\prec$  é antirreflexiva e transitiva, ela é *antissimétrica* (se  $\ell \prec \ell'$ , então  $\ell' \not\prec \ell$ ).

Seja  $\Pi_{\Delta}^e = \{\ell \prec \ell' \in \Delta\}$  o conjunto de regras de precedência *explicitamente* declaradas em  $\Delta$ . Assumimos que  $\Pi_{\Delta}^e$  é antirreflexiva e antissimétrica. Logo, o fecho transitivo de  $\Pi_{\Delta}^e$ , denotado por  $\mathcal{E}_{\Delta}^e$ , é uma ordem parcial estrita sobre  $L_{\Delta}$ . Ademais, como regras de precedência entre regras revogáveis não conflitantes são inúteis, definimos  $\mathcal{E}_{\Delta} = \{\ell \prec \ell' \in \mathcal{E}_{\Delta}^e : \ell \diamond \ell'\}$ . De fato, o conjunto  $\mathcal{E}_{\Delta}$  é uma *relação de precedência explícita* sobre regras revogáveis declaradas em  $\Delta$ . Por exemplo, para  $\Delta^*$  temos:

- $\Pi_{\Delta^*}^e = \{6 < 5, 7 < 6, 8 < 7\}$
- $\mathcal{E}_{\Delta^*}^e = \{6 < 5, 7 < 5, 7 < 6, 8 < 5, 8 < 6, 8 < 7\}$
- $\mathcal{E}_{\Delta^*} = \{6 < 5, 7 < 6, 8 < 5, 8 < 7\}$

Na Figura 4, regras de precedência em  $\Pi_{\Delta^*}^e$  e regras de precedência *deduzidas por transitividade* são indicadas por linhas contínuas e pontilhadas, respectivamente.



**Figura 4** – Síntese da relação de precedência explícita  $\mathcal{E}_\Delta^*$ .

Uma relação de precedência implícita sobre regras revogáveis em  $\Delta$  também pode ser definida com base em *especificidade* [7]. Neste trabalho, adotamos um critério de especificidade que favorece dois aspectos de uma regra revogável: *precisão* (quantidade de informação no antecedente da regra) e *concisão* (número de passos necessários para derivar o antecedente da regra).

Sejam  $\ell_1: \varphi_1 \rightarrow \lambda_1$  e  $\ell_2: \varphi_2 \rightarrow \lambda_2$  regras revogáveis conflitantes em  $\Delta$  e  $\Delta_0 = \{\varphi \rightarrow \lambda \in \Delta: \varphi \neq \top\}$  o conjunto de regras revogáveis de  $\Delta$  que não são presunções. Então,  $\ell_1$  é *mais específica* que  $\ell_2$ , denotado por  $\ell_1 \triangleleft \ell_2$ , se e somente se  $\Delta_0 \cup \{\top \rightarrow \lambda: \lambda \in \Lambda(\varphi_1)\} \vdash \lambda$ , para *todo* literal  $\lambda \in \Lambda(\varphi_2)$ , e  $\Delta_0 \cup \{\top \rightarrow \lambda: \lambda \in \Lambda(\varphi_2)\} \nvdash \lambda$ , para *algum* literal  $\lambda \in \Lambda(\varphi_1)$ . Intuitivamente,  $\ell_1 \triangleleft \ell_2$  indica que o antecedente de  $\ell_2$  pode ser derivado do antecedente de  $\ell_1$ , mas não o contrário (i.e.,  $\ell_1$  é uma exceção de  $\ell_2$ ). Por exemplo, em  $\Delta^*$ , a regra  $7: c \wedge s \rightarrow f$  é mais específica que  $6: c \rightarrow \neg f$  (pois  $c$  é derivável de  $c \wedge s$ , mas  $c \wedge s$  não é derivável de  $c$ ). Neste caso, a regra 7 é mais *precisa* do que a regra 6 porque seu antecedente é mais informativo. Analogamente, a regra  $6: c \rightarrow \neg f$  é mais específica do que  $5: b \rightarrow f$  (pois  $b$  é derivável de  $c$ , via  $4: c \rightarrow b$ , mas  $c$  não é derivável de  $b$ ). Nesse caso, a regra 6 é mais *concisa* que a regra 5 porque seu antecedente é mais direto.

Seja  $\mathcal{I}_\Delta = \{\ell \triangleleft \ell': \ell, \ell' \in L_\Delta \text{ e } \ell \triangleleft \ell'\}$  o conjunto de regras de precedência implícitas, *sintetizado por especificidade*, a partir das regras revogáveis em  $\Delta$ . Então,  $\mathcal{I}_\Delta$  é uma relação *antirreflexiva* (pois especificidade vale apenas para regras conflitantes), *antissimétrica* (pois se  $\ell \triangleleft \ell'$ , o antecedente de  $\ell'$  é derivável do antecedente de  $\ell$ , mas não vice-versa), e *transitiva*, sob o aspecto de conflito (pois se  $\ell \triangleleft \ell'$ ,  $\ell' \triangleleft \ell''$  e  $\ell'' \triangleleft \ell'''$ , então  $\ell \triangleleft \ell'''$ ). Logo,  $\mathcal{I}_\Delta$  é uma *relação de precedência implícita* sobre as regras revogáveis declaradas em  $\Delta$ . Assim, por exemplo, as regras de precedência  $6 \triangleleft 5$  e  $7 \triangleleft 6$  não precisariam ser declaradas em  $\Delta^*$ ; pois, usando o critério de especificidade que definimos, é possível sintetizar o conjunto  $\mathcal{I}_{\Delta^*} = \{6 \triangleleft 5, 7 \triangleleft 6\}$ , a partir das regras revogáveis em  $\Delta^*$ .

Como a síntese da relação de precedência implícita é baseada apenas na sintaxe das regras revogáveis em  $\Delta$ , ela tem a vantagem de ser independente do domínio de aplicação. Porém, como nem toda regra de precedência pode ser definida em termos de especificidade (como, por exemplo, é o caso da regra  $8 \triangleleft 7$  em  $\Delta^*$ ), em geral, uma base contém regras de precedência explícitas dadas por um especialista do domínio. Então, uma *relação de precedência mista* (combinando precedências explícitas e implícitas) pode ser usada. O problema é que o fecho transitivo de  $\mathcal{E}_\Delta \cup \mathcal{I}_\Delta$  nem sempre é uma ordem parcial

estrita sobre  $L_\Delta$ , pois  $\mathcal{E}_\Delta$  e  $\mathcal{I}_\Delta$  podem discordar sobre a precedência relativa de duas regras revogáveis. Por exemplo, se  $\{\ell_1 \triangleleft \ell_2, \ell_2 \triangleleft \ell_3\} \subseteq \mathcal{E}_\Delta$  e  $\{\ell_3 \triangleleft \ell_4, \ell_4 \triangleleft \ell_1\} \subseteq \mathcal{I}_\Delta$ , o fecho transitivo de  $\mathcal{E}_\Delta \cup \mathcal{I}_\Delta$  não é antissimétrico (pois contém  $\ell_1 \triangleleft \ell_4$  e  $\ell_4 \triangleleft \ell_1$ ), nem antirreflexivo (pois se ele contém  $\ell_1 \triangleleft \ell_4$  e  $\ell_4 \triangleleft \ell_1$ , então também contém  $\ell_1 \triangleleft \ell_1$ ). Ou seja, é possível que  $\mathcal{E}_\Delta \cup \mathcal{I}_\Delta$  contenha *ciclos*.

Como solução, propomos um algoritmo que integra  $\mathcal{E}_\Delta$  e  $\mathcal{I}_\Delta$ , dando preferência às precedências explícitas ao eliminar ciclos. Esse algoritmo inicia com  $\Pi_\Delta^m := \mathcal{E}_\Delta \cup \mathcal{I}_\Delta$  e, enquanto  $\Pi_\Delta^m$  for uma relação *cíclica*, ele obtém o conjunto  $W$  de *elos mais fracos* num ciclo mínimo  $C$  em  $\Pi_\Delta^m$  e faz  $\Pi_\Delta^m := \Pi_\Delta^m - W$  (para um ciclo  $C = \langle \ell_1 \triangleleft \ell_2, \dots, \ell_k \triangleleft \ell_1 \rangle$ ,  $W$  é  $\{\ell \triangleleft \ell' \in C: \ell \triangleleft \ell' \notin \mathcal{E}_\Delta, \ell' \triangleleft \ell'' \in C \text{ e } \ell' \triangleleft \ell'' \in \mathcal{E}_\Delta\}$ ). No fim,  $\Pi_\Delta^m$  é uma relação *acíclica* e  $\mathcal{E}_\Delta \subseteq \Pi_\Delta^m$ . Logo, o fecho transitivo  $\mathcal{M}_\Delta^m$  de  $\Pi_\Delta^m$  é uma relação de ordem parcial estrita sobre  $L_\Delta$  e  $\mathcal{M}_\Delta = \{\ell \triangleleft \ell' \in \mathcal{M}_\Delta^m: \ell \diamond \ell'\}$  é uma *relação de precedência mista* para regras revogáveis em  $\Delta$ .

Por exemplo, seja  $\Delta^- = \Delta^* - \{6 \triangleleft 5, 7 \triangleleft 6\}$  uma base de conhecimentos idêntica a  $\Delta^*$ , exceto pelo fato de que as regras de precedência  $6 \triangleleft 5$  e  $7 \triangleleft 6$ , que podem ser deduzidas por especificidade, não estão explicitamente declaradas em  $\Delta^-$ . Então, o conjunto  $\mathcal{E}_{\Delta^-} \cup \mathcal{I}_{\Delta^-}$  não tem ciclos e, portanto, a saída  $\Pi_{\Delta^-}^m$  do algoritmo proposto para eliminação de ciclos é o próprio conjunto  $\mathcal{E}_{\Delta^-} \cup \mathcal{I}_{\Delta^-}$ . Quando o fecho transitivo  $\mathcal{M}_{\Delta^-}^m$  de  $\Pi_{\Delta^-}^m$  é computado, e as regras de precedência entre regras revogáveis não conflitantes são removidas de  $\mathcal{M}_{\Delta^-}^m$ , temos um conjunto  $\mathcal{M}_{\Delta^-}$  idêntico a  $\mathcal{E}_{\Delta^*}$ , que é computado a partir de  $\Delta^*$ .

No sistema desenvolvido neste trabalho, o próprio usuário pode escolher a relação de precedência  $\mathfrak{R}$  que ele deseja usar (*explícita*, *implícita* ou *mista*).

## 2.5. Resolução de Conflitos entre Argumentos

Sejam  $\Delta$  uma base de conhecimentos e  $\mathfrak{R}$  uma relação de precedência sobre regras revogáveis em  $\Delta$ . Sejam  $A = \{\ell_1: \varphi_1 \rightarrow \lambda_1, \dots, \ell_m: \varphi_m \rightarrow \lambda\} \vdash \lambda$  e  $A' = \{\ell'_1: \varphi'_1 \rightarrow \lambda'_1, \dots, \ell'_n: \varphi'_n \rightarrow \lambda'\} \vdash \lambda'$  dois argumentos construídos a partir de  $\Delta$ . Então:

- $A$  e  $A'$  são *conflitantes* se e só se há regras revogáveis  $\ell_i: \varphi_i \rightarrow \lambda_i \in A$  e  $\ell'_j: \varphi'_j \rightarrow \lambda'_j \in A'$  tais que  $\ell_i \diamond \ell'_j$ .
- $A$  *ataca*  $A'$  se e só se existe uma regra revogável  $\ell'_j: \varphi'_j \rightarrow \lambda'_j \in A'$  tal que  $\ell_m \diamond \ell'_j$  e  $\ell'_j \triangleleft \ell_m \notin \mathfrak{R}$ .

Por exemplo, para os argumentos conflitantes

$$A_5 = \{1: \top \rightarrow c, 6: c \rightarrow \neg f\} \vdash \neg f,$$

$$A_6 = \{1: \top \rightarrow c, 4: c \rightarrow b, 5: b \rightarrow f\} \vdash f,$$

$$A_7 = \{1: \top \rightarrow c, 2: \top \rightarrow s, 7: c \wedge s \rightarrow f\} \vdash f \text{ e}$$

$$A_8 = \{1: \top \rightarrow c, 3: \top \rightarrow d, 8: c \wedge d \rightarrow \neg f\} \vdash \neg f,$$

construídos na Seção 2.3, e  $\mathfrak{R} = \{6 \triangleleft 5, 7 \triangleleft 6, 8 \triangleleft 5, 8 \triangleleft 7\}$ , temos que  $A_8$  ataca  $A_6$  (mas  $A_6$  não ataca  $A_8$ , pois  $8 \in A_8$ ,  $5 \in A_6$  e  $8 \triangleleft 5 \in \mathfrak{R}$ );  $A_8$  ataca  $A_7$  (mas  $A_7$  não ataca  $A_8$ , pois  $8 \in A_8$ ,  $7 \in A_7$  e  $8 \triangleleft 7 \in \mathfrak{R}$ );  $A_7$  ataca  $A_5$  (mas  $A_5$  não ataca  $A_7$ , pois  $7 \in A_7$ ,  $6 \in A_5$  e  $7 \triangleleft 6 \in \mathfrak{R}$ ); e  $A_5$  ataca  $A_6$  (mas  $A_6$  não ataca  $A_5$ , pois  $6 \in A_5$ ,  $5 \in A_6$  e  $6 \triangleleft 5 \in \mathfrak{R}$ ).

A partir dessa definição de ataque, criamos um algoritmo que transforma um grafo de conflitos num *grafo de ataques*. Por exemplo, a aplicação desse algoritmo no grafo da Figura 3 resulta no grafo da Figura 5.



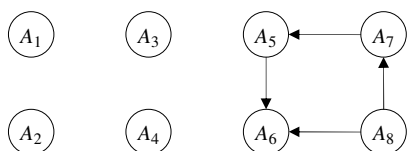


Figura 5 – Ataques entre argumentos de  $\Delta^*$ .

## 2.6. Decisão sobre a Coerência dos Argumentos

Após a obtenção do grafo de ataques, a próxima etapa é decidir quais argumentos são coerentes com o conhecimento disponível (a partir do qual eles foram construídos). Para isso, precisamos definir o que é *derrota*.

Sejam  $\Delta$  uma base de conhecimentos e  $\mathcal{R}$  uma relação de precedência sobre regras revogáveis em  $\Delta$ . Sejam  $A = \{\ell_1 : \phi_1 \rightarrow \lambda_1, \dots, \ell_m : \phi_m \rightarrow \lambda\} \vdash \lambda$  e  $A' = \{\ell'_1 : \phi'_1 \rightarrow \lambda'_1, \dots, \ell'_n : \phi'_n \rightarrow \lambda'\} \vdash \lambda'$  dois argumentos construídos a partir de  $\Delta$ . Então,  $A$  *derrota*  $A'$  se e só se  $(\ell_m < \ell'_i) \in \mathcal{R}$ :

- Não existe um argumento  $A''$  que ataque  $A$ ; ou
- Todo argumento  $A''$  que ataca  $A$  é derrotado por um outro argumento  $A'''$  (construído a partir de  $\Delta$ ).

Claramente, essas condições para derrota podem ser facilmente verificadas num grafo de ataques. De fato, criamos um algoritmo de coloração de grafos de conflitos que decide coerência de argumentos do seguinte modo:

- Vértices que não têm predecessores no grafo de ataques, ou que só têm predecessores vermelhos, são coloridos de *verde* (indicando que os argumentos representados por eles são *coerentes*).
- Vértices que têm pelo menos um predecessor verde são coloridos de *vermelho* (indicando que os argumentos representados por eles são *incoerentes*).
- Quando os passos anteriores não puderem mais ser repetidos, os vértices que restarem são coloridos de *amarelo* (indicando que não é possível decidir se os argumentos correspondentes são ou não coerentes).

A Figura 6 mostra os passos necessários para colorir o grafo da Figura 5, usando esse algoritmo (nesse caso particular, não há vértices amarelos).

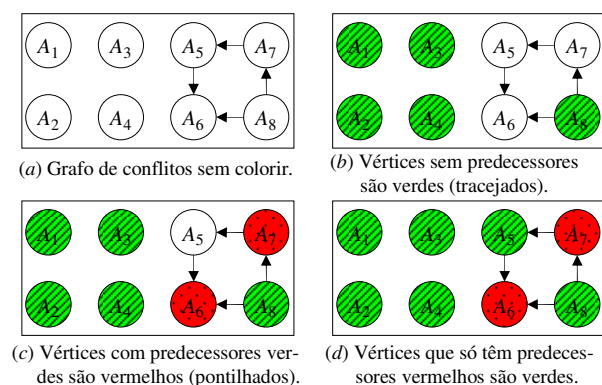


Figura 6 – Decisão de coerência para argumentos de  $\Delta^*$ .

## 3. O Protótipo de Sistema Desenvolvido

As etapas do processo de argumentação monológica, discutidas na Seção 2 e ilustradas na Figura 7, foram implementadas no sistema de argumentação *Socrates*.

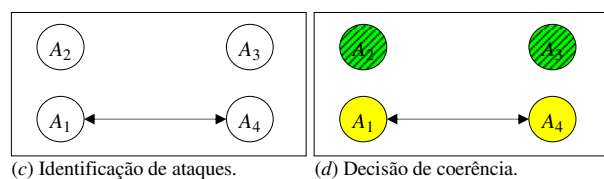
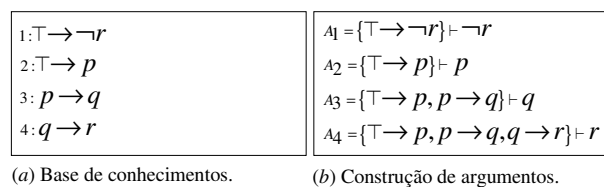


Figura 7 – Etapas do processo de argumentação monológica.

O sistema *Socrates* é parte de um sistema maior<sup>♦</sup>, desenvolvido em SWI-PROLOG (*Multi-threaded*, 64 bits, versão 7.2.3) [8]. As principais funcionalidades implementadas no sistema *Socrates* são: editor para criação de uma base de conhecimentos, geração automática de todos os argumentos que podem ser construídos a partir dessa base; criação automática do grafo de ataques entre argumentos conflitantes (a partir da relação de precedência entre regras revogáveis – *explícita*, *implícita* ou *mista* – escolhida pelo usuário) e exibição do grafo de decisão de coerência dos argumentos.

Para usar o sistema, o usuário acessa sua interface gráfica (Figura 8) e cria uma base de conhecimentos ou carrega uma base previamente criada e salva em disco.

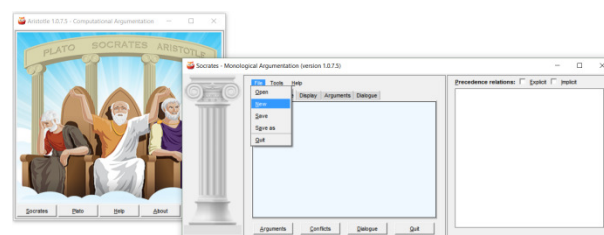


Figura 8 – Interface gráfica do sistema *Socrates*.

Na linguagem de representação usada para criar a base de conhecimentos neste sistema, os símbolos  $\top$ ,  $\neg$ ,  $\wedge$ ,  $\rightarrow$  e  $<$  são codificados como `true`, `not`, `and`, `then` e `precedes`, respectivamente. Ademais, regras revogáveis com variáveis funcionam como *esquemas* de regras proposicionais. Por exemplo, a Figura 9 apresenta a codificação da base  $\Delta^-$ , que foi definida na Seção 2.4.

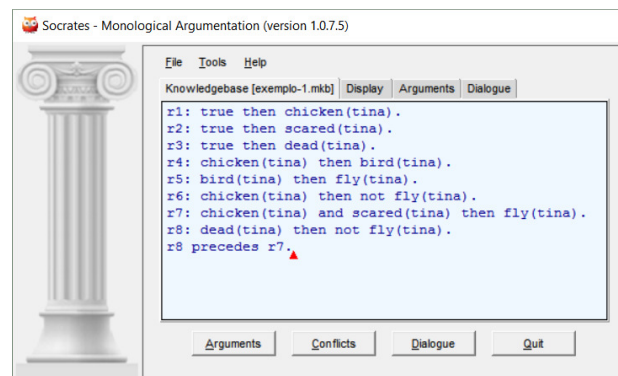


Figura 9 – Base de conhecimentos  $\Delta^-$  no sistema *Socrates*.

<sup>♦</sup> Disponível em: [www.ime.usp.br/~slago/aristotle.zip](http://www.ime.usp.br/~slago/aristotle.zip)



Caso não haja erros, quando o usuário clica no botão Arguments, o sistema gera e exibe todos os argumentos possíveis na aba *Arguments*, como mostra a Figura 10.

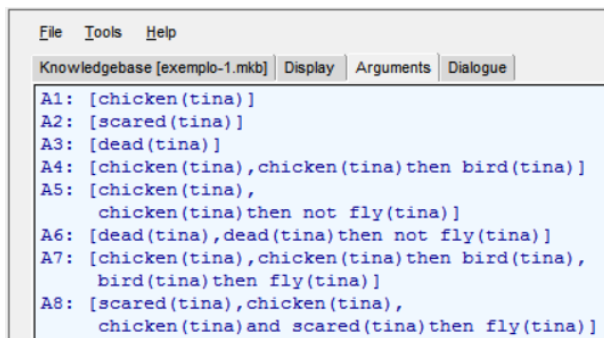


Figura 10 – Aba de exibição de argumentos.

Depois, quando o usuário clica no botão Conflicts, o sistema cria o grafo de ataques entre argumentos conflitantes e exibe o grafo de decisão de coerência (*sem* usar precedências), como mostra a Figura 11(a).

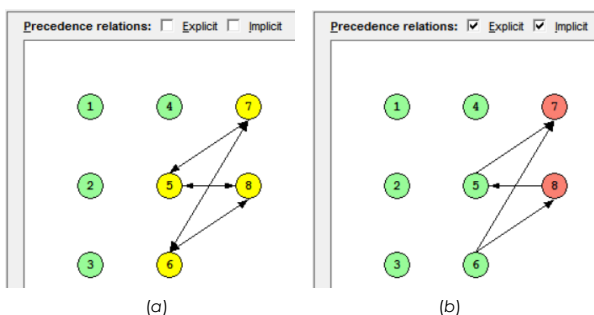


Figura 11 – Grafos de decisão de coerência.

Para ver o grafo de decisão de coerência (usando precedências), o usuário deve selecionar o tipo de relação de precedência desejada (marcando as opções Explicit e Implicit ao mesmo tempo, ele seleciona uma relação mista). O resultado é exibido logo após a seleção, como mostra a Figura 11(b).

Além dessas funcionalidades básicas, o sistema também é capaz de apontar erros sintáticos e semânticos na base digitada pelo usuário, detectar erros de relação de precedência cíclica, mostrar as regras contidas em cada tipo de relação de precedência que o usuário pode escolher e simular um diálogo persuasivo [9].

#### 4. Experimentos Realizados com o Protótipo

Nesta seção, descrevemos alguns dos experimentos que fizemos com o protótipo do sistema implementado e analisamos os resultados obtidos.

##### 4.1. Experimento I: Base Consistente

Este primeiro experimento visa mostrar que não há conflitos entre argumentos que são construídos a partir de uma base de conhecimentos consistente. Portanto, todos eles devem ter conclusões coerentes (ou seja, todos os argumentos devem ser coloridos de verde).

Para tanto, usamos a base de conhecimentos dada na Figura 12. Note que esta base é consistente, pois ela não contém literais complementares.

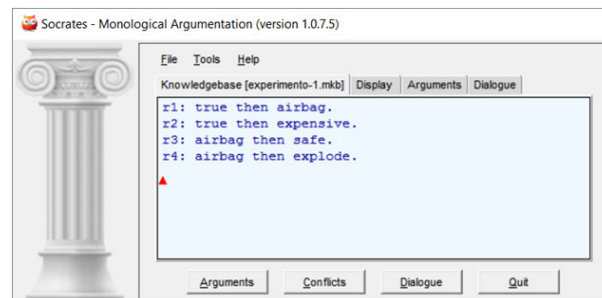


Figura 12 – Base de conhecimentos consistente.

Os argumentos que podem ser construídos a partir dessa base são exibidos na Figura 13 e o grafo de decisão de coerência correspondente é exibido na Figura 14.

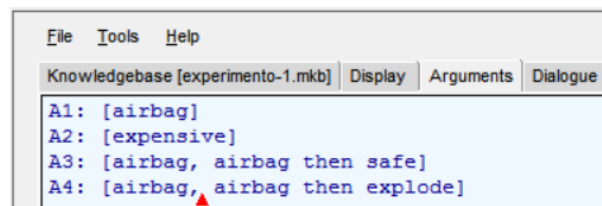


Figura 13 – Argumentos exibidos na aba *Arguments*.

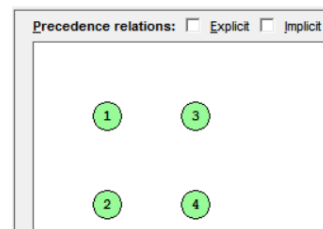


Figura 14 – Grafo de decisão: argumentos coerentes.

Analisando os resultados obtidos, podemos constatar que não há conflitos entre os argumentos gerados a partir da base. Este resultado reforça nossa conjectura de que todos os argumentos construídos a partir de uma base de conhecimentos consistente são sempre coerentes.

##### 4.2. Experimento II: Base Inconsistente

O segundo experimento visa mostrar que, para uma base de conhecimentos inconsistente (Figura 15), se não for usada uma relação de precedência, há pelo menos uma conclusão sobre a qual não se pode decidir a coerência. Note que a base da Figura 15 é inconsistente, pois o par de literais *safe* e *not safe* pode ser derivado dela.

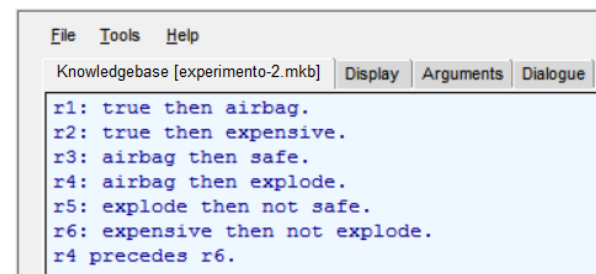


Figura 15 – Base de conhecimentos inconsistente.

Os argumentos gerados a partir dessa base são exibidos na Figura 16. De acordo com as definições na Seção 2.5, temos que os argumentos A4 e A5 se atacam e também os argumentos A3 e A6. Por outro lado, o argumento

A5 ataca A6, mas A6 não ataca A5 (pela definição, um argumento *A* só ataca outro *B* se a conclusão de *A* é complementar do consequente de alguma regra em *B*).

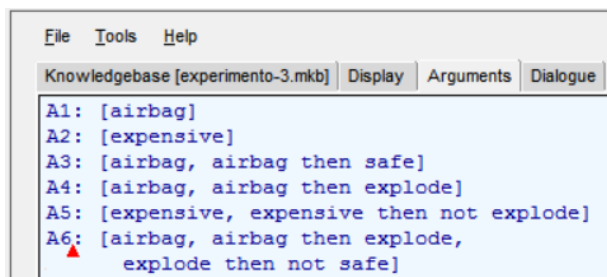


Figura 16 – Argumentos exibidos na aba *Arguments*.

Analisando o grafo de decisão de coerência exibido na Figura 17, vemos que, como esperado, há argumentos conflitantes, cuja coerência não pode ser decidida.

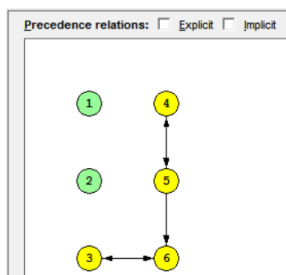


Figura 17 – Grafo de decisão de coerência (sem precedência).

#### 4.3. Experimento III: Uso de Precedências

Este experimento visa mostrar o uso das relações de precedência para a resolução de conflitos. Para isso, usamos a mesma base inconsistente da Figura 15.

Quando a relação de precedência implícita é ativada, o sistema conclui, pelo critério de especificidade, que a regra  $r_3$  é mais *concisa* que a regra  $r_5$ . Assim, o argumento A3 derrota o argumento A6, como mostra a Figura 18(a). Note, contudo, que usando apenas a relação de precedência implícita não é possível resolver todos os conflitos entre os argumentos.

Quando a relação de precedência explícita é ativada, a regra  $r_4$  precede a regra  $r_3$ , como declarado na base. Portanto, o argumento A5 deixa de atacar o argumento A6 e o argumento A4 derrota o argumento A5 (Figura 18(b)).

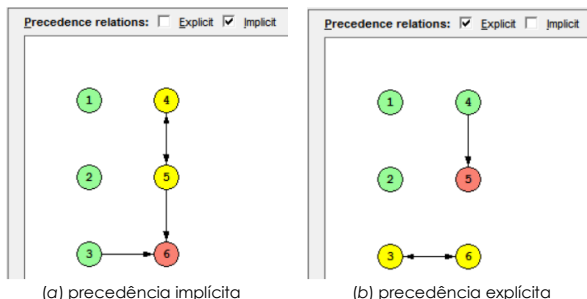


Figura 18 – Grafos de decisão de coerência.

Em ambos os casos, não foi possível solucionar todos os conflitos entre os argumentos. Quando a relação de precedência mista é ativada, obtemos o grafo de decisão de coerência mostrado na Figura 19, em que todos os conflitos entre os argumentos estão resolvidos. Assim, os

argumentos A4 e A3 são coerentes e os argumentos A5 e A6 são incoerentes com a base de conhecimentos.

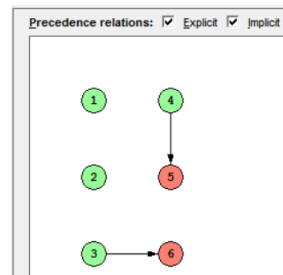


Figura 19 – Grafo de decisão de coerência (precedência *mista*).

## 5. Conclusões

Este artigo define os fundamentos lógicos a partir dos quais um protótipo do sistema de argumentação computacional monológica, que permite raciocínio coerente na presença de inconsistências, foi desenvolvido em Prolog. O artigo também descreve as principais funcionalidades desse sistema e relata resultados de experimentos.

Os resultados empíricos mostraram que: (a) o sistema funciona de acordo com sua especificação lógica e produz resultados que são coerentes com aqueles esperados e (b) o uso das relações de precedência propostas neste trabalho (explícita, implícita e mista) é eficaz para resolver conflitos entre argumentos gerados a partir de bases de conhecimentos inconsistentes.

## Agradecimentos

Ao CNPq pela bolsa de Iniciação Científica<sup>1</sup> (Processo nº 800476/2014-0) e pela bolsa de Produtividade em Pesquisa<sup>3</sup> (Processo nº 102869/2015-4).

## Referências Bibliográficas

- [1] V. Efstathiou. **Algorithms for Computational Argumentation in Artificial Intelligence**. Ph.D. Thesis. University College London. UK, 2010.
- [2] A. Carnielli; J. Marcos. **Ex contradictione non sequitur quodlibet**. In II Annual Conference on Reasoning and Logic, Bucharest, RO, 89–109, 2001.
- [3] D. Walton. **Fundamentals of Critical Argumentation**. Cambridge University Press, UK, 2006.
- [4] P. Dung. **On the acceptability of arguments and its fundamental role in nonmonotonic reasoning, logic programming and n-person games**, Artificial Intelligence, v. 77, p. 321-357, Elsevier, 1994.
- [5] S. Russell; P. Norvig. **Artificial intelligence: a modern approach**, 3rd ed., Prentice-Hall, 2010.
- [6] R. Kowalski. **Predicate Logic as a Programming Language**. Information Processing, North Holland Publishing Co., 569–574, 1974.
- [7] S. Benferhat. **Computing specificity in default reasoning, Algorithms for Uncertainty and Defeasible Reasoning**, 5:147-177, Kluwer Publishers, 2001.
- [8] I. Bratko. **Prolog Programming for Artificial Intelligence**, 4th ed., Pearson, 2011.
- [9] S. L. Pereira; L. F. Z. Santos; L. N. Lira. **A Dialogue System for Coherent Reasoning with Inconsistent Knowledge Bases**, Journal of Computer and Communications, vol. 3., p. 11-19, 2015.



Por exemplo, o custo do caminho  $\pi = \langle 1, 2, 5 \rangle$ , no grafo da Figura 2, é:

$$\omega(\pi) = \sum_{i=1}^2 \omega(v_{i-1}, v_i) = \omega(1, 2) + \omega(2, 5) = 4 + 7 = 11$$

O custo mínimo de um caminho que vai de um vértice  $u$  até um vértice  $v$ , denotado por  $\delta(u, v)$ , é:

$$\delta(u, v) = \min(\{\omega(\pi) : \pi \text{ vai de } u \text{ até } v\} \cup \{\infty\}). \quad (2)$$

Por exemplo, para o grafo da Figura 2, temos:

- $\delta(1, 5) = \min(\{\omega(\pi) : \pi \text{ vai de } 1 \text{ até } 5\} \cup \{\infty\})$   
 $= \min(\{\omega(\langle 1, 2, 3, 4, 5 \rangle), \omega(\langle 1, 2, 4, 5 \rangle), \omega(\langle 1, 2, 5 \rangle)\} \cup \{\infty\})$   
 $= \min(\{13, 9, 11\} \cup \{\infty\})$   
 $= \min(\{13, 9, 11, \infty\})$   
 $= 9$
- $\delta(5, 1) = \min(\{\omega(\pi) : \pi \text{ vai de } 5 \text{ até } 1\} \cup \{\infty\})$   
 $= \min(\emptyset \cup \{\infty\})$   
 $= \min(\{\infty\})$   
 $= \infty$

Um caminho de custo mínimo (ou caminho mínimo) de  $u$  até  $v$  é qualquer caminho cujo custo é  $\delta(u, v)$ .

## 2.1. Produto de Matrizes e Caminhos Mínimos

Sejam  $A$  e  $B$  duas matrizes quadradas de ordem  $n$ . Então, a matriz produto  $C = A \cdot B$  pode ser computada pelo seguinte algoritmo:

PRODUTO ( $A_{n \times n}, B_{n \times n}$ )

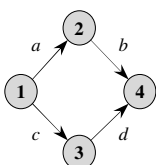
- 1 para cada  $i \in [1..n]$ :
- 2 para cada  $j \in [1..n]$ :
- 3  $C_{ij} \leftarrow 0$
- 4 para cada  $k \in [1..n]$ :
- 5  $C_{ij} \leftarrow C_{ij} + A_{ik} \cdot B_{kj}$
- 6 devolva  $C$

Para ver a relação entre produto de matrizes e caminhos mínimos, considere a matriz  $W$  da Figura 3. Note que, quando a chamada PRODUTO( $W, W$ ) é feita, o valor do elemento  $C_{14}$  é dado pela seguinte expressão:

$$C_{14} = 0 \cdot \infty + a \cdot b + c \cdot d + \infty \cdot 0 = a \cdot b + c \cdot d. \quad (3)$$

Esta expressão indica que há dois caminhos que vão do vértice 1 ao vértice 4 no grafo correspondente: um que passa pelas arestas de custos  $a$  e  $b$ , e outro que passa pelas arestas de custos  $c$  e  $d$ . Assim, para calcular o custo de um caminho mínimo de 1 até 4, com duas arestas, basta reescrever a expressão (3), substituindo o operador  $+$  pela função  $\min()$  e o operador  $\cdot$  por  $+$ , como a seguir:

$$C_{14} = \min(0 + \infty, a + b, c + d, \infty + 0). \quad (4)$$



$$W = \begin{bmatrix} 0 & a & c & \infty \\ \infty & 0 & \infty & b \\ \infty & \infty & 0 & d \\ \infty & \infty & \infty & 0 \end{bmatrix}$$

Figura 3 – O custo mínimo para ir de 1 a 4 é  $\min(a + b, c + d)$ .

