

Faculdade de Tecnologia de São Paulo

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

FELIPE LUCAS DA SILVA

**KIT DIDÁTICO PARA ENSINO DE
ADSORÇÃO E PESAGEM**

SÃO PAULO-SP
Maio de 2013

FELIPE LUCAS DA SILVA

Monografia apresentada como exigência para obtenção do título de Tecnólogo no curso Materiais, Processos e Componentes Eletrônicos, na Faculdade de Tecnologia de São Paulo, sob orientação da Prof.^a Dr.^a Maria Lúcia Pereira da Silva

SÃO PAULO - SP
Maio de 2013

A cada passo que eu dou mais próximo fico do final.

Mas é no final que eu me lembro do início, e é por esse motivo, que eu estou pronto para um novo desafio.

Felipe Lucas

KIT DIDÁTICO PARA ENSINO DE ADSORÇÃO E PESAGEM

Prof.^a Dr.^a Maria Lúcia Pereira da Silva

Prof. M. Antonio Sergio Brejão

Profa. Dra. Ana Neilde Rodrigues da Silva

São Paulo, 27 de Junho de 2013

Agradecimento

Agradeço primeiramente à minha orientadora por acreditar em mim mesmo quando eu mesmo não acreditava.

Agradeço a professora Ana Neilde e seu grupo Luana Sayuri e Raissa Nayara pelo desenvolvimento das nanofibras e todo o apoio.

Agradeço aos meus colegas Alisson R. Leite, Dr. Roberto da Rocha Lima, e Leonardo F. Hernandez pelos ensinamentos e paciência logo no começo do meu desenvolvimento no grupo.

Agradeço também a todos os demais professores e pessoas que participaram direta e indiretamente para a realização desse trabalho, especialmente às pessoas do grupo, com ênfase ao M. Eng. Alexandre Alves de Jesus e tecgo. Sergio Ney dos Santos.

Agradeço a todos os meus amigos pela amizade, pelos momentos felizes, e o apoio nos tristes momentos que fazem parte do meu amadurecimento e por toda ajuda recebida.

Agradeço a minha família, principalmente minha mãe Luciana Alves da silva que sempre cuidou de mim praticamente sozinha me apoiando e me criticando. Eu nunca conseguiria terminar o curso sem o amor e dedicação total que ela me deu. Agradeço a minha avó Eli Aparecida por ser minha mãe duas vezes e me escutar, mesmo que não entendesse nada, e todos os demais como o meu avô Antonio, minha tia Adriana e meu irmãozinho Luiz Henrique.

Peço perdão às pessoas que não pude citar e ao mesmo tempo agradeço, pois foram muitas as contribuições para o desenvolvimento esse desse trabalho.

Agradeço à FATEC-SP, ao LSI (EPUSP) e ao Instituto de Física (USP), pelo espaço e materiais concedidos e também agradeço ao CNPq pelo apoio financeiro.

Resumo

Há claras as vantagens no desenvolvimento de kits educacionais para o ensino de engenharias, que vão de conscientização dos alunos do ensino médio sobre as características da área até a possibilidade de ensino em áreas remotas e de poucos recursos. Assim, foi objetivo deste trabalho o desenvolvimento de um kit para pesagem e determinação de adsorção a partir de uma microbalança de quartzo. A metodologia utilizada estabeleceu como condição de contorno a produção de sistemas de baixo custo e ambientalmente corretos, em respeito aos “12 Princípios da Engenharia Química Verde”. As etapas de desenvolvimento do trabalho foram de acordo com os procedimentos para a produção de protótipos. Como principais resultados têm-se que o kit é de fácil construção, compacto e de baixo custo, à exceção do equipamento de detecção (frequencímetro). Além disso, é muito útil em ensino e para uso em equipamentos de tamanho reduzido, como micro-reatores. O uso de nanofibras de PAN+amido mostrou-se um modo barato e simples de indicar a existência de água em ar, ou seja, de testar adsorção com o referido kit.

Índice de figuras

Figura 1: Desenho esquemático do aparato de deposição eletrostática	23
Figura 2. Descrição das etapas do pré-projeto	26
Figura 3. Fluxograma de decisão adotado nessa dissertação para construção do referido protótipo	27
Figura 4. Esquema do arranjo físico do conjunto de partes e peças que formam um kit sobre uma base de madeira. Rec. = recipiente	31
Figura 5. Desenho esquemático (a) dos modos de admissão no rec.2 (figura 4) e (b) da saída do compressor de aquário	32
Figura 6 – Arranjos do (a) kit didático em vista superior; e da (b) microbalança para medida de: (1) compostos orgânicos e (2) água	34
Figura 7 circuito ressonante: (a) esquema e (b) foto do arranjo montado sobre tampa do recipiente, com ou sem remoção do protetor em acrílico (peça em azul)	35
Figura 8: Ajuste em computador da velocidade após (a) um ou (b) muitos ciclos de exposição à água	37
Figura 9 – Gráfico, obtido por QCM, da exposição de fibras de PAN+amido à água	38
Figura 10 Esquema elétrico para seletor	40
Figura 11: Variação de freqüência	40

Índice de tabelas

Tabela 1. Valores médios para adição de água ao compósito	36
Tabela 2. Resumo dos resultados obtidos	38
Tabela 3. Componentes para a produção da (a) microbalança de quartzo e (b) seletor.	41

Sumário

1. Introdução	10
2. Aspectos teóricos	13
2.1 Construção de equipamentos de ensino (kits)	13
2.2 Teoria envolvida no desenho, montagem e construção de equipamentos ambientalmente correto	14
2.3 Teoria envolvida no equipamento: QCM, fluxo contínuo (FIA), nanofibras	18
3. Metodologia, materiais e métodos	24
3.1 Metodologia	24
3.2 materiais e métodos	28
4. Resultados e discussão	30
5. Conclusão	42
6. Referências	43
Anexos	49

1. Introdução

O ensino de tecnologia e engenharia é fundamental para a sociedade moderna [1], o que leva à procura de novos modos de ensino – desde o nível fundamental [2] até o superior e, em especial, o nível tecnológico [3] Nesse contexto, o governo, as instituições educacionais e de pesquisa, as empresas e os cidadãos são apontados como os atores sociais responsáveis pelas escolhas tecnológicas [4]. Além disso, uma sociedade moderna não pode prescindir de uma série de competências – entendidas como saber fazer, saber pensar, aprender a aprender [5]. Dentro dessa perspectiva, então, uma dimensão é fundamental e precisa ser estimulada: a criatividade [6], fundamental para respaldar a inovação tecnológica sustentável [7]

Um modo aparentemente bastante seguro de atrair alunos para as áreas tecnológicas e também de exercitar o caráter criativo destes é pelo uso de kits didáticos. Tais kits foram utilizados pela UTFPR (Universidade Tecnológica Federal do Paraná), na implementação do Programa de Melhoria e Valorização da Engenharia – PROMOVE em um projeto denominado “Ninho de Pardais”. Nesse projeto alunos do ensino médio e superior trabalham em conjunto e dentro da universidade, com o intuito de criar dispositivos robotizados, como por exemplo, robôs [8]. De modo geral, o uso de robótica, pode-se salientar, encontra-se disseminado, como estudo da base de dados CAPES indicou recentemente; contudo, há também evidência da falta de preparo tecnológico dos professores [9]. Assim, ao mesmo tempo em que tais kits são vistos como ideais devidos não só à “habilidade de promover a interdisciplinaridade entre diferentes áreas do conhecimento, mas também por valorizar a coletividade e motivar a participação de alunos”, o custo é alto e nem sempre é fácil obter informações para o uso correto destes, o que levou à proposta de uso de softwares livres [10] e hardwares mais simples [11]. Via de regra, tais kits são utilizados em conjunto com a metodologia PBL (*Project based learning*, Orientada para Projetos) e outras consideradas como ativas, ou seja, com grande envolvimento do aluno no saber fazer e com o professor com a função de facilitador do processo. Esse conjunto de ações também favorece à maior motivação e participação nas aulas - que tendem a ser menos estruturadas,

além de favorecer o trabalho em equipe [12]. Por fim, simulações, mesmo para o nível médio, são formas de trabalho que se assemelham aos kits “físicos” que permite uma maior assimilação de conhecimentos [13]

Kits para ensino de outras ciências que não robótica não são incomuns, como por exemplo, para o ensino da matemática [14]. Os kits das áreas de Biologia e Química desenvolvidos pelo projeto “Instrumentação para o ensino interdisciplinar das Ciências da Natureza e da Matemática” desenvolvido pelo Centro de Divulgação Científica e Cultural da Universidade de São Paulo e a Universidade Federal de São Carlos. Foram avaliados como apresentando “preocupação com a contextualização dos conhecimentos científicos e tecnológicos, uso de recursos locais e estabelecimento de relações globais”,. Além de propiciar ao aluno ser mais ativo na tomada de decisões e resolução de problemas [15]. Os kits podem ser montados, também, com destinação de produtos que não podem ser usados no local em que foram adquiridos, como por exemplo, reagentes [16].

No grupo onde este trabalho se insere, uma série de kits didáticos já foi desenvolvida, na maioria das vezes com o objetivo de demonstrar conceitos úteis no ensino de química ou engenharia química. Na maioria das vezes os kits fizeram uso da miniaturização e usaram produtos durante sua confecção e reagentes durante sua utilização que não são tóxicos. Assim, tais kits são ambientalmente corretos por vários motivos, uma vez que utilizam baixa quantidade de reagentes e provocam pouca ou nenhuma formação de resíduos [17].