A partir desta observação, podemos criar o algoritmo a seguir que, dada uma matriz  $C^m$  de custos de caminhos mínimos com até  $m$  arestas e uma matriz  $W$  com os custos das arestas do grafo, devolve uma matriz  $C^{m+1}$  de custos de caminhos mínimos com até  $m+1$  arestas nesse grafo:

EXTENSÃO ( $C_{n \times n}^m, W_{n \times n}$ )

- 1 para cada  $i \in [1..n]$ :
- 2 para cada  $j \in [1..n]$ :
- 3  $C_{ij}^{m+1} \leftarrow \infty$
- 4 para cada  $k \in [1..n]$ :
- 5  $C_{ij}^{m+1} \leftarrow \min(C_{ij}^{m+1}, C_{ik}^m + W_{kj})$
- 6 devolva  $C^{m+1}$

De fato, para  $C^1 = W$  representando os custos de caminhos mínimos com 1 aresta, podemos usar esse algoritmo para computar a seguinte sequência de matrizes:

$$\begin{aligned} C^1 &= W = W^1, \\ C^2 &= \text{EXTENSÃO}(C^1, W) = \text{EXTENSÃO}(W^1, W) = W^2, \\ C^3 &= \text{EXTENSÃO}(C^2, W) = \text{EXTENSÃO}(W^2, W) = W^3, \\ &\dots, \\ C^{n-1} &= \text{EXTENSÃO}(C^{n-2}, W) = \text{EXTENSÃO}(W^{n-2}, W) = W^{n-1}. \end{aligned}$$

Como um caminho mínimo num grafo com  $n$  vértices pode ter no máximo  $n-1$  arestas (pois, senão, ele é cíclico e não pode ser mínimo), segue que a matriz  $C^{n-1} (= W^{n-1})$  contém os custos de caminhos mínimos para todos os pares de vértices do grafo representado por  $W$ , ou seja,  $C_{ij}^{n-1} = W_{ij}^{n-1} = \delta(i, j)$ . Ademais, como cada chamada da função EXTENSÃO() consome tempo  $\mathcal{O}(n^3)$ , a matriz  $C^{n-1}$  pode ser computada em tempo  $\mathcal{O}(n^4)$ , como segue:

CAMINHOS-MÍNIMOS-LENTO ( $W_{n \times n}$ )

- 1  $C^1 \leftarrow W$
- 2 para cada  $m \in [2..n-1]$ :  $C^m \leftarrow \text{EXTENSÃO}(C^{m-1}, W)$
- 3 devolva  $C^{n-1}$

## 2.2. Redução do Consumo de Tempo

Como os valores em  $W^{n-1} (= C^{n-1})$  são mínimos e, portanto, não podem ser reduzidos em futuras extensões, segue que  $W^{n-1}$  é um ponto-fixa, ou seja:

$$\text{EXTENSÃO}(W^m, W) = W^{n-1}, \text{ para todo } m \geq n-2. \quad (5)$$

Então, como o objetivo de CAMINHOS-MÍNIMOS-LENTO() é computar a matriz  $C^{n-1} (= W^{n-1})$ , e não as matrizes intermediárias  $C^m$ , podemos reduzir o número de chamadas à função EXTENSÃO(), computando a seguinte sequência:

$$\begin{aligned} W^1 &= W, \\ W^2 &= \text{EXTENSÃO}(W^1, W^1), \\ W^4 &= \text{EXTENSÃO}(W^2, W^2), \\ W^8 &= \text{EXTENSÃO}(W^4, W^4), \\ &\dots, \\ W^{2^{\lg(n)}} &= \text{EXTENSÃO}(W^{2^{\lg(n/2)}}, W^{2^{\lg(n/2)}}). \end{aligned}$$

Como  $2^{\lg(n)} \geq n-1$ , pela equação (5), segue que:

$$W^{2^{\lg(n)}} = W^{n-1}. \quad (6)$$

O algoritmo CAMINHOS-MÍNIMOS-RÁPIDO(), a seguir, emprega essa ideia para obter  $W^{n-1}$  em tempo  $\mathcal{O}(n^3 \lg n)$ :

CAMINHOS-MÍNIMOS-RÁPIDO ( $W_{n \times n}$ )

- 1  $C^1 \leftarrow W$
- 2  $m \leftarrow 1$
- 3 enquanto  $(m < n-1)$ :
- 4  $C^{2m} \leftarrow \text{EXTENSÃO}(C^m, C^m)$
- 5  $m \leftarrow 2m$
- 6 devolva  $C^m$

### 3. Algoritmos de Busca Implementados

A base para implementação dos algoritmos de busca de caminhos mínimos que são comparados neste artigo é a função CAMINHOS-MÍNIMOS-RÁPIDO(). Dada uma matriz  $W$ , com os custos das arestas de  $G$ , essa função computa a matriz  $W^{n-1}$ , com os custos de todos os caminhos mínimos em  $G$ . Por exemplo, para o grafo da Figura 2, a matriz computada por CAMINHOS-MÍNIMOS-RÁPIDO() é:

$$W^4 = \begin{bmatrix} 0 & 4 & 5 & 7 & 9 \\ 6 & 0 & 1 & 3 & 5 \\ 5 & 9 & 0 & 6 & 8 \\ 11 & 15 & 6 & 0 & 2 \\ \infty & \infty & \infty & \infty & 0 \end{bmatrix}.$$

Note, porém, que embora  $W^4$  indique os custos de todos os caminhos mínimos em  $G$ , ela não mostra *quais* são esses caminhos. A seguir, mostramos como alterar essa função para que os caminhos mínimos também sejam computados e, depois, propomos outra alteração para reduzir ainda mais o seu tempo de processamento.

#### 3.1. Matriz de Custos Transformada

Dada uma matriz  $W_{n \times n}$ , com os custos das arestas de um grafo  $G$ , a *transformada* de  $W_{n \times n}$  é uma matriz tridimensional  $\bar{W}_{n \times n \times 2}$ , que mapeia cada elemento  $W_{ij}$  de  $W_{n \times n}$  num par  $[W_{ij}, \pi_{ij}]$ , tal que  $\langle i \rangle \circ \pi_{ij}$  é um caminho mínimo que vai do vértice  $i$  ao vértice  $j$  de  $G$  (note que  $\circ$  denota concatenação de seqüências e  $\langle \rangle$  denota a seqüência *vazia*). O algoritmo a seguir faz esta transformação:

TRANSFORMADA( $W_{n \times n}$ )

```

1  para cada  $i \in [1..n]$ :
2    para cada  $j \in [1..n]$ :
3      se  $(W_{ij} = 0)$  ou  $(W_{ij} = \infty)$ :  $\bar{W}_{ij} \leftarrow [W_{ij}, \langle \rangle]$ 
4      senão:  $\bar{W}_{ij} \leftarrow [W_{ij}, \langle j \rangle]$ 
5  devolva  $\bar{W}$ 
```

Por exemplo, para o grafo apresentado na Figura 2, a chamada TRANSFORMADA( $W$ ) devolve a matriz:

$$\bar{W}^1 = \begin{bmatrix} [0, \langle \rangle] & [4, \langle 2 \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] \\ [\infty, \langle \rangle] & [0, \langle \rangle] & [1, \langle 3 \rangle] & [3, \langle 4 \rangle] & [7, \langle 5 \rangle] \\ [5, \langle 1 \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [0, \langle \rangle] & [6, \langle 4 \rangle] & [\infty, \langle \rangle] \\ [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [6, \langle 3 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [2, \langle 5 \rangle] \\ [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [0, \langle \rangle] \end{bmatrix}.$$

Como se pode perceber,  $\bar{W}^1$  representa todos os caminhos mínimos com até *uma* aresta. Particularmente, por exemplo, o elemento  $\bar{W}_{12} = [4, \langle 2 \rangle]$  indica que 4 é o custo mínimo de um caminho que vai do vértice 1 ao vértice 2, com uma aresta, e que  $\langle 1 \rangle \circ \langle 2 \rangle = \langle 1, 2 \rangle$  é um tal caminho.

#### 3.2. Busca Síncrona de Caminhos Mínimos

Considerando a matriz transformada, podemos reformular a função EXTENSÃO(), de modo que, se o custo do caminho direto de  $i$  para  $j$  for maior que o custo de um caminho de  $i$  para  $j$ , passando por  $k$ : (a) o custo mínimo de  $\pi_{ij}$  seja atualizado para  $\varpi(\pi_{ik}) + \varpi(\pi_{kj})$ , e (b) o caminho mínimo  $\pi_{ij}$  seja atualizado para  $\pi_{ik} \circ \pi_{kj}$ .

EXTENSÃO-SÍNCRONA( $\bar{W}_{n \times n \times 2}$ )

```

1   $\bar{W}' \leftarrow \bar{W}$ 
2  para cada  $i \in [1..n]$ :
3    para cada  $j \in [1..n]$ :
4      para cada  $k \in [1..n]$ :
5        se  $(\bar{W}'_{ij} > \bar{W}_{ik1} + \bar{W}_{kj1})$ :
6           $\bar{W}'_{ij} \leftarrow [\bar{W}_{ik1} + \bar{W}_{kj1}, \bar{W}_{ik2} \circ \bar{W}_{kj2}]$ 
7  devolva  $\bar{W}'$ 
```

A função EXTENSÃO-SÍNCRONA() faz uma cópia  $\bar{W}'$  da matriz  $\bar{W}$ . Depois, consultando  $\bar{W}$ , ela atualiza os elementos de  $\bar{W}'$ . Como atualizações em  $\bar{W}'$  não afetam  $\bar{W}$ , é como se os elementos de  $\bar{W}'$  estivessem sendo atualizados todos ao mesmo tempo (i.e., de forma *síncrona*).

A partir dessa função e da equação (6), definimos o seguinte algoritmo para busca de caminhos mínimos:

CAMINHOS-MÍNIMOS-SÍNCRONO( $W_{n \times n}$ )

```

1   $\bar{W}^1 \leftarrow \text{TRANSFORMADA}(W)$ 
2   $m \leftarrow 1$ 
3  enquanto  $(m < n-1)$ :
4     $\bar{W}^{2m} \leftarrow \text{EXTENSÃO-SÍNCRONA}(\bar{W}^m, \bar{W}^m)$ 
5     $m \leftarrow 2m$ 
6  devolva  $\bar{W}^{n-1}$ 
```

Por exemplo, para o grafo da Figura 2, as matrizes computadas por CAMINHOS-MÍNIMOS-SÍNCRONO( $W$ ) são exibidas na Figura 4 (a última delas é dada como resposta).

$$\bar{W}^1 = \begin{bmatrix} [0, \langle \rangle] & [4, \langle 2 \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] \\ [\infty, \langle \rangle] & [0, \langle \rangle] & [1, \langle 3 \rangle] & [3, \langle 4 \rangle] & [7, \langle 5 \rangle] \\ [5, \langle 1 \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [0, \langle \rangle] & [6, \langle 4 \rangle] & [\infty, \langle \rangle] \\ [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [6, \langle 3 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [2, \langle 5 \rangle] \\ [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [0, \langle \rangle] \end{bmatrix}$$

$$\bar{W}^2 = \begin{bmatrix} [0, \langle \rangle] & [4, \langle 2 \rangle] & [5, \langle 2, 3 \rangle] & [7, \langle 2, 4 \rangle] & [11, \langle 2, 5 \rangle] \\ [6, \langle 3, 1 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [1, \langle 3 \rangle] & [3, \langle 4 \rangle] & [5, \langle 4, 5 \rangle] \\ [5, \langle 1 \rangle] & [9, \langle 1, 2 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [6, \langle 4 \rangle] & [8, \langle 4, 5 \rangle] \\ [11, \langle 3, 1 \rangle] & [15, \langle 3, 1, 2 \rangle] & [6, \langle 3 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [2, \langle 5 \rangle] \\ [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [0, \langle \rangle] \end{bmatrix}$$

$$\bar{W}^4 = \begin{bmatrix} [0, \langle \rangle] & [4, \langle 2 \rangle] & [5, \langle 2, 3 \rangle] & [7, \langle 2, 4 \rangle] & [9, \langle 2, 4, 5 \rangle] \\ [6, \langle 3, 1 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [1, \langle 3 \rangle] & [3, \langle 4 \rangle] & [5, \langle 4, 5 \rangle] \\ [5, \langle 1 \rangle] & [9, \langle 1, 2 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [6, \langle 4 \rangle] & [8, \langle 4, 5 \rangle] \\ [11, \langle 3, 1 \rangle] & [15, \langle 3, 1, 2 \rangle] & [6, \langle 3 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [2, \langle 5 \rangle] \\ [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [0, \langle \rangle] \end{bmatrix}$$

Figura 4 – Extensões síncronas da matriz transformada.

Finalmente, com base no conceito de *extensão síncrona de caminhos mínimos*, definimos a função:

BUSCA-SÍNCRONA( $u, v, W_{n \times n}$ )

```

1   $\bar{W}^{n-1} \leftarrow \text{CAMINHOS-MÍNIMOS-SÍNCRONO}(W)$ 
2  se  $(\bar{W}^{n-1}_{uv} \neq \infty)$ : exiba  $\langle u \rangle \circ \bar{W}^{n-1}_{uv}$ 
3  senão: exiba "caminho inexistente"
```

Por exemplo, para o grafo da Figura 2, a chamada BUSCA-SÍNCRONA(1,5, $W$ ) produz a saída  $\langle 1, 2, 4, 5 \rangle$ .

#### 3.3. Busca Assíncrona de Caminhos Mínimos

Pode-se garantir que, se  $\bar{W}^m$  tem os custos de todos os caminhos mínimos com até  $m$  arestas, sua extensão



síncrona  $\bar{w}^{2m}$  tem os custos de todos os caminhos mínimos com até  $2m$  arestas. Essa propriedade é importante quando precisamos encontrar caminhos mínimos com até  $2m < n-1$  arestas. Porém, quando estamos interessados em caminhos mínimos com qualquer número de arestas (i.e., até  $n-1$  arestas), essa propriedade é desnecessária.

De fato, como não há restrição quanto ao número de arestas existentes no caminho mínimo devolvido pela função  $\text{BUSCA-SÍNCRONA}()$ , podemos definir uma versão mais eficiente dessa função, como segue:

EXTENSÃO-ASSÍNCRONA ( $\bar{w}_{n \times n \times 2}$ )

```

1  para cada  $i \in [1..n]$  :
2    para cada  $j \in [1..n]$  :
3      para cada  $k \in [1..n]$  :
4        se  $(\bar{w}_{ij} > \bar{w}_{ik1} + \bar{w}_{kj1})$  :
5           $\bar{w}_{ij} \leftarrow [\bar{w}_{ik1} + \bar{w}_{kj1}, \bar{w}_{ik2} \circ \bar{w}_{kj2}]$ 
6  devolva  $\bar{w}$ 

```

Note que, diferentemente de  $\text{EXTENSÃO-SÍNCRONA}()$ , a função  $\text{EXTENSÃO-ASSÍNCRONA}()$  não faz uma cópia de  $\bar{w}$ . Logo, a atualização de um elemento de  $\bar{w}$  pode afetar a atualização de elementos inspecionados depois dele.

Por exemplo, considere a atualização da matriz transformada  $\bar{w}^1$  para o grafo da Figura 2. Após avaliar os caminhos  $1 \xrightarrow{0} 1 \xrightarrow{\infty} 3$ ,  $1 \xrightarrow{4} 2 \xrightarrow{1} 3$ ,  $1 \xrightarrow{\infty} 3 \xrightarrow{0} 3$ ,  $1 \xrightarrow{\infty} 4 \xrightarrow{6} 3$  e  $1 \xrightarrow{\infty} 5 \xrightarrow{\infty} 3$ , a função de extensão assíncrona muda  $\bar{w}_{13}$  de  $[\infty, \langle \rangle]$  para  $[5, \langle 2, 3 \rangle]$ . Em seguida, após avaliar os caminhos  $1 \xrightarrow{0} 1 \xrightarrow{\infty} 4$ ,  $1 \xrightarrow{4} 2 \xrightarrow{3} 4$ ,  $1 \xrightarrow{5} 3 \xrightarrow{6} 4$ ,  $1 \xrightarrow{\infty} 4 \xrightarrow{0} 4$  e  $1 \xrightarrow{\infty} 5 \xrightarrow{\infty} 4$ , ela muda  $\bar{w}_{14}$  de  $[\infty, \langle \rangle]$  para  $[7, \langle 2, 4 \rangle]$ . Por fim, após avaliar os caminhos  $1 \xrightarrow{0} 1 \xrightarrow{\infty} 5$ ,  $1 \xrightarrow{4} 2 \xrightarrow{7} 5$ ,  $1 \xrightarrow{\infty} 3 \xrightarrow{\infty} 5$ ,  $1 \xrightarrow{7} 4 \xrightarrow{2} 5$  e  $1 \xrightarrow{\infty} 5 \xrightarrow{0} 5$ , ela muda  $\bar{w}_{15}$  de  $[\infty, \langle \rangle]$  para  $[9, \langle 2, 4, 5 \rangle]$ . Como vemos, a atualização do elemento  $\bar{w}_{13}$  não afeta a atualização do elemento  $\bar{w}_{14}$ ; mas a atualização deste último afeta a atualização do elemento  $\bar{w}_{15}$ . Assim, podemos dizer que a atualização dos elementos é *assíncrona* (elas ocorrem em velocidades distintas): enquanto  $\bar{w}_{13}$  e  $\bar{w}_{14}$  são atualizados com caminhos de 2 arestas,  $\bar{w}_{15}$  é atualizado com um caminho de 3 arestas. Também podemos ver que não é possível garantir que a matriz  $\bar{w}^2$ , resultante da extensão assíncrona de  $\bar{w}^1$ , tenha apenas caminhos mínimos com no máximo 2 arestas (como seria o caso se a extensão fosse síncrona). Isso significa que o uso de extensões assíncronas pode diminuir o tempo necessário para computação do ponto-fixo  $\bar{w}^{n-1}$  (i.e., é possível alcançar o ponto-fixo com menos de  $\mathcal{O}(\lg n)$  extensões).

Para constatar que o ponto-fixo foi obtido, precisamos verificar se duas extensões assíncronas *sucessivas* produzem a mesma matriz como resultado. Mas, como a comparação de matrizes é geralmente uma operação muito demorada, vamos usar a função definida a seguir:

PESO ( $\bar{w}_{n \times n \times 2}$ )

```

1   $p \leftarrow 0$ 
2  para cada  $i \in [1..n]$  :
3    para cada  $j \in [1..n]$  :
4      se  $(\bar{w}_{ij1} \neq \infty)$  :  $p \leftarrow p + \bar{w}_{ij1}$ 
5  devolva  $p$ 

```

**Proposição 1.** Duas extensões assíncronas sucessivas  $\bar{w}^m$  e  $\bar{w}^{2m}$  são iguais se e só se  $\text{PESO}(\bar{w}^m) = \text{PESO}(\bar{w}^{2m})$ .

**Prova:** Claramente,  $\text{PESO}(\bar{w}^{2m})$  não pode ser maior que  $\text{PESO}(\bar{w}^m)$ , pois a extensão assíncrona só atualiza elementos com valores *menores* que aqueles que eles têm. Assim, necessariamente, temos  $\text{PESO}(\bar{w}^{2m}) < \text{PESO}(\bar{w}^m)$  ou  $\text{PESO}(\bar{w}^{2m}) = \text{PESO}(\bar{w}^m)$ . Se  $\text{PESO}(\bar{w}^{2m}) < \text{PESO}(\bar{w}^m)$ , segue que  $\bar{w}^m \neq \bar{w}^{2m}$ . Senão, se  $\text{PESO}(\bar{w}^{2m}) = \text{PESO}(\bar{w}^m)$ , há apenas dois casos a se considerar: (a)  $\bar{w}^m \neq \bar{w}^{2m}$  e (b)  $\bar{w}^m = \bar{w}^{2m}$ . Mas, se  $\text{PESO}(\bar{w}^{2m}) = \text{PESO}(\bar{w}^m)$  e  $\bar{w}^m \neq \bar{w}^{2m}$ , então o valor de algum elemento de  $\bar{w}^m$  *diminuiu* em  $\bar{w}^{2m}$  e, para compensar, o valor de algum outro elemento de  $\bar{w}^m$  deve ter *aumentado* em  $\bar{w}^{2m}$  (o que é uma contradição, pois a extensão assíncrona nunca aumenta o valor de um elemento da matriz). Portanto, o caso (a) é impossível e o caso (b) é a *única* possibilidade.

Usando a função de extensão assíncrona de caminhos mínimos, e a garantia da Proposição 1, definimos o seguinte algoritmo para busca de caminhos mínimos:

CAMINHOS-MÍNIMOS-ASSÍNCRONO ( $w_{n \times n}$ )

```

1   $\bar{w}^1 \leftarrow \text{TRANSFORMADA}(w)$ 
2   $p \leftarrow 0$ 
3   $p' \leftarrow \text{PESO}(\bar{w}^1)$ 
4  enquanto  $(p \neq p')$  :
5     $\bar{w}^{2m} \leftarrow \text{EXTENSÃO-ASSÍNCRONA}(\bar{w}^m, \bar{w}^m)$ 
6     $p \leftarrow p'$ 
7     $p' \leftarrow \text{PESO}(\bar{w}^{2m})$ 
8     $m \leftarrow 2m$ 
9  devolva  $\bar{w}^{n-1}$ 

```

Por exemplo, para o grafo da Figura 2, as matrizes computadas por  $\text{CAMINHOS-MÍNIMOS-SÍNCRONO}(w)$  são exibidas na Figura 5 (a última delas é dada como resposta).

$$\bar{w}^1 = \begin{bmatrix} [0, \langle \rangle] & [4, \langle 2 \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] \\ [\infty, \langle \rangle] & [0, \langle \rangle] & [1, \langle 3 \rangle] & [3, \langle 4 \rangle] & [7, \langle 5 \rangle] \\ [5, \langle 1 \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [0, \langle \rangle] & [6, \langle 4 \rangle] & [\infty, \langle \rangle] \\ [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [6, \langle 3 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [2, \langle 5 \rangle] \\ [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [0, \langle \rangle] \end{bmatrix}$$

$$\bar{w}^2 = \begin{bmatrix} [0, \langle \rangle] & [4, \langle 2 \rangle] & [5, \langle 2, 3 \rangle] & [7, \langle 2, 4 \rangle] & [9, \langle 2, 4, 5 \rangle] \\ [6, \langle 3, 1 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [1, \langle 3 \rangle] & [3, \langle 4 \rangle] & [5, \langle 4, 5 \rangle] \\ [5, \langle 1 \rangle] & [9, \langle 1, 2 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [6, \langle 4 \rangle] & [8, \langle 4, 5 \rangle] \\ [11, \langle 3, 1 \rangle] & [15, \langle 3, 1, 2 \rangle] & [6, \langle 3 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [2, \langle 5 \rangle] \\ [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [0, \langle \rangle] \end{bmatrix}$$

$$\bar{w}^4 = \begin{bmatrix} [0, \langle \rangle] & [4, \langle 2 \rangle] & [5, \langle 2, 3 \rangle] & [7, \langle 2, 4 \rangle] & [9, \langle 2, 4, 5 \rangle] \\ [6, \langle 3, 1 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [1, \langle 3 \rangle] & [3, \langle 4 \rangle] & [5, \langle 4, 5 \rangle] \\ [5, \langle 1 \rangle] & [9, \langle 1, 2 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [6, \langle 4 \rangle] & [8, \langle 4, 5 \rangle] \\ [11, \langle 3, 1 \rangle] & [15, \langle 3, 1, 2 \rangle] & [6, \langle 3 \rangle] & [0, \langle \rangle] & [2, \langle 5 \rangle] \\ [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [\infty, \langle \rangle] & [0, \langle \rangle] \end{bmatrix}$$

**Figura 5** – Extensões assíncronas da matriz transformada.

Finalmente, com base no conceito de *extensão assíncrona de caminhos mínimos*, definimos a função:

BUSCA-ASSÍNCRONA ( $u, v, w_{n \times n}$ )

```

1   $\bar{w}^{n-1} \leftarrow \text{CAMINHOS-MÍNIMOS-ASSÍNCRONO}(w)$ 
2  se  $(\bar{w}_{uv}^{n-1} \neq \infty)$  : exiba  $\langle u \rangle \circ \bar{w}_{uv}^{n-1}$ 
3  senão: exiba 'caminho inexistente'

```

Note que, embora o número de extensões síncronas na Figura 4 seja igual ao número de extensões síncronas na Figura 5, o ponto-fixo é alcançado mais rapidamente quando usamos a extensão assíncrona (a segunda extensão assíncrona computada já é o ponto-fixo). A nossa hipótese é que, para grafos grandes, a busca assíncrona é mais eficiente que a busca síncrona.

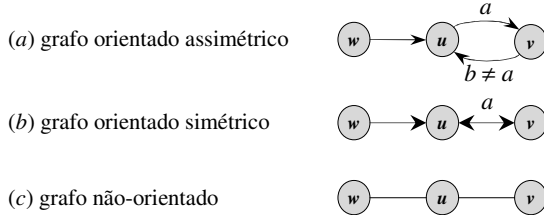
#### 4. Resultados Empíricos

Para verificar se, de fato, a busca assíncrona é mais eficiente para grafos grandes, vários experimentos foram realizados em diferentes cenários (usando o compilador *Pelles C*, v. 8.00, rodando em uma máquina com *Core i7*, com 2.4GHz e 4GB de memória). Nessa seção, mostramos como os grafos usados nos experimentos foram gerados e analisamos os resultados obtidos em cada caso.

##### 4.1. Geração Automática de Grafos Aleatórios

Seja  $G = (V, A, \omega)$  um grafo orientado, como definido na Seção 2. De acordo com as características da função  $\omega: A \rightarrow \mathbb{R}^+$ , que mapeia arestas em custos,  $G$  pode ser classificado como:

- **Grafo orientado assimétrico:** se  $\omega(u, v) \neq \omega(v, u)$ , para algum par de vértices  $u, v \in V$  (Figura 6-a).
- **Grafo orientado simétrico:** se  $\omega(u, v) = \omega(v, u)$ , sempre que  $(u, v) \in A$  e  $(v, u) \in A$  (Figura 6-b).
- **Grafo não-orientado:** se  $\omega(u, v) = \omega(v, u)$ , para todo par de vértices  $u, v \in V$  (Figura 6-c). Nesse caso, as arestas  $(u, v)$  e  $(v, u)$  são consideradas idênticas.



**Figura 6** – Exemplos de diferentes tipos de grafos.

Um grafo *completo* orientado (resp., não-orientado) é um grafo que tem  $\mu = n \cdot (n-1)$  arestas (resp.,  $\mu = n \cdot (n-1)/2$ ). Para um grafo  $G$  com  $m$  arestas, a razão  $d = m/\mu$  é chamada *densidade* de  $G$ . Se  $d$  é um valor próximo de 1, então  $G$  é um grafo *denso*; por outro lado, se  $d$  é um valor mais próximo de 0, então  $G$  é *esparso*.

Os diversos tipos de grafos usados nos experimentos desse trabalho foram criados com as funções a seguir:

##### GRAFO-ORIENTADO-ASSIMÉTRICO $(n, d)$

```

1  para cada  $i \in [1..n]$  : // coloca todas as arestas possíveis
2    para cada  $j \in [1..n]$  :
3      se  $(i = j)$  :  $W_{ij} \leftarrow 0$ 
4      senão:  $W_{ij} \leftarrow \text{rand}(1,99)$ 
5     $r \leftarrow (1-d) \cdot n \cdot (n-1)$ 
6  enquanto  $(r \geq 1)$  : // remove r arestas para satisfazer d
7     $i \leftarrow \text{rand}(1,n)$ 
8     $j \leftarrow \text{rand}(1,n)$ 
9    se  $(W_{ij} \notin \{0, \infty\})$  :
10      $W_{ij} \leftarrow \infty$ 
11      $r \leftarrow r - 1$ 
12  devolva  $W$ 
```

##### GRAFO-ORIENTADO-SIMÉTRICO $(n, d)$

```

1  para cada  $i \in [1..n]$  : // coloca todas as arestas possíveis
2    para cada  $j \in [i..n]$  :
3      se  $(i = j)$  :  $W_{ij} \leftarrow 0$ 
4      senão:  $W_{ij} \leftarrow W_{ji} \leftarrow \text{rand}(1,99)$ 
5     $r \leftarrow (1-d) \cdot n \cdot (n-1)$ 
6  enquanto  $(r \geq 1)$  : // remove r arestas para satisfazer d
7     $i \leftarrow \text{rand}(1,n)$ 
8     $j \leftarrow \text{rand}(1,n)$ 
9    se  $(W_{ij} \notin \{0, \infty\})$  :
10      $W_{ij} \leftarrow \infty$ 
11      $r \leftarrow r - 1$ 
12  devolva  $W$ 
```

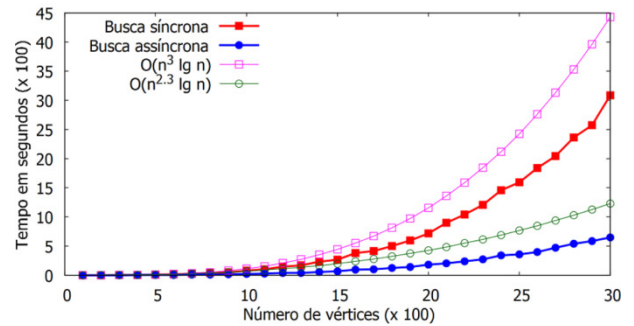
##### GRAFO-NÃO-ORIENTADO $(n, d)$

```

1  para cada  $i \in [1..n]$  : // coloca todas as arestas possíveis
2    para cada  $j \in [i..n]$  :
3      se  $(i = j)$  :  $W_{ij} \leftarrow 0$ 
4      senão:  $W_{ij} \leftarrow W_{ji} \leftarrow \text{rand}(1,99)$ 
5     $r \leftarrow (1-d) \cdot n \cdot (n-1)/2$ 
6  enquanto  $(r \geq 1)$  : // remove r arestas para satisfazer d
7     $i \leftarrow \text{rand}(1,n)$ 
8     $j \leftarrow \text{rand}(1,n)$ 
9    se  $(W_{ij} \notin \{0, \infty\})$  :
10      $W_{ij} \leftarrow W_{ji} \leftarrow \infty$ 
11      $r \leftarrow r - 1$ 
12  devolva  $W$ 
```

##### 4.2. Experimento I: Busca Síncrona x Assíncrona

O primeiro experimento teve como objetivo comparar os tempos de execução dos algoritmos de busca síncrona (descrito na literatura) e assíncrona (proposto neste artigo), considerando 30 grafos aleatórios, não-orientados e completos, com números de vértices variando de 100 a 3000, de 100 em 100. A Figura 7 apresenta as curvas para os tempos de execução dos algoritmos comparados e também das funções de referência  $\mathcal{O}(n^3 \lg n)$  e  $\mathcal{O}(n^{2.3} \lg n)$ .



**Figura 7** – Tempos das buscas síncrona e assíncrona.

Analisando a Figura 7, constatamos que a busca assíncrona é, de fato, mais eficiente que a busca síncrona. Por exemplo, para o grafo com 3000 vértices (dado por uma matriz com nove milhões de posições), a busca síncrona demorou 51.4 min, enquanto a busca assíncrona demorou 10.8 min (79.0% mais rápida). Ademais, comparando-se as curvas dos tempos de execução com aquelas de referência, observamos que o consumo de tempo da busca assíncrona (no intervalo considerado) é limitado por uma função  $\mathcal{O}(n^{2.3} \lg n)$ . Logo, as mudanças propostas podem ter reduzido a ordem de complexidade da busca.



### 4.3. Experimento II: Confirmação da Tendência

O segundo experimento teve como objetivo verificar se a tendência de consumo de tempo  $\mathcal{O}(n^{2.3} \lg n)$  para a busca assíncrona, observada no Experimento I, se mantém para grafos ainda maiores. Este experimento foi feito com 15 grafos aleatórios, não-orientados e completos, com números de vértices variando de 3100 a 4500, de 100 em 100. A Figura 8 mostra os tempos de execução da busca assíncrona e a função de referência  $\mathcal{O}(n^{2.3} \lg n)$ .

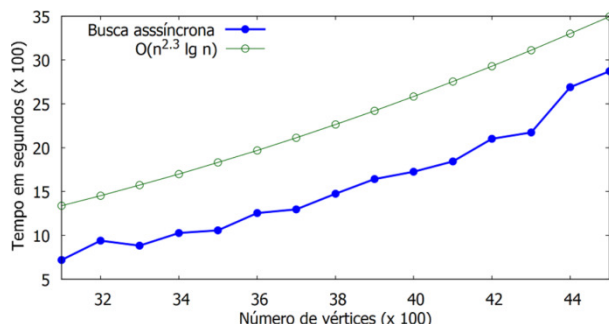


Figura 8 – Tendência do tempo de busca assíncrona.

Analisando a Figura 8, vemos que a tendência observada no Experimento I é mantida para grafos representados por matrizes com cerca de 20 milhões ( $4500 \times 4500$ ) de posições. Embora esse resultado não garanta que a ordem de complexidade da busca assíncrona é menor que aquela da busca síncrona, ele reforça esta conjectura.

### 4.4. Experimento III: Influência do Tipo de Grafo

O terceiro experimento teve como objetivo verificar se o tipo de grafo processado (i.e., orientado assimétrico, orientado simétrico ou não-orientado) tem influência no desempenho da busca assíncrona. Esse experimento foi realizado com 20 grafos aleatórios completos de cada tipo, com números de vértices variando de 100 a 2000, de 100 em 100. A Figura 9 mostra os tempos de execução da busca assíncrona e a função de referência  $\mathcal{O}(n^{2.3} \lg n)$ .

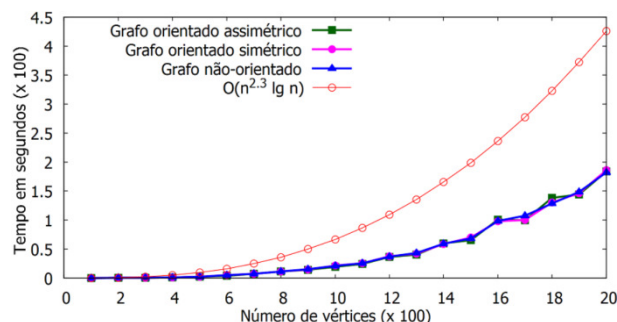


Figura 9 – Influência do tipo de grafo.

Analisando a Figura 9, constatamos que o tipo de grafo processado não tem influência significativa no desempenho do algoritmo de busca assíncrona. Em todos os casos, os tempos de execução para cada tipo de grafo foram praticamente os mesmos. Isso indica que a decisão de usar grafos aleatórios não-orientados nos dois experimentos anteriores não afetou os resultados obtidos.

### 4.5. Experimento IV: Influência da Densidade

O quarto experimento teve como objetivo verificar se a densidade dos grafos processados tem influência no desempenho do algoritmo de busca assíncrona. Esse experimento foi feito com 20 grafos aleatórios, orientados e assimétricos, cada um deles com 1000 vértices, com densidades variando de 0.05 a 1.00, de 0.05 em 0.05. A Figura 10 mostra os tempos desse experimento.

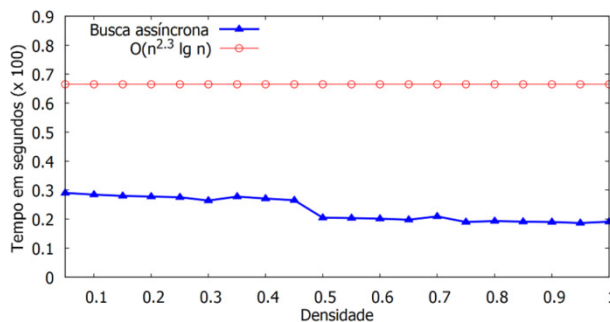


Figura 10 – Influência da densidade.

Analisando a Figura 10, constatamos que a densidade dos grafos afeta o desempenho da busca assíncrona. Porém, ao contrário do que ocorre com outros algoritmos de busca de caminhos em grafos (que, em geral, são mais eficientes para grafos esparsos), o aumento da densidade *diminui* o tempo da busca assíncrona. Por exemplo, para o grafo com densidade igual a 0.05, a busca demorou 29.0s; enquanto, para o grafo com densidade igual a 1.00, ela demorou 19.1s (ou seja, apenas 65.7% do tempo).

## 5. Conclusões

Neste artigo, propomos uma forma de modificar o algoritmo de busca síncrona de caminhos mínimos em grafos, visando aumentar a sua eficiência com relação ao consumo de tempo. O algoritmo obtido a partir dessa modificação foi chamado de *busca assíncrona*. Ambos os algoritmos, implementados em C, estão disponíveis em [www.ime.usp.br/~slago/busca-assincrona.zip](http://www.ime.usp.br/~slago/busca-assincrona.zip).

Os resultados dos experimentos realizados com os algoritmos implementados confirmaram nossa conjectura de que a busca assíncrona é mais eficiente que a busca síncrona, especialmente quando os grafos processados são muito grandes (e.g., representados por matrizes com cerca de vinte milhões de posições).

Em trabalhos futuros, pretendemos investigar outras propriedades do algoritmo de busca assíncrona (além da eficiência com relação ao consumo de tempo), como, por exemplo, consumo de memória e garantia de caminhos mínimos com o menor número possível de arestas.

### Referências Bibliográficas

- [1] E. Lawler. **Combinatorial Optimization: Networks and Matroids**. Holt, Rinehart, and Winston, 1976.
- [2] R. Seidel. **On the All-Pairs-Shortest-Path Problem**. ACM Sym. on Theory of Comp., 24:745–749, 1992.
- [3] T. H. Cormen et al. **Introduction to Algorithms**, 3<sup>rd</sup> Edition, MIT Press, Cambridge, 2010.
- [4] B. W. Kernighan; D. M. Ritchie. **The C Programming Language**, 2<sup>nd</sup> Edition, Englewood Cliffs, Prentice Hall, New Jersey, 1988.

# DETERMINAÇÃO DE VELOCIDADE DE BOMBAS DE VÁCUO POR BLOQUEIO (*choked flow*)

Natália Kazumi Gushiken<sup>1</sup>, Edelson da Silva P. Venuto<sup>1</sup>, Prof. Dr. Francisco Tadeu Degasperi<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica - EPUSP

<sup>2</sup> Faculdade de Tecnologia de São Paulo – FATEC-SP e Programa de Mestrado Profissional - CEETEPS  
natalia.gushiken@gmail.com; ftd@fatecsp.br

## 1. Resumo

Diz-se que um gás está em bloqueio quando o fluxo de gás que passa por um tubo ou orifício é máximo e constante. Sendo o valor fixo do fluxo o principal atrativo do fenômeno do bloqueio. Este fenômeno ocorre devido à compressibilidade do gás.

Para a realização deste trabalho, montou-se um arranjo experimental para determinar a velocidade de bombeamento de bombas de vácuo utilizando o método do bloqueio de gases. Para isso serão utilizados tubos para restringir a passagem de um gás para a câmara de vácuo.

O resultado obtido apresentou uma discordância de aproximadamente 17% em relação ao valor dado pelo catálogo, o que é razoável, pois os parâmetros considerados pelos fabricantes de bombas de vácuo são diferentes dos considerados neste trabalho [1].

## 2. Introdução

Podemos observar a presença das aplicações de vácuo em muitos processos na indústria e na ciência. A importância de um ambiente em vácuo se dá pelo fato de garantir uma atmosfera inerte, pois a presença de gases reativos pode prejudicar todo um processo e as etapas seguintes de uma linha de produção.

A evolução da tecnologia do vácuo proporcionou a otimização de muitos processos envolvidos na indústria de microeletrônica, farmacêutica, na indústria de alimentos e bebidas, além auxiliar em avanços na pesquisa científica, como em aceleradores de partículas, pesquisas em plasma, crescimento de filmes finos, dentre outras aplicações [2].

Assim, é cada vez mais necessário o estudo dos fenômenos que ocorrem em baixas pressões (na faixa de  $10^{-10}$  a  $10^{-3}$  mbar [3]), para isso, devemos destacar os fatores limitantes para um sistema de vácuo, e estes são a vazão (*throughput*) e a velocidade de bombeamento. De modo a garantir a qualidade dos processos envolvidos em vácuo, é necessário determinar estas grandezas periodicamente.

Tendo isto em vista, neste trabalho, a velocidade de bombas de vácuo foi determinada conhecendo o valor da vazão de um gás que passa através de tubos de diâmetros conhecidos, cujos ensaios experimentais foram realizados no Laboratório de Tecnologia do Vácuo (LTV) localizado no Campus da FATEC São Paulo.

## 3. Fundamentos Teóricos

Os modelos utilizados para a determinação das propriedades de escoamento dos gases estão baseados na

grandeza *throughput* ( $Q$ ), que pode ser definido por meio das Equações 1 e 2 [3]:

$$Q = \frac{dV}{dt} P \quad (1)$$

$$Q = \frac{d}{dt} (P \cdot V) \quad (2)$$

Nas Equações 1 e 2,  $Q$  é o *throughput*,  $P$  é a pressão na câmara de vácuo,  $V$  é o volume, e  $t$  é o tempo. A unidade no Sistema Internacional de Unidades (SI) é o Pa.m<sup>3</sup>/s, mas a unidade mbar.L/s também é muito utilizada na ciência e na indústria.

Em um processo, podemos ter várias fontes de gases no sistema de vácuo, e a relação entre essas fontes é dada pelo *throughput* total que é a somatória de todas estas fontes, como mostra a Equação 3.

$$Q_{total} = \sum_{i=1}^n Q_i = Q_1 + Q_2 + Q_3 + \dots + Q_n \quad (3)$$

Estas fontes de gases podem ser devidas ao vazamento real, vazamento virtual, à vaporização, sublimação, desgaseificação, permeação, fonte gasosa da bomba de vácuo, aos gases e vapores de processo e à injeção controlada de gases e vapores [2].

Durante o funcionamento de uma bomba de vácuo, temos que o volume de gás que flui através da entrada da bomba por unidade de tempo é a velocidade de bombeamento ( $S_{BV}$ ), como mostra a Equação 4.

$$S_{BV} = \frac{dV}{dt} \quad (4)$$

Assim, o *throughput* pode ser escrito em função de  $S_{BV}$ , como mostra a Equação 5 [3]:

$$Q = S_{BV} \cdot P \quad (5)$$

### Escoamento Compressível

Um escoamento compressível é definido como um escoamento no qual devemos considerar uma significativa mudança de massa específica durante o escoamento do fluido. O parâmetro que define o escoamento como compressível é o número de *Mach*, dado pela razão entre a velocidade local do escoamento  $v$  e a velocidade local do som  $c$ , veja na Equação 6 [4]:

$$M = v/c \quad (6)$$

A Tabela I mostra a relação do número de *Mach* com o tipo de escoamento.

Tabela I – Valores do número de *Mach* para o escoamento de fluidos [4].

| Nº de <i>Mach</i> | Escoamento  |
|-------------------|-------------|
| $M < 1$           | Subsônico   |
| $M > 1$           | Supersônico |
| $0,9 < M < 1,2$   | Transônico  |
| $M \geq 5$        | Hipersônico |

Escoamentos com número de *Mach*  $M > 0,3$  podem ser considerados compressíveis. O fenômeno do bloqueio de gases ocorre quando a velocidade do escoamento atinge a velocidade do som, isto é,  $M = 1$ . Sendo esta, a condição crítica do escoamento.

Como há variação de massa específica no escoamento compressível, temos que as propriedades termodinâmicas – pressão ( $P$ ), temperatura ( $T$ ) e massa específica ( $\rho$ ) – podem variar à medida que o escoamento prossegue [4].

A partir de análises físicas e matemáticas de um escoamento compressível, podemos obter as propriedades críticas do escoamento, considerando um sistema isentrópico (ausência de entropia), de um gás ideal.

As propriedades críticas do escoamento são denotadas com um índice sobrescrito \* (asterisco), enquanto as propriedades durante a estagnação (quando o fluido está em repouso) são denotadas pelo índice subscrito 0 (zero), e a relação entre as propriedades citadas são dadas pelas Equações 7, 8 e 9 [4], a seguir.

$$\frac{P_0}{P^*} = \left[1 + \frac{\gamma-1}{2}\right]^{\gamma/(\gamma-1)} \quad (7)$$

$$\frac{T_0}{T^*} = 1 + \frac{\gamma-1}{2} \quad (8)$$

$$\frac{\rho_0}{\rho^*} = \left[1 + \frac{\gamma-1}{2}\right]^{1/(\gamma-1)} \quad (9)$$

Onde  $\gamma$  é o coeficiente de expansão adiabática do gás, definido como a razão entre a capacidade térmica à pressão constante ( $C_P$ ) e a capacidade térmica à volume constante ( $C_V$ ), que são propriedades térmicas que dependem do tipo de gás.

$$\gamma = C_P / C_V \quad (10)$$

Os valores de  $\gamma$  estão relacionados à estrutura molecular do gás, e estes são dados na Tabela II.

Tabela II – Valores de  $\gamma$  para cada tipo de gás [5].

| Tipo de Gás        | $\gamma$ |
|--------------------|----------|
| <b>Monoatômico</b> | 1,66     |
| <b>Diatômico</b>   | 1,4      |
| <b>Triatômico</b>  | 1,3      |
| <b>Poliatômico</b> | 1,1      |

Com base na Equação 9, para um gás diatômico com  $\gamma = 1,4$ , temos que  $P^*/P_0 = 0,5283$ , isto é, a pressão crítica é aproximadamente a metade do valor da pressão de estagnação.

Nas condições críticas de escoamento, a vazão em massa ( $\dot{m}$ ) – ou *throughput* – atinge um valor máximo e constante, então o escoamento está em bloqueio.

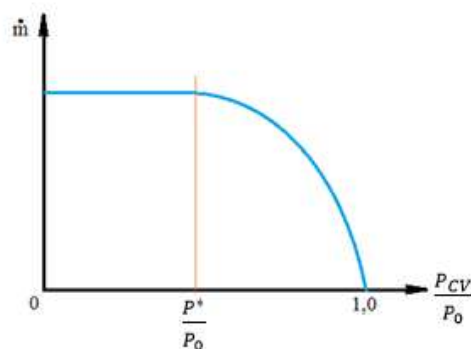


Figura 1 – Vazão em massa em função da pressão na câmara de vácuo ( $P_{CV}$ ) [1].

A Figura 1 mostra que a vazão em massa é constante até um valor  $P^*/P_0$ , ou seja, até que  $P_{CV} = P^*$ , nesta condição o escoamento está bloqueado.

O valor de  $P^*/P_0$  é dado pela Equação 11, a seguir.

$$\left.\frac{P_{CV}}{P_0}\right|_{\text{bloqueado}} = \frac{P^*}{P_0} = \left(\frac{2}{\gamma+1}\right)^{\frac{\gamma}{\gamma-1}} = r_c \quad (11)$$

Na Equação 11,  $r_c$  é a razão crítica. Para o ar,  $\gamma = 1,4$ , então  $r_c = 0,528$ . Esta relação indica a condição de que o escoamento permanece em bloqueio enquanto a pressão crítica  $P^*$  for menor ou igual ao produto entre a razão crítica  $r_c$  e a pressão de estagnação  $P^0$  ( $P^* \leq r_c \cdot P_0$ ), em outras palavras, para o ar, o escoamento está em bloqueio enquanto a pressão na câmara de vácuo for menor do que aproximadamente a metade da pressão atmosférica.

#### 4. Metodologia e Materiais

O método do bloqueio consiste em utilizar tubos de diâmetros e comprimentos variados a fim de restringir a entrada de um gás numa câmara de vácuo, para controlar o fluxo de gás utilizando o fenômeno do bloqueio de gases.

Devido à entrada de gás no sistema de vácuo, que está constantemente sendo bombeado, a pressão na câmara aumenta até um certo valor, e se mantém constante, pois a quantidade de gás que entra no sistema é a mesma que é bombeada. Conhecendo a pressão na câmara e o valor do *throughput*, é possível determinar a velocidade de bombeamento utilizando a Equação 5. O esquema do arranjo experimental que será utilizado nas medições é dado na Figura 2.

Primeiramente, é essencial conhecer as características dos tubos que serão utilizados, no sentido de saber qual é o fluxo de gás que passa através do tubo. A caracterização dos tubos foi feita experimentalmente por Venuto, E. da S. P. e Santos, J. S., indicados nas referências [6] e [7], respectivamente. Os resultados obtidos, utilizando o gás nitrogênio, estão listados na Tabela III, pois o valor do *throughput* varia de acordo com o gás utilizado [6, [7].

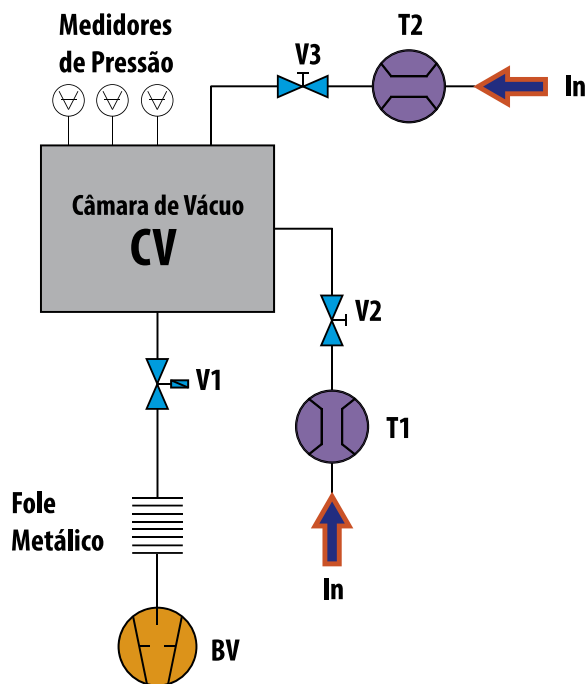


Figura 2 – Arranjo experimental utilizado para obter a velocidade de bombeamento. BV é a bomba de vácuo; V1, V2 e V3 são as válvulas do sistema; T1 e T2 são os engates dos tubos; as setas indicam a entrada de gás.

Tabela III - Dimensões dos tubos e seu respectivo valor de *throughput* para o gás nitrogênio. [6, [7]

| Tubo | Diâmetro interno (mm) | Comprimento (mm) | Throughput (mbar.L/s) |
|------|-----------------------|------------------|-----------------------|
| 1    | 0,50                  | 30,00            | 41,90                 |
| 2    | 0,50                  | 60,00            | 35,20                 |
| 3    | 0,50                  | 120,00           | 28,60                 |
| 4    | 0,50                  | 240,00           | 23,70                 |
| 5    | 0,80                  | 60,00            | 34,80                 |
| 6    | 1,30                  | 30,00            | 213,70                |
| 7    | 1,30                  | 240,00           | 143,20                |
| 8    | 2,00                  | 60,00            | 611,80                |
| 9    | 2,00                  | 120,00           | 548,10                |
| 10   | 3,30                  | 30,00            | 1163,80               |
| 11   | 3,30                  | 60,00            | 1137,11               |

Foi utilizado um engate para conexão do tubo ao sistema para que seja possível conectar os tubos ao sistema, e ainda, garantir um suporte mecânico aos mesmos, pois qualquer danificação do tubo poderá descaracterizá-lo, prejudicando a qualidade das medições.

Podemos estimar a pressão mínima que a câmara de vácuo do sistema atinge devido à injeção de gás utilizando a Equação 5, considerando o valor de velocidade de bombeamento dado pelo catálogo da fabricante da bomba e o *throughput* referente a cada tubo. A bomba de vácuo utilizada é a bomba mecânica de palhetas do modelo *TRIVAC D8B* da fabricante *Leybold®*, cujo valor de velocidade de bombeamento é  $S_{BV} = 2,83 \text{ L.s}^{-1}$  [8]. O resultado dos cálculos é dado pela Tabela IV.

Tabela IV – Valor da menor pressão ( $P_{final}$ ) que o sistema atinge, devido à entrada de gás constante, para cada tubo.

| Tubo | Throughput (mbar.L/s) | $P_{final}$ (mbar) |
|------|-----------------------|--------------------|
| 1    | 41,90                 | 14,81              |
| 2    | 35,20                 | 12,44              |
| 3    | 28,60                 | 10,11              |
| 4    | 23,70                 | 8,37               |
| 5    | 34,80                 | 12,30              |
| 6    | 213,70                | 75,51              |
| 7    | 143,20                | 50,60              |
| 8    | 611,80                | 216,18             |
| 9    | 548,10                | 193,67             |
| 10   | 1163,80               | 411,24             |
| 11   | 1137,11               | 401,81             |

A escolha dos tubos que serão utilizados na injeção dos gases das experiências deve seguir alguns critérios, que serão apresentados nos parágrafos seguintes. A Figura 3 mostra uma fotografia da bomba de vácuo *TRIVAC D8B* utilizada no LTV e a sua curva de velocidade de bombeamento.

Analisando a curva da Figura 3(b), pode-se perceber que a velocidade de bombeamento é praticamente constante no intervalo de pressão entre  $10^{-1}$  e  $10^3$  mbar [8]. Desta forma, devemos escolher os tubos de tal forma que os valores de  $P_{final}$  estejam dentro deste intervalo. É importante ressaltar que dois ou mais tubos podem ser utilizados simultaneamente durante a injeção dos gases.

Dentre todas as possibilidades de tubos e combinações, foram escolhidos apenas cinco tubos para cada ordem de grandeza dentro do intervalo de pressão, como mostra a Tabela V.

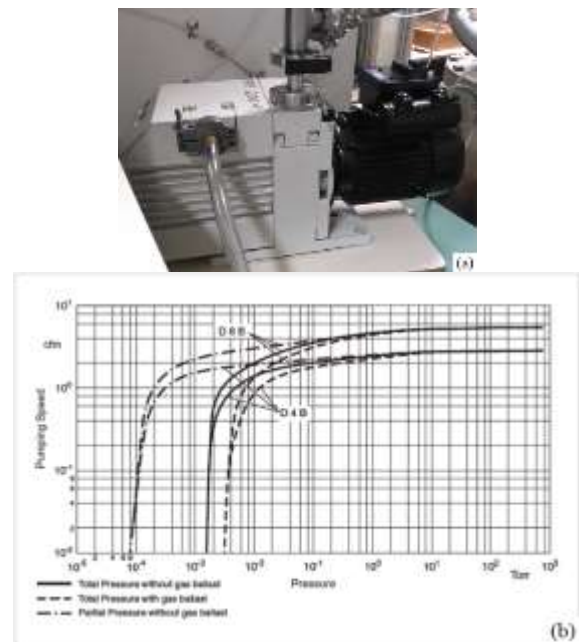


Figura 3 – Bomba de vácuo *TRIVAC D8B* (a) e sua curva de velocidade de bombeamento (b). Onde a Figura4(b) é a reprodução do catálogo [8]

Tabela V – Possíveis tubos que serão utilizados [1].

| Grandeza da Pressão (mbar) | Tubo  | Throughput total (mbar.L/s) | $P_{final}$ (mbar) |
|----------------------------|-------|-----------------------------|--------------------|
| $10^1$                     | 3     | 28,60                       | 10,11              |
|                            | 2+5   | 70,00                       | 24,74              |
|                            | 7     | 143,20                      | 50,60              |
|                            | 6     | 213,70                      | 75,51              |
|                            | 3+6   | 242,30                      | 85,62              |
| $10^2$                     | 9     | 548,10                      | 193,67             |
|                            | 8     | 611,80                      | 216,18             |
|                            | 10    | 1163,80                     | 411,24             |
|                            | 9+10  | 1711,90                     | 604,91             |
|                            | 10+11 | 2300,91                     | 813,05             |

Na Tabela V, o sinal de + indica a utilização de uma combinação entre tubos, e o *throughput* total será dado pela soma algébrica dos valores de *throughput* individuais de cada tubo.

Observe que as grandezas  $10^{-1}$  e  $10^0$  mbar não foram consideradas na Tabela V, pois, ao analisar os valores de  $P_{final}$  mostrados na Tabela IV, praticamente não há tubos a serem considerados cujos valores de  $P_{final}$  sejam destas ordens de grandeza. Note, também, que a ordem de  $10^3$  mbar não foi considerada, pois, a velocidade de bombeamento é constante para pressões nesta ordem, e por isso não se julgou necessário reproduzir esta região da curva de velocidade de bombeamento. Além disso, pressões próximas a  $10^3$  mbar não são desejáveis para o experimento, já que o efeito de bloqueio não irá ocorrer, pois o valor de  $P_{final}$  não obedece a condição dada pela Equação 11, onde  $P_{final}$  deve ser aproximadamente metade do valor da pressão atmosférica local, por isso o tubo 10 e as combinações (9+10) e (10+11) também serão desconsiderados.

Em resumo, foram escolhidos os tubos mostrados na Tabela VI para a realização do experimento.

Tabela VI – Tubos que serão utilizados.

| Grandeza da Pressão (mbar) | Tubo | Throughput total (mbar.L/s) | $P_{final}$ (mbar) |
|----------------------------|------|-----------------------------|--------------------|
| $10^1$                     | 3    | 28,60                       | 10,11              |
|                            | 2+5  | 70,00                       | 24,74              |
|                            | 7    | 143,20                      | 50,60              |
|                            | 6    | 213,70                      | 75,51              |
|                            | 3+6  | 242,30                      | 85,62              |
| $10^2$                     | 9    | 548,10                      | 193,67             |
|                            | 8    | 611,80                      | 216,18             |

A fotografia do sistema de vácuo da Figura 4 foi baseada na Figura 2, e consiste em uma câmara de vácuo (volume de 48L), uma bomba de vácuo mecânica de palhetas e medidores de vácuo do tipo membrana capacitiva e coluna de mercúrio, além dos tubos que serão utilizados, o sistema de vácuo também conta com outros

componentes auxiliares (válvulas, ligações, etc.). O gás utilizado é o próprio ar atmosférico.

Com a bomba trabalhando em seu regime de funcionamento, foi feito o vácuo na câmara ao abrir a válvula V1. Após a pressão na câmara atingir seu valor mínimo, a válvula V2 foi aberta garantindo a entrada de gás através do tubo, aumentando a pressão até o sistema atingir o equilíbrio. O valor de pressão atingido deve ser próximo ao valor de  $P_{final}$  dada pela Tabela VI.

Utilizando o valor de  $P_{final}$  obtido experimentalmente, calcula-se a velocidade de bombeamento utilizando a Equação 5, considerando o *throughput* do tubo utilizado, ou seja, para cada tubo, é obtido uma velocidade de bombeamento correspondente, e é esperado que todos os valores obtidos sejam próximos ao valor do catálogo.

O procedimento descrito foi realizado cerca de cinco vezes para cada tubo da Tabela VI, e quando foram utilizadas as combinações, as válvulas V3 e V2 foram abertas simultaneamente, de forma que a passagem de gás ocorresse através dos dois tubos.



Figura 4 – Fotografia do arranjo experimental.

## 5. Resultados e Discussões

Como já mencionado, a repetição dos procedimentos de aquisição de dados foi realizada cinco vezes para cada tubo listado na Tabela VI, resultando um total de trinta e cinco medições. O valor considerado de  $P_{final}$  foi dado pela coluna de mercúrio, por ser um medidor absoluto e não depender de interfaces eletrônicas para realizar a leitura da pressão. Esta escolha foi feita devido a um erro sistemático apresentado pelo medidor de membrana capacitiva [1].

Para cada valor experimental de  $P_{final}$  ( $P_{final\ exp}$ ), foi calculada a velocidade de bombeamento ( $S_{BV\ exp}$ ), e então foi obtido o valor médio de  $P_{final\ exp}$  e  $S_{BV\ exp}$  e seus respectivos desvios padrão das medições realizadas. A Tabela VII relaciona os valores médios obtidos com o erro percentual relacionado aos mesmos. Para o cálculo do erro de percentual de  $P_{final\ exp}$  e  $S_{BV\ exp}$ , foram utilizadas as Equações 12 e 13, respectivamente.

$$E\%_{P_{final}} = \frac{P_{final} - P_{final\ exp}}{P_{final}} * 100 \quad (12)$$

$$E\%_{S_{BV}} = \frac{S_{BV} - S_{BV\ exp}}{S_{BV}} * 100 \quad (13)$$



Na Equação 13, o valor  $S_{BV}$  é o valor dado pelo catálogo, e os valores de pressão  $P_{final}$  são dados na Tabela IV, enquanto os valores de  $P_{final\ exp}$  são os valores obtidos experimentalmente.

Tabela VII – Valores médios  $P_{final\ exp}$  e velocidade de bombeamento experimental  $S_{BV\ exp}$ .

| Tubo | $P_{final\ exp}$<br>(mbar) | $S_{BV\ exp}$<br>(mbar) | $E\%$<br>$P_{final\ exp}$<br>(%) | $E\%$<br>$S_{BV\ exp}$<br>(%) |
|------|----------------------------|-------------------------|----------------------------------|-------------------------------|
| 3    | 10,40±1,12                 | 2,78±0,29               | 2,87                             | 1,77                          |
| 2+5  | 43,99±1,34                 | 1,67±0,02               | 77,81                            | 40,99                         |
| 7    | 56,53±4,28                 | 2,54±0,23               | 11,72                            | 10,25                         |
| 6    | 85,06±6,95                 | 2,59±0,19               | 12,65                            | 8,48                          |
| 3+6  | 106,12±0,73                | 2,26±0,01               | 23,94                            | 20,14                         |
| 9    | 234,65±1,23                | 2,34±0,01               | 21,16                            | 17,31                         |
| 8    | 264,91±2,29                | 2,26±0,01               | 20,14                            | 20,14                         |

Analisando a Tabela VII, pode-se notar que o maior valor de  $E\%$  relacionado à velocidade de bombeamento foi obtido ao utilizar a combinação (2+5), mas não podemos afirmar que o uso de combinações aumenta o erro percentual, já que a combinação (3+6) obteve o mesmo erro que o tubo 8.

Uma possível explicação é um vazamento que pode ter ocorrido durante as medições relativas à combinação (2+5), já que para cada medição era necessário remover o engate dos tubos. Também é possível afirmar a probabilidade de ter ocorrido alguma danificação em um dos tubos que possa tê-lo descaracterizado, como uma torção, ou até mesmo uma partícula que tenha se fixado no interior do tubo. Como o tubo apresenta dimensões reduzidas, uma pequena variação no seu diâmetro interno é capaz de alterar suas características.

Utilizando os dados obtidos na Tabela VII, podemos construir o gráfico da Figura 6.

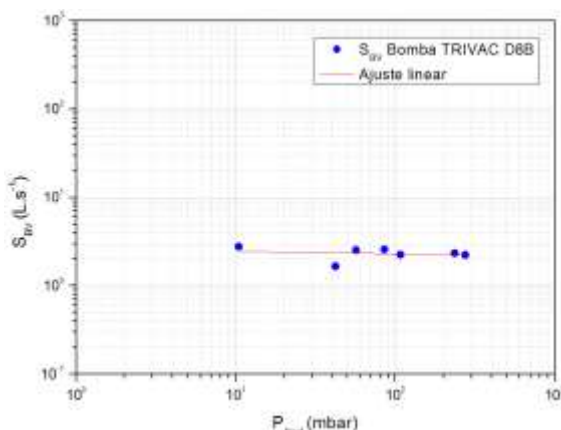


Figura 5 - Gráfico da pressão  $P_{final}$  na câmara de vácuo versus a velocidade de bombeamento ( $S_{BV}$ ).

Analisando os resultados obtidos, pode-se observar uma pequena variação nos valores de velocidade de bombeamento, mas nota-se um padrão aproximadamente linear nos pontos obtidos. Podemos, então, calcular o valor médios destes pontos, obtendo  $\bar{S}_{BV\ exp} = 2,34\ L/s$ ,

comparando este valor com o dado pelo catálogo, temos uma diferença percentual de  $E\% = 17,31\%$ .

## 6. Conclusões

Neste trabalho foram apresentadas pelo menos duas aplicações em vácuo para o fenômeno do bloqueio de gases, e estes são: o controle do fluxo de gás, e a determinação da velocidade de bombeamento de bombas de vácuo. O fenômeno do bloqueio é bastante interessante, pois permite controlar o fluxo sem depender de interfaces eletrônicas, pois basta dimensionar os tubos adequadamente para se obter o *throughput* desejado.

É importante notar que o método do bloqueio de gases é válido somente para a condição dada pela Equação 11. É importante garantir o armazenamento e manuseio adequado dos tubos, para não os danificar, como já foi discutido, qualquer danificação no tubo pode descaracterizá-lo.

Para as condições de trabalho utilizadas 17,31% é um erro aceitável, já que a velocidade de bombeamento do catálogo é obtida utilizando condições de trabalho diferentes das utilizadas no LTV. Por exemplo, como utilizamos o ar como gás de trabalho, a presença de vapor d'água pode modificar a velocidade de bombeamento, sendo que o catálogo indica que o valor de velocidade de bombeamento é válido para o gás nitrogênio. Além disso, é indicado pelo fabricante a utilização de acessórios da mesma marca.

De forma geral, este trabalho possibilitou verificar o método do bloqueio de gases para determinar a velocidade efetiva de bombeamento em sistemas de vácuo. O método utilizado já foi utilizado para a determinação de velocidade de bombeamento em sistemas de alto-vácuo industriais da empresa ARTEB com precisão de 12% [1].

## 7. Referências

- [1] Gushiken, Natália Kazumi. **Determinação Experimental da Velocidade de Bombeamento em Vácuo pelo Método do Escoamento em Bloqueio de Gases**. Trabalho de Conclusão de Curso. 2015. Curso de Tecnologia em Materiais, Processos e Componentes Eletrônicos (MPCE) – DSE – FATEC-SP.
- [2] Degasperi, F.T., **Modelagem e Análise Detalhadas de Sistemas de Vácuo**. Dissertação de Mestrado - Departamento de Engenharia Elétrica e de Computação – FEEC – UNICAMP, Campinas, São Paulo, 2002.
- [3] O'Hanlon, J.F. **A User's Guide to Vacuum Technology**. Third Edition, Wiley-Interscience, 2003.
- [4] Fox, Robert W., McDonald, Alan T., Pritchard, Philip J., **Introdução à Mecânica dos Fluidos**. Sexta Edição. LTC, 2006.
- [5] Lafferty, J. M. **Foundations of Vacuum Science and Technology** – John Wiley & Sons.
- [6] Venuto, Edelson Da Silva Propicio. **Modelagem e Medição de Condutâncias no Regime de Escoamento Viscoso Laminar com Gases Monoatômicos Blocados**. Trabalho de Conclusão de Curso. 2013. Curso de Tecnologia em Materiais, Processos e Componentes Eletrônicos (MPCE) – DSE – FATEC-SP.



- [7] Santos, Johnes Soares. **Modelagem e Medição de Condutâncias no Regime de Escoamento Viscoso Laminar com Gases Diatômicos e Poliatômicos Blocados**. Trabalho de Conclusão de Curso. 2013. Curso de Tecnologia em Materiais, Processos e Componentes Eletrônicos (MPCE) – DSE – FATEC-SP.
- [8] **Oerlikon Leybold Vacuum** – Full Line Catalogue – Vacuum Components and Vacuum Technology. 2015.
- [9] **Alcatel** – Rotary Vane Pumps PASCAL series. Disponível em:  
[http://www.nanophys.kth.se/nanophys/facilities/nfl/aja/manuals-pdf/adixen\\_pascal\\_mechanical\\_pumps.pdf](http://www.nanophys.kth.se/nanophys/facilities/nfl/aja/manuals-pdf/adixen_pascal_mechanical_pumps.pdf)  
 Acesso: 25/02/16 às 13h15min (horário de Brasília).
- [10] Amorim, M.V., Degasperi, F.T., Ianinni, R.F., Ceragioli, H.J., Peterlevitz, A.C., Baranauskas, V. **Modelagem de Sistema de Alto-Vácuo de Arranjo Experimental para Emissão de Elétrons por Efeito de Campo**. Boletim Técnico da FATEC-SP, BT/33, Ago. 2012.
- [11] Degasperi, Francisco Tadeu. 1 – **Curso de Tecnologia do Vácuo – Conceitos Básicos**. 2009. São Paulo: LTV-FATEC-SP.
- [12] Hara, D.H.S. **Modelagem, Cálculo e Determinação Experimental da Taxa de Desgaseificação de Materiais em Vácuo**. Trabalho de Conclusão de Curso. 2011. Curso de Tecnologia de Materiais – FATEC-SP.
- [13] Mammana, Suelene Silva. **Microbocais sônicos de diamante**. 2002. Tese de Doutorado - Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo.

## 8. Agradecimentos

<sup>1,2</sup> Ao CNPq pelo apoio financeiro durante o período de iniciação científica.

Ao Laboratório de Tecnologia do Vácuo, ao permitir a utilização de sua estrutura durante o desenvolvimento do projeto.

# EQUAÇÃO FUNDAMENTAL DO PROCESSO DE BOMBEAMENTO EM VÁCUO

Francisco Tadeu Degasperi

Faculdade de Tecnologia de São Paulo – FATEC-SP – CEETEPS

Programa de Pós-Graduação – Mestrado Profissional em Gestão e Tecnologia em Sistemas Produtivos – CEETEPS  
ftd@fatecsp.br

## Resumo

A tecnologia do vácuo é utilizada em muitas etapas de fabricação e transformação de diversos produtos e também é utilizada intensamente na pesquisa tanto básica como aplicada. O principal objetivo deste trabalho é deduzir de forma rigorosa a *Equação Fundamental para o Processo de Bombeamento em Vácuo – EPBV*. Por meio da dedução pretende-se apresentar como ocorre o processo de transporte e a diminuição da densidade dos gases e vapores em baixas pressões. São apresentadas e discutidas também as diversas fontes gasosas possíveis de ocorrência nos sistemas de vácuo e qual o papel do bombeamento, tanto da dependência das bombas de vácuo como da dependência das condutâncias da linha de transporte dos gases e vapores. Parte-se da suposição que a equação de estado dos gases ideais possa ser empregada para os gases rarefeitos, no caso, pressões abaixo da pressão atmosférica. Esta suposição é bem satisfatória, uma vez que a densidade dos gases é pequena, tornando a distância média entre as moléculas suficientemente grande. Este fato é experimentalmente verificado, tanto para os gases – acima da temperatura crítica – como em muitas situações para os vapores que estão não saturados – abaixo da temperatura crítica. Isto posto, a interação – de natureza elétrica – entre átomos e moléculas será considerado somente nos choques delas entre si e com as paredes e internos da câmara de vácuo.

## 1. Introdução

A tecnologia do vácuo tem um papel importante em muitas etapas de fabricação e transformação de diversos produtos, além de ser utilizada intensamente na pesquisa tanto básica como aplicada. Os sistemas de vácuo têm inúmeras formas e dimensões decorrentes das diferentes tarefas e quantidades de gases presentes nos processos realizados à baixa pressão. Há também processos, que mesmo ocorrendo em pressão atmosférica, ou ainda em altas pressões, utilizam a tecnologia do vácuo. Nestes casos, realiza-se a remoção dos gases, e em seguida, introduz-se gases ou vapores de processo ou para armazenamento. A diversificação dos sistemas de vácuo faz com que seus cálculos e projetos sejam geralmente distintos entre si e tem-se que na maior parte deles de difícil execução, particularmente quando os detalhes inerentes a cada caso devem ser observados e levados em consideração. Do ponto de vista prático, para uma escolha adequada da instrumentação utilizada nas instalações de sistemas de vácuo, é fundamental uma

compreensão dos conceitos básicos envolvidos no processo de bombeamento de gases e vapores em baixa pressão. Desta forma, o modelo físico-matemático a ser construído deve representar adequada e suficientemente o processo em estudo e análise.