De modo geral, tais kits fazem uso de estruturas miniaturizadas desenhadas a partir do escalamento de operações unitárias da indústria química e têm diferentes funções, tais como de reatores, misturadores, separadores, detectores, etc. A construção de microestruturas exige processos mecânicos simples e barato porque estas são, em geral, da ordem de centenas de micrômetros. Como detectores, de modo geral tais estruturas utilizam ou

sensores baratos, como os produzidos a partir de óxido de estanho¹ ou microbalanças de quartzo, estas de maior custo devido à necessidade do uso de um frequencímetro. As microbalanças de quartzo são baseadas em cristais piezelétricos e apresentam como vantagem a possibilidade de medida de massas muito pequenas, da ordem de 10^{-9} g [18,19,20,21,22].

Pelo exposto ficam claras as vantagens do desenvolvimento de kits educacionais e a vocação do grupo para tal. Assim, foi objetivo deste trabalho o desenvolvimento de um kit para pesagem e determinação de adsorção a partir de uma microbalança de quartzo.

O presente trabalho encontra-se dividido em introdução teórica, capítulo 2, metodologia, capítulo 3, além de resultados no capítulo 4 e conclusões no capítulo 5; por fim, apresenta-se a bibliografia.

¹ TGS 2020, da Fígaro Japão é um exemplo

2. ASPECTOS TEÓRICOS

Este item aborda teorias envolvidas na construção de equipamentos de ensino (kits), no desenho, montagem e construção de equipamentos ambientalmente corretos, os 12 princípios de química e engenharia química verde e o equipamento QCM, com o fluxo contínuo (FIA), as nanofibras, etc.

2.1. Construção de equipamentos de ensino (kits)

Os kits de ensino são fundamentais para a compreensão de alguns assuntos de certa complexidade, ajudando em conceitos envolvidos em varias áreas, como por exemplo, física, química, engenharia e a robótica. Muitos dos trabalhos desenvolvidos no país “buscam realizar sistemas de aquisição de dados de baixo custo, em diferentes níveis de complexidade, tendo em vista a realidade das instituições de ensino no Brasil, onde - quando há laboratórios – dispõe-se de poucos recursos, o que inviabiliza a compra de sistemas e de equipamentos destinados a uso didático, que geralmente têm um custo elevado” [23].

A robótica está em evidência, o que ajuda a empolgar os alunos com essa área, e os kits didáticos podem ajudar a propagá-la. “Muitas pesquisas indicam a robótica pedagógica como sendo uma ferramenta que envolve questões multidisciplinares, portanto uma ferramenta bastante educativa, onde estimula os conceitos de “aprender fazendo” e “aprender apreciando”. Neste contexto o Kit Mindstorms... da plataforma LEGO aparece como uma interessante maneira de conseguir superar desafios que se referem a vários domínios do conhecimento.” [24]. De modo geral os artigos e pesquisas desta área apresentam dois focos, como o projeto da Universidade do Estado de Santa Catarina: uma proposta pedagógica de utilização de kits de robótica móvel com o objetivo de atrair novos alunos e incentivá-los a ingressar em um curso de graduação e um segundo foco de motivar os acadêmicos das fases iniciais do curso de Engenharia Elétrica, “visto que, foi detectado que estes estavam desestimulados com os programas das disciplinas do curso. A proposta tem

ainda o objetivo de propiciar aos participantes, contato com a realidade interdisciplinar do trabalho nas carreiras de engenharia.” [25].

Estudo clássico de Donohue [26] cita como exemplos o uso de *FIRST Lego League*, *FIRST Robotics* e *Project Lead the Way* e sugere o use de “*Engineering Teaching Kits*” já nas primeiras séries do ensino, em conceitos de matemática e ciências.

A escolha dos kits de robótica educacional LEGO® MINDSTORMS® NXT ocorreu em muitos projetos e em geral “foi feita levando-se em conta a flexibilidade dos kits nas montagens, a variedade de peças e componentes, bem como a facilidade de interação com o software de programação. A partir de uma análise da usabilidade dos recursos de programação de kits comerciais de robótica educacional, verificou-se que o software de programação do kit LEGO® MINDSTORMS® NXT é superior aos demais existentes no mercado brasileiro com relação à forma de apresentação, integração entre usuário e ambiente de programação e configuração das ações do robô” [27].

Boesing [28] considera que kits, como LEGO Mindstorms, VEX Robotics e Parallax Robotics, ao oferecer recursos não disponíveis nas instituições, como equipamentos e laboratórios práticos, auxiliam na simulação de situações-problema e na prática (“mãos na massa”).

2.2. Teoria envolvida no desenho, montagem e construção de equipamentos ambientalmente correto

A definição de produtos ambientalmente corretos não é simples. Por exemplo, o estudo do impacto nas florestas pela agricultura informa que o GATT “para a Rodada Uruguai, foi sugerido que o uso de subsídios dirigidos às despesas com equipamentos ambientalmente corretos e processos de produção não fosse condenado”. Nesse caso o equipamento correto é aquele que permite o uso sustentável do solo [29].

Para o Ministério do Meio Ambiente, segundo a Ambiente Brasil [30], já em 2001 havia o Programa Agenda Ambiental na Administração Pública (A3P) que

divulgava “o trabalho de empresas cuja produção apresente algum diferencial ecológico ou tecnologias alternativas”. Nesse caso os “diversos objetos e equipamentos ambientalmente corretos” apresentados deveriam privilegiar “itens cuja produção tenha levado em conta o respeito ao meio ambiente” como, por exemplo, “móveis feitos de madeira certificada, ar-condicionados silenciosos e outros”.

Para a Comissão de Sustentabilidade, do CCE/USP priorizar a compra de produtos e equipamentos ambientalmente corretos é associado a “produtos mais duráveis, de melhor qualidade, recicláveis ou que possam ser reutilizáveis” e que possuam o selo verde [31].

Para a Gazeta do Povo [32] equipamentos ambientalmente corretos foram apresentados em feira específica para “aplicar tecnologia na criação de equipamentos ambientalmente corretos e ajudar na construção dos chamados “edifícios verdes”. Nesse caso, os equipamentos em questão são os “que aproveitam luz solar e utilizam gás natural, vidros que controlam até 80% do calor no ambiente e placas que aproveitam a luz solar para aquecimento da água”. Para a Cebrare, a linha de vidros Eco Lite é ambientalmente correta porque é “100% reciclável e com controle solar de até 80%”, ou seja, o uso do produto permite economia em recursos naturais, pois diminui o uso de energia elétrica, uma vez que a temperatura fica controlada naturalmente”.

Para a Motorola aparelhos e equipamentos ambientalmente corretos são os que “preservam a biodiversidade e os ecossistemas naturais e suprem as necessidades da geração presente, sem afetar as habilidades das gerações futuras. Seguindo esta estratégia, a empresa, desenvolve produtos isentos de materiais tóxicos e que sejam recicláveis, e agora estamos lançando um abrangente programa de coleta e destino ambientalmente correto para nossos produtos” [33].

Portanto, apesar da grande quantidade de definições para equipamentos ambientalmente corretos, vê-se a tendência em defini-los como equipamentos

que causam pouco ou nenhum impacto ambiental. Como o impacto difere dependendo do processo de produção utilizado e do produto sob análise, diferentes olhares sobre como definir tal equipamento apresentam-se na literatura.

Os 12 princípios de química e engenharia química verde

Esse trabalho destina-se à produção de kit de ensino que deve ser útil para descrição de conceitos de química e engenharia química, portanto, deve ser produzido imaginando que seu impacto nessas áreas deve ser pequeno. Para tanto, existem já previamente definidos os 12 princípios de química e engenharia química verde. Tais princípios foram bastante bem resumidos por Matsuy (2010) e são apresentados a seguir. . Esses princípios serão usados como condição de contorno nesse trabalho.

“Os doze princípios da engenharia química verde têm como enfoque principal a harmonização do homem com o meio ambiente. Espera-se com isso que o indivíduo que seguir tais princípios consiga engrandecer tanto profissionalmente como pessoalmente, ficando assim com uma grande chance de sucesso”.

“Basicamente, há doze tópicos que precisam ser seguidos quando se pretende adotar a química e/ou engenharia química verde em uma instituição de ensino ou indústria.

Esses princípios são:

1. Prevenção.

Evitar a produção do resíduo em excesso, pois é melhor do que tratá-lo ou “limpá-lo” após sua geração.

2. Economia.

Deve-se procurar desenhar metodologias de síntese que possam maximizar a incorporação de todos os materiais de partida no produto final.

3. Síntese de produtos menos perigosos.

Sempre que praticável, a síntese de um produto químico deve utilizar e gerar substâncias que possuam pouca ou nenhuma toxicidade à saúde humana e ao meio ambiente.

4. Desenho de produtos seguros.

Os produtos químicos devem ser desenhados de tal modo que realizem a função desejada e ao mesmo tempo não sejam tóxicos.

5. Solventes e auxiliares mais seguros.

O uso de substâncias auxiliares (solventes, agentes de separação, secantes, etc.) precisa sempre que possível tornar-se desnecessário e, quando utilizadas, estas substâncias devem ser inofensivas.

6. Busca pela eficiência de energia.

A utilização de energia pelos processos químicos precisa ser reconhecida pelos seus impactos ambientais e econômicos e deve ser minimizada. Se possível, os processos químicos devem ser conduzidos à temperatura e pressão ambientes.

7. Uso de fontes renováveis de matéria-prima.

Sempre que técnica e economicamente viável, a utilização de matérias-primas renováveis deve ser escolhida em detrimento de fontes não renováveis.

8. Evitar a formação de derivados.

A “derivatização” desnecessária (uso de grupos bloqueadores, proteção/não proteção, modificação temporária por processos físicos e químicos) deve ser minimizada ou, se possível evitada, porque estas etapas requerem reagentes adicionais e podem gerar resíduos.