## 2. Fundamentos e Desenvolvimento Teóricos

A equação dos gases perfeitos ou ideais, chamada de equação de *Clapeyron-Mendeleev*, é dada pela Equação 1,

$$p V = n R T \quad (1)$$

ou, de forma alternativa,  $p V = N k T$ , sendo que  $p$  é a pressão,  $V$  é o volume disponível para as moléculas no recipiente – neste caso a câmara de vácuo (e a linha de bombeamento também) –,  $n$  é o número de moles,  $R$  é a constante dos gases perfeitos,  $T$  é a temperatura absoluta,  $N$  é o número de moléculas e  $k$  é a constante de *Boltzmann*. Como exemplo de aplicação direta da equação de *Clapeyron-Mendeleev* é citado o método da expansão estática, usado extensamente na metrologia em vácuo, cuja base física está sustentada, em primeira aproximação, na lei de *Boyle-Mariotte*. Assim, apesar da sua grande simplicidade, a equação dos gases ideais ou perfeitos é bem aplicável à tecnologia do vácuo em muitas e importantes processos de fabricação e na ciência [1,2]. Partindo da equação dos gases perfeitos, vamos derivar em relação ao tempo ambos os membros da equação *Clapeyron-Mendeleev*, tem-se com a Equação 2,

$$p V = N k T \Rightarrow \frac{d}{dt}[p(t) V(t)] = \frac{d}{dt}(N(t) k T(t)) \Rightarrow \\ p(t) \frac{dV(t)}{dt} + V(t) \frac{dp(t)}{dt} = \\ k T(t) \frac{dN(t)}{dt} + k N(t) \frac{dT(t)}{dt} \quad (2)$$

Para a maior parte dos sistemas de vácuo, geralmente, a temperatura  $T$  e o volume  $V$  da câmara de vácuo são mantidos constantes, assim, a equação acima se reduz a Equação 3,

$$V \cdot \frac{dp(t)}{dt} = k \cdot T \cdot \frac{dN(t)}{dt} \quad (3)$$

Importante notar que se está sendo suposta explicitamente que a equação dos gases perfeitos pode ser aplicada para estados termodinâmicos de não equilíbrio. Ao derivar a equação de estado em relação ao tempo, obtemos uma expressão que fornece explicitamente a variação da pressão com o tempo. Como sabemos, a termodinâmica clássica pressupõe estados de equilíbrio, mas admitindo que as variações de pressão em função do tempo sejam suficientemente lentas, ou seja, que se pode considerar as variáveis termodinâmicas mudando continuamente e passando por sucessivos estados de equilíbrio, é legítimo proceder com a derivação em relação ao tempo feita acima [3,4,5].

Devido ao movimento de translação dos átomos e moléculas, tem-se associado a esse movimento uma energia cinética. Há três graus de liberdade no movimento de translação, um para cada direção possível do movimento. Para cada grau de liberdade temos que a

energia cinética média de translação é igual a  $\frac{1}{2} k T$ ,

resultado obtido do princípio de equipartição de energia. Desta forma, a energia cinética média de translação por molécula –  $E_{CM}$  – é dada pela expressão,

$$E_{ECM} = 3 \left( \frac{1}{2} k T \right) = \frac{3}{2} k T. \quad \text{Considerando } N$$

moléculas, a energia cinética média total de translação é

$$\text{igual a, } E = N E_{ECM} = N \left( \frac{3}{2} k T \right) = \frac{3}{2} N k T.$$

Usando a equação dos gases perfeitos neste último

$$\text{resultado fica-se com } E = \frac{3}{2} N k T = \frac{3}{2} p V.$$

Tomando a derivada em relação ao tempo da última expressão obtida, é associada à variação da energia cinética média total de translação à variação da pressão, temos assim a Equação 4,

$$\begin{aligned} \frac{dE(t)}{dt} &= \frac{d}{dt} (N(t) E_{ECM}) = E_{ECM} \frac{dN(t)}{dt} = \\ &= \frac{3}{2} k T \frac{dN(t)}{dt} = \\ &= \frac{3}{2} V \frac{dp(t)}{dt} \Rightarrow V \frac{dp(t)}{dt} = \frac{2}{3} \frac{dE(t)}{dt} \end{aligned} \quad (4)$$

Considerando um sistema de vácuo e as várias fontes de gases e vapores presentes na câmara de vácuo, as fontes de gases e vapores possíveis estão listadas a seguir: vazamento real, vazamento virtual, vaporização, sublimação, degaseificação, permeação, fonte gasosa da bomba de vácuo, gases e vapores de processo e injeção controlada de gases e vapores. Para cada uma dessas fontes gasosas associa-se uma quantidade de moléculas, variando em função do tempo, alimentando a câmara de vácuo. Como consequência, a ação exclusiva destas fontes gasosas fará com que aumente a pressão na câmara de vácuo. Por outro lado, a ação das bombas de vácuo fará com que uma quantidade de gases e vapores

seja removida da câmara de vácuo num certo intervalo de tempo [6,7].

Desta forma, pode-se identificar três parcelas na equação que estabelece o balanço de número de moléculas, para um intervalo de tempo  $\Delta t$ , na câmara de vácuo. Tem-se a parcela relativa ao número de moléculas que alimenta a câmara de vácuo devido às fontes de gases e vapores, a parcela devida à variação de pressão na câmara de vácuo ou, posto de outra forma, a variação do número de moléculas na câmara de vácuo, e ainda, a parcela relativa ao número de moléculas removidas pela ação das bombas de vácuo. Esquematicamente, podem-se representar as três partes da equação do balanço entre a variação do número de átomos e moléculas na câmara de vácuo, conforme mostrado na Figura 1,

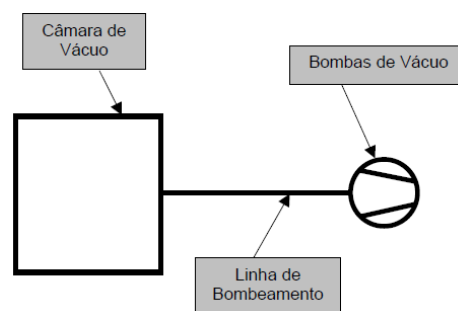


Figura 1 – Configuração genérica de um sistema de vácuo, com suas partes mais importantes – a câmara de vácuo, a linha de bombeamento e a bomba de vácuo.

Matematicamente escreve-se o balanço – a variação – do número de moléculas, ocorrendo em um intervalo de tempo  $\Delta t$ , na câmara de vácuo da seguinte forma  $\Delta N_{CV} = \Delta N_{FGV} - \Delta N_{BV}$ . Sendo que,  $\Delta N_{CV}$  é a variação do número de moléculas na câmara de vácuo,  $\Delta N_{FGV}$  é o número de moléculas que alimenta a câmara de vácuo e  $\Delta N_{BV}$  é o número de moléculas removida pelas bombas de vácuo, para todos eles no intervalo de tempo  $\Delta t$ . No caso do número de moléculas relativo à totalidade das fontes dos gases e vapores  $\Delta N_{FGV}$ , podemos considerar o número de moléculas que alimenta a câmara de vácuo no intervalo de tempo  $\Delta t$ , para cada particular tipo de fonte gasosa. Assim, a Equação 5 está mostrada a seguir

$$\begin{aligned} \Delta N_{FGV} &= \Delta N_{VR} + \Delta N_{VV} + \Delta N_{vap} + \Delta N_{Sub} + \Delta N_{Deg} + \\ &+ \Delta N_{perm} + \Delta N_{FBV} + \Delta N_{GP} + \Delta N_{IC} \end{aligned} \quad (5)$$

A Figura 2 exhibe esquematicamente de forma sucinta as fontes de gases e vapores com origem nas paredes e internos à câmara de vácuo. A dinâmica destas fontes de gases tratadas a partir de primeiros princípios não é um assunto simples, sendo assunto da física de superfícies. Para as aplicações em tecnologia o

vácuo, um estudo termodinâmico (macroscópico) é suficiente.

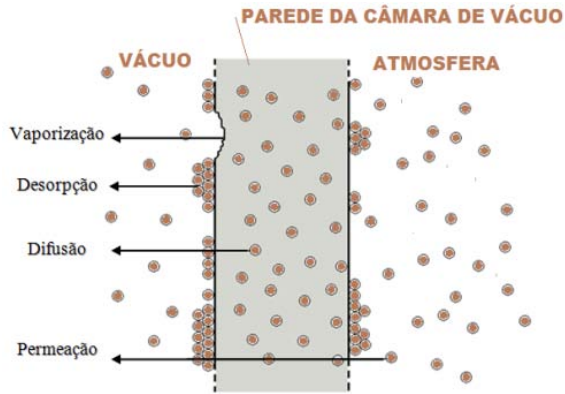


Figura 2 – Representação esquemática das fontes de gases oriundas da superfície. (Nagil Harris [2]).

Voltando às possíveis fontes de gases no sistema de vácuo, tem-se que,  $\Delta N_{VR}$  é o número de moléculas que alimenta a câmara de vácuo, no intervalo de tempo  $\Delta t$ , devido ao vazamento real,  $\Delta N_{VV}$  ao vazamento virtual,  $\Delta N_{Vap}$  à vaporização,  $\Delta N_{Sub}$  à sublimação,  $\Delta N_{Deg}$  à desgaseificação,  $\Delta N_{Perm}$  à permeação,  $\Delta N_{FBV}$  à fonte gasosa da bomba de vácuo,  $\Delta N_{GP}$  aos gases e vapores de processo e  $\Delta N_{IC}$  à injeção controlada de gases e vapores. No caso da variação do número de moléculas na câmara de vácuo  $\Delta N_{CV}$ , ocorrendo num intervalo de tempo  $\Delta t$ , pode-se escrever, considerando a temperatura constante e admitindo que o volume a câmara de vácuo não varie no tempo, a partir da equação dos gases perfeitos para o volume da câmara de vácuo ( $V_{CV}$ )

$$V_{CV} p_{CV} = N_{CV} k T \Rightarrow V_{CV} \Delta p_{CV} = \Delta N_{CV} k T \Rightarrow V_{CV} \Delta p_{CV} = (\Delta N_{FGV} - \Delta N_{BV}) k T = \Delta N_{FGV} k T - \Delta N_{BV} k T$$

Fazendo uso da expressão explícitas das fontes dos gases e vapores, a última equação toma a forma mostrada na Equação 6

$$V_{CV} \Delta p_{CV} = \left( \Delta N_{VR} + \Delta N_{VV} + \Delta N_{Vap} + \Delta N_{Sub} + \Delta N_{Deg} + \Delta N_{Perm} + \Delta N_{FBV} + \Delta N_{GP} + \Delta N_{IC} \right) k T - \Delta N_{BV} k T \quad (6)$$

Assim, tem-se a expressão que relaciona a variação de pressão na câmara de vácuo com a variação do número de moléculas alimentando a câmara de vácuo, e ainda, relacionando ao número de moléculas removidas pelas bombas de vácuo. Dando continuidade, define-se

a grandeza  $Q'(t) \equiv \frac{dN(t)}{dt}$ . Ela expressa a variação do número de moléculas na câmara de vácuo, no tempo. Como  $p V = N k T$ , temos que  $N = \frac{p V}{k T}$ . Assim, é escrita a Equação 7

$$Q'(t) = \frac{dN(t)}{dt} = \frac{d}{dt} \left[ \frac{p(t) \cdot V}{k T} \right] = \frac{1}{k T} \frac{d}{dt} [p(t) \cdot V] \quad (7)$$

Considerando a temperatura constante. Admitindo que o volume não varie no tempo, tem-se,

$$Q'(t) = \frac{1}{k T} \cdot V \cdot \frac{dp(t)}{dt}$$

sabe-se que,  $\frac{dE(t)}{dt} = \frac{3}{2} k T \frac{dN(t)}{dt}$ , assim tem-se,

$$\frac{3}{2} V \frac{dp(t)}{dt} \Rightarrow V \frac{dp(t)}{dt} = \frac{2}{3} \frac{dE(t)}{dt}$$

$$Q'(t) = \frac{2}{3} \frac{1}{k T} \frac{dE(t)}{dt}$$

Define-se agora a grandeza *throughput* (em português pode-se traduzir para taxa de transferência) como sendo  $Q \equiv k T Q'$ . Finalmente,

$$\text{encontra-se } Q(t) = \frac{2}{3} \frac{dE(t)}{dt}, \text{ ou seja, se verifica que}$$

o *throughput* é igual a dois terços da variação no tempo da energia cinética média do movimento de translação das moléculas na câmara de vácuo. Como forma alternativa, assumida em alguns textos, o *throughput* é definido de partida como sendo  $Q(t) \equiv k T \frac{dN(t)}{dt}$ ,

levando aos mesmos resultados obtidos pela outra definição.

O *throughput* é uma grandeza que depende da variação no tempo do número de moléculas, digamos, em uma câmara de vácuo, ou ainda, que cruza uma determinada seção transversal de um tubo. O *throughput* também depende da temperatura. A maneira como ele é definido, à primeira vista pode parecer trazer alguma dificuldade na identificação do número de moléculas variando no tempo em certa região do sistema de vácuo, uma vez que se deve precisar a temperatura do gás. Isto é um fato, deve-se conhecer a temperatura. Por outro lado, uma vez conhecida a temperatura, pode-se encontrar o número de moléculas variando no tempo. Um aspecto importante, e que não é óbvio à primeira vista, refere-se à interpretação física da grandeza *throughput*.

Como visto, ela é dois terços da variação no tempo da energia cinética média de translação das moléculas. Assim, pode-se interpretar que, durante o processo de bombeamento nos sistemas de vácuo, estamos determinando a vazão de energia cinética média de translação das moléculas! Vê-se que a unidade do *throughput* é energia na unidade de tempo, ou seja, potência. Como as moléculas estão em constante

movimento de translação, elas têm energia cinética correspondente a esse movimento, assim, a evolução temporal da pressão nos sistemas de vácuo pode ser modelada e interpretada como sendo um processo de balanço de energia cinética devido ao movimento dos átomos e moléculas presentes no sistema de vácuo. Do ponto de vista conceitual, procura-se obter uma relação para o transporte dos gases e vapores no sistema de vácuo. Vê-se que foi construída uma expressão baseada no princípio de conservação de energia. Ainda, além de considerações formais, por meio do procedimento estabelecido, pode-se considerar o transporte de gases e vapores em sistemas de vácuo com partes apresentando diferentes temperaturas. A definição da grandeza *throughput* permite aventar essa possibilidade. Continuando, pode-se reescrever a equação que relaciona a variação de pressão na câmara de vácuo, com a variação do número de moléculas alimentando a câmara de vácuo, e ainda, o efeito das bombas de vácuo, para um dado intervalo de tempo  $\Delta t$ . Como

$$\begin{aligned} V_{CV} \Delta p_{CV} &= \\ &= k T \left( \Delta N_{VR} + \Delta N_{VV} + \Delta N_{Vap} + \Delta N_{Sub} + \Delta N_{Deg} + \right. \\ &\quad \left. \Delta N_{Perm} + \Delta N_{FBV} + \Delta N_{GP} + \Delta N_{IC} \right) \\ &\quad - k T \Delta N_{BV} \end{aligned}$$

explicitando cada um dos *throughput*'s, fica-se com

$$\begin{aligned} V_{CV} \Delta p_{CV} &= \\ &= k T \Delta N_{VR} + k T \Delta N_{VV} + k T \Delta N_{Vap} + \\ &\quad k T \Delta N_{Sub} + k T \Delta N_{Deg} + \\ &\quad + k T \Delta N_{Perm} + k T \Delta N_{FBV} + \\ &\quad k T \Delta N_{GP} + k T \Delta N_{IC} - k T \Delta N_{BV}. \end{aligned}$$

Consideram-se, nesta última equação, as parcelas variando na unidade de tempo, desta forma, dividimos por  $\Delta t$ . Fica-se assim com a Equação 8,

$$\begin{aligned} V_{CV} \frac{\Delta p_{CV}}{\Delta t} &= \\ &= k T \frac{\Delta N_{VR}}{\Delta t} + k T \frac{\Delta N_{VV}}{\Delta t} + k T \frac{\Delta N_{Vap}}{\Delta t} + \\ &\quad k T \frac{\Delta N_{Sub}}{\Delta t} + k T \frac{\Delta N_{Deg}}{\Delta t} + \\ &\quad + k T \frac{\Delta N_{Perm}}{\Delta t} + k T \frac{\Delta N_{FBV}}{\Delta t} + \\ &\quad k T \frac{\Delta N_{GP}}{\Delta t} + k T \frac{\Delta N_{IC}}{\Delta t} - k T \frac{\Delta N_{BV}}{\Delta t}. \end{aligned} \quad (8)$$

Fazendo o limite para  $\Delta t \rightarrow 0$ , têm-se as derivadas em relação ao tempo da função que representa o número de moléculas de cada fonte de gás. Identifica-se, para cada uma das parcelas do segundo membro como sendo os *throughput*'s relativos às fontes dos gases e vapores e

a última parcela como sendo o *throughput* bombeado pelas bombas de vácuo. Rescrevendo a última equação diferencial de forma mais compacta, tem-se a Equação 9,

$$\begin{aligned} V_{CV} \frac{dp_{CV}(t)}{dt} &= Q_{VR} + Q_{VV} + Q_{Vap} + Q_{Sub} + Q_{Deg} + \\ &\quad Q_{Perm} + Q_{FBV} + Q_{GP} + Q_{IC} - k T \frac{dN_{BV}(t)}{dt} \Rightarrow \\ V_{CV} \frac{dp_{CV}(t)}{dt} &= -k T \frac{dN_{BV}(t)}{dt} + \sum_{i=1}^n Q_i \end{aligned} \quad (9)$$

onde,  $Q_{VR}$  é o *throughput* devido ao vazamento real,  $Q_{VV}$  ao vazamento virtual,  $Q_{Vap}$  à vaporização,  $Q_{Sub}$  à sublimação,  $Q_{Deg}$  à desgaseificação,  $Q_{Perm}$  à permeação,  $Q_{FBV}$  à fonte gasosa da bomba de vácuo,  $Q_{GP}$  aos gases e vapores de processo, e  $Q_{IC}$  à injeção controlada de gases e vapores.

Um sistema de vácuo geral pode ser representado, nas suas partes essenciais, como mostrado na Figura 3. Tem-se a câmara de vácuo, estando a pressão  $p_{CV} = p_{CV}(t)$ , e esquematicamente apresentando as possíveis fontes de gases e vapores. Estão mostradas também a linha de bombeamento dos gases e vapores e as bombas de vácuo. O objetivo agora é, uma vez identificado o termo relativo ao *throughput* do bombeamento dos gases e vapores, escrever este termo a partir das grandezas as quais especificamos os sistemas de vácuo, na situação particular, as bombas de vácuo e a linha de bombeamento.

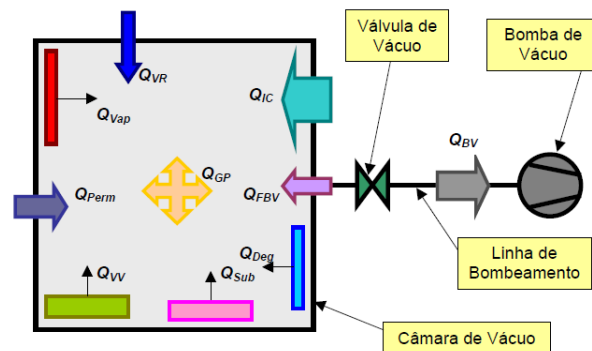


Figura 3 – Esquema de um sistema de vácuo mostrando as possíveis fontes de gases e vapores que alimentam a câmara de vácuo, com a linha de bombeamento, que através dela, os gases e vapores escoam até atingirem a bomba de vácuo.

Identifica-se na última equação diferencial a parcela  $k T \frac{dN_{BV}(t)}{dt}$  como sendo o *throughput* bombeado pelas bombas de vácuo. Pode-se escrever este *throughput*, que está deixando a câmara de vácuo, como função da velocidade efetiva de bombeamento –  $S_{ef}$  – e a pressão na câmara de vácuo –  $p_{CV}(t)$  –. A velocidade efetiva de bombeamento é a velocidade de



bombeamento que efetivamente – de fato – está bombeando os gases e vapores na câmara de vácuo. Ela é considerada como sendo a velocidade de bombeamento ocorrendo, imediatamente, no acesso da câmara de vácuo à tubulação que segue em direção às bombas de vácuo. Na Equação 10 escreve-se o *throughput* devido ao efeito das bombas de vácuo como sendo,

$$Q_{BV} = k T \frac{dN_{BV}(t)}{dt} = S_{ef} p_{CV}(t). \quad (10)$$

Assim, tem-se a equação diferencial para o processo de bombeamento dos gases e vapores na câmara de vácuo mostrada na Equação 11,

$$\begin{aligned} V_{CV} \frac{dp_{CV}(t)}{dt} &= -Q_{BV} + \sum_{i=1}^n Q_i \Rightarrow \\ V_{CV} \frac{dp_{CV}(t)}{dt} &= -S_{ef} p_{CV}(t) + \sum_{i=1}^n Q_i. \end{aligned} \quad (11)$$

Esta última equação diferencial ordinária de primeira ordem é básica para a tecnologia do vácuo, uma vez que a partir dela, em princípio, pode-se obter o conhecimento da evolução temporal da pressão na câmara de vácuo. Ela está escrita em termos das variáveis que representam as grandezas que ocorrem nos projetos em tecnologia do vácuo. Como se sabe, a velocidade efetiva de bombeamento pode ser escrita em termos da velocidade da bomba de vácuo –  $S_{bv}$  –, geralmente fornecida pelas empresas fabricantes, e da condutância total –  $C_{Total}$  – da linha de bombeamento que liga a câmara de vácuo às bombas de vácuo. A seguinte equação conecta estas últimas grandezas

$$\frac{1}{S_{ef}} = \frac{1}{S_{bv}} + \frac{1}{C_{Total}} \Rightarrow S_{ef} = \frac{S_{bv} C_{Total}}{S_{bv} + C_{Total}}.$$

Esta última relação, no caso mais geral, é dependente da pressão, uma vez que a velocidade de bombeamento das bombas de vácuo e a condutância podem ser dependentes da pressão.

### 3. Resultados

Assim, a *Equação Fundamental para o Processo de Bombeamento em Vácuo – EPBV* – e com a condição inicial do problema estão mostradas na Equação 12,

$$\begin{aligned} V_{CV} \cdot \frac{dp_{CV}(t)}{dt} &= -S_{ef} \cdot p_{CV}(t) + \sum_{i=1}^n Q_i. \\ V_{CV} \cdot \frac{dp_{CV}(t)}{dt} &= -\frac{S_{bv} C_{Total}}{S_{bv} + C_{Total}} \cdot p_{CV}(t) + \sum_{i=1}^n Q_i. \\ p_{CV}(t=0) &= p_0 \end{aligned} \quad (12)$$

Do ponto de vista matemático, considerando os modelos físicos dos sistemas de vácuo, são necessários

em geral recursos numéricos para alcançar a solução do problema. A equação diferencial apresentada, tendo que a velocidade das bombas de vácuo e as condutâncias da linha de bombeamento, além das fontes de gases e vapores em geral dependem da pressão e do tempo, tornando o problema matemático de difícil solução. Na Figura 4 tem-se um esquema simplificado de um sistema de vácuo mostrando as possíveis fontes de gases e vapores que alimentam a câmara de vácuo, com a linha de bombeamento, que através dela, os gases e vapores escoam até atingirem a bomba de vácuo. Vê-se que há um balanço energético envolvendo os termos apresentados na Figura 4 e ligados na Equação 12.

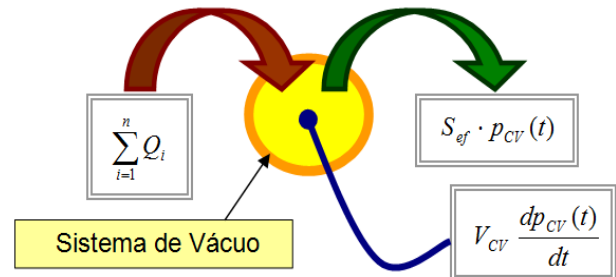


Figura 4 – O sistema de vácuo como fenômeno de transporte de gases rarefeitos.

Complementando, pode-se interpretar fisicamente os termos da equação diferencial acima. O termo  $V_{CV} \frac{dp_{CV}(t)}{dt}$  refere-se à variação temporal da pressão

na câmara de vácuo. O termo  $\frac{S_{bv} C_{Total}}{S_{bv} + C_{Total}} \cdot p_{CV}(t)$  refere-se ao *throughput* bombeado pelas bombas de vácuo; a presença deste termo faz com que a pressão na câmara de vácuo tenda a diminuir. O termo  $\sum_{i=1}^n Q_i$  refere-se ao *throughput* total devido às fontes dos gases e vapores presentes no sistema de vácuo; este termo é intrinsecamente não negativo e faz com que a pressão na câmara de vácuo tenda a aumentar. Pode-se analisar os seguintes casos notáveis:

1) A bomba de vácuo está fechada. Assim,  $\frac{S_{bv} C_{Total}}{S_{bv} + C_{Total}} = 0$ , pois  $S_{bv} = 0$ . Como o termo relativo às fontes de gases e vapores  $\sum_{i=1}^n Q_i \geq 0$ , fica-

se com  $V_{CV} \frac{dp_{CV}(t)}{dt} \geq 0$ , desta forma a pressão na câmara de vácuo estará crescendo, até que o termo das fontes gasosas seja igual à zero.

2) O termo do bombeamento é maior que o termo relativo às fontes gasosas. Neste caso, matematicamente temos  $S_{ef} p_{CV}(t) = \frac{S_{bv} C_{Total}}{S_{bv} + C_{Total}} \cdot p_{CV}(t) > \sum_{i=1}^n Q_i$ ,

desta forma, temos que  $V_{CV} \cdot \frac{dp_{CV}(t)}{dt} < 0$ .

Explicitando, tem-se que o volume é sempre uma grandeza positiva, concluímos desta forma que a pressão na câmara de vácuo está diminuindo no tempo, pois a sua derivada no tempo é negativa.

3) O termo relativo às fontes gasosas é maior que aquele relativo ao bombeamento dos gases e vapores. Neste

caso, matematicamente  $V_{CV} \frac{dp_{CV}(t)}{dt} > 0$ ,

significando que a pressão na câmara de vácuo está crescendo com o tempo.

4) O termo relativo às fontes de gases e vapores é igual ao termo relativo ao bombeamento. Matematicamente

$$\text{temos } S_{ef} p_{CV}(t) = \frac{S_{bv} C_{Total}}{S_{bv} + C_{Total}} p_{CV}(t) = \sum_{i=1}^n Q_i$$

consequentemente,  $V_{CV} \frac{dp_{CV}(t)}{dt} = 0$ , como o volume

da câmara de vácuo é sempre número positivo,

necessariamente  $\frac{dp_{CV}(t)}{dt} = 0$ , digamos para  $t > t'$ . Isto

significa que a pressão na câmara de vácuo tem valor constante no tempo, este é o caso quando a pressão atinge o valor da pressão final. Do ponto de vista matemático, para resolver a equação diferencial devemos especificar um determinado valor da variável dependente –  $p_{CV}$  – para um determinado valor da variável independente –  $t$  –; geralmente sabe-se o valor da pressão no início do bombeamento. Por exemplo, a pressão atmosférica é a pressão na câmara de vácuo para  $t=0$ . Ou ainda, quando se passa do pré-vácuo para o alto-vácuo, tem-se que a pressão inicial na câmara de vácuo para o processo de bombeamento em alto-vácuo é a pressão final na câmara de vácuo para o processo de bombeamento em pré-vácuo. Concluindo, pode-se dizer que se constrói a equação fundamental para o processo de bombeamento dos gases e vapores para a tecnologia do vácuo, a partir do princípio de conservação de energia. Em termos gerais, estamos em condições de especificar quais fontes de gases e vapores participam do processo ocorrendo em vácuo, e mais, deve-se ser capaz de julgar se tem fontes gasosas dominantes e, com isso, fazem-se simplificações, desprezando as fontes de gases e vapores pouco intensas frente a dominante. Lembrando, as fontes gasosas são aditivas, ou seja, várias fontes pouco intensas somadas podem resultar em um *throughput* apreciável. Outro ponto que merece ser discutido é o referente aos sistemas de vácuo, cujo processo de bombeamento tem a intervenção de diferentes tipos de gases e vapores. Na maior parte das aplicações há vários gases e vapores presentes na câmara de vácuo. Ocorre que na maioria desses sistemas de vácuo há a predominância de um determinado tipo de gás ou vapor. Nestes casos, o estudo do processo de bombeamento é realizado considerando somente aquela espécie gasosa e, negligenciando a presença dos outros gases e vapores. Desta forma, a condutância total e a

velocidade de bombeamento das bombas de vácuo precisam ser determinadas para o particular gás ou vapor considerado. Em contrapartida, há situações nas quais temos a participação de dois ou mais tipos de gases e vapores no processo ocorrendo em vácuo. Nos casos em que os vários gases e vapores estão participando em um particular processo em quantidades comparáveis, ou ainda, o desempenho do bombeamento de um tipo gasoso é bem diferente do outro tipo gasoso, deveremos considerar a análise do sistema de vácuo para cada um dos gases ou vapores.

#### 4. Comentários Finais e Trabalhos Futuros

A Equação Fundamental para o Processo de Bombeamento em Vácuo – EPBV pode ser utilizada para a modelagem de sistemas de vácuo para todos os intervalos de pressão. São necessárias as curvas de velocidade de bombeamento das bombas de vácuo, as condutâncias da linha de bombeamento e a quantidade de gás de todas as fontes de gases participantes do processo em vácuo. Em geral, as fontes de gases não são fáceis de serem determinadas quantitativamente. A identificação do regime de escoamento dos gases é fundamental para o cálculo das condutâncias. O ponto de partida foi a suposição que a equação dos gases perfeitos é obedecida; seguindo, para trabalhos futuros pode-se partir do equacionamento considerando a equação de *van der Waals*.

#### Referências

- [1] O'Hanlon, J.F. **A User's Guide to Vacuum Technology**. Third Edition, Wiley-Interscience, 2003.
- [2] Harris, N. **Modern Vacuum Practice**. Third Edition, McGraw-Hill, 2005.
- [3] Degasperi, F.T., **Caderno de Atividades - Notas Particulares**. Instituto de Física da Universidade de São Paulo. 1988.
- [4] Degasperi, F.T., **Dedução da Equação Fundamental para o Processo de Bombeamento na Tecnologia do Vácuo. Objetivo Didático**. XII Congresso Brasileiro de Aplicações de Vácuo na Ciência e na Indústria, Florianópolis, SC, Brasil, 1991. Seminário.
- [5] Degasperi, F.T., Corrêa Filho, W.F., Sanches Junior, R.L., **Detalhes do Processo de Bombeamento em Sistemas de Vácuo Industriais**. Sessão Tecnologia do Vácuo na Indústria do XIX Congresso Brasileiro de Aplicações de Vácuo na Indústria e na Ciência – XIX CBRAVIC, LNLS, Campinas, SP, Brasil, 1998. Comunicação Oral.
- [6] Degasperi, F.T., **Modelagem e Análise Detalhadas de Sistemas de Vácuo**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica), FEEC – Unicamp, Campinas, SP, 2002.
- [7] Degasperi, F.T., **Modelagem e Análise Detalhadas de Sistemas de Vácuo**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica), FEEC – Unicamp, Campinas, SP, 2002.

# LABORATÓRIO DE PROJETOS ESPECIAIS

## INCLUSÃO SOCIAL - PRÓTESES E EQUIPAMENTOS DE MOBILIDADE.

Carlos Rezende de Menezes  
Prof. Dr. do Departamento de Mecânica da FATEC-SP  
[crmenezes@fatecsp.br](mailto:crmenezes@fatecsp.br);

### Resumo

O artigo mostra os principais projetos desenvolvidos no Laboratório de Projetos Especiais (LPE), motivado pelo grande número de pessoas com algum tipo de deficiência física e, particularmente no Brasil, pela renda das famílias menos favorecidas que lhes dificulta o acesso a equipamentos que poderiam melhorar suas condições de vida. São mostradas as aplicações, a metodologia empregada e os resultados obtidos até o presente momento.

### Introdução

Deficiente físico – Em 1969 a Rehabilitation International (RI) constatou que uma pessoa em cada dez possuía algum tipo de deficiência. Em 1975 a Organização das Nações Unidas (ONU) - elaborou a "Declaração dos Direitos das Pessoas Deficientes. Em 1980 constatou-se que havia no mundo, em torno de 500 milhões de pessoas com deficiência [1].

Em 1989, o Brasil sancionou a Lei 7.853, publicada em 24 de outubro, que dispõe sobre o apoio às pessoas portadoras de deficiência e sua integração social.

O Censo de 2010 do Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE) [2] aponta 45,6 milhões de pessoas com algum tipo de deficiência sendo que 7% deste contingente têm deficiência motora. Somente no Estado de São Paulo, aponta 2,8 milhões de pessoas com algum tipo de deficiência ou incapacidade.

Sobre a capacidade financeira das famílias brasileiras, ainda segundo o IBGE, a renda média mensal domiciliar, que inclui o Bolsa Família, correspondeu a R\$ 2.983,00 mensais em 2013. Mas na faixa da população que compreende os 10% mais pobres, a renda média real mensal originada do trabalho foi de R\$ 235,00 mensais.

Quanto à situação do idoso no Brasil - O Censo 2010 aponta 23.760 brasileiros com mais de 100 anos. As situações decorrentes do prolongamento da expectativa de vida é a limitação da mobilidade e determinadas patologias que sujeitam o idoso a depender de equipamentos, tais como camas articuladas, cadeiras de rodas, andadores, plataformas elevatórias entre outros, para melhorar sua qualidade de vida.

Os projetos desenvolvidos no LPE visam principalmente oferecer alternativas de equipamentos auxiliares, a custos compatíveis com a disponibilidade financeira de pessoas, famílias e entidades, de modo a melhorar a qualidade de vida, particularmente dos portadores de deficiências e idosos de baixa renda.

### Projetos

Próteses - Prótese para Amputados Transtibiais e a Prótese Mecânica de Mão

Equipamentos auxiliares à mobilidade - Cama hospitalar, Transfer Hospitalar, Cadeira de Rodas Esportiva.

### Metodologia

Nos projetos são utilizadas técnicas de engenharia reversa, modelagens computacionais, construção de protótipos e ensaios de laboratório.

De forma geral, a metodologia para desenvolvimento é a seguinte:

- Levantamento de necessidades feito por consulta a profissionais da área médica;
- Levantamento de custo de mercado;
- Pré-estudo por meio de análise computacional;
- Construção de protótipo;
- Otimização do protótipo;

### PRÓTESE MECÂNICA PARA AMPUTADOS TRANSTIBIAIS <sup>[1]</sup>

O objetivo foi obter uma prótese com efeito mola para atletas com amputação transtibial. O equipamento disponível no mercado tem a lâmina construída em fibra de carbono. No LPE desenvolveu-se uma prótese semelhante, mas utilizando uma combinação de fibras de carbono e vidro, diminuindo seu custo.

### MODELO

Antes da construção do primeiro modelo físico, foram realizados testes em modelos computacionais como mostrados na Figura 1.

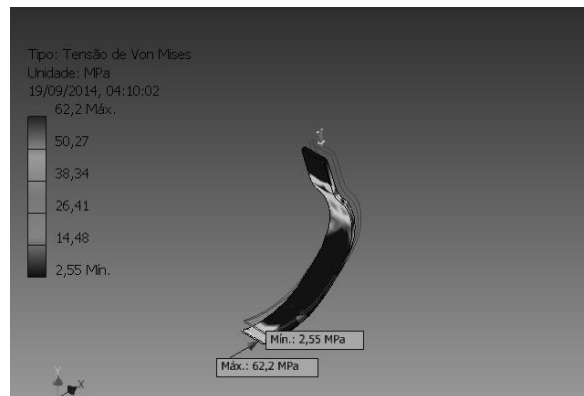


Figura 1 – Modelo computacional.

### PRÉ PROJETO DO MODELO

Na primeira fase foi desenvolvido um molde em madeira, devido à facilidade de manuseio e custo, conforme mostrado na Figura 2. Entretanto não foi utilizado devido a imprecisão dimensional, referente a variação de espessura da prótese.

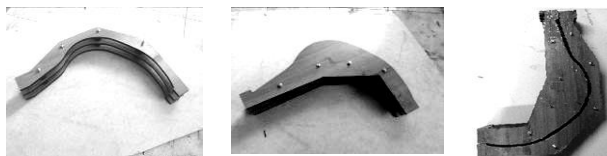


Figura 2 – Primeiro molde em madeira

Um segundo modelo foi construído em fibra de vidro (Figura 3) e serviu de referência para confecção do molde, do qual foram obtidas as peças em fibra de carbono e vidro.

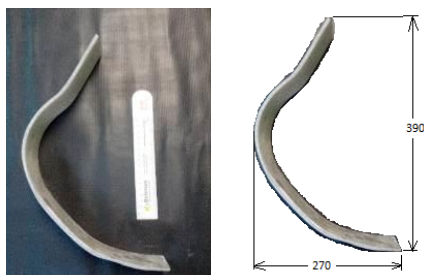


Figura 3 – Modelo construído em fibra de vidro

### MOLDE

O molde foi construído para obter-se uma peça com largura de 160 mm. As principais dimensões do modelo são: 390x270x80 mm. Como a largura da prótese é de 80 mm, pôde-se obter duas peças ao mesmo tempo, Figura 4. No caso de ser utilizada em uma pessoa bi amputada não haverá diferença entre elas.

O molde bipartido contém uma serpentina de cobre para circulação de óleo quente, importante no processo da laminação das peças em fibra de carbono. Foi inserida também, uma placa de espuma de poliuretano para manter a temperatura interna.

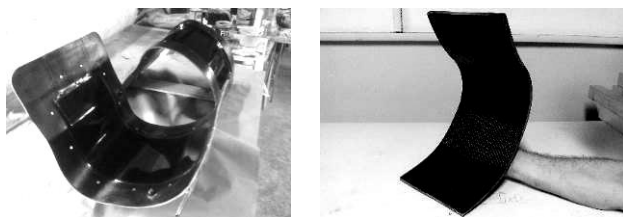


Figura 4 – Molde bipartido (esq) e prótese (dir)

### PEÇAS

As peças foram laminadas alternando mantas de carbono e vidro. A de fibra de carbono foi utilizada na superfície externa e a de vidro, unidirecional, compôs a parte interna. Os elementos obtidos do molde foram cortados e acabados.

### TESTES

O teste de compressão do primeiro modelo, Figura 5, mostra que até o início da ruptura foi aplicada uma força de 874,8 N para uma deformação de 108,9 mm.



Figura 5 – Teste de compressão

### RESULTADOS

Os valores de força máxima, obtidos em testes de compressão, poderão ser melhorados. Analisando-se as peças após a ruptura observou-se fragmentação da manta de fibra de carbono, principalmente devido ao uso de resina poliéster. Novos testes em peças feitas com resina epóxi estão sendo preparados.

### PRÓTESE MECÂNICA DE MÃO <sup>[11]</sup>

O objetivo foi desenvolver uma prótese mecânica similar a uma mão humana, de baixo custo e peso limitado a 350 g. O protótipo permite ao usuário movimentar pequenos objetos.

O diferencial do projeto desenvolvido no LPE é a prótese imitar uma mão humana, diferentemente das que se assemelha a uma mão robótica.

### MOLDE

Inicialmente foi feito um molde em alginato, a partir da mão humana de um homem adulto. Posteriormente foi obtido um modelo em gesso, Figura 6. Por meio de um escâner 3D, foram gerados arquivos Parasolid. Estes foram trabalhados para inserção dos canais de guia dos cabos de movimentação.

A Figura 7 mostra, a esquerda o arquivo em Parasolid e a direita o molde em gesso com os recortes, furações e cabos provisórios.



Figura 6 – Modelo em gesso utilizado para gerar arquivos Parasolid.

Em seguida foi feito o tratamento das imagens em um programa CAD que permitiram obter arquivos (.stl) para uso em uma impressora 3D.

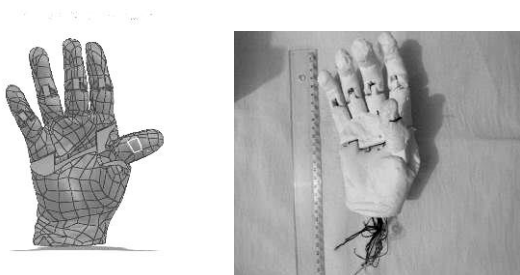


Figura 7 – Arquivo Parasolid e molde final em gesso

## MATERIAIS

Os materiais utilizados foram: plástico ABS para a impressora 3D, gesso para a fabricação dos moldes, cabos de aço revestido de nylon e cabos elásticos para realização dos movimentos, rebites de alumínio utilizados como eixos das articulações e velcro para a fixação e regulagem da prótese no braço.

## MODELO

O resultado foi um modelo similar a uma mão humana com movimentos de preensão e abertura conseguidos, respectivamente, por meio de tirantes elásticos e cabos de aço, Figura 8. Para garantir a abertura e fechamento dos dedos o usuário deverá flexionar o pulso em ângulo de aproximadamente 45°. Os cabos são fixados na extremidade de cada dedo e o tensionamento regulado por meio de parafusos. A Figura 9 mostra alguns testes em situações cotidianas.



Figura 8 – Prótese de mão obtida em impressora 3D, confeccionada em plástico ABS

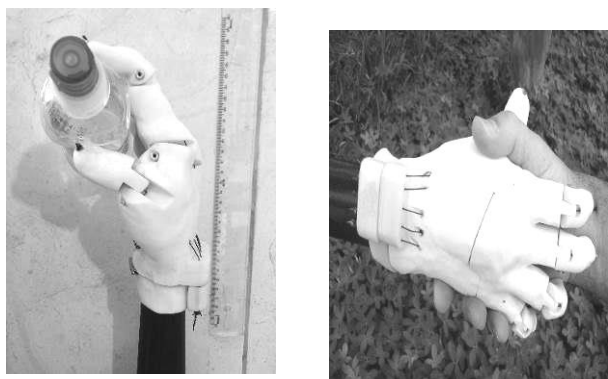


Figura 9 – Prótese sendo testada em situações cotidianas

## RESULTADOS

A prótese experimental pesou 259 g. É baixo se comparado às existentes no mercado, que chegam a pesar 1 kg, por terem muitas partes metálicas. O custo estimado foi de US\$ 38,00.

Para testar a capacidade de preensão, tomou-se como referência metade do valor sugerido na bibliografia [4] que indica uma força de preensão palmar limite de 34 Kgf para adolescentes na faixa etária de 16 anos.

Até o momento a prótese permitiu segurar objetos de pequenas dimensões (como uma garrafa plástica), e baixo peso (em torno de 1 kg). No entanto, o protótipo permite a realização de diversas atividades cotidianas, como por exemplo: escovar os dentes, segurar um copo de água, brincar com uma bola, entre outras.

## CAMA HOSPITALAR ACIONADA POR MOVIMENTOS FACIAIS <sup>[VIII]</sup>

O objetivo foi desenvolver o projeto de uma cama hospitalar automatizada, de baixo custo, para pessoas com mobilidade reduzida, particularmente paraplégicos e tetraplégicos. [5][6]

## METODOLOGIA

Os elementos constituintes foram basicamente:

Webcam, Monitor, CPU, Caixa de comando, Atuadores e estrutura, Figura 10. Uma maquete é mostrada na Figura 11.

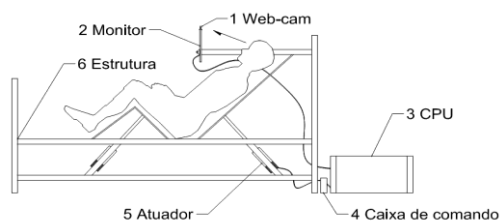


Figura 10 – Visão geral dos componentes utilizados no projeto

Foi construída uma maquete para testar a automação da cama. Esta etapa foi dividida em 3 partes: estudo e aplicações do software, programação do controlador lógico programável (CLP) e montagem do sistema automático.



Figura 11 – Maquete da cama hospitalar utilizada para teste



Para o controle foi utilizado o software livre “Headmouse 3.0” disponibilizado pela Universitat de Lleida. O programa substitui o mouse convencional permitindo controlar o movimento do cursor usando pequenos movimentos da cabeça - captados por uma webcam - e realizar as ações de selecionar e clicar mediante gestos da face do usuário como abrir e fechar a boca ou piscar.

Foi feita a junção do programa a um CLP Siemens S7-200 acoplado a um sistema mecânico para movimentação da estrutura. Uma *webcam* parametrizou, durante a calibragem, alguns pontos médios da face do usuário, tais como o posicionamento da íris, o nariz (sendo o ponto de referência) e a boca.

O software Elipse Scada (*Supervisory Control And Data Acquisition*), serviu como base de apoio na comunicação de dados entre o programa que substitui o mouse e o CLP. Criou-se uma tela com dois botões, cuja função é acionar a cabeceira da maquete, hora levantando (quadrado à direita na tela), hora abaixando (quadrado a esquerda), conforme mostra a Figura 12 .

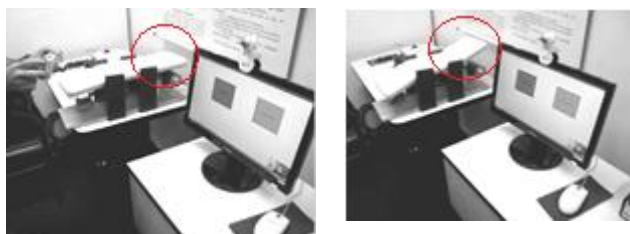


Figura 12 – Maquete – Cabeceira abaixada (esq.); cabeceira levantada (dir.)

## TESTES

A fim de analisar as tensões na estrutura, composta com tubos quadrados (50x50 mm) de uma liga de alumínio 6061, [8] foi realizado um ensaio computacional aplicando uma carga perpendicular ao eixo horizontal no centro da cama, no valor de 3,0 kN, Figura 13.

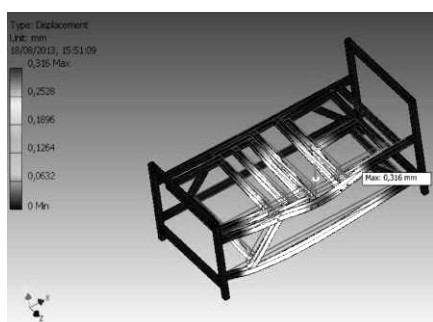


Figura 13 – Ensaio computacional – Avaliação da deformação provável da estrutura da cama

Os valores obtidos na análise foram uma tensão de flexão de 47,98 MPa na região central para uma deformação máxima de 0,316 mm.

Os momentos gerados nas extremidades foram de 0,8 kN.m, criando uma tensão de 3,8 kN/m<sup>2</sup> na face de contato da área adesivada.

Esses parâmetros foram utilizados na comparação com os resultados obtidos em um teste de laboratório no

qual a união das partes estruturais foi feita por meio de adesivo estrutural, cuja resistência à tração foi de 11.850 N até a ruptura, resultando numa tensão de 4,74 MPa para uma área adesivada de 2500 mm<sup>2</sup>.

## RESULTADOS

Testes feitos com pessoas que usavam óculos, lentes de contato e até uma prótese ocular, mostraram que o sistema de leitura facial funciona em qualquer situação.

A junção por adesivo estrutural é viável como demonstrado. Tem como principais vantagens a facilidade operacional e o menor custo uma vez que este tipo de união substitui métodos tradicionais tais como parafusos, rebites ou solda, dispensa equipamentos específicos e pessoal especializado como no caso da soldagem particularmente do alumínio.

## TRANSFER HOSPITALAR <sup>[IV]</sup>

Entre os problemas relatados por profissionais da área médica e pacientes, destaca-se o esforço dispendido na movimentação de pessoas com necessidades especiais, tais como cadeirantes, acamados e até mesmo pacientes em processo pós-operatório. Figura 12.

O paciente precisa de um transporte mais confortável e seguro. Os transfers hospitalares auxiliam, mas apresentam problemas de projeto e têm custo elevado para uso domiciliar.

Este trabalho mostra o desenvolvimento do projeto de um transfer hospitalar, de fácil utilização e baixo custo de produção. As informações foram obtidas no Centro de Reabilitação Lucy Montoro da Lapa em parceria com o Laboratório de Bioengenharia e Tecnologia Assistiva da FMUSP, que atende pacientes do SUS, e na Reatch (Feira Internacional de Tecnologias em Reabilitação, Inclusão e Acessibilidade).



Figura 12 – Dificuldade na movimentação manual de pacientes

Dentre os principais problemas relatados pela equipe médica consultada destaca-se: colisão do paciente com a estrutura (devido a curva descrita pelo cabeçote de elevação) e a abertura angular dos pés, Figura 13 (esquerda e direita respectivamente).

A angulação dos pés dificulta a movimentação dos paciente quando estes têm que ser retirado de uma cadeira de rodas e colocado, por exemplo, em uma cama.



## DESENVOLVIMENTO

A solução foi linearizar os movimentos, tanto dos pés quanto do sistema elevatório.

Foi elaborada uma nova estrutura, onde o deslocamento ocorre por movimentos lineares e a abertura dos pés é feita de forma paralela, eliminando os movimentos angulares.



Figura 13 – (esquerda) elevação do paciente; (direita) angulação dos pés.

O material utilizado foi uma liga de alumínio da série 7012, com tempera padrão T6.[8]

Os atuadores lineares para levantamento foram substituídos por um sistema mecânico de tambor e cinto, conforme mostra figura 14, que promove o deslocamento vertical do paciente.

O movimento paralelo dos pés é obtido por meio de engrenagens cônicas, acopladas a um par de parafusos com rosca à direita e à esquerda, conforme figura 15.



Figura 14 –Tambor e cinto de segurança para levantamento

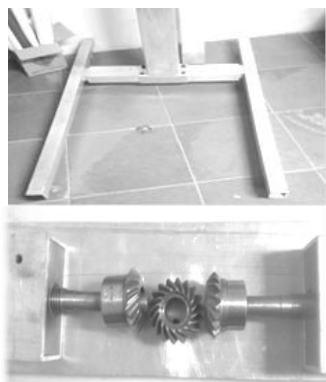


Figura 15 – Mecanismo para acionamento paralelo dos pés do transfer

## TESTES

Nos testes para o sistema de acionamento vertical, foi utilizado um motor de 24 V, 48 W e torque de 48 Nm.

Nos ensaios foram levantados blocos com massa de até 125 kg, conforme mostra a Figura 16.

## RESULTADOS

O protótipo, mostrado na Figura 17, apresentou resultados conforme esperado. Todos os movimentos são lineares, tanto para levantamento quanto para posicionamento dos pés. Foram feitos os levantamentos de pessoas com pesos que variaram de 70 kg a 110 kg.

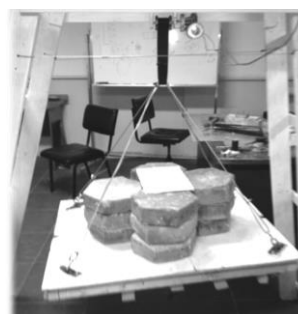


Figura 16 – Massas sendo levantadas para teste do motor



Figura 17 – Protótipo concluído

A estrutura suportou bem os esforços sem que fossem observadas falhas nas junções adesivadas, o que permitiu concluir que a substituição da solda por adesivo é plenamente viável.

## CADEIRA DE RODAS ESPORTIVA <sup>IV</sup>

A proposta deste projeto é a construção de uma cadeira de rodas para prática esportiva, destinada a pessoas paraplégicas.

O alumínio é utilizado como matéria prima principal em sua estrutura. O projeto inova no design e forma de montagem das peças, feita por encaixe e adesivamento a partir de tubos circulares e juntas retangulares de alumínio, facilitando assim o processo de fabricação. O adesivamento substitui as soldas, diminui o tempo de fabricação e não implica na necessidade de profissional nem equipamento especializado.

## INTRODUÇÃO

Um estudo de mercado de quatro modelos básicos permitiu avaliar qual a média de investimento necessário para o usuário obter o equipamento.

O modelo desenvolvido neste projeto possui a mesma funcionalidade e segurança dos comercializados atualmente, porém a sua fabricação é mais simples e seu custo menor.

## METODOLOGIA

A cadeira de rodas para a prática esportiva segue padrões definidos pela CBBC (Confederação Brasileira de Basquetebol em Cadeira de Rodas, 2014).

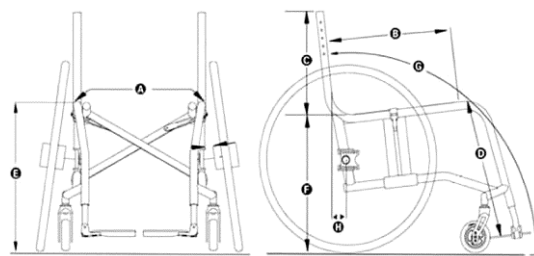


Figura 17. Padrão definido pela CBBC

Pode ter três ou quatro rodas, sendo duas grandes (diâmetro máximo de 66 cm), com um suporte para as mãos, e uma ou duas menores de apoio.

A altura do assento não pode ultrapassar 53 cm do chão, e o apoio para os pés não pode ultrapassar 11 cm a partir do chão, conforme Figura 17. [7] Partindo destas informações, foi desenhado o modelo, conforme mostra a Figura 18

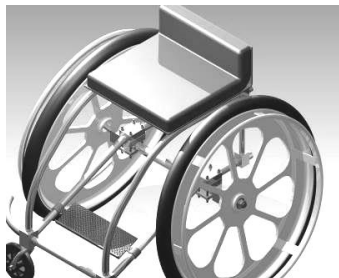


Figura 18. Imagem renderizada do protótipo da cadeira de rodas

O modelo digital permitiu pré-avaliar características estruturais do projeto, conforme Figura 19.

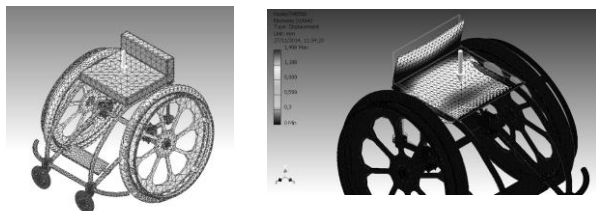


Figura 19. Protótipo digital

O estudo considerou um usuário de 120 Kg e permitiu concluir que a estrutura teria deslocamento máximo de 1,49 mm na região do assento.

#### MATERIAIS

Optou-se pelo uso do alumínio como material principal. Concluiu-se que as melhores ligas para essa aplicação são: a Al 6061 e a Al 7075,[8] devido a melhor usinabilidade e maior resistência mecânica, entre outras características.

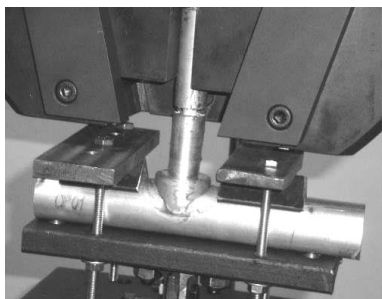


Figura 20. Ensaio de tração – juntas adesivadas

O adesivo estrutural é um composto acrílico modificado.[9] A dosagem em peso obedece a proporção de 3:1 (adesivo-acelerador). Pode ser utilizado em temperaturas de -40 °C à 149 °C, sem perder suas propriedades. É resistente a ambientes

agressivos que contenham graxas, solventes, óleos, entre outros.

Testes foram realizados no laboratório Baja da Faculdade de Tecnologia de São Paulo (FATEC-SP) e Escola Senai Bras, Figura 20.

#### CONCLUSÃO

A construção do protótipo utilizando elementos de encaixe facilita a montagem. O uso de adesivo estrutural reduz a concentração de tensões nas uniões, se comparado com solda, parafusos ou rebites. Além disso, não são necessários equipamentos especiais o que torna o processo muito mais rápido.

#### Agradecimentos

As pesquisas contaram com a colaboração dos seguintes Tecnólogos:

- [I] Luiz Henrique B. da Silva  
luizhenrique\_89@hotmail.com;
- [II] Yara Nunes Oliveira  
yaranunes1@hotmail.com,
- [III] Paulo Vitor Tinti Amorim -  
paulo.tinti@hotmail.com;
- [IV] Flávio dos Santos Ferreira Junior -  
flaviodsfj@gmail.com,
- [V] Natalie Gondra de Oliveira –  
natalie-g-o@hotmail.com

#### Referências Bibliográficas

- [1] Rehabilitation International - "Disability and the developing world", in International Rehabilitation Review (2º trim. 1980, p. 4-5).
- [2] IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística - Censo 2010. Rio de Janeiro, 2010. Disponível em: <<http://www.ibge.gov.br/home>> . Acesso em: 8 ago. 2012.
- [3] Associação Brasileira de Normas Técnicas – NBR IEC 60601-2-38 - Equipamento Eletromédico – Prescrições particulares para segurança de camas hospitalares operadas eletricamente, RJ, 1994. 149p.
- [4] ALEXANDRE, Neusa Maria Costa. Aspectos ergonômicos relacionados com o ambiente e equipamentos hospitalares. Rev. Latino-Am. Enfermagem [online]. 1998, vol.6, n.4, pp. 103-109. ISSN 0104-1169.
- [5] Associação Brasileira de Normas Técnicas – NBR IEC 601-1-2 – Equipamento Eletromédico – Prescrições Gerais para Segurança - , RJ, 1997. 10p
- [6] LABORATÓRIO DE PROJETOS ESPECIAIS- PROJETO CAMA HOSPITALAR ACIONADA POR MOVIMENTOS FACIAIS- Boletim técnico da FATEC-SP- BT/32, novembro de 2011.
- [7] CBBC – Confederação Brasileira de Basquetebol em Cadeira de rodas – Equipamento <http://www.cbcb.org.br/saibamais/equipamento> Acesso em: 29/07/2014
- [8] ALCOA ALUMINIO BRASIL- Catálogos Técnico/[www.alcoa.com/brazil/catalog/pdf/inova-completo.pdf](http://www.alcoa.com/brazil/catalog/pdf/inova-completo.pdf) (08-2009).
- [9] LORD AMÉRICA DO SUL- Boletim técnico BT- LO001D-Adesivos de Engenharia (2011).

# MEDIDAS DE ÍNDICE DE REFRAÇÃO DE LÍQUIDOS POR REDES DE DIFRAÇÃO

Luiz Felipe Gonçalves Dib<sup>1</sup>, Eduardo Acedo Barbosa<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Aluno de mestrado do curso Gestão e Tecnologia em Sistemas Produtivos do Ceeteps

<sup>2</sup> Prof. Dr. Faculdade de Tecnologia de São Paulo e do curso Gestão e Tecnologia em Sistemas produtivos do Ceeteps

<sup>1</sup>lfgdib@fatecsp.br, <sup>2</sup>ebarbosa@fatecsp.br

## Resumo

Este artigo apresenta o modelo de um dispositivo que utiliza a técnica de difração para coletar medidas de índice de refração de líquidos e concentrações de soluções aquosas. Esse trabalho obteve resultados satisfatórios atingindo de uma forma simples uma precisão de 4 casas decimais, vislumbrando assim uma linha de pesquisa promissora com grande potencial para obtenção de medidas mais precisas e exatas. A exatidão na grande maioria das medidas aponta também a confiabilidade do sistema.

## 1. Introdução

No início do século XVII, o índice de refração já era estudado pelos físicos e matemáticos Willebrord Snell e René Descartes. Este último publicou o seu trabalho mais famoso sobre o comportamento da luz chamado *First Discourse on Light*. Descartes (1637) propôs um modelo que regia o comportamento da luz quando atravessava dois meios de diferentes índices de refração. Esse modelo definia a relação do desvio que a luz sofria em função do índice de refração entre meios distintos<sup>[1]</sup>. Posteriormente, em 1895 Ernst Abbe propôs a utilização de dois prismas para medir o ângulo em que a luz sofreria uma reflexão total (ângulo limite). Dessa forma poderia se encontrar o índice de refração de líquidos<sup>[2]</sup>. Esse dispositivo ficou conhecido como refratômetro de Abbe. Desde então, essa técnica vem sendo usada como principal fonte de obtenção de medidas de índice de refração.

O índice de refração tem uma aplicação muito ampla em termos de pesquisa e aplicação. Ele pode ser utilizado em diversos segmentos de atuação, tais como nas ciências biomédicas, indústria farmacêutica, controle de processos, monitoramento de pureza de produtos finais na indústria química entre outros.

Dentro das ciências biomédicas, foi utilizado um biossensor refratométrico para medir concentração de narcóticos no sangue<sup>[3]</sup>, ou utilizando a diferença entre índices de refração de determinadas amostras de diversas zonas para detectar a quantidade de cloreto de sódio, cloreto de potássio e de glucose em drogas injetáveis<sup>[4]</sup>. Quanto aos fármacos, o índice de refração foi usado para medir a quantidade de anticorpos imobilizados<sup>[5]</sup>, ou para monitorar a adulteração das substâncias que desejava controlar em solução de medicamento<sup>[6]</sup>. Já na área de controle de qualidade, foram monitorados o progresso e o ponto final da reação de transesterificação de óleo de soja para o biodiesel<sup>[7]</sup>,

e um sistema experimental que permitisse o monitoramento on-line de uma reação química em fluxo contínuo levando a síntese de biodiesel<sup>[8]</sup>.

Além dessas aplicações diretas, o índice de refração pode também ser correlacionado a outras grandezas mensuráveis para encontrar outros parâmetros. Existem trabalhos que explicaram o efeito hipoglicêmico, através interações moleculares medidas através das relações de índice de refração e da viscosidade das soluções diluídas<sup>[9]</sup> ou associando o índice de refração com a viscosidade que permitiu estudar as interações intermoleculares entre componentes de uma mistura<sup>[10]</sup>.

Com essas pesquisas mais recentes é notório que medidas mais precisas desta variável podem gerar resultados mais relevantes, além de ampliar as novas aplicações que poderiam desfrutar desse parâmetro. Esse é um dos motivos de motivação para este trabalho ser realizado, vislumbrando uma de muitas outras alternativas possíveis, para atingir o objetivo final de encontrar medidas de índice de refração mais precisas.

## 2. Referencial Teórico

Na referência<sup>[11]</sup>, foi utilizado um laser de He-Ne como fonte de luz, uma rede de difração de transmissão e uma câmera fotográfica para medir o deslocamento linear entre a ordem difratada no líquido em relação a mesma ordem sem a presença do líquido, ou seja, difratada apenas no ar. Esse método se mostrou eficaz obtendo uma precisão de 4 casas decimais. No entanto, tendo em vista as limitações na forma de adquirir as medidas por conta da obrigatoriedade de um grande volume de líquido para a análise, que impedem medidas de amostras absorvedoras ou espalhadoras de luz, este método pode ser aperfeiçoado.

Os trabalhos mais recentes utilizam a difração como um mecanismo complementar para um arranjo interferométrico com uma técnica para medir o índice de refração de sólidos translúcidos<sup>[12]</sup>. Utilizando-se de um feixe de laser He-Ne expandido e colimado após incidir em um espelho côncavo. Esse feixe colimado e expandido é direcionado a um conjunto composto por um espelho e uma rede de difração reflexiva com um ângulo reto entre eles. Parte do feixe incide no espelho e por sua vez é refletido para a rede de difração, enquanto a outra parte do feixe atravessa o material em análise sofrendo uma alteração de fase e então incidindo direto na rede de difração. A combinação desses dois feixes na rede de difração, geram uma interferência e tem as suas ordens +1 e -1 respectivamente, projetadas em uma

câmera que por sua vez registra a interferência para se chegar ao índice de refração do meio.

Outro trabalho que relaciona o fenômeno da interferência com a difração foi o trabalho de Zeng (2002) que utilizou os dois comprimentos de onda gerados por um laser YAG. Nesse trabalho o autor utilizou a rede de difração para decompor e assim poder separar os dois comprimentos de onda gerados pelo laser. Após ter decomposto os dois comprimentos de onda, eles incidem em um conjunto de espelhos que é deslocado, ao retornar para a rede de difração, os dois feixes sofrem interferência e novamente são separados. Na saída de cada feixe com comprimento de onda distinto foi colocado um detector com o intuito de contar o padrão de interferência e comparar os dois para poder medir o índice de refração do meio onde o arranjo foi montado.

Alguns trabalhos mais recentes relatam métodos muito sofisticados enquanto o trabalho mais antigo apresenta um método simples, mas que devido as limitações tecnológicas do período que foi feito, não foi possível obter resultados mais precisos. Esse trabalho pretende juntar a simplicidade e a eficiência com a finalidade de se obter resultados precisos e com um dispositivo mais simples.

A difração se dá quando a onda que incide no obstáculo sofre uma alteração da amplitude, da fase ou das duas gerando assim uma interferência entre as diversas novas frentes de onda geradas pelas defasagens. Quando temos uma matriz de repetitivos elementos de difração, sejam aberturas ou obstáculos, que possam causar essas alterações, chamamos de rede de difração. O comportamento da luz que incide nesta rede é regido de acordo com seu comprimento de onda no ar ( $\lambda$ ), pelo espaçamento entre linhas, aberturas ou obstáculos ( $d$ ) e a relação entre o seno dos ângulos de incidência da luz na rede ( $\alpha$ ) e de difração da luz ( $\theta$ ). Dessa forma a expressão que relaciona ambos é dada por

$$d(\sin \theta - \sin \alpha) = m\lambda \quad (1)$$

onde  $m$  é a ordem da difração.

Quando a luz atravessa um determinado meio com índice de refração ( $n$ ) maior, a luz tem sua velocidade de propagação reduzida, dessa forma a onda tem o seu comprimento alterado em relação a onda original e por sua vez gera um deslocamento angular na luz difratada obedecendo a seguinte relação:

$$d(\sin \theta - \sin \alpha) = m\lambda/n \quad (2)$$

Para uma condição ideal onde o ângulo de incidência terá uma relação de  $90^\circ$  com a primeira ordem difratada, podemos assumir que os ângulos  $\alpha$  e  $\theta$  são complementares. Logo  $\alpha + \theta = 90^\circ$  que por sua vez nos permite dizer que  $\sin \theta = \cos \alpha$ . Portanto, para a ordem 1, podemos reorganizar os termos a Eq. (2) na forma:

$$n = \frac{\lambda}{d(\cos \alpha - \sin \alpha)} \quad (3)$$

### 3. Desenvolvimento experimental

O arranjo experimental consiste de um goniômetro com uma rede de difração fixada no centro dele. Em frente a esse goniômetro, um laser de He-Ne com comprimento de onda de 632,8 nm é posicionado de forma a incidir em uma janela. Nela, há uma pequena abertura responsável pela iluminação da rede de difração.

Uma vez determinado o espaçamento  $d$  entre as linhas da rede, ela é imersa em uma cuba com água destilada e então realiza-se a medição. Desta vez o procedimento passa por se certificar que a luz está incidindo perpendicularmente na face da cuba para que não haja nenhum tipo de desvio decorrente da refração. A rede é posicionada em um determinado ângulo de incidência no qual seria o ângulo resultante para a água destilada, e dessa forma, com um dispositivo capaz de girar a cuba de forma controlada, a ordem da difração é corrigida. Após ter feito isso, a luneta do goniômetro é posicionada em um ângulo de  $90^\circ$  para quando for analisado também se certificar que a luz está saia perpendicularmente sem influência do mesmo fenômeno citado na abordagem da incidência perpendicular na cuba, como é exposto na figura 1.

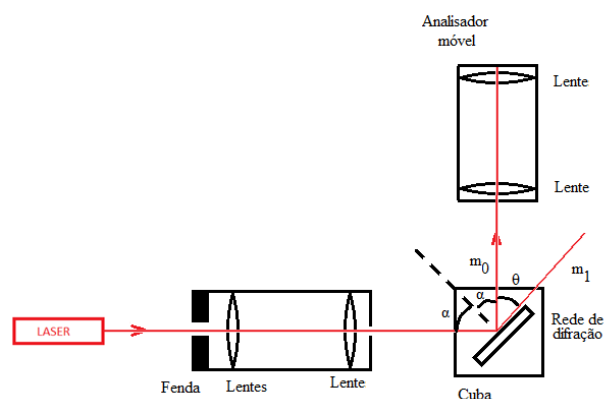


Figura 1 – Ilustração esquemática do arranjo

Uma vez que todos esses parâmetros tenham sido definidos, e que tanto numericamente quanto visualmente tenha sido possível constatar a calibração, o arranjo está pronto para medir a relação entre índice de refração e concentrações de açúcar em água.

Para essa coleta de dados, a cuba foi preenchida com um volume de 30,0 ml de água destilada. Após a primeira coleta de dados, foi retirado 1,0 ml do líquido depositado na cuba, que foi aproveitado para medir o índice de refração em um refratômetro de Abbe, para fins de comparação. Após a comparação, foi colocado na cuba, no lugar do 1,0 ml retirado, 1,0 ml de uma solução com concentração de 1g de açúcar para cada ml. Após cada medida feita no refratômetro difrativo, novamente se retira 1,0 ml da solução para se fazer uma medida de comparação no refratômetro de Abbe e no lugar se coloca 1,0 ml da solução com concentração de 1,0 g de açúcar por ml de água.

#### 4. Resultados e Discussão

Em um primeiro momento o líquido analisado foi uma amostra de água destilada com índice de refração de 1,332 confirmado por um refratômetro de Abbe convencional. Para essa medida foi obtido um ângulo  $\alpha = 21^\circ 40'$  e a rede utilizada tinha um espaçamento entre as linhas de  $0,848\mu\text{m}$ . Fazendo os devidos cálculos de acordo com a Eq. (3), pudemos obter um índice de refração de 1,3318. Segundo refractiveindex.info (2015), o valor da água destilada para o comprimento de onda emitido pelo laser He-Ne é 1,3317.

Em um segundo momento utilizaram-se 10 amostras com diversas concentrações de água com açúcar e a rede de difração foi substituída por uma rede para a qual  $d = 0,835\mu\text{m}$ . Os valores obtidos são exibidos na tabela 1.

Tabela 1 – Dados coletados

| Nome da col. Unidades | Volume (ml) | Soluto (g) | Concentração (g/ml) | n Abbe | Angulo | n calc. |
|-----------------------|-------------|------------|---------------------|--------|--------|---------|
| 2                     | 30          | 1          | 0,033               | 1,336  | 21°22' | 1,3364  |
| 3                     | 30          | 1,967      | 0,066               | 1,339  | 21°24' | 1,3385  |
| 4                     | 30          | 2,901      | 0,097               | 1,34   | 21°26' | 1,3401  |
| 5                     | 30          | 3,804      | 0,127               | 1,341  | 21°28' | 1,3427  |
| 6                     | 30          | 4,677      | 0,156               | 1,343  | 21°30' | 1,3439  |
| 7                     | 30          | 5,521      | 0,184               | 1,344  | 21°32' | 1,3455  |
| 8                     | 30          | 6,337      | 0,211               | 1,346  | 21°34' | 1,3477  |
| 9                     | 30          | 7,126      | 0,237               | 1,349  | 21°36' | 1,3493  |
| 10                    | 30          | 7,889      | 0,263               | 1,35   | 21°38' | 1,3509  |

Com esses dados foi gerado um gráfico que compara os resultados do refratômetro difrativo com os resultados obtidos por um refratômetro de Abbe comercial, como mostrado na figura 2. Os coeficientes angulares pelo refratômetro de Abbe e pelo refratômetro difrativo obtidos são respectivamente 0,059 ml/g e 0,063 ml/g, o que evidencia boa concordância de resultados. Para a água pura, o refratômetro de Abbe obteve índice de refração 1,3341, enquanto que o refratômetro difrativo forneceu o resultado 1,3342, com discrepância inferior a 0,008 %.

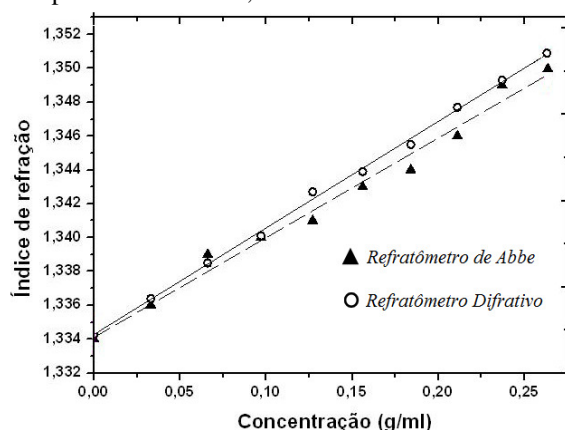


Figura 2 – Relação entre medidas de concentração e índice de refração com refratômetro de Abbe

As medidas de índice de refração conferidas pelo refratômetro de Abbe foram tomadas antes e depois de a amostra ser submetida à coleta de dados. Esse processo foi aplicado para garantir que durante as medidas a solução não tenha sofrido precipitação mudando assim o índice de refração.