9. Catálise.

Reagentes catalíticos (tão seletivos quanto possível) são melhores que reagentes estequiométricos.

10. Desenho para a degradação.

Os produtos químicos precisam ser desenhados de tal modo que, ao final de sua função, se fragmentem em produtos de degradação inócuos e não persistam no ambiente.

11. Análise em tempo real para a prevenção da poluição.

Será necessário o desenvolvimento futuro de metodologias analíticas que viabilizem um monitoramento e controle dentro do processo, em tempo real, antes da formação de substâncias nocivas.

12. Química intrinsecamente segura para a prevenção de acidentes.

“As substâncias, bem como a maneira pela qual uma substância é utilizada em um processo químico, devem ser escolhidas para minimizar o potencial para acidentes químicos, incluindo vazamentos, explosões e incêndios.” [34].

2.3. Teoria envolvida no equipamento: QCM, fluxo contínuo (FIA) e nanofibras

Uma aplicação comum de uma Microbalança de Quartzo (QCM) é para monitoramento ou como sensor. Assim, Microbalanças de cristal de quartzo são os dispositivos mais utilizados para monitoramento da taxa de deposição. Um exemplo da sensibilidade da técnica é seu uso em equipamentos de deposição pela técnica ALD (reactor de fluxo de camada atômica). Sensor de QCM (Sigma instrumentos) com cristal piezelétrico de quartzo com frequência de ressonância de 6 MHz foi capaz de medir a massa alterada em tempo real durante a ALD, a uma taxa de 8 Hz/s. Este QCM foi usado para monitorar a taxa de crescimento por ciclo, durante a deposição por ALD, de óxido de zinco [35].

Como sensor, a microbalança já teve inúmeras utilidades, entre elas, a medida de compostos orgânicos voláteis (VOCs), tanto em fase líquida quanto gasosa. Quanto à medida de VOCs, o grupo onde esse trabalho se insere tem vários exemplos de deposição por plasma de filme adsorvente para controle ambiental. Por exemplo, a polimerização por plasma de TEOS (tetraetilortossilicato) foi utilizada para medida de água e VOCs em fase gasosa

[36] e apresentou resultado melhor que os obtidos por outros pesquisadores [37,38].

Os monitores de espessura variam em tamanho e complexidade, mas incluem tipicamente um cristal piezolétrico de quartzo (PQC), apresentado no anexo1, colado entre um par de eletrodos, um monitor para a medição da frequência e da espessura e um controlador para automatizar o processo. O monitor de cristal de quartzo é criado aplicando eletrodos em um disco fino de quartzo. Quando os eletrodos são ligados a um oscilador e uma tensão AC é aplicada, o cristal de quartzo começa a oscilar na sua frequência de ressonância devido ao efeito piezo-elétrico. Como o material é depositado sobre o cristal, as variações de frequência de oscilação se correlaciona com a quantidade de massa adicional.

Se uma camada rígida é uniformemente depositada sobre a QCM, a frequência de ressonância irá diminuir proporcional à massa da camada adsorvida de acordo com a equação de Sauerbrey (Eq. 1), o que permite determinar a massa da substância adsorvida/depositada na superfície do cristal através da variação de frequência provocada no PQC, sendo possível sensibilidade de até 1ng,

$$\Delta F = -2,3 \cdot 10^6 \cdot F_0^2 \cdot \frac{\Delta m}{A} \quad (1)$$

onde ΔF é a variação de frequência em Hz, F_0 é a frequência inicial sem a deposição de massa, em MHz, Δm é a variação em massa provocada pelo depósito sobre as superfícies do cristal em g e A é a área exposta do PQC em cm^2 .

“Os cristais piezolétricos de quartzo (PQC) são os mais utilizados para a obtenção de osciladores devido às boas propriedades piezolétricas, excelentes propriedades mecânicas e térmicas. Cristalizam-se na classe trigonal trapezoidal, e possuem grande estabilidade química. O quartzo (SiO_2) é

decomposto somente na presença de ácido fluorídrico e em álcalis. Possui ponto de fusão em 1750°C e densidade de 2,65 g/cm³.” [39]. Se a quantidade de material depositado sobre o cristal é muito grande, o cristal irá falhar ao oscilar.

O tempo de vida de um QCM depende do tipo e da quantidade do material depositado. Os dispositivos modernos estão disponíveis com uma cabeça sensora de múltiplos cristais, que gira para posições pré-selecionadas, isto é, de cópia de segurança, no caso de falha do cristal original.

As limitações típicas das QCMs são a sensibilidade a variações de temperatura e tensão, inespecificidade do material analisado, sensor de vida curta (embora técnicas de amostragem periódica podem estender a gama do cristal) e as limitações comuns a técnicas de deposição física de vapor. Apesar disso, QCMs não têm limitações de pressão para a operação, são robustas, e uma calibração correta oferece taxa de deposição de confiança e medição de espessura de filme.” [40].

Medida em Fluxo contínuo

A medida em estruturas miniaturizadas em geral é feita em fluxo contínuo, especialmente em kits de ensino. Santos, desenvolveu e construiu uma microbalança em fluxo contínuo, tanto para líquido como para gás, que apresentava baixo custo e facilidade de reprodução [41]. A seguir apresenta-se o resumo dos módulos considerados necessários para tal construção:

- Sistema de admissão de fluido (líquido ou gasoso) e de reagentes para teste: “Para testes de microestruturas e/ou filmes, é necessária a admissão de um fluxo contínuo e constante de gás e/ou líquido. Nos equipamentos convencionais, os reagentes são impulsionados, na fase gasosa por N₂ e na líquida por bomba dosadora. Normalmente estes dois casos são de alto custo. Contudo,... bombas de aquário... podem

substituir... tanto a bomba dosadora quanto o torpedo de N₂” necessário em sistemas de admissão gasosa.”

- Local para inserção da amostra: “tanto para medidas em fase líquida, para avaliação de adsorção no caso de filmes finos... como de estruturas... para análise de retenção... No primeiro caso o filme sob análise é depositado diretamente sobre o cristal piezelétrico, mas no segundo utiliza-se um cristal modificado por um filme adsorvente e a estrutura é colocada imediatamente antes do cristal”;
- Sistema de detecção: “A técnica de Microbalança de Quartzo baseia-se na medida da variação de massa. Para tanto se utiliza um cristal piezelétrico de quartzo (PQC) e um circuito oscilador ajustado à frequência de oscilação do PQC... Além disso, a técnica necessita de sistemas eletrônicos de apoio: um circuito oscilador e um medidor de frequência, no caso um freqüencímetro com alta sensibilidade, fonte de 12V DC para alimentação e outras tensões obtidas diretamente da rede”.

Nanofibras

O uso de polímeros em sensores é comum. Segundo revisão recente [42] “polianilinas dopadas com diversos dopantes foram utilizadas como sensores para CO₂, amônia, etanol, metanol e acetona, uréia, H₂S e NO_x.” . Além disso, “novas pesquisas estão atraindo muito interesse da comunidade acadêmica no campo de sensores constituídos por nanocompósitos de polímeros conjugados com nanopartículas metálicas, nanotubos e argilas organofílicas.”. Por fim, “diversos métodos físicos de polimerização tais como *templates*, polimerização interfacial, e *seeding* vêm ganhando bastante atenção devido à possibilidade de formação de nanopartículas e de nanofibras. Os sensores poliméricos obtidos a partir dessas nanoestruturas possuem uma área de contato ainda maior devido à formação de uma estrutura porosa. Conseqüentemente, os sensores têm geralmente uma resposta mais rápida e uma sensibilidade aumentada quando comparados com os filmes convencionais”. “Embora o uso de sensores a base de filmes de polímeros conjugados em QCM seja relativamente limitado quando comparado aos polímeros não conjugados há algumas investigações na literatura que demonstram claramente a

possibilidade do emprego desta classe de materiais como revestimentos sensoativos”

Pelo exposto acima, vê-se as vantagens do uso de material de alta área superficial – como nanofibras – em uma microbalança de quartzo. Um modo simples de obter nanofibras é pela técnica de deposição eletrostática (*electrospinning*).

Electrospinning tem sido reconhecida como uma técnica eficiente para a fabricação de nanofibras, especialmente de polímeros orgânicos. Os polímeros têm várias aplicações baseadas em tais fibras, mas especificamente a sua utilização como reforço no desenvolvimento de nanocompósitos tem sido intensamente pesquisada. Quando os diâmetros de materiais de fibras poliméricas variam de micrômetros para nanômetros surgem várias características surpreendentes, como área de superfície muito grande em relação ao volume, a flexibilidade de funcionalidades de superfície, e desempenho mecânico superior em comparação com qualquer outra forma conhecida de material. “Estas propriedades tornam as nanofibras de polímeros candidatas ideais para muitas aplicações importantes” [43].

“A deposição eletrostática é composta basicamente por uma fonte de alta tensão, uma seringa com agulha hipodérmica e uma base metálica aterrada. Quando um potencial elétrico é aplicado na agulha hipodérmica, as forças eletrostáticas se sobrepõem à tensão superficial da solução polimérica e um fio de polímero é ejetado da ponta da agulha. O solvente evapora enquanto o fio se move da ponta da agulha para a superfície da base coletora”. No processo de deposição eletrostática as fibras são recolhidas de forma aleatória sobre uma placa metálica aterrada, como mostrada na Figura 1 para a produção de nanofibras utilizando poliacrilonitrila (PAN). “Como no processo de deposição as nanofibras são recolhidas de forma aleatória, um dos desafios na aplicação deste processo para fabricação de dispositivos é obter tais fibras alinhadas. São sugeridos diversos processos na literatura, como por exemplo, depositar as fibras sobre um coletor cilíndrico que gira em uma velocidade constante, ou

sobre uma moldura metálica, onde as arestas da moldura auxiliam no alinhamento das fibras” [44].