Tendo em vista que as medidas de concentração foram feitas para comparação entre as medidas do refratômetro de Abbe com o refratômetro difrativos, a incerteza da concentração não foi levada em consideração.

Para esse arranjo, foi utilizado a eq. (4) de incerteza

$$\delta n = \left( \frac{\partial n}{\partial \alpha} \right) \Delta \alpha \quad (4)$$

E sabendo que a derivada da equação (3) é

$$\frac{\partial n}{\partial \alpha} = \frac{\lambda (\cos \alpha + \sin \alpha)}{d (\cos \alpha - \sin \alpha)^2} \quad (5)$$

pudemos determinar uma incerteza da ordem de  $10^{-4}$  para o arranjo difrativo<sup>[13]</sup>.

A incerteza relativa do laser de He-Ne é dada por  $10^{-6}$ <sup>[14]</sup>, levando em consideração que a incerteza proveniente das limitações do arranjo está na ordem de  $10^{-4}$ , a incerteza do He-Ne não tem relevância.

Alguns tipos de rede podem sofrer deterioração de acordo com a amostra analisada, por isso é importante conhecer tanto a rede quanto a amostra para que a rede não sofra ataque corrosivo ou danoso de outra forma. Por esse motivo houve a substituição da rede para a segunda parte do processo.

Outro fator levantado foi a relação entre o ângulo de incidência do laser na cuba. Esse ângulo necessariamente deve ser perpendicular, tal como o ângulo de saída da cuba, pois caso isso não ocorra o ângulo de incidência na rede ou na saída da cuba sofrerá uma alteração obedecendo a lei de Snell-Descartes.

#### 5. Conclusões

O presente trabalho apresentou resultados significativos, na medida que comprovam a eficácia, precisão e exatidão do dispositivo. A medida inicial para a água destilada ao ser comparada com o valor previsto na literatura mostrou que a técnica é promissora. As medidas de índice de refração, com incerteza da ordem de  $10^{-4}$ , obtidas com o refratômetro difrativo para soluções de água com açúcar, evidenciam a precisão da técnica. Ao mesmo tempo, a comparação entre as medidas dos dois métodos mostrou que o dispositivo apresentado tem valores mais exatos tendo em vista a limitação da escala do refratômetro de Abbe que abre margem à subjetividade na leitura dos valores em sua última casa de precisão. Esse trabalho



comprovou a eficácia do método. Dessa forma, esses valores são argumentos mais do que suficiente para comprovar a eficácia e o progresso na utilização dessa técnica.

Melhorias ainda são cabidas para obterem-se valores ainda mais precisos e aplicações mais amplas. Dispositivos mais sofisticados para a análise de dados e escalas mais precisas podem ser incrementadas a esse dispositivo e assim se espera poder chegar a pelo menos 5 casas de precisão. Outra melhoria possível é a utilização de um sistema mais compacto para exigir uma menor quantidade de amostra para análise.

### ***Agradecimentos***

À FATEC-SP, pela infraestrutura oferecida para a realização da pesquisa.

### ***Referências Bibliográficas***

- [1] DESCARTES, R.; *Dioptrics, First Discourse on Light*, 1637.
- [2] ABBE, Ernest. *Double Prism for Totally Reflecting Refractometers*. Jena: US548495 A. 22 out. 1895
- [3] WENGER, B.; KUGELBREY, K.; GAO, H.; SIGRIST, H.; VOIRIN, G.; Au-labeled antibodies to enhance the sensitivity of a refractometric immunoassay: Detection of cocaine, *Biosensors and Bioelectronics*, v. 34, p. 94-99, apr. 21012.
- [4] DINIZ, P.H.G.D.; MELO, K.D.T.; FAGUNDES, Y.N.M.; GOMES, A.A.; NASCIMENTO, E.C.L.; SANTOS, S.R.B.; ALMEIDA, L.F.; ARAUJO, M.C.U.; Flow injection photometric determination of NaCl, KCl and glucose in injectable drugs exploiting Schlieren signals, *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, v. 62, p. 172-176, mar. 2012.
- [5] SUM, Y.; BAI, Y.; SONG, D.; LI, X.; WANG, L. ZHANG, H.; Design and Performances of Immunoassay Based on SPR Biosensor With Magnetic Microbeads, *Biosensors and Bioelectronics*, Changchun, v. 23, p. 473-478, jul. 2007.
- [6] GREEN, M. D.; NETTEY, H.; ROJAS, O. V.; PAMANIVONG, C.; KHOUNSAKNALATH, L.; ORTIZ, M. G.; NETWTON, P. N.; FERNANDEZ, F. M.; VONGSACK, L.; MANOLIN, O.; Corrigendum Use of Refractometry and Colorimetry as Field Methods to Rapidly Assess Antimalarial Drug Quality, *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, Atlanta, v. 43, p. 1890, feb. 2007.
- [7] SANTOS, R.C.R.; VIEIRA; R.B.; VALENTINI, A.; Monitoring the conversion of soybean oil o methyl or ethyl esters using the refractive index with correlation gas chromatography; *Microchemical Journal*, v. 109 ,p. 46-50, jul. 2013.
- [8] TUBINO, M.; ROCHA, J.G.J.; BAUERFELDT, G.F.; Biodiesel synthesis with alkaline catalysts: A new refractometric monitoring and kinetic study, *Fuel*, V. 125, p. 164-172, 1 Jun. 2014.
- [9] KUMAR, R.; AKILANDESWARI, P.E.; KAMIL, M.G.M.; KANNAPPAN, V.; JAYAKUMAR, S.; Dilute solution viscometric, ultrasonic and refractometric studies of molecular interactions of human mixtard insulin with an antibiotic; *Journal of Molecular Líquidos*, v. 154, n. 2-3, p. 69-75, jul. 2010.
- [10] MALHAM, I.B.; TURMINE, M.; Viscosities and Refractive Incices of Binary Mixtures of 1-Dutyl-3-Methylimidazolium Tetrafluoroborate and 1-Butyl-2, 3-Dimethylimidazolium Tetrafluoroborate with Water at 298K, *The Journal of Chemical Thermodynamics*, Paris, v. 40, p. 718-723, 2008.
- [11] MAKDISI, Y.; ZAIDI, A.A.; BHATIA, K.S.; Laser refractometry of liquids with a diffraction grating, *Optics Communications*, v. 72, n. 3–4, p. 148-152, Jul. 1989.
- [12] NICOLA, S.; FERRARO, P.; FINIZIO, A.; PESCE, G.; PIERATTINI, G.; Reflective grating interferometer for measuring the refractive index of transparent materials, *Optics Communications*, v. 118, n. 5–6, p. 491-494, Aug. 1995,
- [13] DIB, L.F.G; Refratômetro pela técnica de óptica ondulatória, Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza Unidade de Pós-Graduação, p. 68, 2016,
- [14] HARDING, K; *Handbook of Optical Dimensional Metrology*, Taylor & Francis USA, 2012.

# OBTENÇÃO DE FILMES FINOS DE SnO<sub>2</sub> POR EVAPORAÇÃO REATIVA E TRATADOS TERMICAMENTE EM AMBIENTE DE O<sub>2</sub>

Kátia Etsuko Etona<sup>1</sup>, Vitor Minet Araújo<sup>1</sup>, Luís da Silva Zambom<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Aluno do curso MPCE da FATEC-SP

<sup>2</sup>Prof. Dr. do curso de MPCE da FATEC-SP - CEETEPS

zambom@fatecsp.br

## Resumo

Filmes finos de óxido de estanho (SnO<sub>2</sub>) foram obtidos, sobre substrato de silício, por evaporação do estanho e reação química com o gás oxigênio, evaporação reativa. Os filmes de SnO<sub>2</sub> depositados por esta técnica são amorfos e com alta concentração de estanho não reagido, conforme mostra o presente estudo e anteriores. Com o objetivo de diminuir a concentração de estanho não reagido e obter filmes cristalinos, as amostras foram tratadas termicamente a 1150 °C em ambiente de O<sub>2</sub>. Após o tratamento térmico os resultados de retro-espalhamento Rutherford indicam que houve aumento na reação química entre estanho e oxigênio e de Difração de raios X em que as amostras passaram de amorfas para cristalinas com grãos de tamanho médio na ordem de 30 nm. Dessa forma, filmes finos cristalinos de SnO<sub>2</sub> poderão ser estudados como sensores gasosos.

## 1. Introdução

A detecção de gases, no aspecto de segurança industrial e domiciliar, tem continuamente sido um fator preocupante e demandado extensiva pesquisa para obtenção de sensores confiáveis e de alta sensibilidade [1,2]. Nesse sentido, sensores gasosos já conhecidos poderiam sofrer modificações de superfície, por exemplo dopagem ou tamanho de grão [3], para alcançarem maior sensibilidade, seletividade, estabilidade e menor tempo de resposta; ao mesmo tempo, o custo deveria ser menor e o tempo de vida útil maior.

No caso do óxido de estanho, SnO<sub>2</sub>, dopado ou não, utilizado como sensor para gases, é caracterizado pela sua alta sensibilidade, robustez, longevidade e baixo custo, mas apresenta baixa seletividade.

Materiais semicondutores SnO<sub>2</sub>, ZnO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub> e WO<sub>3</sub>, têm mostrado excelentes qualidades sensorial quando na forma de nanocristais.

O tamanho de grão do óxido de estanho afeta diretamente a qualidade sensoriais, isto é, quanto menor o tamanho do grão maior é a sua sensibilidade. Estima-se tamanhos de grão menores do que 10 nm como tamanho ideal para o óxido de estanho [4]. A razão para o aumento da sua sensibilidade é o maior número de grãos e a menor distância entre eles.

Neste trabalho, filmes finos de óxido de estanho foram obtidos por evaporação reativa do estanho em

ambiente de oxigênio, na estrutura amorfa, e por intermédio de tratamento térmico os filmes foram cristalizados.

## 2. Procedimento Experimental

Filmes de SnO<sub>2</sub> foram depositados, sobre substrato monocristalino de silício, (100) – tipo p, aquecido a 270 °C (amostra 1), 300 °C (amostra 2) e 330 °C (amostra 3), por evaporação reativa, isto é, evaporação do metal estanho e reação do vapor de estanho com o gás oxigênio, na pressão de 5,0.10<sup>-2</sup> Torr e corrente elétrica no filamento de 25 A, mantendo-se o tempo constante de evaporação em 1 minuto. As amostras foram submetidas à tratamento térmico posterior, na temperatura de 1150 °C em ambiente de oxigênio por 30 min, para cristalização e alteração na estequiometria dos filmes, pois, nas condições de deposição utilizadas, os filmes são amorfos e não estequiométricos (Sn/O > 0,5), portanto, os filmes apresentam maior quantidade de estanho do que oxigênio.

Para a análise de espessura dos filmes de SnO<sub>2</sub> foi utilizado o Espectroscópio de Refletância modelo F20 da Filmetrics, do LSI – PSI - EPUSP.

Utilizou-se a técnica de Espectroscopia de Retro-espalhamento Rutherford – RBS para a determinação de composição do filme, do LAMFI - IFUSP.

A determinação da cristalinidade foi obtida por intermédio do difratômetro MINIFLEX II da Higaku, acoplado com uma fonte de Cu de 40 kV e 30 mA de corrente, do LPCM - DEG - FATECSP.

A formação de ligações Sn-O e Si-O foram analisadas pela técnica de Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier - FTIR, FTS 6000 Spectrometer – BIO-RAD, do LSI – PSI - EPUSP.

O deslocamento Raman associado às ligações Sn-O foram analisadas pela técnica de Espectroscopia Raman utilizando-se o Microscópio Raman Confocal ALPHA 300R – WITEC, de comprimento de onda do laser de 532 nm e potência de 45 mW, do LME - EPUSP.

## 3. Resultados e discussão

### 3.1. Espessura e índice de refração dos filmes de óxido de estanho

A tabela 1 mostra as espessuras e índices de refração dos filmes de óxido de estanho, sem tratamento térmico. Apesar das condições de processo serem mantidas

constantes, exceto a temperatura, a espessura da amostra 2 não é um valor intermediário entre as outras duas amostras, como esperado, e não temos uma explicação para esse resultado, em função dos outros parâmetros que, também, controlam o processo de deposição, massa, pressão, corrente elétrica e tempo de processo.

Tabela 1 – Espessura e índice de refração dos filmes de óxido de estanho em função da temperatura do substrato.

| Amostra | Massa Sn (g) | Temp. (°C) | Espessura (nm) | Índice de refração |
|---------|--------------|------------|----------------|--------------------|
| 1       | 0,07         | 270        | 114,2          | 2,490              |
| 2       | 0,07         | 300        | 54,1           | 2,177              |
| 3       | 0,06         | 330        | 190,1          | -                  |

Pode-se considerar um índice de refração variando entre 1,98 e 2,10 [5] como sendo de um filme estequiométrico de composição  $\text{SnO}_2$  e 2,384, valor obtido do manual da Filmetrics (manual do equipamento de medição utilizado) [6], para o estanho. Portanto, os filmes de óxido de estanho possuem alto conteúdo de estanho não sendo estequiométricos, conforme demonstram as análises de RBS.

Após o tratamento térmico não se mediu a espessura nem o índice de refração, pois houve formação de óxido de silício entre a lâmina de silício e o filme de óxido de estanho, conforme está descrito no item Espectros de Infravermelho, impedindo a correta obtenção dos dados.

### 3.2. Determinação da composição dos filmes de óxido de estanho

A figura 1 mostra os espectros de RBS das amostras 1, 2 e 3, sem tratamento térmico e após tratamento térmico a 1150 °C.

A análise dos espectros revela a existência de 3 elementos químicos, Si (substrato), O e Sn (filme de óxido de estanho). A altura do pico está relacionada com a quantidade do elemento químico e a largura do pico está relacionada com a espessura do filme.

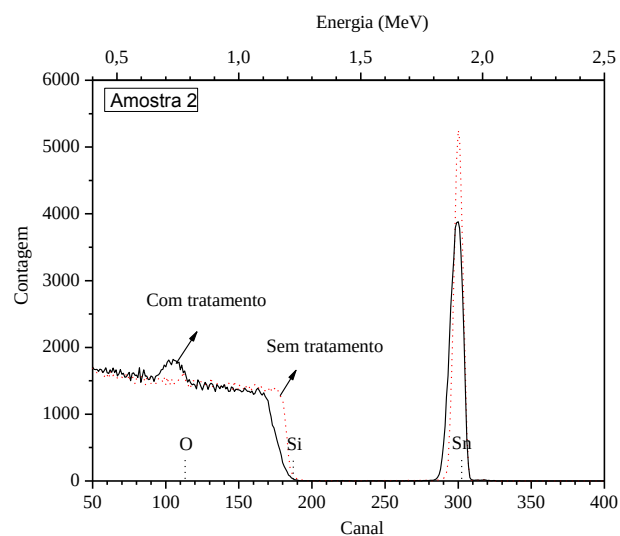
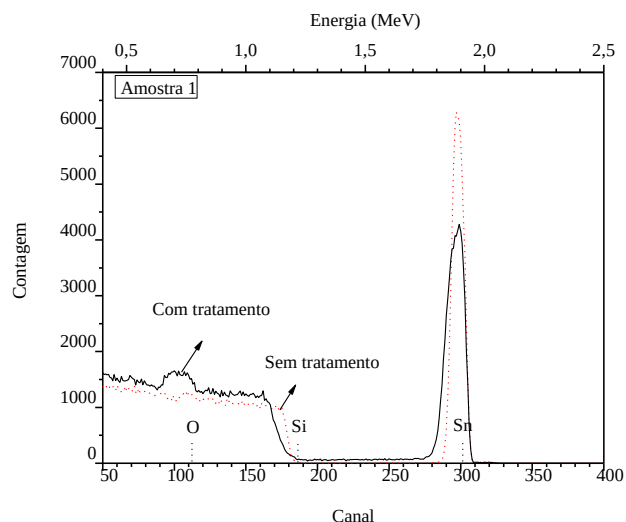
As amostras sem tratamento térmico apresentam baixa quantidade de oxigênio, indicando que a faixa de temperatura de processo utilizada não contribui significativamente para reação química entre o estanho e o oxigênio. Após o tratamento térmico, observa-se aumento significativo da quantidade de oxigênio nas amostras.

A diminuição no pico do estanho e o deslocamento para esquerda do início do pico do silício (espectro em vermelho) evidencia a reação química entre o estanho e o oxigênio durante o tratamento térmico, portanto, como ocorre agregação de átomos de oxigênio à amostra, a espessura do filme aumenta, por consequência, observa-se nos espectros, após o tratamento térmico, os picos de oxigênio e de estanho mais largos. O aumento da espessura, também, explica o deslocamento do pico do silício, pois os íons de  $\text{He}^+$  perdem mais energia até alcançarem a superfície do silício. A agregação de átomos de oxigênio é observada pelo aumento da altura do respectivo pico e, também, pela diminuição da altura

do pico do estanho, pois o estanho ao reagir com o oxigênio se redistribui na nova espessura. A redistribuição do estanho não ocorre por causa da sua difusão no óxido de estanho, mas pela diferença de densidade entre o  $\text{SnO}_2$  (6,95 g/cm<sup>3</sup>) e o Sn (7,31 g/cm<sup>3</sup>) [7].

Para as amostras tratadas termicamente poder-se-ia calcular a relação Sn/O que forneceria, com boa aproximação, o valor da estequiometria,  $\text{Sn}_x\text{O}_y$ , dos filmes de óxido de estanho. No entanto, esse cálculo não pôde ser realizado, pois durante o tratamento térmico dos filmes de óxido de estanho houve, em função da temperatura utilizada 1150 °C, difusão de  $\text{O}_2$  através do filme de óxido de estanho, permitindo a ocorrência de reação química do oxigênio com o silício, formando óxido de silício. A evidência da formação de óxido de silício não é visível nos espectros RBS, pois não aparece degrau (ou descontinuidade no patamar) na faixa de canal entre 170 e 190, o que indicaria consumo de silício.

Por outro lado, a evidência de formação do filme de óxido de silício é confirmada na espectroscopia de infravermelho.



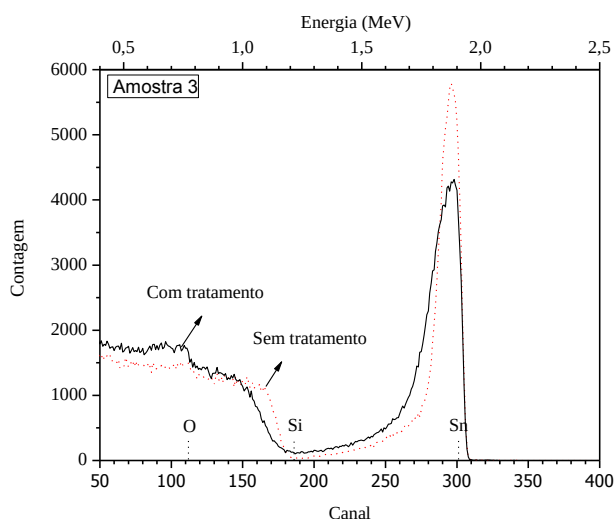


Figura 1 Espectros RBS das amostras 1, 2 e 3 tratadas e não tratadas termicamente.

### 3.3. Determinação da cristalinidade do óxido de estanho

A figura 2 mostra o difratograma de uma amostra de pó de cassiterita ( $\text{SnO}_2$ ), obtida do Departamento de Engenharia de Materiais – EPUSP, utilizada como referência para a análise de difração de raios X dos filmes finos de óxido de estanho [8].

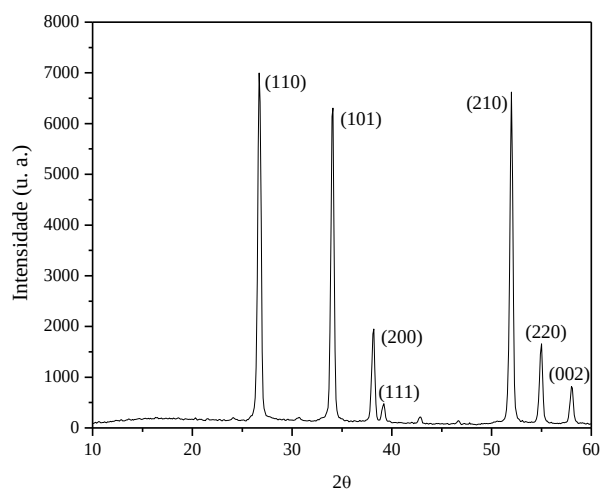


Figura 2 - Difratograma de uma amostra de pó de cassiterita [8].

Como o substrato é de silício monocristalino de orientação cristalográfica (100), os seus picos de difração aparecem em  $33^\circ$  e a partir de  $60$  graus, por isso a análise não foi realizada além desse valor [8].

A figura 3 mostra os resultados de difração de raios X das amostras de óxido de estanho antes e após o tratamento térmico.

Nos difratogramas das amostras aparecem uma banda larga, com os picos de difração sobrepostos, característica da estrutura amorfa de  $\text{SnO}_2$ , exceto para a amostra 3 cujo caráter amorfo, antes do tratamento térmico, praticamente desaparece, por causa da temperatura de processo de  $330^\circ\text{C}$ . A literatura mostra

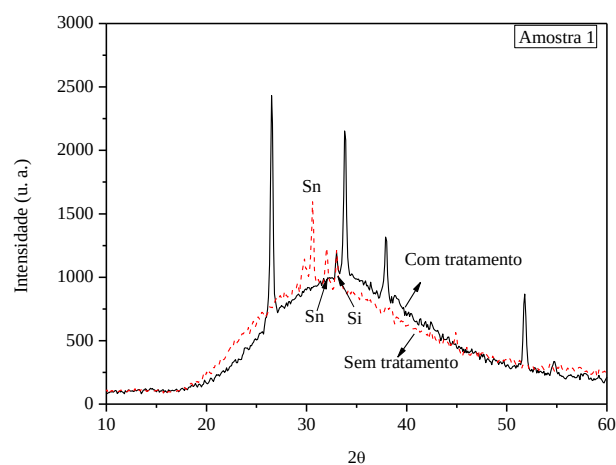
cristalização ocorrendo em temperatura de  $250^\circ\text{C}$  para  $\text{SnO}$  [9] e de  $350^\circ\text{C}$  para  $\text{SnO}_2$  [8] e a partir de  $300^\circ\text{C}$  para  $\text{SnO}_2$  [10].

A tabela 1 mostra os planos cristalinos antes e após o tratamento térmico.

Pelos resultados dos planos cristalinos dos picos de difração, para as 3 amostras, estes são característicos da estrutura da cassiterita, conforme a figura 2, com estrutura cristalina tetragonal, com parâmetro de rede de  $4,739\text{ \AA}$ .

Tabela 1 – Planos cristalinos dos filmes de óxido de silício antes e após o tratamento térmico.

| Amostra | Tratamento térmico | Ângulo $2\theta$ | Plano cristalino |
|---------|--------------------|------------------|------------------|
| 1       | Sem                | 29,8             | -                |
|         |                    | 30,6             | Sn (200)         |
|         |                    | 32               | Sn (101)         |
|         |                    | 33               | Si (100)         |
|         | Com                | 26,5             | 110              |
|         |                    | 33,8             | 101              |
|         |                    | 37,9             | 200              |
|         |                    | 51,8             | 210              |
| 2       | Sem                | 33,1             | Si (100)         |
|         |                    | 26,5             | (110)            |
|         |                    | 33               | Si (100)         |
|         |                    | 33,8             | (101)            |
|         | Com                | 38               | (200)            |
|         |                    | 51,8             | (210)            |
|         |                    | 54,7             | (220)            |
|         |                    | 54,7             | (220)            |
| 3       | Sem                | 30,6             | Sn (200)         |
|         |                    | 26,5             | (110)            |
|         |                    | 33               | Si (100)         |
|         |                    | 33,8             | (101)            |
|         | Com                | 38               | (200)            |
|         |                    | 51,8             | (210)            |
|         |                    | 54,7             | (220)            |
|         |                    | 54,7             | (220)            |



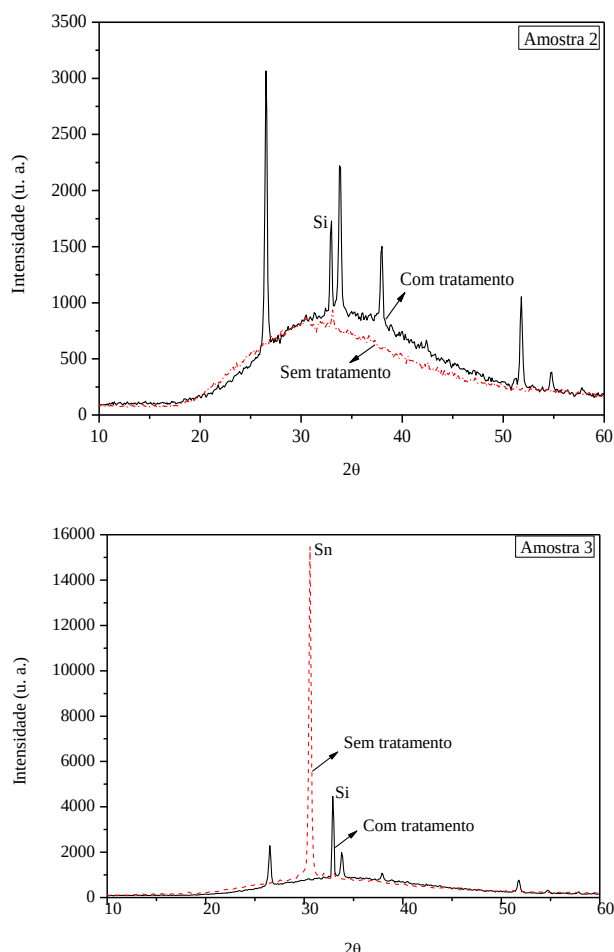


Figura 3 - Difractogramas de raios X dos filmes de óxido de estanho com e sem tratamento térmico.

### 3.4. Formação dos grãos nos filmes de óxido de estanho

Por intermédio dos ângulos de difração é possível estimar o tamanho dos grãos do  $\text{SnO}_2$  utilizando-se a equação de Scherrer [11]:

$$t = k \cdot \lambda / B \cdot \cos\theta$$

em que  $t$  é o tamanho de grão,  $k$  é uma constante (0,89),  $\lambda$  é o comprimento de onda dos raios X (1,54 Å),  $B$  é FWHM (largura a meia altura) em radianos. A tabela 2 mostra os valores de tamanho de grão para os picos de difração dos filmes de óxido de estanho após o tratamento térmico.

Considerando-se o tamanho de grão de 110 nm, tamanho máximo obtido por Diéguez [12], os valores por nós obtidos são bastante satisfatórios. No entanto, ao se levar em consideração o tamanho de grão no aumento da sensibilidade do filme de óxido de silício para a detecção gasosa, o tamanho de grão deve ser menor do que 10 nm; portanto, os nossos resultados são cerca de 2,5 vezes maiores.

Tabela 2 – Tamanho de grão para  $\text{SnO}_2$  após tratamento térmico.

| Amostra | Ângulo 2θ | Tamanho de grão (nm) |
|---------|-----------|----------------------|
| 1       | 26,5      | 26,89                |
|         | 33,8      | 27,36                |
|         | 37,9      | 27,68                |
|         | 51,8      | 29,10                |
| 2       | 26,5      | 32,27                |
|         | 33,8      | 27,36                |
|         | 38        | 27,68                |
|         | 51,8      | 34,92                |
|         | 54,7      | 29,47                |
| 3       | 26,5      | 26,89                |
|         | 33,8      | 27,36                |
|         | 38        | 27,98                |
|         | 51,8      | 24,93                |

Diminuir a temperatura do tratamento térmico para, por exemplo 1000 °C, e aumentar o tempo de processamento podem contribuir para aumentar o número de grãos com menor tamanho de grão. Além disso, a difusão de oxigênio através do óxido de estanho, também, irá diminuir a formação de óxido de silício.

### 3.5. Espectroscopia de infravermelho

A figura 4 mostra os resultados de absorção no infravermelho para amostras de  $\text{SnO}_2$  tratadas e não tratadas termicamente.

A técnica de FTIR nos fornece quais ligações químicas estão presentes nas amostras analisadas.

As bandas de absorção referentes à ligação Sn-O, em  $593 \text{ cm}^{-1}$  [13] e em  $605 \text{ cm}^{-1}$  [14], não aparecem nos espectros de FTIR. As bandas que aparecem são do Si-Si,  $459 \text{ cm}^{-1}$ ,  $474 \text{ cm}^{-1}$  e  $610 \text{ cm}^{-1}$ , e Si-O,  $1076 \text{ cm}^{-1}$ . No espectro aparece a banda  $605 \text{ cm}^{-1}$ , mas é a banda do silício deslocada.

Além dessas bandas, aparecem com maior intensidade na amostra 3, bandas em  $2400 \text{ cm}^{-1}$  (interferência da molécula de  $\text{CO}_2$ ), em  $1600 \text{ cm}^{-1}$  e  $3750 \text{ cm}^{-1}$  (interferência da molécula de  $\text{H}_2\text{O}$ ), presentes no compartimento de análise da amostra.

Apesar da não detecção da ligação Sn-O, os espectros de infravermelho mostram um resultado bastante interessante com relação à difusão do gás oxigênio pelo filme de  $\text{SnO}_2$ , isto é, nas condições de processamento do tratamento térmico o gás oxigênio, além de ter reagido com o estanho do filme [8], difundiu-se rapidamente através do filme e reagiu com o silício, formando uma camada de óxido de silício abaixo do filme de óxido de estanho, banda em  $1100 \text{ cm}^{-1}$ .



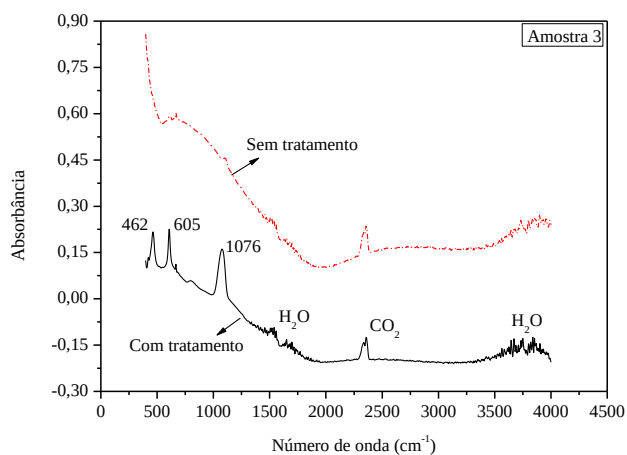
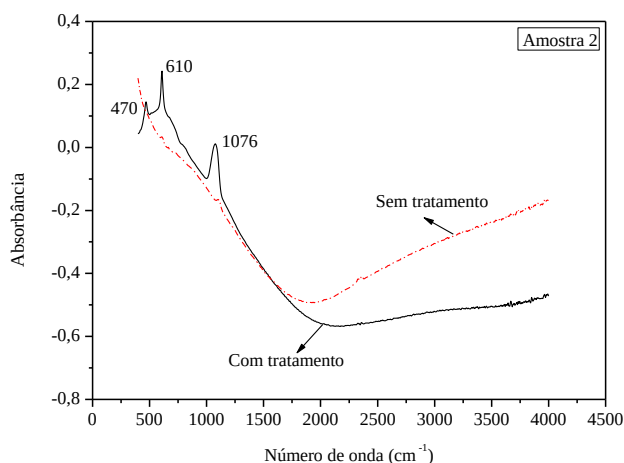
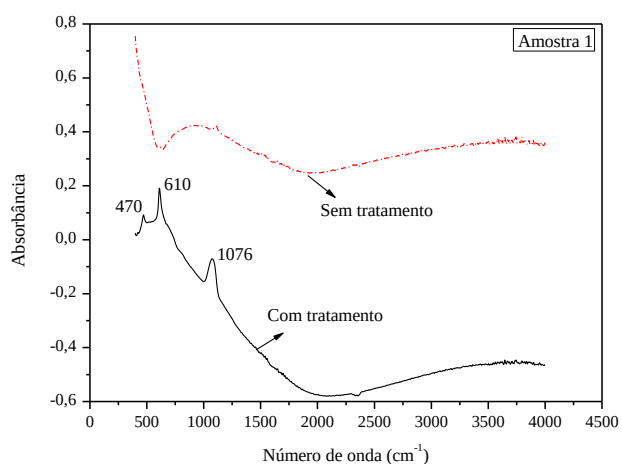


Figura 4 - Espectros de FTIR de amostras de  $\text{SnO}_2$  tratadas e não tratadas termicamente.

Para se tentar detectar efetivamente as ligações Sn-O utilizou-se a técnica de Espectroscopia Raman.

### 3.6 Espectros Raman

A figura 5 mostra o resultado do espectro Raman de uma amostra de pó de cassiterita, obtida do Departamento de Engenharia de Materiais – EPUSP, utilizada como referência para análise dos espectros Raman das amostras de óxido de estanho.

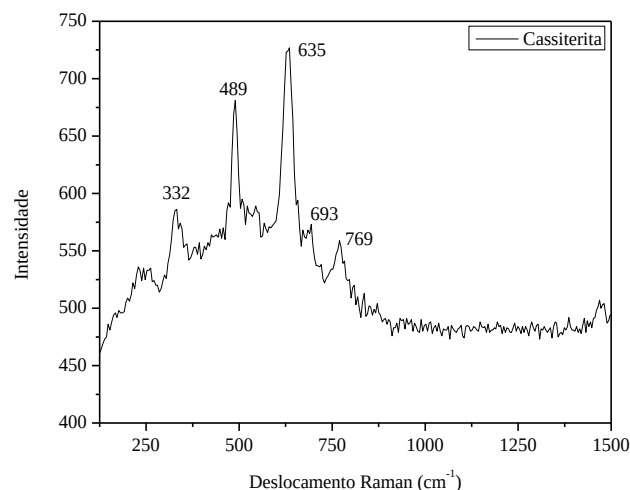


Figura 5 - Espectro Raman de pó de cassiterita.

Os valores obtidos do deslocamento Raman com a cassiterita estão em acordo com os obtidos na referência [15]  $332\text{ cm}^{-1}$ ,  $472\text{ cm}^{-1}$ ,  $632\text{ cm}^{-1}$ ,  $696\text{ cm}^{-1}$  e  $774\text{ cm}^{-1}$ ; e que correspondem, respectivamente, aos modos vibracionais  $E_u$ ,  $E_g$ ,  $A_{1g}$ ,  $A_{2u}$  e  $B_{2g}$ .

Em nossos estudos, filmes finos de óxido de silício, com espessura variando entre 100 nm e 2000 nm, não apresentaram resultados de espectroscopia Raman. Apesar de que quartzo e outros minerais de  $\text{SiO}_2$ , por exemplo opala, apresentam picos na espectroscopia Raman. Dessa forma, os resultados da análise Raman para os filmes de óxido de estanho, com tratamento térmico, não possuem interferência do óxido de silício existente embaixo do filme do óxido de estanho.

A figura 6 mostra o resultado do espectro Raman de uma lâmina de silício, (100), tipo p e resistividade de  $(1-10)\ \Omega\cdot\text{cm}$ . O espectro do substrato de silício torna-se importante, pois os filmes de óxido de estanho estão depositados sobre lâminas de silício.

A figura 7 mostra o resultado da espectroscopia Raman das amostras de óxido de estanho com e sem tratamento térmico.

Nesses espectros Raman o pico do silício em  $520,1\text{ cm}^{-1}$  foi retirado, pois esse pico é muito intenso quando comparado com os picos do óxido de estanho, não permitindo uma análise adequada dos resultados.

Nas amostras sem tratamento térmico aparece um pico muito intenso em  $214\text{ cm}^{-1}$  e que não está presente após o tratamento térmico.

Sangaletti [9] associou o pico em  $214\text{ cm}^{-1}$  à formação  $\text{SnO}$ , relativa ao modo vibracional  $A_{1g}$ , isto é, uma formação incompleta do  $\text{SnO}_2$ , pois a sua amostra foi tratada termicamente na temperatura de  $450\text{ }^\circ\text{C}$ .