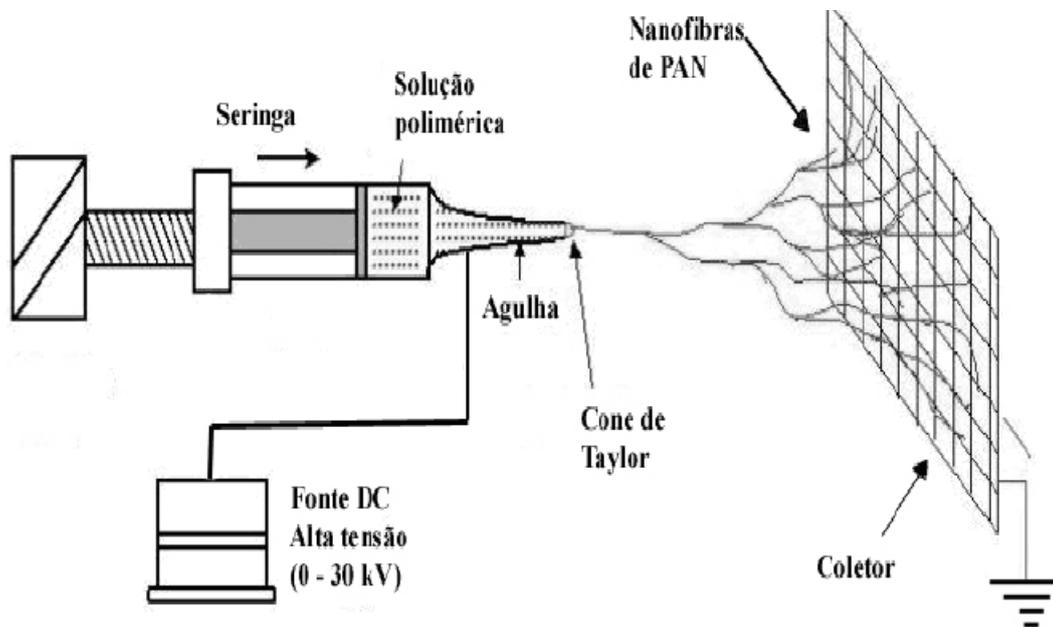


Figura 1: Desenho esquemático do aparato de deposição eletrostática (electrospinning)”.

3. Metodologia, Matérias e Métodos

3.1 Metodologia

No grupo a que esse trabalho fez parte, também já se consagrou uma metodologia própria para a construção dos respectivos kits.

Assim, estabelece-se previamente como condição de contorno a produção de sistemas de baixo custo e ambientalmente corretos, ou seja, respeito aos “12 Princípios da Engenharia Química Verde”.

As etapas de desenvolvimento do trabalho são de acordo com os procedimentos descritos para a produção de protótipos. Tais procedimentos foram extensivamente revisados e descritos por Pichi [45], que desenvolveu um kit bastante complexo para o ensino de cromatografia, novamente, dentro do grupo em que este trabalho se insere. A seguir, um resumo das etapas por ele propostas:

Segundo Pichi, desenvolvimento de protótipo (kit) segue a metodologia de projeto e produto, onde as seguintes etapas devem ser consideradas:

1. Requisitos básicos do produto:
2. análises em produtos similares encontrados no Mercado:

Análise em relação ao uso: “úteis à formulação adequada dos requisitos do projeto evitando a repetição de detalhes problemáticos.”

Análise diacrônica do desenvolvimento histórico: “com objetivo de entender equipamentos similares em relação: (i) as tecnologias empregadas; (ii) aos recursos disponíveis; (iii) aos materiais utilizados; e (iv) ao design.”

Análise sincrônica: “por finalidade conhecer a posição do produto similar atualmente encontrado no mercado”

Análise estrutural: viabiliza “o conhecimento dos princípios de montagem e características mecânicas do produto.”

Análise funcional: verifica “as características técnico-físicas dos sistemas e subsistemas que compõe o atual produto similar, as aplicações e relações quanto ao aspecto funcional.”

Análise morfológica: Com objetivo de “conhecer a concepção formal do produto similar.”

3. Resultados das análises:

4. Estruturação:

5. Descrição do conceito

6. Projeto: “determina os parâmetros dos sistemas mecânico e eletrônico, e gera a documentação para a construção do protótipo.”

7. Prototipagem: “essencialmente prática e constituída por três fases: (i) construção e montagem das placas de circuitos impressos; (ii) construção do painel frontal e adaptação da estrutura mecânica; e (iii) montagem e interligação eletro-mecânica dos componentes.”

8. Verificação: “(i) mostra o quanto o projeto atende aos requisitos do cliente; (ii) fornece informações sobre custos e potencial de lucro; e (iii) fornece dados sobre o desempenho e confiabilidade do produto.”

Essas etapas foram sumariadas numa figura, que é repetida na Figura 2. Essas etapas foram implementadas, como pode ser visto na Figura 3, com uma série de atitudes, descritas por Pichi e aqui sumariadas.

<p>PROBLEMATIZAÇÃO</p> <p>Comprovação da necessidade Estudos específicos Determinação do perfil de público-alvo Lista dos requisitos</p>
<p>PREPARAÇÃO</p> <p>Análise da evolução dos produtos semelhantes Análise da evolução dos produtos semelhantes encontrados no mercado Associação de ideias Pesquisa de matérias e processos de fabricação Análise do ciclo de vida do produto</p>
<p>ELABORAÇÃO</p> <p>Geração de alternativas Seleção Parcial Redesenho das alternativas selecionadas Seleção Final Desenvolvimento de um modelo e testes Análise do uso do produto</p>
<p>FINALIZAÇÃO</p> <p>Análise do transporte do produto Desenho gráfico computacional Desenho ilustrativo Desenho mecânico/construtivo Desenvolvimento de um modelo e testes Finalização do desenho técnico e construtivo Requisitos para promoção do produto</p>

Figura 2. Descrição das etapas do pré-projeto [45]

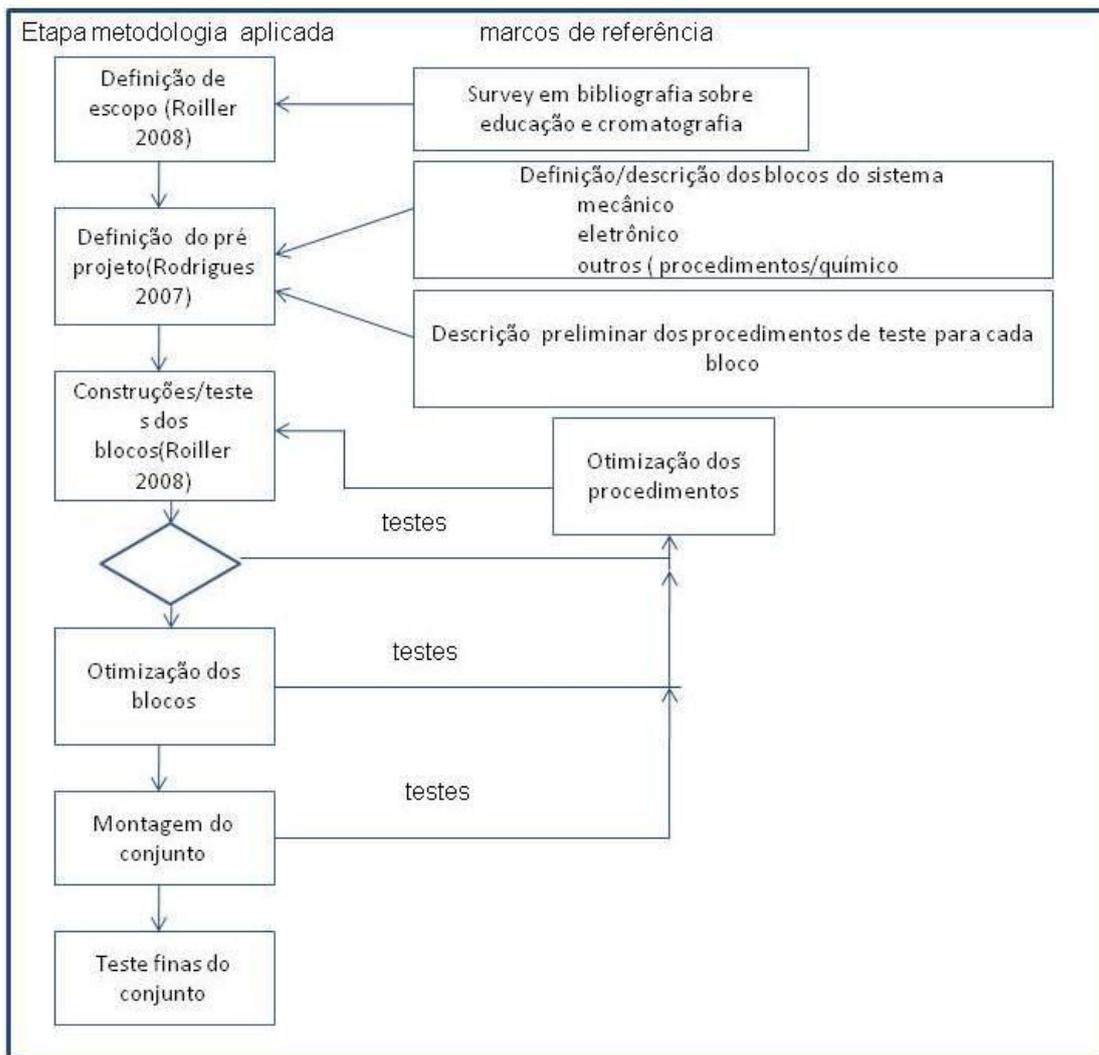


Figura 3. fluxograma de decisão adotado nessa dissertação para construção do referido protótipo [45]

Para determinar requisitos de sistema, as ferramentas são reuniões com o formato JAD (*Joint Application Development*), onde os participantes interagem livremente, e o *Design Macroergonômico* – DM formado por várias etapas:

1. Identificação do usuário e coleta organizada de informações acerca de sua demanda ergonômica;
2. Priorização dos itens de demanda ergonômica;
3. Incorporação da opinião de especialistas;
4. Listagem dos itens de *design* a serem considerados
5. Determinação da relação de força entre os itens de demanda ergonômica e os itens de *design*;
6. Tratamento ergonômico dos itens de *design*;
7. Implementação do novo *design* e acompanhamento.”

A avaliação da interface pode ocorrer por *Checklists* e “o teste com usuários deve ser executado, pois é o que têm maior capacidade de encontrar problemas.” Normalmente, 5 usuários encontram cerca de 80% dos problemas.

Quanto ao pré-projeto proposto por Pichi a lista de requisitos é composta por: “Manipulação de pequena quantidade de amostra (≤ 1 uL); Determinação com boa precisão de pequena quantidade de componentes de uma amostra; Fluxo contínuo de gás inerte, geralmente He ou H₂; Controle preciso de temperatura e perfil de temperatura; Existência de microcanal longo ou região com partículas muito pequenas, para permitir a adsorção de componentes de uma amostra.”

A maioria desses requisitos pode/deve ser considerados no desenvolvimento de um kit para microbalança de quartzo, como abordado nos aspectos teóricos.

3.2 Materiais e Métodos

Os materiais e métodos utilizados são semelhantes aos desenvolvidos por Pichi, muito embora em seu protótipo a técnica de detecção e o objetivo do kit sejam distintos. Assim, a construção de cada bloco do protótipo seguiu regras de projeto mecânico e eletrônico. As partes e peças foram construídas em bancada de laboratório, em geral eletrônica, e não necessitaram de usinagem. Os testes, tanto para os blocos como para o conjunto final, são descritos no item resultados e discussão.

O método para determinar limite de detecção do sistema foi também foi baseado no proposto por Pichi, para sensores a base de óxido de estanho. O teste em questão é como segue: “Foi montada uma câmara para a adição controlada de contaminante. A câmara consistiu em um recipiente de volume 1litro, sendo o frasco de polietileno da NALGON®, vedado por uma tampa de rosca (apresentado no anexo 2). O sensor foi colocado no centro da câmara, através da tampa por uma mangueira látex que o isolava do meio externo, evitando assim a mistura do contaminante com o meio ambiente (apresentado no anexo 3). A adição do sistema de reagente consistia na abertura da tampa injeção do reagente que estava contido na seringa, e em seguida o fechamento da tampa. O processo obtenção do reagente para inserção foi a coleta do vapor saturado de dentro do recipiente de isopropanol para injeção de vapor na câmara de teste. Cabe ressaltar que a câmara de teste sempre mantida na

temperatura ambiente. O tempo de medida variou de acordo com volume inserido na câmara e da necessidade de se obter um equilíbrio do mesmo ... usaram-se ... injeções descartáveis de polipropileno de 1, 0,5 e 0,3 ml. Os erros aproximados das injeções foram da ordem de 0,001ml”. Para os testes utilizados no presente kit o método foi adaptado pela inserção de um septo na tampa do recipiente, o que permite a injeção de reagente sem a abertura do frasco (apresentado no anexo 4).

Quanto aos reagentes, estes são ambientalmente corretos – correspondendo a compostos orgânicos em larga faixa de polaridade (n-dodecano, n-hexano, acetona, 2-propanol, etanol) - e utilizados em pequenas quantidades, podendo ser descartados sem tratamento. Apenas água destilada foi utilizada para a lavagem do material e vidraria comum de laboratório foi também empregada. As nanofibras foram providenciadas pela equipe da profa. Ana Nilde Rodrigues da Silva [46].

4. Resultados e discussão

Esse item descreve a montagem e testes do kit adsorção (para a análise de VOCs e umidade) e pesagem e, em seguida, apresenta teste do módulo de pesagem desenvolvido, porém utilizando outro sistema de aquisição de dados.

4.1 Descrição e montagem do kit

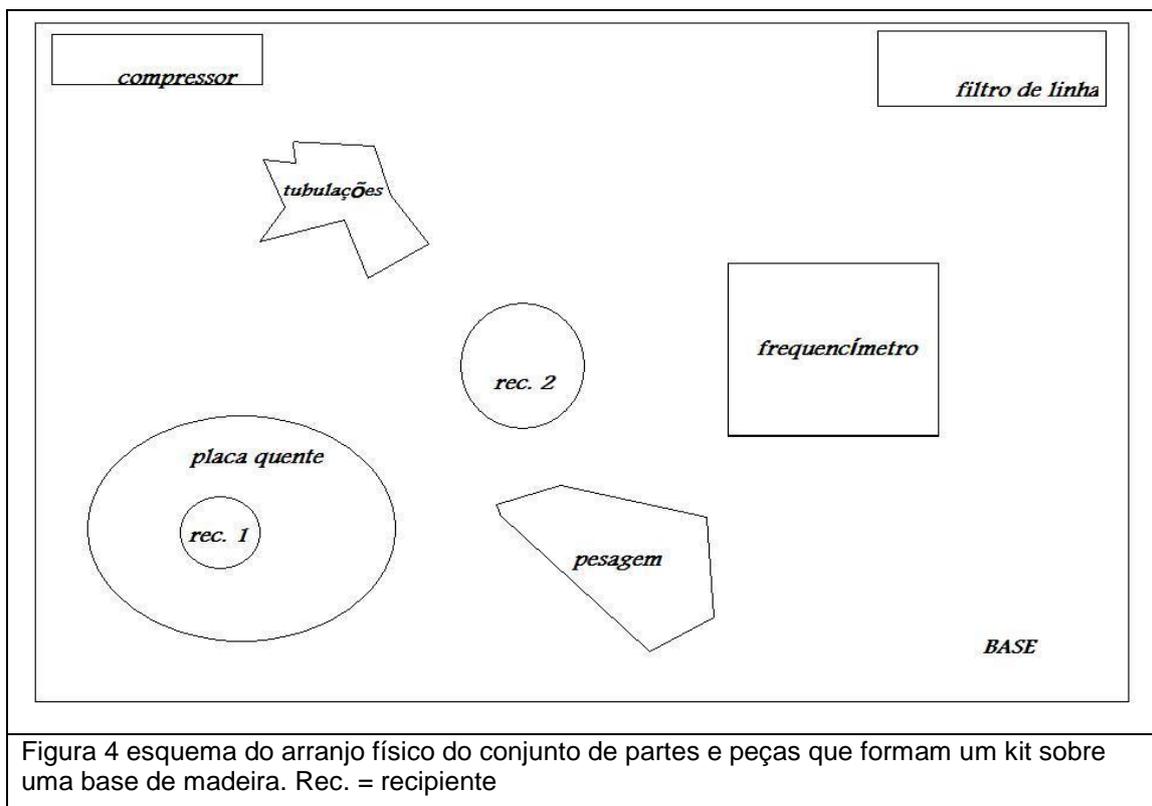
Descrição

O instrumento de teste (kit) de adsorção e pesagem é baseado em protótipo descrito anteriormente, no item aspectos teórico por Santos, Nesse protótipo, o fluxo de ar é obtido por um compressor de ar de baixa vazão, como os utilizados em aquários de 50 litros, enquanto válvulas de controle de fluxo, também comumente utilizadas em aquários, além de capilares de polietileno com diâmetro interno de 1 mm definem o caminho do fluido até a cela de QCM e após a mesma. A desvantagem das válvulas de aquário é a grande possibilidade de vazamento, e estas foram trocadas por torneiras de 3 vias - comuns em sistemas médicos, como proposto por Pichi .Estas últimas também são de baixo custo. As tubulações utilizadas para a montagem do kit são de polietileno ou silicone e podem ser facilmente adquiridas em pontos de venda de produtos para hidráulica (tubulações maiores) ou de material médico (tubulações menores) ou mesmo de material para laboratório didático (capilares), (apresentado no anexo 5).