No caso das nossas amostras, tratadas na temperatura de  $1150\text{ }^\circ\text{C}$  e em ambiente de oxigênio, houve, provavelmente, a formação completa de  $\text{SnO}_2$ . Como consequência, o pico em  $214\text{ cm}^{-1}$  desaparece e o pico em  $639\text{ cm}^{-1}$  ( $632\text{ cm}^{-1}$  na cassiterita) torna-se visível.

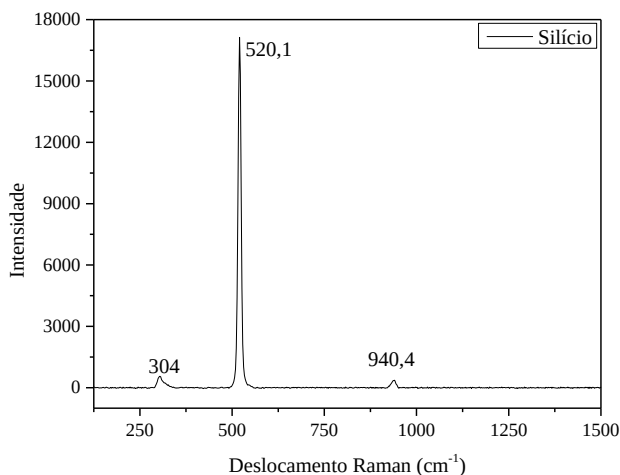


Figura 6 - Espectro Raman do silício.

Além da análise da composição do filme de óxido de estanho, pode-se relacionar o tamanho do grão com o valor do deslocamento Raman.

Diéguez [12] associa a mudança da posição do pico de  $632\text{ cm}^{-1}$  para  $639\text{ cm}^{-1}$  à variação do tamanho de grão, isto é, à medida que aumenta o valor do deslocamento Raman aumenta o tamanho de grão. Segundo Diéguez [12], em  $631,5\text{ cm}^{-1}$  e  $637,9\text{ cm}^{-1}$  tem-se tamanho de grão da ordem de  $3,5\text{ nm}$  e  $109,8\text{ nm}$ , respectivamente.

Analisando o tamanho de grão das nossas amostras, observa-se que o tamanho de grão varia entre  $26,89\text{ nm}$  a  $34,92\text{ nm}$ . Portanto, o valor do deslocamento Raman deveria estar entre os valores de Diéguez [12]; no entanto, o valor do deslocamento Raman é um pouco superior.

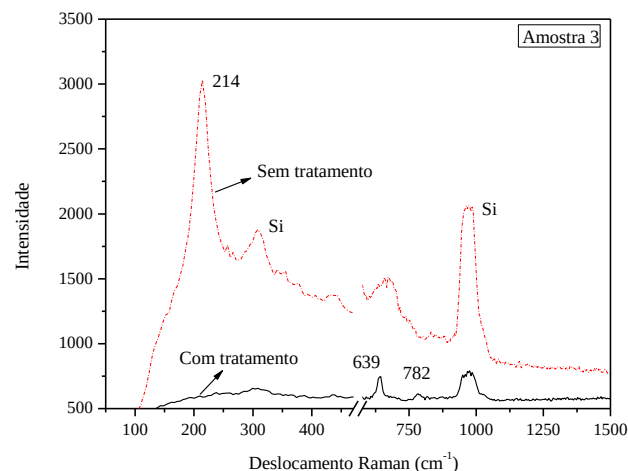
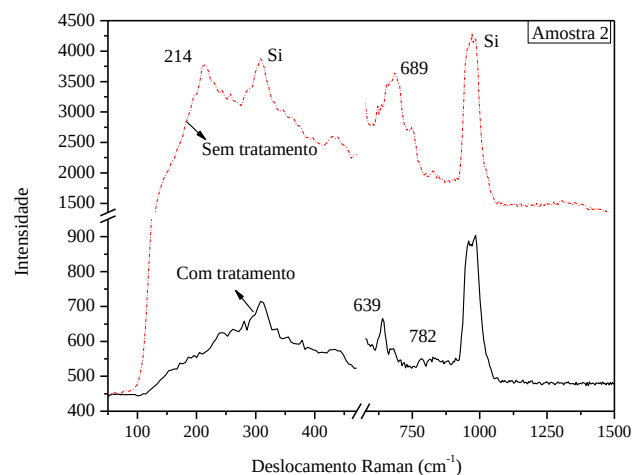
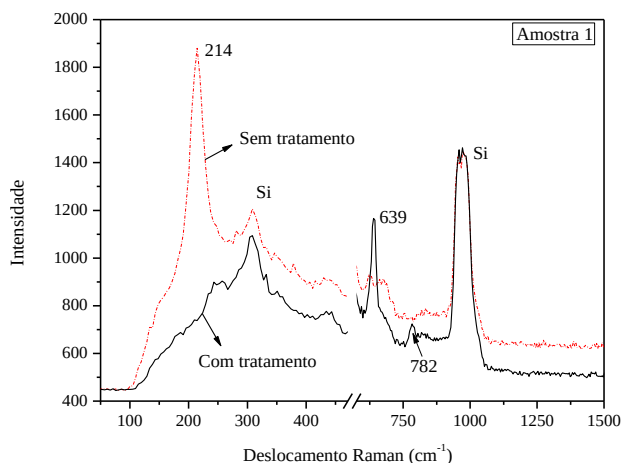


Figura 7 - Espectros Raman para as amostras de  $\text{SnO}_2$ .

## 4. Conclusão

Esse trabalho mostrou é que possível a obtenção de filmes finos de  $\text{SnO}_2$  depositados por intermédio da técnica de evaporação reativa, em temperaturas entre  $270\text{ °C}$  e  $330\text{ °C}$  e ambiente de baixa pressão de oxigênio.

No entanto, nas condições de processos utilizadas, as taxas de reações químicas entre os reagentes foram baixas, produzindo filmes com alta quantidade de estanho não reagido e, também, não foram suficientes para obter amostras cristalinas.

Com a realização de tratamento térmico a  $1150\text{ °C}$  em ambiente de  $\text{O}_2$ , houve diminuição na quantidade de estanho não reagido e formação significativa de grãos com tamanho médio de cerca de  $30\text{ nm}$ . Entretanto, nessas condições, ocorre difusão do oxigênio através do filme de óxido de estanho, alcançando a superfície do silício e ocorrendo a formação de óxido de silício.

Para futuros trabalhos, a temperatura e o tempo do tratamento térmico devem ser variados para se alcançar a formação apenas de óxido de estanho cristalino. Além disso, em função dos resultados já obtidos, torna-se possível iniciar trabalhos que visam a utilização desses filmes como sensores de gases.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq pela ajuda financeira, ao técnico Igor Abe, do Laboratório de Microeletrônica-PSI-EPUSP, pelas análises de Raman, e ao técnico Marcos Rodrigues Antonio, do LAMFI, pelas análises de RBS.

## 5. Bibliografia

- [1] L. De Angelis, N. Minnaja, **Sensitivity and selectivity of a thin-film tin oxide gas sensor**. Sensors and Actuators B, 3, 1991, 197-204.
- [2] G. E. Patil et al., **Synthesis, characterization and gas sensing performance of SnO<sub>2</sub> thin films prepared by spray pyrolysis**. Bull. Mater. Sci., v.34, n.1, 2011, 1-9.
- [3] C. H. Han et al., **Micro-bead of nano-crystalline F-doped SnO<sub>2</sub> as a sensitive hydrogen gas sensor**. Sensors and Actuators B, 109 (2005) 264-269.
- [4] S. Seal, S. Shukla, **Nanocrystalline SnO Gas Sensors in View of Surface Reactions and Modifications**. The Journal of the Minerals, Metals & Materials Society, n.9, 2002, 25-38.
- [5] S. Reddaway, D. A. J. Wright, **The optical properties of tin oxide crystals**. J. Appl. Phys., 16, 1965, 195-198.
- [6] Manual de operação Filmetrics. Inc. fornecido pelo site: <<http://www.filmetrics.com/technology>> acesso em: 14 de fevereiro 2016.
- [7] A. Diéguez, A. Romano-Rodríguez, J. R. Morante, L. Sangaletti, L. E. Depero, E. Comini, G. Faglia, G. Sberveglieri, **Influence of the completion of oxidation on the long-term response of RGTO SnO<sub>2</sub> gas sensors**. Sensors and Actuators B, v.66, 2000. 40-42.
- [8] B. S. Borges, T. A. Carneiro, L. S. Zambom, **Caracterização de filmes de óxido de estanho obtidos a partir da oxidação térmica de estanho**. Boletim Técnico da FATECSP, BT/37, 2014, 18-24.
- [9] L. Sangaletti, **Oxidation of Sn thin films to SnO<sub>2</sub>. Micro-Raman mapping and x-ray diffraction studies**. J. Mater. Res., v.13, n.9, 1998, 2457-2460
- [10] M. R. Araújo, **Obtenção e caracterização de dióxido de estanho nanoestruturado pelo método de síntese contínua por combustão em solução**. Dissertação de mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais com ênfase em Materiais Cerâmicos. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. 2012.
- [11] D. M. Smilgies, **Scherrer grain-size analysis adapted to grazing-incidence scattering with area detectors**. J. Appl. Cryst., v.42, 2009, 1030-1034.
- [12] A. Diéguez, A. Romano-Rodríguez, A. Vila, J. R. Morante, **The complete Raman spectrum of nanometric SnO<sub>2</sub> particles**. Journal of Applied Physics v.90, n.3, 2001, 1550-1557.
- [13] S. T. Chang, I. C. Leu, M. H. Hon, **Preparation and Characterization of Nanostructured Tin Oxide Films by Electrochemical Deposition**. Electrochemical and Solid-State Letters, v.5, n.8, 2002, C71-C74.
- [14] T. B. F. Guimarães, L. A. Silva, J. B. Andrade, **Síntese e caracterização de oxissulfatos hidratados do tipo Sn(1-x)O.xCuSO<sub>4</sub>.yH<sub>2</sub>O (n = 1 ou 2)**. 29<sup>a</sup> Reunião anual da Sociedade Brasileira de Química, 2006, QI-175.
- [15] S. H. Sun et al., **Raman scattering study of rutile SnO<sub>2</sub> nanobelts synthesized by thermal evaporation of Sn powders**. Chemical Physics Letters, 376, 2003, 103-107.

# PROTÓTIPO DE DISPOSITIVO PARA CALIBRAÇÃO DE GRAVÍMETROS: Uso de Técnica de Análise Vibracional e Balanceamento

Silvestre da Silva Neto<sup>1,2</sup>, Carlos Frajuca<sup>3,4</sup>

<sup>1</sup>Auxiliar de Docente do Laboratório de Mecânica de Precisão - FATEC/SP

<sup>2</sup>Aluno do Curso em Mestrado de Engenharia Mecânica

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo - IFSP

<sup>3</sup>Doutor em Física pela Universidade de São Paulo

<sup>4</sup>Professor Titular do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo – IFSP

silvestre.neto@fatecsp.br,<sup>1,2</sup>; frajuca@gmail.com<sup>3,4</sup>

## Resumo

Este trabalho propõe a realização de pré-testes e estudos por meio de análise vibracional e balanceamento, com auxílio inicialmente de um simulador de campo e posteriormente de um torno mecânico, na perspectiva de obter contribuições para o projeto e desenvolvimento em escala reduzida de um Protótipo de Dispositivo para Calibração de Gravímetros (PDCG): com estabilidade na rotação de 1 (uma) parte em 100 (cem). O mesmo deve ser capaz de girar a rotações próximas a 100.000 RPM (1667 Hz), produzir sinais gravitacionais em escala laboratorial conhecidos, possibilitando a medição da velocidade de interação gravitacional por massa ressonante. Objetivando a calibração do sistema vibracional do Detector de Ondas Gravitacionais (OG) Mário Schenberg [1], que se encontra no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) [2, 3,4]. São mostradas as aplicações, a metodologia e os resultados experimentais obtidos até o presente momento.

## 1. Introdução

Albert Einstein propôs a formulação da Teoria da Relatividade Geral (TRG), que previa a existência de ondas gravitacionais. De acordo com Einstein, massas aceleradas devem criar campos gravitacionais oscilantes, isto é, ondas gravitacionais, que se propagam na velocidade da luz, do mesmo modo como cargas elétricas aceleradas produzem campos eletromagnéticos oscilantes, isto é, ondas eletromagnéticas [5].

Nesta alusão de Einstein, as ondas gravitacionais são distorções do espaço-tempo [5].

A realidade da detecção das ondas gravitacionais, previstas pela Teoria da Relatividade Geral de Einstein, e o desenvolvimento de um experimento que detecte ondas gravitacionais permaneceu como um dos grandes desafios durante um século.

Os cientistas acreditam que ondas

gravitacionais suficientemente intensas para serem detectadas na Terra, podem ser emitidas por meio de sistemas binários constituídos por estrelas de nêutrons ou buracos negros prestes a coalescer, isto é, se tornar um só (Figura 1) [6].

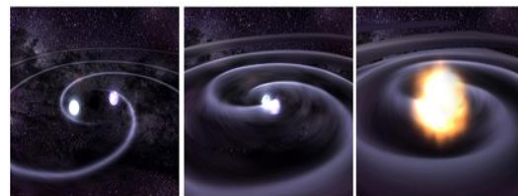


Figura 1 – fonte NASA

As principais fontes e métodos de detecção de ondas gravitacionais existentes atualmente, associando-se a frequência da Onda Gravitacional (OG) com o tipo da fonte emissora [8] estão expostas na tabela I, que são: Antenas ressonantes massivas e Interferômetros laser [1, 4, 7].

Tabela I - principais técnicas de detecção (OG)

| Frequência [Hz]     | Fonte                                         | Método de Detecção                                      |
|---------------------|-----------------------------------------------|---------------------------------------------------------|
| $10^{-16}$          | Primordial                                    | Anisotropia da radiação cósmica de fundo de micro-ondas |
| $10^{-9}$           | Primordial<br>Cordas Cósmicas                 | Tempo de Pulsar de ms                                   |
| $10^{-4} - 10^{-1}$ | Estrelas binárias supermassivas               | Interferometria laser no espaço                         |
| $10 - 10^3$         | Espiral de EN e BN binários ( $1 - 10^3$ Ms)  | Interferometria laser na Terra                          |
| $10^3$              | Coalescência de EM e BN binários - Supernovas | Detetores de massa ressonante                           |

(Fonte: INPE - RIBEIRO, 2003 apud Fernandes 2016)

O anúncio científico da detecção das ondas gravitacionais (Figuras 3 e 4) pelo observatório avançado LIGO, nos Estados Unidos, em 14 de setembro 2015, publicado em fevereiro de 2016

pela *Physical Review Letters*, abre uma nova janela para a observação do Universo e para outros detectores de ondas gravitacionais espalhados pelo mundo [1, 2, 4, 7].

Cada *site* do LIGO opera com um único detector interferométrico de Michelson e More [5] modificado, que mede a tensão das ondas gravitacionais, como uma diferença no comprimento dos seus braços ortogonais [7], mostrado na (Figuras 2).

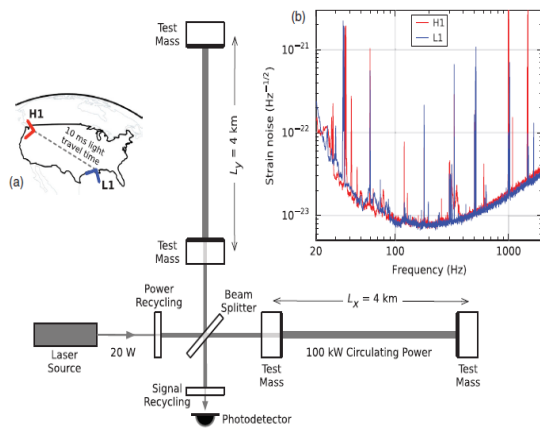


Figura 2 - Diagrama simplificado do detector Advanced LIGO (fora de escala) (Fonte: ABBOTT et. al., 2016)

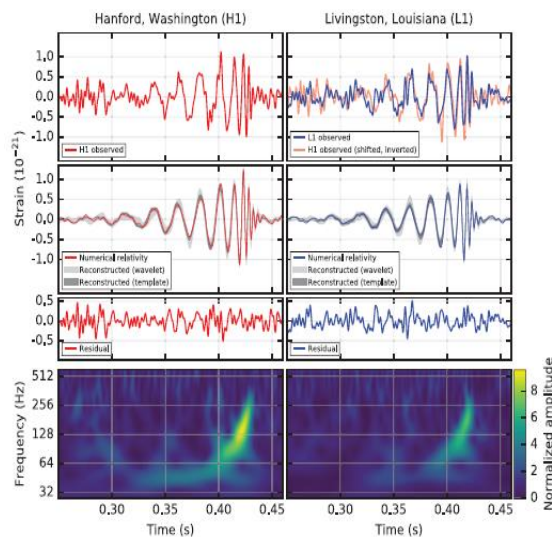


Figura 3 - Evento da onda gravitacional GW150914 observada pelo LIGO Hanford (H1, painéis da coluna da esquerda) e Livingston (L1, painéis de coluna da direita) - (Fonte: ABBOTT et. al., 2016)

A Figura 4 mostra a estimativa da amplitude da onda gravitacional GW150914.

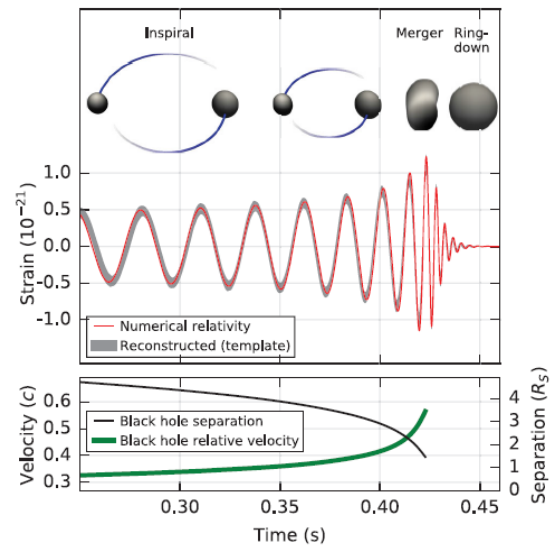


Figura 4 - (Parte superior) Mostra a estimativa da amplitude da onda gravitacional GW150914 medida no H1 e largura completa das formas de banda da onda, sem a filtragem. (Parte inferior) Mostra as velocidades dos buracos negros no durante o processo de coalescência. (Fonte: ABBOTT et. al, 2016)

O detector de Ondas Gravitacionais (OG) Mário Schenberg (MS), que se encontra no (INPE) é um detector esférico de (OG) do tipo massa ressonante com 0,65 m de diâmetro e 1,15 toneladas, construída de uma liga de cobre com 6% Al (Figura 5) [1].

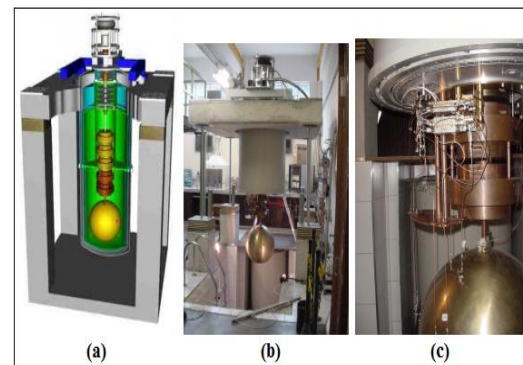


Figura 5 – a) visão esquemática, b) sistema hidráulico de levantamento, e c) detalhe com três transdutores instalados (Fonte: BORTOLI, 2011).

Um detector que utilize uma antena esférica ao ser comparado com os atuais detectores de interferômetros a laser e os de barra, têm as seguintes vantagens [4]:

a) a propriedade de ser multidirecional, ou seja, em qualquer direção que as ondas gravitacionais venham, o mesmo é igualmente sensível;

b) a sensibilidade da antena é independente da polarização da onda gravitacional, desta forma, a direção da onda pode ser sempre reconstruída;

c) a possibilidade de determinar a direção de origem da onda gravitacional com uma única antena, e assim, pode-se resolver o problema inverso obtendo-se a direção da onda e a vibração da antena nos cinco modos de um sistema experimental [8];

d) a detecção da radiação gravitacional, utilizando-se duas antenas esféricas situadas nas proximidades uma da outra [9];

e) as características tensoriais quadrupolares da onda gravitacional, de acordo com a TRG, podem ser testadas utilizando-se um único detector esférico de massa ressonante.

Pesquisas enfatizam a importância da longa experiência obtida em detectores de antena de massa ressonante ao redor do mundo, tais como os grupos: de Padova e de Roma, na Itália; de Perth, na Austrália; de Baton Rouge, nos EUA; e de São Paulo, no Brasil [4, 10].

A construção de um dispositivo de alta rotação para produção de sinais gravitacionais em escala experimental requer conhecimento tecnológico avançado, especialmente nos aspectos da física moderna e tecnologia de mecânica de precisão.

O detector (MS) precisa ser calibrado através de sinais de intensidade conhecida.

Protótipos construídos anteriormente, nesta mesma linha de pesquisa, atingiram velocidades limitadas, pois apresentaram problemas com ajustes e excentricidade - atribuídos a imprecisões de fabricação e montagem, e desbalanceamento e instabilidade - em razão de vibrações [10, 11].

O objetivo motivacional deste trabalho é a efetuação de pré-testes que contribuam para o projeto e construção de um Protótipo de Dispositivo para Calibração de Gravímetros: com estabilidade na rotação de 1 (uma) parte em 100 (cem). O mesmo deve possuir duas massas girantes, ser capaz de girar em alta frequência com rotações próximas a 100.000 RPM (1667 Hz) e produzir sinais gravitacionais em escala laboratorial conhecidos, que possibilitará a medição da velocidade de interação gravitacional.

Nesta perspectiva pretende-se com o uso da técnica de análise vibracional e balanceamento, utilizando inicialmente um dispositivo de simulação de campo e posteriormente com auxílio de um torno mecânico, efetuar pré-testes que contribuam para o projeto de construção e desenvolvimento do (PDCG) e calibração do sistema vibracional do Detector de Ondas Gravitacionais (OG) Mário Schenberg [1, 2, 4, 10].

## 1.1 Análise Vibracional

A base da análise vibracional tem como princípio a ideia de que as estruturas das máquinas apresentam sinais vibratórios, provenientes da excitação dos esforços dinâmicos, cuja frequência é idêntica àquela dos esforços que o tenham provocado (ressonância) [11,12]; e a soma das respostas vibratórias da estrutura corresponde à medida global dos esforços excitadores tomada em algum ponto.

São múltiplos os parâmetros que se pode separar na medida de uma vibração transmitida por uma estrutura sob o efeito de esforços dinâmicos, que podemos separar em três grupos [11] :

1º Grupo: características da estrutura e fixação de equipamentos que exercem respectivamente a “Função de Transferência” (massa, rigidez e coeficiente de amortecimento) e que modifica a intensidade (oposição às vibrações);

2º Grupo: diz respeito às características da “cadeia de medida” (invariáveis de uma medida para outra), instrumentos (sensores) de análise de sinais (posição e fixação do captor sobre a máquina) e desempenho dos equipamentos ou aparelhos analisados;

3º Grupo: elementos diretamente ligados à intensidade dos esforços dinâmicos que fazem nascer a vibração (velocidade de rotação e potência absorvida; e estado das ligações da cadeia cinemática (mancais, rolamentos, alinhamento, desbalanceamento etc.)).

A natureza das vibrações mecânicas são movimentos oscilatórios entorno de uma posição média, que podem ser: periódicos ou aperiódicos (aleatórios ou transitórios). Os movimentos senoidais elementares são denominados “Componentes Harmônicos” e suas frequências são múltiplos inteiros da frequência deste movimento (frequência fundamental ou frequência da harmônica de 1ª ordem) [11].

Um nível vibratório pode ser representado de várias formas, tais como as formas temporal ou espectral. A representação da forma temporal é aquela onde um sinal de amplitude é dado em função do tempo. Enquanto que a forma espectral (ou frequencial), considerada a mais importante, a amplitude é dada como uma função da frequência. As vibrações podem ser estudadas por diversos métodos, utilizando equipamentos de análise sofisticados e níveis diferenciados de conhecimento, onde podemos destacar: a técnica de ressonância, a análise espectral e a medida global.

A técnica de análise vibracional progrediu à partir do destaque de parte destes estudos: da medida do valor global, que é um método de



análise temporal aproximado do sinal, mensurando a amplitude avaliada de diversas formas e fazendo abstração do parâmetro frequencial; e da análise espectral, onde as medidas vibracionais são trabalhadas no domínio frequencial. Essa técnica tornou-se acessível em razão dos analisadores de frequência, que utilizam a Transformada Rápida de Fourier (Fast Fourier Transform – FFT), que efetuam uma transformação sincronizada do tempo e calculam a média das amplitudes, processam a filtragem de sinais digitais do domínio tempo para o domínio frequência [11].

A classificação adotada para a severidade vibratória é em função da Potência do acionamento, da velocidade de rotação do protótipo em estudo, bem como do nível de criticidade [13] (Tabela I). Referências: VDI 2056, ISO 2372, ISO 2373, DIN 45665

Classificação de severidade e potência do motor da máquina:

- Classe I (0 a 15 kW);
- Classe II (15 a 75 kW);
- Classe III (75 a 300 kW);
- Classe IV (acima de 300 kW)

Tabela II: Níveis Vibratórios

| Classe | Normal [N]  | Permissível [P] | Alerta [A]  | Crítico [C] |
|--------|-------------|-----------------|-------------|-------------|
| I      | 0,18 a 0,71 | 0,71 a 1,80     | 1,80 a 4,50 | acima 4,50  |
| II     | 0,18 a 1,10 | 1,10 a 2,80     | 2,80 a 7,10 | acima 7,10  |
| III    | 0,18 a 1,80 | 1,80 a 4,50     | 4,50 a 11,2 | acima 11,2  |
| IV     | 0,18 a 2,80 | 2,80 a 7,10     | 7,10 a 18,0 | acima 18,0  |
| Código | mm/s        | mm/s            | mm/s        | mm/s        |

Entre os fenômenos que podem provocar picos de vibração, cujas frequências estão ligadas àquela do rotor, pode se citar o desbalanceamento, o desalinhamento, o mau ajuste mecânico, avarias etc. O fenômeno de desbalanceamento é a causa mais comum destas vibrações. Por exemplo, na construção de um rotor é impossível “equilibrá-lo” completamente, apesar do cuidado com o qual é construído, haverá sempre uma vibração na frequência de rotação cuja amplitude é diretamente proporcional à grandeza de desbalanceamento e ao quadrado da grandeza de rotação [11].

## 2. Metodologia e materiais

As realizações da parte experimental, simulações e coleta de dados, buscando a melhoria e atendimento às diretrizes de trabalhos anteriores, foram realizadas utilizando-se os equipamentos dos laboratórios/oficinas e softwares disponíveis na Faculdade de Tecnologia de São Paulo – FATEC/ SP e aparelhos disponibilizados por empresa privada em apoio ao projeto.

A Figura 6 apresenta o simulador de campo, materiais, acessórios e equipamentos utilizados no experimento: simulador (base, motor elétrico, roda, disjuntor, e vibra-stop), alicate especial para balanceamento, massores de chumbo; Base magnética e relógio comparador.



Figura 6 – Bancada: Materiais no LCMP I/ Simulador de Campo (Fonte: Autores)

A Figura 7 apresenta a roda (mesma do simulador de campo) montada no torno mecânico, utilizado como auxílio aos testes.



Figura 7 – Roda montada no torno mecânico. (Fonte: Autores)

Outros instrumentos que auxiliaram os experimentos foram: balança digital - Shimadzu® - Mod. AY220 ( $\pm 0,001$  g), transferidor – Shinwa n.º 19 ( $\pm 0,5^\circ$ ), relógio apalpador – Mitutoyo/ n.º 513-401 ( $\pm 0,001$   $\mu$ m) e aparelho de análise vibracional e balanceamento - Vaibro®.

## 4. Resultados e discussões

A Figura 8 apresenta o esquema dos dois arranjos experimentais e Analisador Vibracional e Balanceador de Campo Vaibro® - que é um medidor portátil com saída em aceleração, velocidade e deslocamento acoplado a um

acelerômetro ICP® 106 mV/ unit fixado à uma base magnética, com faixa de frequência de medição de 2 a 10000 Hz e canhão laser com transdutor, acoplados a um computador para entrada e análise de dados. O programa do software pode fornecer relatórios dos pontos monitorados para posterior acompanhamento do equipamento (preditiva) ou análise do equipamento.

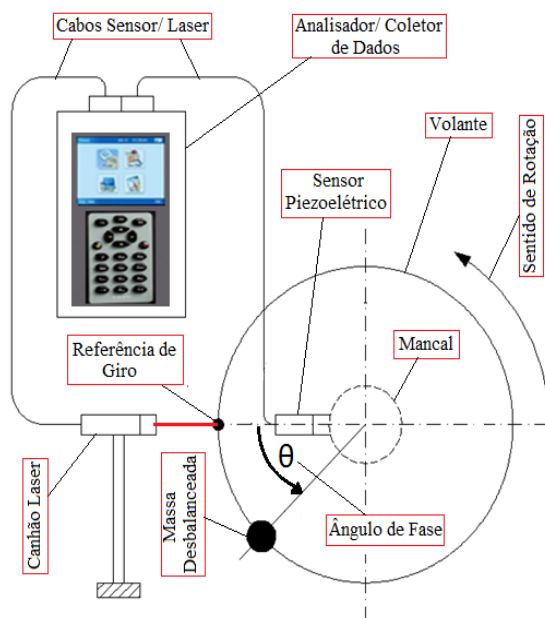


Figura 8 – Desenho esquemático da análise vibracional e balanceamento (Fonte: Autores)

Os pré- testes com o Simulador de Campo demonstraram grande excitação causada pelos esforços dinâmicos, sendo necessária a fixação do mesmo com grampos na bancada. As medições iniciais, técnica de análise vibracional e balanceamento acusaram grande nível de vibração e desbalanceamento, sendo necessário a inspeção de possíveis problemas construtivos do Simulador de Campo. A verificação com relógio apalpador acusou que a flange de fixação da roda apresentou uma excentricidade de  $(0,750 \pm 0,001)$  mm, inviabilizando o “equilíbrio” do conjunto.

Os testes no torno mecânico e roda fixada na placa universal (mesmo procedimento do pré-teste) foram efetuados conforme procedimento experimental ( esquema - Figura 9), onde as medições do valor global representam a média das amplitudes dos picos no espaço das frequências (FFT) e ângulos dos vetores força da massa desbalanceada (sem e com a roda), pesagens, adições e retirada (pré-carga), adição de massas, e demonstração dos passos conforme software ROZH MRS 3000® e manual de instruções do fabricante.

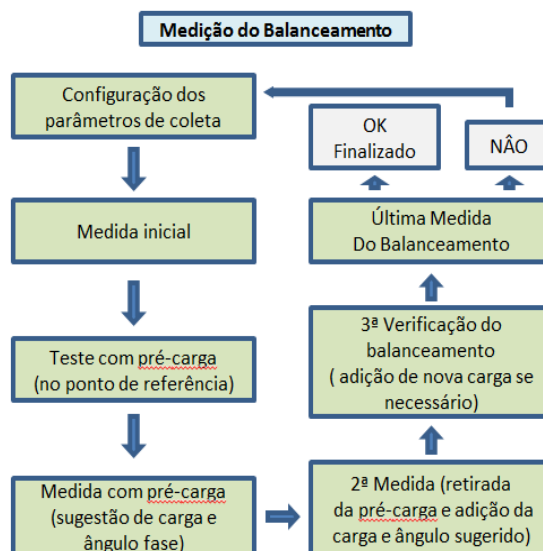


Figura 9: Esquema com etapas da análise vibracional e balanceamento.

A Tabela III mostra as medições efetuadas, as operações de pré-carga e carga durante o procedimento experimental.

Tabela III - Análise vibracional, balanceamento e operações de carga e pré-carga.

| Testes e medições  | Rotação [RPM] | Velocidade [mm/s] | Massa [g] (solicitada) | Ângulo de fase [°] | Massa [g] (experimento) |
|--------------------|---------------|-------------------|------------------------|--------------------|-------------------------|
| Inicial sem roda   | 2590,4        | 16,39             |                        | 83,3               |                         |
| Inicial com roda   | 2590,8        | 15,38             |                        | 79,5               |                         |
| Roda com pré-carga | 2590,8        |                   | + 10,0                 | 0,0                | + 9,554                 |
| Medição Nº 1       | 2590,8        | 20,46             |                        | 77,6               |                         |
|                    |               |                   | - 10,0                 | 0,0                | - 9,554                 |
|                    |               |                   | + 40,01                | 185,7              | + 40,504                |
| Medição Nº 2       | 2590,8        | 19,60             |                        | 246,2              |                         |
|                    |               |                   | + 38,33                |                    | + 38,514                |
| Medição Final      | 2590,8        | 10,06             |                        | 74,1               |                         |

## 5. Conclusões

Os pré-testes com o simulador de campo demonstraram a importância do cuidado com a precisão e construção inicial, evitando-se picos de frequência e vibração excessiva, podendo inviabilizar o balanceamento.

A medição final, utilizando-se o arranjo com o torno mecânico de 7,1 kW de potência, acusou uma velocidade espectral global de 10,06 mm/s e ângulo de fase do vetor força de 74,1°, ou seja, valores melhores comparados com as medidas iniciais sem e com a roda, diminuindo os níveis de excitação causados pelos esforços dinâmicos e desbalanceamento do conjunto após o uso da técnica de análise vibracional e balanceamento, indicando que esta técnica é viável e pode auxiliar no balanceamento do eixo do rotor do motor do PDCG. Conforme Tabela II os níveis vibratórios acusam nível de severidade crítico, possivelmente por problemas nos mancais do eixo árvore do torno (podendo ser efetuado futuramente análise vibracional neste ponto do equipamento e posterior estudo do espectro).

Sugestão para trabalhos futuros - construir dispositivo: acoplar ao transferidor um tripé e miras laser para melhor precisão do ponto de adição da massa para balanceamento.

#### **Agradecimentos**

À FATEC - SP pela disponibilização de laboratórios e equipamentos. Ao Prof. Eng.º. Sérgio Senra pelo auxílio na área de análise vibracional e balanceamento. A empresa Arnes Preditiva & Treinamentos por disponibilizar equipamentos e ao Prof. Me. Rodrigo M. L. Aragão do Curso Ciência Escrita & Escrita da Ciência – FATEC – Itaquera. Ao CNPq, auxílio 312906/2013-7.