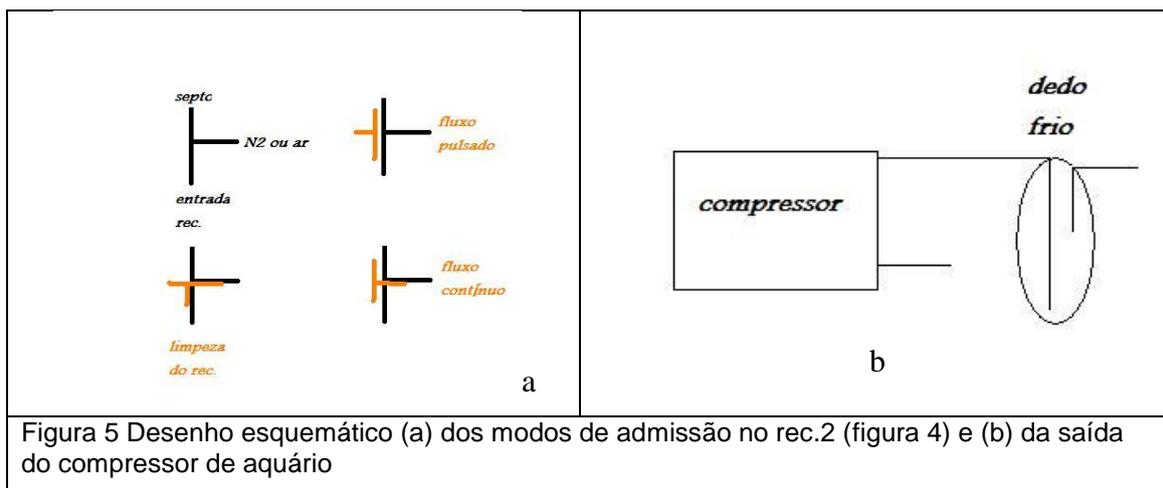
A microbalança é composta de circuito oscilador e PQC de 7,154112 MHz (KDS JAPAN) no anexo 1. O PQC é mantido em soquete dentro do recipiente onde se insere o reagente, enquanto o circuito é mantido o mais próximo possível do cristal, mas do lado de fora do recipiente. Assim, evita-se contaminação dos componentes pelos reagentes e posteriores contaminações nas medidas (apresentado no anexo 6). A variação de frequência é medida em frequencímetro (Instrutherm FD-990) acoplado a computador (apresentado no anexo 7). Essa microbalança é usada em dois recipientes distintos. O primeiro, em Nalgon® e semelhante ao usado por Pichi, é usado em temperatura ambiente e tem como função medidas de adsorção, o segundo é menor

(aproximadamente 300 ml de volume) e é usado para medidas de umidade, portanto é preenchido com água até cerca de 2/3 do volume, e então aquecido em placa quente (apresentado no anexo 8).

O conjunto é completamente desmontável e é mantido sobre base de madeira. Figura 4 apresenta esquema do arranjo físico nessa base. Fotos encontram-se no anexo 9.



As tubulações são utilizadas do modo apresentado no arranjo esquemático e saída do compressor de aquário como visto na Figura 5.

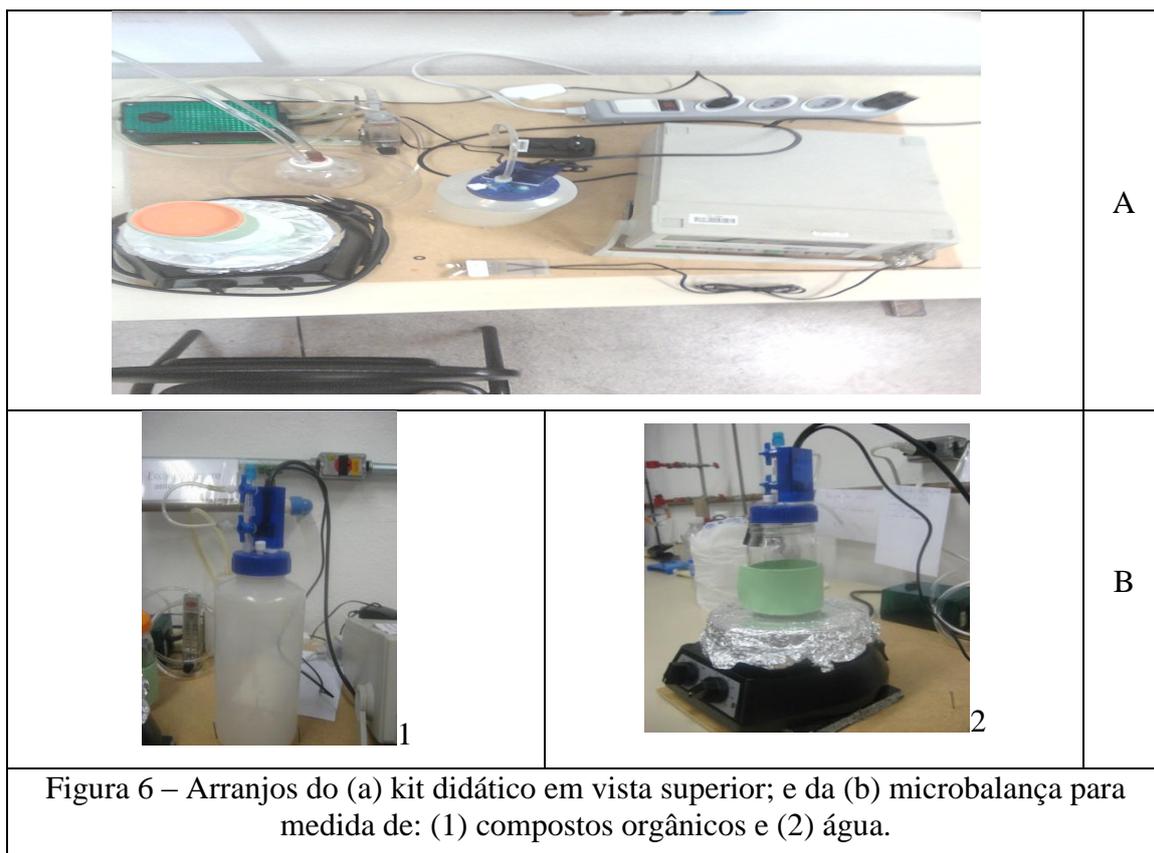


Na tampa do recipiente 2 (rec.2 na Figura 4) estão localizadas a entrada e a saída dos reagentes, em duas regiões distintas, bem como as conexões do PQC e seu respectivo circuito eletrônico. Enquanto a saída dos reagentes corresponde a um *cap* (flange cega) que pode ser aberta manualmente, a entrada corresponde a uma válvula de três vias. Assim (Figura 5), um septo permite a admissão de reagente por seringa, num modo conhecido como pulsado, uma vez que – já que o volume do recipiente é conhecido – a concentração é constante durante a medida na microbalança. Para tanto, a torneira de 3 vias deve estar posicionada para permitir acesso apenas ao septo e ao recipiente. O fluxo contínuo – que permite variação na concentração durante a medida – pode ser feito de 2 modos: com um fluxo advindo do compressor e o reagente do septo ou admitindo um fluxo previamente “contaminado” com o reagente, num modo semelhante ao da admissão de ar para limpeza do frasco. Nesses modos de admissão o *cap* de saída deve permanecer aberto para permitir a passagem do fluxo. Um “ar contaminado” pode ser obtido pelo uso de um dedo frio entre o compressor de ar e a admissão no recipiente (Figura 5b e anexo 10); portanto, um compressor de duas saídas torna fácil a escolha entre ar ou ar com reagentes. Nesse arranjo o aumento de pontos de admissão depende apenas da adição de outras válvulas de 3 vias em série com a primeira. Por fim, os testes não se restringem apenas à adição de VOCS (interesse primeiro desse kit), mas podem também utilizar outros compostos, como por exemplo, vapor de água.

Para medidas em laboratório (não utilizando o conjunto, portanto, para medidas didáticas) o ar pode ser trocado por N_2 , por tratar-se de um gás inerte onde, dependendo da fonte, a quantidade de água será bem controlada.

Quanto às medidas de umidade, a maior diferença entre os recipientes (rec. 1 na Figura 4) é o modo de admissão. Nesse último caso, a água é previamente mantida em cerca de 1/3 do volume do frasco. Pelo aquecimento em placa quente e medida da temperatura em termômetro é possível estimar a umidade relativa e verificar sua influência na microbalança. Para evitar que a temperatura do PQC varia durante a medida (este é sensível à mudança de temperatura), uma folha de papel absorvente é mantida entre o volume de água e o PQC e trocada entre medidas, caso ocorra umedecimento. Portanto, apenas vapor (e com temperatura mais próxima da ambiente) atinge o PQC. Assim, a tampa do recipiente necessita apenas da presença do PQC+circuito eletrônico e termômetro. Entre medidas a placa quente é isolada do recipiente por uma placa cerâmica, para evitar longos tempos de resfriamento. De modo semelhante, uma placa cerâmica evita o aquecimento da base do kit.

A Figura 6 apresenta vista superior do arranjo (kit) e detalhes dos dois recipientes.



Quanto ao projeto eletrônico do sistema de microbalança, manteve-se o circuito ressonante utilizado anteriormente por outros integrantes do grupo, como descrito nos aspectos teóricos. Os componentes necessários para a produção destes dispositivos são encontrados no mercado e o custo total do conjunto não ultrapassa R\$30,00. Este circuito utiliza um cristal piezelétrico de quartzo, um circuito integrado 74ls04, dois resistores de 470 Ω e um capacitor de cerâmica de 10 nF, na Figura 7 são apresentadas as ligações elétricas do circuito ressonante. Este circuito tem como saída uma onda quadrada de frequência igual à frequência de ressonância do cristal piezelétrico.