#### **Referências**

- [1] BORTOLI, Fábio da Silva. **Sistemas vibracionais do detector de ondas gravitacionais Mário Schenberg**. Tese de Doutorado — Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.
- [2] AGUIAR, O. D. **Past, present and future of the Resonant-Mass gravitational wave detectors**. Research in Astronomy and Astrophysics, v. 11, n. 1, p. 1-42, Jan 2011. ISSN 1674-4527. Available at: <://WOS:000286713600001 >.
- [3] OLIVEIRA, Nei F.; Aguiar, Odylio D. **The Mario Schenberg Gravitational Wave Antenna**. Brazilian Journal of Physics, V 46, n.5, p 596–603, 2016
- [4] FRAJUÇA, Carlos; **Otimização de Transdutores de Dois Modos Mecânicos para Detectores de Ondas Gravitacionais**. Tese (Doutorado em Física) – Instituto de Física da Universidade de São Paulo, São Paulo, 1996
- [5] TIPLER, Paul A.; LLEWELLYN, Ralph A. **Física Moderna**. 6ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2014. Cap. 2. p 68 a 70.
- [6] NASA, USA. **Information on the American Recovery and Reinvestment Act of 2009**. Disponível em [http://www.nasa.gov/multimedia/imagegallery/image\\_feature\\_793.html](http://www.nasa.gov/multimedia/imagegallery/image_feature_793.html); White Dwarf Star Spiral> acesso em agosto de 2015
- [7] ABBOTT, B. P. et. al., **Observation of Gravitational Waves from a Binary Black Hole Merger**. Physical Review Letters, p. 1-16, Fev. 2016.
- [8] MAGALHÃES, N. S. et al. **Determination of Astrophysical Parameters from de Spherical Gravitational Wave Detector Data**. Mon. Not. R. Astron. Soc., 274, 670-678 (1995)
- [9] COCCIA, E. **Spherical Gravitational Wave Detectors and Coalescing Binaries**. Proceedings of First International Workshop for an Omnidirectional Gravitational Radiation Observatory. Edited by AGUIAR, O. D. et al (Word Scientific Publishing Co.) – 1995.
- [10] FERNANDES, Paulo. **Desenvolvimento de dispositivo para calibração do detector Schenberg**. Dissertação (Mestrado Acadêmico em Engenharia Mecânica) - Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo, São Paulo, 2015.
- [11] MIRSHAWKA, Victor. **Manutenção Preditiva: Caminho para Zero Defeitos**. São Paulo: McGraw-Hill, 1941
- [12] MEIROVITCH, Leonard - **Fundamental of Vibrations**. São Paulo: McGraw-Hill, 2001- ISBN-10: 1577666917.
- [13] NORTON, M.P; KARCZUB, D.G. **Fundamentals of Noise and Vibration Analysis for Engineers**. New York: Cambridge University Press, 2003 - ISBN:9781139163927

# SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE ALUMINA VIA SOL-GEL PROTÉICO UTILIZANDO ÁGUA DE COCO

Danyela Cardoso Carvalho<sup>1</sup>, Vanessa Duarte Del Cacho<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Aluna do curso de Tecnologia em Materiais da Fatec – SP

<sup>2</sup>Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> do curso de Tecnologia em Materiais da Fatec – SP

e-mail: [danyelacardoso@outlook.com](mailto:danyelacardoso@outlook.com), [vainessacacho@gmail.com](mailto:vainessacacho@gmail.com)

## Resumo

Neste trabalho foram produzidas nanopartículas de alumina através do processo sol-gel protéico (SGP), utilizando a água de coco como precursor orgânico, em substituição aos alcóxidos metálicos empregados na rota sol-gel convencional. As amostras produzidas foram caracterizadas conforme a sua cristalinidade, morfologia e tamanho médio de partícula, utilizando difração de raio X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). A análise térmica diferencial (ATD) e análise termogravimétrica (TG) do xerogel foram realizadas com o objetivo de identificar a temperatura de eliminação completa da matéria orgânica e a temperatura de cristalização da alumina. Os resultados obtidos mostraram que a atmosfera de calcinação oxidante favorece a eliminação do material orgânico, e portanto, aumenta a pureza do material calcinado. A fase cristalina da alumina fabricada foi a romboédrica, conforme esperado. Foram obtidas partículas de tamanho médio nanométrico, variando de 20 a 90 nm, a partir da água de coco natural, porém com aglomeração.

## Introdução

O sol-gel protéico é uma técnica pouco difundida, mas já foi amplamente utilizada na fabricação de diversos óxidos [1-3] a partir de uma variedade de precursores orgânicos, como a água de coco, gelatina, cana-de-açúcar, clara de ovo e casca da laranja [4-8]. A utilização da água de coco neste trabalho, foi motivada pela sua alta solubilidade em água, capacidade de se associar aos íons metálicos em solução, baixo custo, natureza biodegradável, não toxicidade e abundância.

A técnica de sol-gel protéico foi escolhida pela simplicidade de produção e capacidade de fabricar pós nanométricos. As propriedades de materiais em escala nanométrica (normalmente definida no intervalo de 1-100 nm) são de grande interesse e crescente importância para futuras aplicações tecnológicas pois exibem propriedades diferenciadas dos demais materiais [9].

O processo sol-gel protéico (SGP) foi adotado como uma rota viável de produção de nanopartículas de alumina partir da água de coco natural e industrial. Na literatura até o momento, não há relatos de trabalhos que utilizem o nitrato de alumínio como sal precursor, bem como, avalie a influência da procedência da água de coco nos resultados obtidos.

A alumina foi estudada neste trabalho porque apresenta várias propriedades físico-químicas de interesse tecnológico e possui ampla variedade de aplicações, devido às suas propriedades mecânicas (alta dureza e resistência à fratura), químicas (resistência à

maioria dos reagentes químicos orgânicos e inorgânicos), elétricas (alta resistividade elétrica) e térmicas (alta temperatura de fusão) [9]. Estas características permitem a utilização da alumina como material abrasivo, revestimento de fornos, biomateriais, substratos e aplicações nas áreas espaciais e aeroespaciais [10]. Outra aplicação da alumina que pode ser destacada, visa atender às solicitações do crescente mercado de cerâmicas porosas usadas em membranas de ultrafiltração e suportes de catalisadores [11].

O presente trabalho estuda a produção de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) por meio de uma técnica simples e inovadora de fabricação de nanopartículas, nomeada de rota sol-gel protéico (SGP). Esta rota de síntese utiliza água de coco como solvente de partida, e apresenta vantagens econômicas e ambientais sobre o processo sol-gel convencional [9].

## Metodologia

Para a realização da síntese foi utilizado o nitrato de alumínio nonahidratado ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) da empresa Vetec e Audaz do Brasil (grau de pureza 98%), e água de coco de procedência natural e industrializada.

Inicialmente a água de coco foi filtrada em papel de filtro, para eliminar resíduos indesejados provenientes da sua extração ou processamento, resultando em um líquido transparente. O nitrato de alumínio foi dissolvido totalmente na água de coco previamente filtrada em concentrações que variaram de 2,50 a 5 mol/L. A mistura foi levada à uma chapa aquecedora com agitação magnética à temperatura de 80°C por 40 a 60 minutos, até o início da liberação dos vapores nitrosos e formação do gel. O gel foi levado para uma estufa para a etapa de secagem, de 80 a 100°C por 24 h, para eliminação da água, formando assim um xerogel (gel seco). Após a secagem, o xerogel foi desaglomerado em almofariz de ágata e transferido para um cadinho de alumina para a realização da pré-calcinação a 500°C e 600°C (por 2/4 horas), com e sem fluxo de oxigênio (de 3 a 4 l/min) e taxa de aquecimento de 2°C/minuto. Esta etapa de decomposição térmica foi realizada em um forno elétrico resistivo do Laboratório de Síntese de Materiais (LSM) da FATEC-SP.

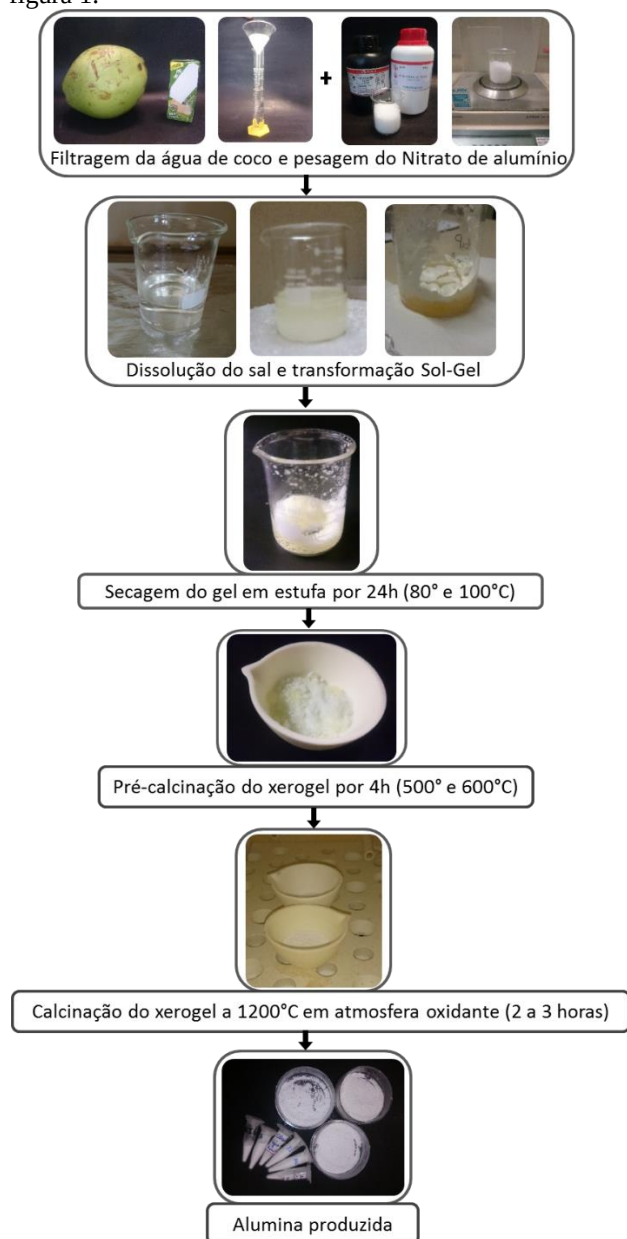
O pó resultante foi novamente desaglomerado e transferido para um cadinho de alumina, e levado ao forno para a calcinação final à temperatura de 1200°C (por 2/3 horas), com ou sem atmosfera oxidante (fluxo de oxigênio de 3 a 4 l/min), resultando no óxido de alumínio.

**Tabela 1:** Parâmetros utilizados para a fabricação das amostras por SGP.

| Amostras | Concentração Molar* (mols/L) | Secagem   | Pré-calcinação                      | Calcinação                           |
|----------|------------------------------|-----------|-------------------------------------|--------------------------------------|
| I        | 5,0                          | 100°C/24h | 500°C/4h – 3l/min de O <sub>2</sub> | 1200°C/3h                            |
| II       | 5,0                          | 100°C/24h | 500°C/4h – 3l/min de O <sub>2</sub> | 1200°C/3h – 3l/min de O <sub>2</sub> |
| III      | 2,5                          | 100°C/24h | 500°C/4h – 3l/min de O <sub>2</sub> | 1200°C/3h – 3l/min de O <sub>2</sub> |
| IV       | 2,5                          | 80°C/24h  | 500°C/4h – 3l/min de O <sub>2</sub> | 1200°C/2h – 3l/min de O <sub>2</sub> |
| V        | 2,5                          | 80°C/24h  | 600°C/4h – 3l/min de O <sub>2</sub> | 1200°C/2h – 3l/min de O <sub>2</sub> |
| VI       | 2,5                          | 80°C/24h  | 600°C/4h – 4l/min de O <sub>2</sub> | 1200°C/2h – 4l/min de O <sub>2</sub> |

Legenda: \* Concentração Molar de Nitrato de Alumínio Nonahidratado ( $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ).

As amostras foram produzidas de acordo com o procedimento experimental descrito no fluxograma da figura 1.



**Figura 1.** Fluxograma da síntese de alumina via sol-gel protéico.

A tabela 1, apresenta o detalhamento de todos dos parâmetros utilizados para a produção das amostras de alumina por SGP.

A calorimetria exploratória diferencial (DSC) e a análise termogravimétrica (TG) do aerogel foram realizadas com o objetivo de identificar a temperatura de eliminação completa da matéria orgânica e formação da fase cristalina desejada.

As análises térmicas foram realizadas em um equipamento da marca NETZSCH, do Laboratório de Materiais da Universidade Federal do ABC (UFABC).

Foi utilizada uma amostra de xerogel seco, com taxa de aquecimento de 10°C/min, a partir da temperatura ambiente até 1000°C, sob fluxo de ar comprimido. A estrutura cristalina e a fase presente nas amostras foram avaliadas por difração de raios X (DRX) utilizando um difratômetro Rigaku Miniflex II, do Laboratório de Processamento e Caracterização de Materiais (LPCM) da FATEC-SP.

O tamanho e a morfologia das partículas produzidas foram analisados através de imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), obtidas no equipamento Nano SEM 400 da Fei Company no Laboratório de Sistemas Integráveis (LSI) da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP).

## Resultados

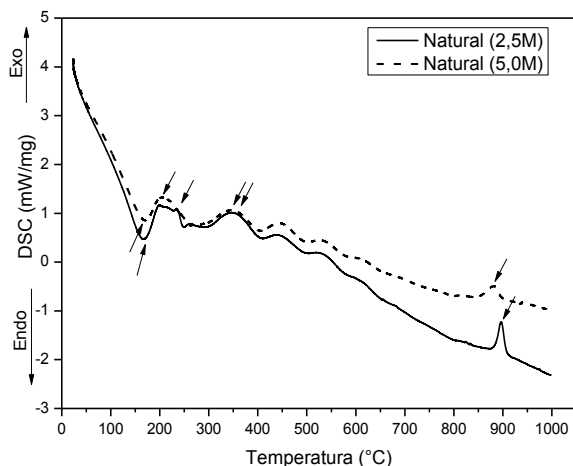
**Formação do gel:** A diminuição da temperatura de secagem (de 100°C para 80°C) facilitou a remoção do xerogel e sua desaglomeração para os tratamentos térmicos posteriores.

A atmosfera oxidante nas etapas de pré-calcinação e calcinação foram utilizadas, pois favorece a eliminação do nitrato de alumínio e das proteínas presentes na água de coco, aumentando a pureza da alumina calcinada. A dificuldade de remoção do material orgânico pode impedir a formação da fase cristalina. Na atmosfera oxidante, o material necessita de menor energia para incorporar o oxigênio, o que diminui a sua temperatura de cristalização, desejável neste método, para manter o tamanho de partícula na escala nanométrica [12].

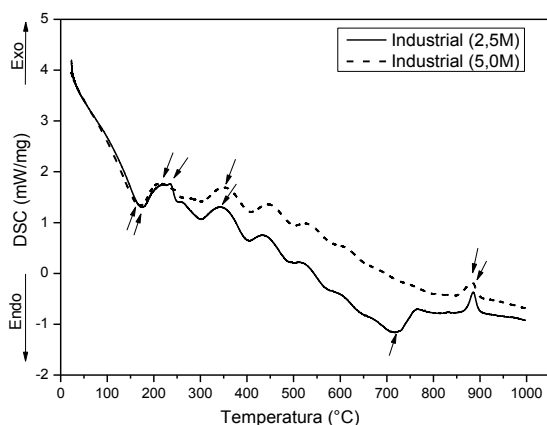
**Análises Térmicas (DSC-TG):** As figuras 2 e 3 apresentam as curvas de DSC do xerogel seco a 80°C por 24h, produzido a partir da água de coco natural e industrial com concentração de 2,5 e 5,0 mols/L. As amostras foram



sintetizadas somente até a etapa de secagem, para que durante o aquecimento (até 1000°C) realizado nas análises térmicas, sejam identificadas as temperaturas de perda de massa associadas à eliminação de matéria orgânica, como também, a formação da fase cristalina do xerogel.



**Figura 2:** Curvas de DSC dos xerogéis secos produzidos a partir da água de coco natural.



**Figura 3:** Curvas de DSC dos xerogéis secos produzidos a partir da água de coco industrial.

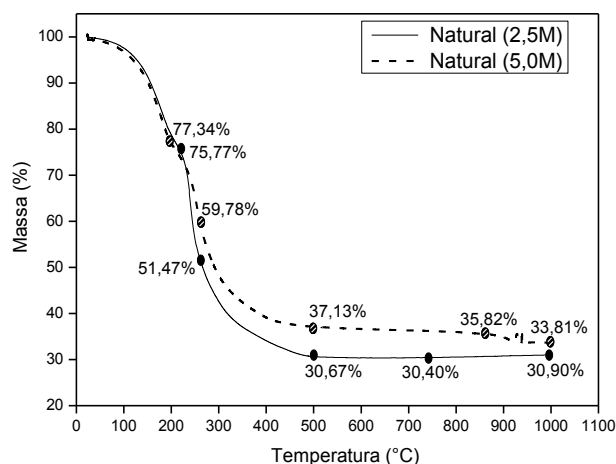
Nas análises térmicas, foram observados eventos energéticos (DSC) acompanhando as perdas de massa (TG). As curvas de DSC das figuras 2 e 3, apresentaram um pico de reação endotérmica em aproximadamente 170°C, associado à perda de água e solventes. Na temperatura entre 200°C e 250°C observou-se um pico correspondendo à uma reação exotérmica associado à perda de água constitucional que ocorre acima de 200°C, como também à eliminação do  $\text{NO}_x$  proveniente do nitrato de alumínio, utilizado como precursor na preparação do gel.

Nestas mesmas temperaturas, nas análises de TG das figuras 4 e 5, foi observada uma perda de massa significativa associada à esses eventos. Os eventos exotérmicos ocorridos nas temperaturas entre 300°C e 400°C devem-se à decomposição do material orgânico e quebra da cadeia polimérica, proveniente da água de coco. O evento exotérmico com pico entre 850°C e 900°C indica o início da cristalização, ou seja, transformação do

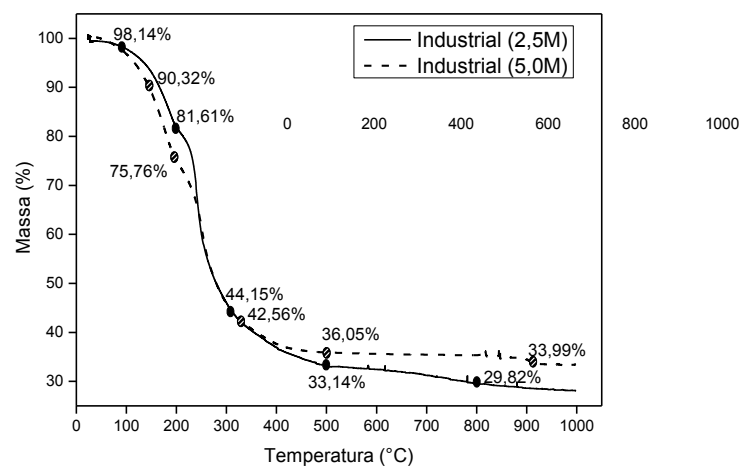
hidróxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) para a fase cristalina da  $\alpha$ -alumina, reportado na literatura em aproximadamente 878°C [13]. Pode-se observar que este pico exotérmico, ocorreu a partir de 850°C para a amostra de maior concentração (5,0 mols/l), e a partir de 875°C para a amostra menos concentrada (2,5 mols/l). Portanto, o aumento da concentração do precursor (nitrato de alumínio) pode promover a formação da fase cristalina em temperaturas menores.

Nas curvas de TG, foram observadas as perdas de massa associadas à esses eventos descritos nas curvas DSC, evidenciando que as temperaturas utilizadas nas etapas de secagem, pré-calcinação e calcinação do processo SGP foram corretas.

As figuras 4 e 5 apresentam as curvas termogravimétricas do xerogel seco a 80°C por 24 h, produzido a partir da água de coco natural e industrial com concentração do nitrato de 2,5 e 5,0 mols/l.



**Figura 4:** Curvas de TG dos xerogéis secos produzidos a partir da água de coco natural.



**Figura 5:** Curvas de TG dos xerogéis secos produzidos a partir da água de coco industrial.

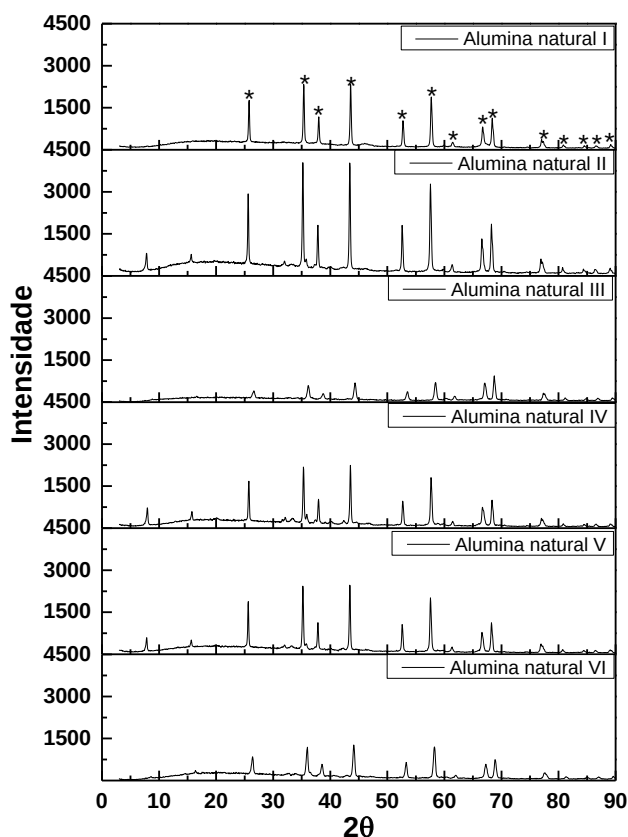
As curvas termogravimétricas das figuras 4 e 5, indicaram uma perda de massa gradual média de 64% e 68% até 500°C, para concentrações de nitrato de alumínio de 5,0 e 2,5 mols/L, respectivamente. Nesta temperatura, termina a decomposição do material orgânico, na qual as



amostras produzidas com maior concentração (5,0 mols/L) apresentaram menor perda de massa. Para as amostras produzidas a partir da água de coco natural e industrial, os valores de perda de massa foram muito próximos para uma mesma concentração.

**Difração de raio X (DRX):** As análises dos difratogramas foram realizadas com o programa X'Pert High Score Plus. Os dados experimentais foram comparados com padrões difratométricos de referência no banco de dados do ICDD-PDF (International Centre for Diffraction Data - Power Diffraction File). Dessa forma, foi possível identificar a fase presente na amostra e sua estrutura cristalina.

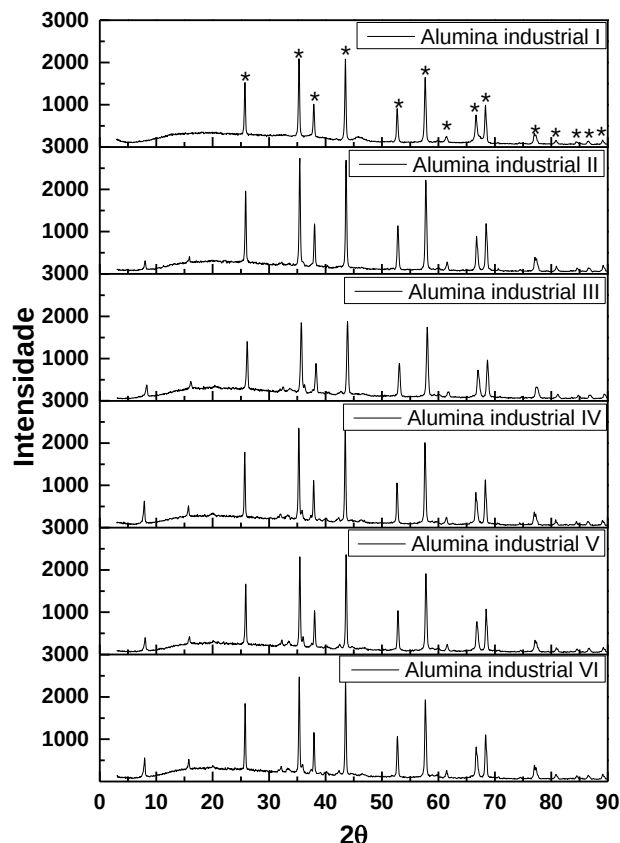
As figuras 6 e 7 apresentam os difratogramas das aluminas produzidas a partir da água de coco natural e industrial, respectivamente. Foram destacados os picos referentes à fase presente no material, onde \* representa a fase romboédrica da alumina.



**Figura 6** – Difratogramas das aluminas processadas a partir da água de coco natural (\*fase romboédrica).

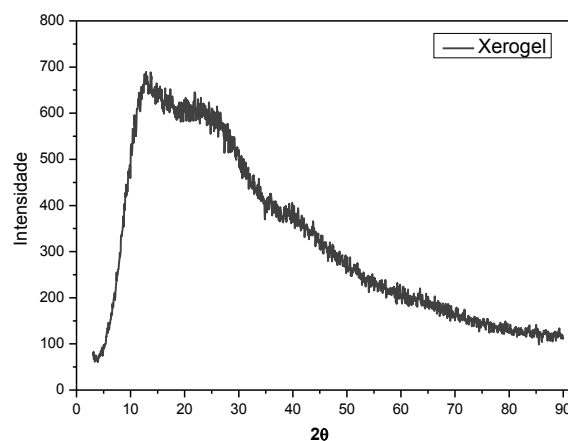
De acordo com os difratogramas das figuras 6 e 7, todas as amostras apresentaram predominância de caráter cristalino, com a presença da fase alfa da alumina, na forma cristalina romboédrica, conforme esperado. Nos difratogramas das amostras produzidas (I a VI), as diferenças de intensidade dos picos observadas, podem ser ocasionadas pela procedência da água de coco (natural e industrial), e variações dos parâmetros de processo. Na figura 6, vale ressaltar que as intensidades dos picos da alumina I e II (fabricadas a partir da água de coco natural)

são superiores para maiores concentrações do nitrato de alumínio (5,0 mols/L).



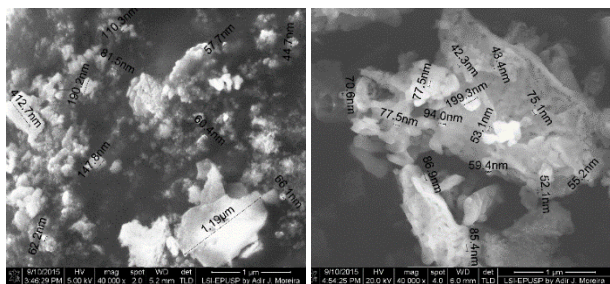
**Figura 7** – Difratogramas das aluminas processadas a partir da água de coco industrial (\*fase romboédrica).

O difratograma do xerogel seco apresentado na figura 8, confirmou o caráter amorfo do material antes da calcinação.



**Figura 8** – Difratograma do xerogel seco, antes da etapa de calcinação, confirmando sua fase amorfa.

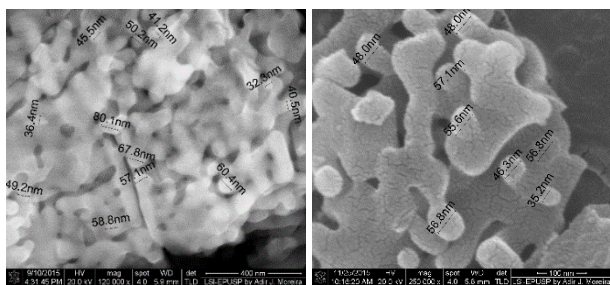
**Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV):** As aluminas processadas foram analisadas quanto à morfologia e tamanho médio das partículas. As figuras 9 a 12, apresentam as micrografias das aluminas processadas a partir da água de coco natural e industrial, segundo as condições experimentais da tabela 1, após a etapa de calcinação.



**Figura 9** - Micrografias da alumina I processada a partir da água de coco natural (esquerda) e industrial (direita).

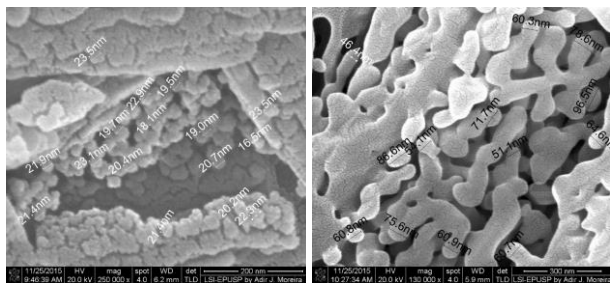
De acordo com as micrografias apresentadas na figura 9, as amostras de alumina I (calcinação sem atmosfera oxidante) apresentaram aglomerados irregulares de até aproximadamente 1  $\mu\text{m}$ , e tamanho médio de partículas inferiores a 100 nm. Como não foi realizado um recobrimento de ouro sobre estas amostras, não foi possível fazer uma determinação mais precisa do tamanho destas partículas através das micrografias.

As próximas imagens por MEV foram obtidas a partir de amostras recobertas com ouro por sputtering, para tornar a amostra condutora.



**Figura 10** - Micrografias da alumina II processada a partir da água de coco natural (esquerda) e industrial (direita).

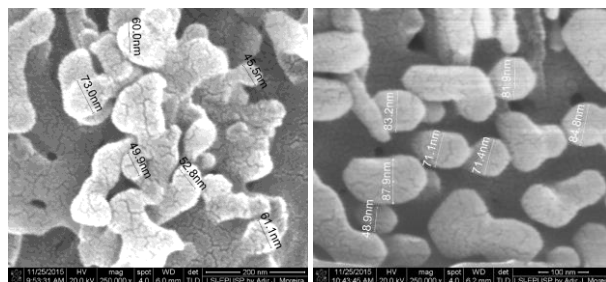
Na micrografia da figura 10, observa-se as partículas nanométricas da alumina II (calcinação com atmosfera oxidante), com tamanho médio de aproximadamente 50 nm, porém apresentam-se aglomeradas. Esta aglomeração é significativamente maior em nanopartículas devido às forças de Van der Waals [14]. As amostras III e V não foram analisadas por MEV.



**Figura 11** - Micrografias da alumina IV processada a partir da água de coco natural (esquerda) e industrial (direita).

Na micrografia da figura 11, observa-se à esquerda a formação de núcleos de aglomeração de partículas nanométricas com tamanho médio de aproximadamente 20 nm. À direita, nota-se que as partículas aglomeradas da

alumina IV, apresentaram tamanho médio de cerca de 70 nm.



**Figura 12** - Micrografias da alumina VI processada a partir da água de coco natural (esquerda) e industrial (direita).

Nas micrografias da figura 12, pode-se observar um tamanho médio de partículas da ordem de 70 nm e 80 nm, para a alumina IV, produzida a partir da água natural e industrial, respectivamente.

Nas micrografias analisadas, observou-se a formação de pescoços entre as partículas aglomeradas. Isto evidencia um início de sinterização e coalescência das partículas de alumina, que por apresentarem tamanhos nanométricos, possibilitam uma rápida reação durante a calcinação. Portanto, em trabalhos futuros, a temperatura de calcinação deve ser reduzida para evitar a coalescência das partículas e o início de uma etapa de sinterização da alumina.

Os tamanhos de partículas inferiores a 100 nm obtidos, corroboram com a possibilidade do SGP em produzir materiais em escala nanométrica. As aluminas sintetizadas a partir da água de coco de procedência natural, apresentaram valores inferiores de tamanho médio, quando comparados aos da água de coco industrial. Portanto, a procedência da água de coco utilizada influencia no tamanho de partícula da alumina produzida, pois se as impurezas presentes na água de coco industrial não forem eliminadas completamente no tratamento térmico, podem facilitar o crescimento da partícula. Na literatura há apenas um relato sobre a influência da origem da água de coco na granulometria das amostras sintetizadas por SGP. Mas no referido trabalho, as aluminas produzidas com coco seco e coco verde, apresentaram o mesmo tamanho médio, de aproximadamente  $400 \pm 100$  nm, quando calcinadas à  $1200^\circ\text{C}$  [7].

## Conclusões

Este trabalho apresentou os resultados experimentais da fabricação de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) a partir da técnica de sol-gel protéico (SGP). Pode-se verificar que a rota SGP mostrou-se eficiente para a síntese de pós nanométricos de alumina, porém na forma aglomerada. Os difratogramas obtidos indicaram a presença da fase alfa- alumina, na forma cristalina romboédrica. Nas análises térmicas, pode-se constatar que o aumento na concentração do precursor (nitrato de alumínio) favoreceu tanto a formação da fase cristalina em temperaturas menores, como também proporcionou uma menor perda de massa durante a pré-calcinação. As análises das imagens obtidas por MEV indicaram um tamanho médio inferior a 100 nm, para as partículas de alumina produzidas. A utilização de uma

atmosfera oxidante nas etapas de pré-calcinação e calcinação favoreceu a diminuição do tamanho da partícula, já que a presença de matéria orgânica inibe a formação de nanopartículas.

Dos resultados obtidos, pode-se destacar a alumina (amostra IV), produzida a partir da água de coco natural, com concentração molar ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) de 2,5 mols/L, secagem a 80°C/24h, pré-calcinação a 500°C/4h e calcinação a 1200°C/3h, ambas com fluxo de oxigênio (3 l/min), que apresentou o menor tamanho médio de partícula de aproximadamente 20 nm, porém com aglomeração.

### **Agradecimentos**

À FATEC/SP pela disponibilização dos equipamentos e materiais. Ao CNPQ pela bolsa de IC. Ao LSI pelas imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura. E ao Laboratório de Materiais da Universidade Federal do ABC pelas análises térmicas realizadas.

### **Referências**

- [1] Alcântara, M. C., Macedo, Z. S. **Síntese e Análise de cerâmicas nanoestruturadas de  $\text{Y}_2\text{O}_3$  dopadas com európio e térbio**. Scientia Plena, v.2, n.7, p. 82-87, 2006.
- [2] Brito, P. C. A., Macedo, M. A., et al.  **$\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  prepared by the proteic sol-gel process**. Physica B: Condensed Matter, n.384, p.91-93, 2006.
- [3] Fortes, S. S., Macedo, M. A., et al.  **$\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  obtained by the proteic sol-gel process**. Physica B: Condensed Matter, v.384, p.88-90, 2006.
- [4] Soares, V.K.S., Macedo, Z.S., et al. **Produção de nanopartículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  utilizando água de coco maduro (coco seco)**. Cerâmica, v. 59, p. 160-164, 2013.
- [5] Nogueira, N.A.S. **Sinterização de nanopartículas de  $\text{NiAl}_2\text{O}_4$  por gelatina comestível**. Dissertação de mestrado, Universidade Federal do Ceará (UFC), Fortaleza, 2005.
- [6] Rodrigues, L. R. **Síntese e caracterização de hidroxiapatita e titânia nanoestruturada para a fabricação de compósitos**. Dissertação de mestrado, Universidade de Campinas (Unicamp), Campinas, 2008.
- [7] Nouroozi, F., Farzaneh F. **Synthesis and Characterization of Brush-Like  $\text{ZnO}$  Nanorods using Albumen as Biotemplate**. Journal of the Brazilian Chemical Society, v.22, n. 3, p.484-488, 2011.
- [8] Proveti, J. R. C. **Sol-gel proteic method using orange albedo pectin for obtaining cobalt ferrite particles**. The Journal of Sol-Gel Science and Technology, v.75, n. 1, p.31-37, 2015.
- [9] Gleiter, H. **Nanostructured Materials: Basic Concepts and Microstructure**. Acta Materialia. V. 48, p.1-29, 2000.
- [10] Fonseca, S.T. **Processamento e caracterização de pós e de cerâmica de alumina total e parcialmente nanoestruturadas**. Dissertação de mestrado, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), São José dos Campos, 2008.
- [11] Bagwell, R.B., Messing, G. L. **Critical factors in the production of sol-gel derived porous alumina**. Key Engineering Materials, v. 115: p. 45-63, 1996.
- [12] Teixeira, V. C. **Produção e caracterização de aluminosilicatos luminescentes para aplicações industriais**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Sergipe (UFS), Sergipe, 2010.
- [13] Li, J. G., Sun, X. **Synthesis and sintering behavior of a nanocrystalline  $\alpha$ - alumina powder**. Acta Materialia, vol. 48, n. 4, p. 3103-3112, 2000.
- [14] Schneider, S. J. **Engineered materials handbook: Ceramics and Glasses**. Int., 1991. v. 4, p. 270.



## **FATEC/SP**

**A Faculdade de Tecnologia de São Paulo**, uma das mais antigas unidades do Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza - CEETEPS, vinculado e associado à UNESP, foi criada no final da década de 1960 e oferece 15 Cursos Superiores de Tecnologia, com um quadro de 286 professores, 123 funcionários, mais de 5.000 alunos, tendo já formado mais de 20.000 Tecnólogos. Dispõe de 41 laboratórios e oficinas, Centro de Pesquisa e Programa de Iniciação Científica (PIBIC-CNPq) e de Pós-Graduação (Lato-sensu).

Os Cursos de Graduação oferecidos pela FATEC/SP são:

Análise e Desenvolvimento de Sistemas  
Automação de Escritórios e Secretariado  
Edifícios  
Eletrônica Industrial  
Gestão Empresarial EAD  
Gestão de Turismo  
Hidráulica e Saneamento Ambiental  
Instalações Elétricas  
Materiais Cerâmicos, Poliméricos e Metálicos  
Microeletrônica  
Mecânica de Precisão  
Movimento de Terra e Pavimentação  
Processos de Produção  
Projetos  
Soldagem



Praça Coronel Fernando Prestes, 30 – Bom Retiro  
CEP 01124-060 São Paulo, SP  
Telefones: (011) 3322-2202, FAX (011) 3315-8498

\* [www.fatecsp.br](http://www.fatecsp.br) \*