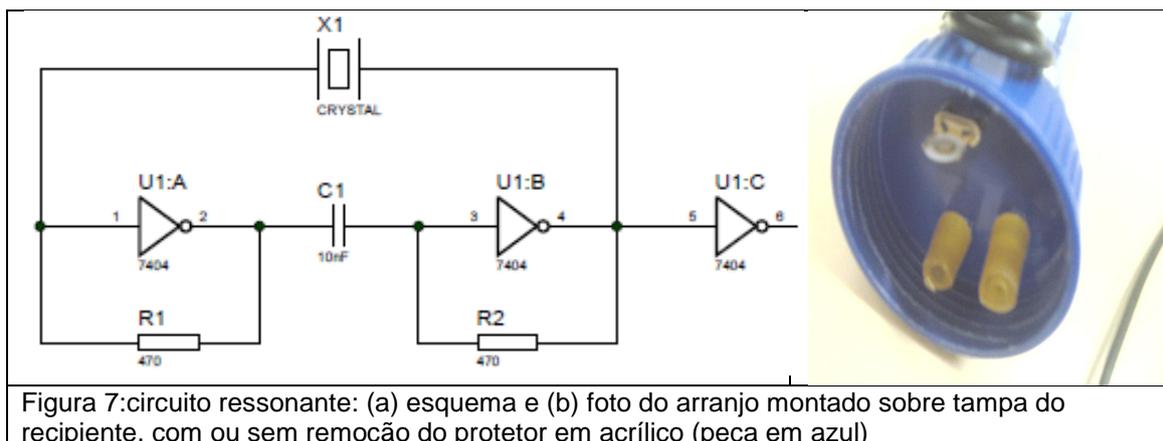


Figura 7: circuito ressonante: (a) esquema e (b) foto do arranjo montado sobre tampa do recipiente, com ou sem remoção do protetor em acrílico (peça em azul)

O módulo de pesagem é composto essencialmente por um módulo PQC+circuito eletrônico e placa de PVC para acomodação do PQC durante a medida. Essa acomodação é importante para garantir que o conjunto permaneça rígido, ou seja, que a variação dependa apenas da inserção de uma amostra ao conjunto. A idéia desse conjunto é que uma quantidade pequena de massa possa ser medida com precisão. O procedimento para esse caso é a calibração utilizando material de fácil acesso. Assim, a tara da microbalança foi feita utilizando-se pequenos pedaços de papel alumínio comercial ($27,0 \text{ g/cm}^2$, determinado com pesagem em balança analítica). A pesagem de fitas de papel alumínio de 1 cm^2 e apresentou variação de freqüência em torno de 10 Hz, suficiente para permitir uma boa medida, já que o frequencímetro determina variação de 1 Hz ,apresentado no anexo 11.

Montagem do kit

No Anexo 9 é apresentado o kit e a descrição (com fotos demonstrativas) de todas as suas partes.

Para testes prévios, o kit exige filmes adsorventes para verificar a possibilidade de medida, tanto de VOCs como de água. O filme testado previamente foi formado por nanofibras, produzidas por *electrospinning*, obtidas com dispersão de poliacrilonitrila (PAN) e partículas de amido (*Manihot esculenta Crantz*, $5\mu\text{m}$ de diâmetro) na proporção de 1:3, e eventualmente 1:1, em dimetilformamida

[46]. A deposição sobre PQC foi controlada medindo-se a variação de frequência pela existência das fibras. Para controle, fibras obtidas sem a presença de amido foram também analisadas. Por fim, filmes finos de PAN e PAN+amido também foram analisados, apenas para comparação².

Inicialmente usou-se o módulo para testes de adsorção (recipiente 2, Figura 4). Foram testados inicialmente apenas pequenos volumes de água destilada e, após tais testes, utilizaram-se compostos orgânicos em larga faixa de polaridade (ar saturado com vapor de 2-propanol, n-hexano ou água). Os compostos foram inseridos com injeção descartável de 1 ml de volume total.

Na Tabela 1, que descreve os procedimentos de adsorção usando o recipiente 2 (Figura 4) e o modo de admissão pulsado (Figura 5a); é possível observar que a maior variação percentual ocorre, como esperado, para as fibras, devido a sua maior área superficial. Além disso, a Figura 8 permite averiguar a dificuldade do sistema em recuperar seus valores originais de frequência, devido à sua boa sensibilidade. A velocidade da reação de adsorção, determinada por ajuste em computador, nas primeiras etapas tendem a ser linear, indicando que a reação é dependente da difusão, mas não após vários ciclos de exposição, muito provavelmente devido à saturação. A Figura 8 apresenta resultados típicos.

Tabela 1: Valores médios para adição de água ao compósito

Procedimento	Variação de frequência (Hz)
Deposição de fibra PAN + Amido	326
1ª Inserção vapor d'água saturado de 5mL	40
2ª Inserção de vapor d'água saturado de 5mL	35
Saturação do ambiente com liquido	23
Deposição de filme PAN + Amido	4760
Saturação do ambiente com liquido	291

² Depositado por spinning por E. R. Santos, Enga de Materiais, EPUSP

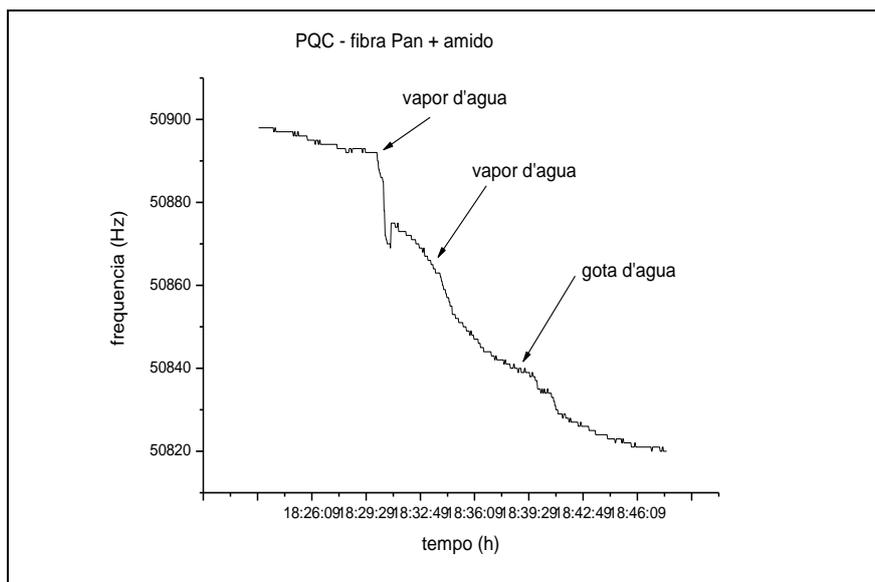


Figura 8: Gráfico típico da adição de vapor de água ao ambiente da microbalança

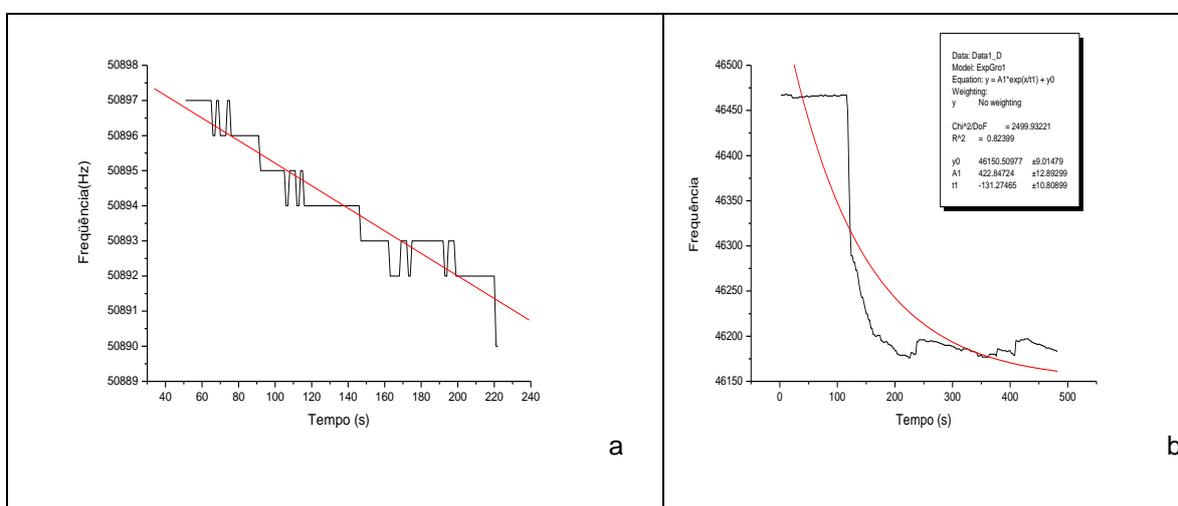


Figura 8: Ajuste em computador da velocidade após (a) um ou (b) muitos ciclos de exposição à água

Testes de reprodutibilidade nas medidas com fibra e exposição a água mostraram resultados interessantes: a injeção de água, mesmo que em pequena quantidade (10 µl), varia a frequência em cerca de 30 Hz, mas a exposição à água (recipiente 1, Figura 4) pode atingir 300 Hz, e a Figura 10 apresenta resultados típicos. Esse valor pode ser obtido várias vezes, desde que a fibra seja exposta a ambiente seco. A Tabela 2 resume a variação em frequência ocorrida pela adição de fibras ao PQC e pela posterior exposição à água. Observa-se uma melhoria na adsorção de água de 10 vezes.

Como o kit funcionou para medida de adsorção, repetiram-se os procedimentos para testes com VOCs. Os testes de nanofibras, com PAN e PAN+amido,

indicaram que tais fibras não são sensíveis à presença de VOCs; resultado distinto do obtido anteriormente com filme fino compósito formado pela mesma partícula [47]. Assim, provavelmente a partícula é totalmente envolvida pelo polímero, que não tem afinidade pelos reagentes.

Tabela 2 – Resumo dos resultados obtidos.

Amostra	ΔF adição fibra	ΔF adição água
PAN	(4e-4)	(3e-4)
PAN+amido	(4,5e-4)	(6e-3)

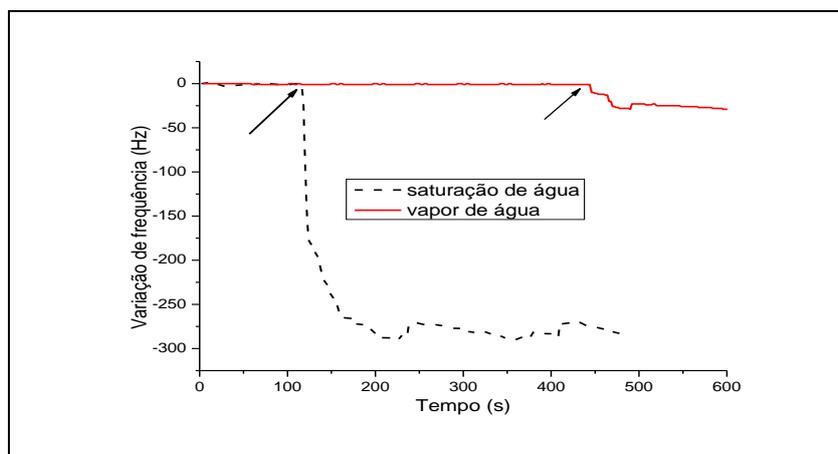


Figura 9 – Gráfico, obtido por QCM, da exposição de fibras de PAN+amido à água

Como o sistema apresentou reprodutibilidade, este foi sistematicamente utilizado pelo grupo da profa dr^a A N R da Silva, que indicou que o conjunto é útil para caracterização de fibras. No caso da medida de água, Hernandez, utilizou um sistema complexo de controle de umidade e sistema simples, baseado nesse kit, e os resultados mostraram tendências idênticas. Resultados típicos são apresentados no anexo 12.

Pesagem com outro dispositivo

O kit aqui descrito assemelha-se aos sistemas convencionais de microbalança ao fazer uso de um freqüencímetro, um equipamento caro. Assim, testou-se outra abordagem, com a medida dependendo de microcontroladores, entre outras coisas, para diminuir custo e tamanho. O projeto destes microcontroladores é parte integrante do projeto de mestrado de A. R. Leite

[48] e a seguir apresenta-se um resumo deste projeto, bem como o resultado obtido com a microbalança.

O sistema de seleção baseia-se em um CI multiplexador e a escolha da porta a ser lida é definida por 3 chaves, altera-se a entrada pela combinação de chaves. No *display* é indicado o número da entrada que está sendo analisado. Portanto o sistema construído para medida de frequência e aquisição de dados é constituído de quatro partes principais, das quais três foram produzidas em *protoboard* e em placa de circuito impresso e são (ver Figura 10): 1) Regulador de tensão; 2) Sistema de contadores; 3) Microcontrolador e multiplexador. Assim:

- 1) O regulador de tensão consiste em um circuito integrado LM7805 em conjunto com capacitores e diodo e é capaz de regular a tensão em +5 V, o que permite utilizar uma fonte externa de 8 a 30 Vcc.
- 2) No sistema de contadores foram utilizados contadores de quatro bits acionado por borda de descida.
- 3) microcontrolador tem a função de fazer o sincronismo de contagens por período de tempo, leitura das informações advindas dos contadores e envio das mesmas para o computador via canal serial 232 utilizando o CI MAX232 como interface entre o sistema montado e o computador.
- 4) O software tem como característica receber os dados enviados pela placa através do canal serial 232, fazer a gravação dos dados recebidos, correlacionar com o tempo e gravar estes em um banco de dados em ACCESS e finalmente os dados são exportados para um arquivo em EXCEL, podendo assim, ser manipulados com maior facilidade.

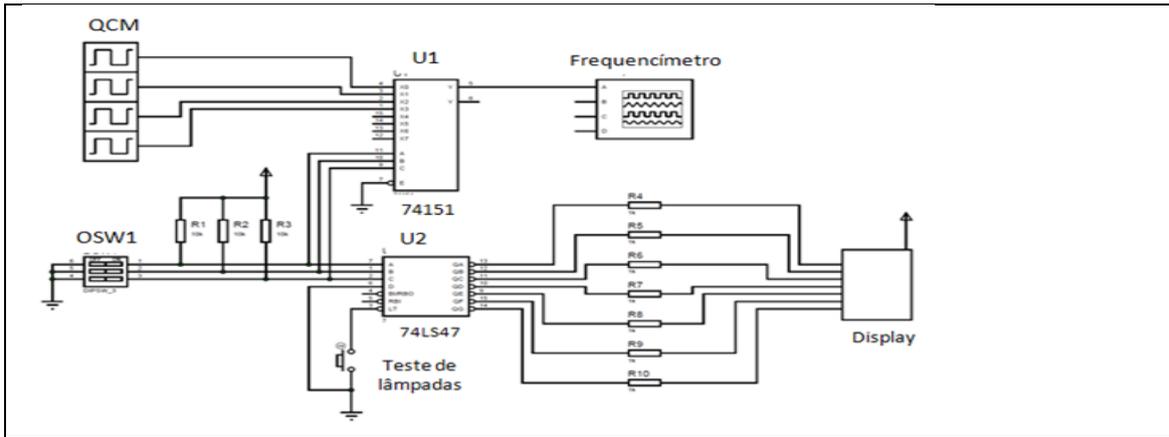


Figura 10 Esquema elétrico para seletor

O sistema demonstrou estabilidade, com uma linha de calibração linear em relação a um equipamento comercial tomado como referência, além de resolução de 2 Hz com tempo de amostragem de 1 segundo. A Figura 11 apresenta a variação de freqüência usando o sistema produzido e o comercial.

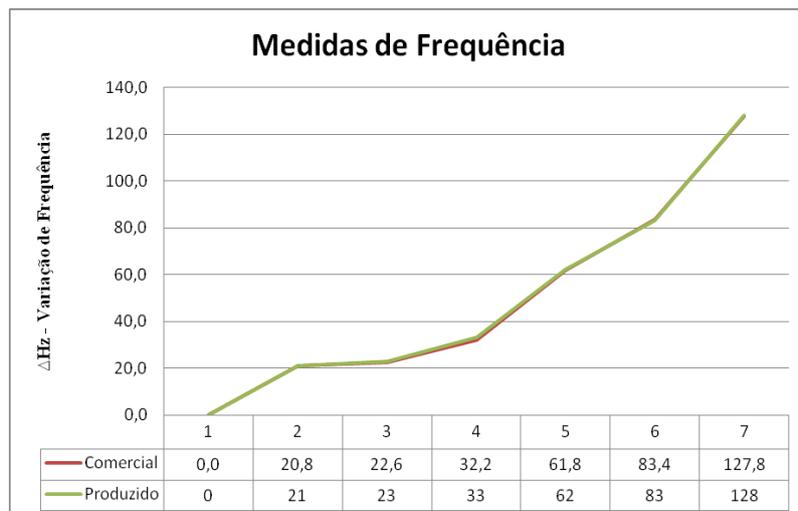


Figura 11: Variação de freqüência

Utilizando-se os quadrados de papel alumínio como pesos para avaliação da microbalança, observou-se de modo geral o sistema apresentou reprodutibilidade e sensibilidade de 10 Hz/cm² de alumínio. A microbalança foi testada para determinar sua faixa de linearidade. A maior massa detectada, cerca de dezenas de mg corresponde a cerca de 1000 Hz, enquanto 10 Hz, o menor valor obtido, corresponde ao valor de um fluido contaminado por partículas abrasivas como foi dito por Santos,. O sistema montado tem custo da ordem de R\$30,00 (lista de componentes na Tabela 3)

Tabela 3: Componentes para a produção da (a) microbalança de quartzo e (b) seletor.

a. Componente	b. Componente
1 Capacitor 1000uF x 16V	3 Resistores 10k
1 diodo 1N4007	7 Resistores 1k
1 fonte de tensão 12V x 1 ^a	3 Chaves do tipo CHC
1 multiplexador 74ls151	1 Chave push-button
1 BCD 74ls47	1 regulador de tensão 7805

Conclusão parcial

Um teste final do conjunto foi apresentá-lo no estande do MPCE durante a semana de tecnologia da FATEC. O equipamento foi bem aceito pelos visitantes e não houve dificuldade para treinamento dos alunos que atuaram como monitores (a descrição destes testes faz parte de trabalho correlato, em desenvolvimento por Sergio Ney dos Santos) foto em anexo 13.

5. CONCLUSÃO

Este trabalho apresentou um modo simples de como se entender e se pensar o ensino de alguns fenômenos, notadamente adsorção e pesagem. O kit desenvolvido e testado é de fácil construção e apresenta um único equipamento de alto custo (frequencímetro preço aproximado R\$2000 a R\$3000), o que nos levou a testar o uso de equipamento desenvolvido por A. R. Leite. Neste caso a diferença de frequência entre o frequencímetro comercial e o esperado por projeto do pesquisador é aproximadamente 1 Hz (1ppm de erro). Esse sistema é compacto e de baixo custo (valor para reprodução do protótipo da ordem de R\$ 300,00), o que significa que pode ser muito útil em ensino e em equipamentos de tamanho reduzido, como microreatores. Assim, um possível trabalho futuro é a adição do protótipo de Leite, a um kit de menor tamanho e posterior teste. Outro trabalho futuro pode ser o teste no controle de partículas em um sistema miniaturização para ensino, por exemplo, de contaminação ambiental. O controle de quatro pontos distintos selecionados através de chaveamento nos dá possibilidade de comparação e é o ponto mais forte do desenvolvimento de Leite.

O uso de nanofibras de PAN+amido é um modo barato e simples de indicar a existência de água em ar. Os bons resultados indicam o uso deste compósito na fabricação de sensores, quer seja para detecção de água quer seja para desenvolvimento de microrreatores. Contudo, não é o modo mais simples de se obter um filme adsorvente, daí a sugestão de uso de spinning da solução, não seu uso na forma de fibra. Outra hipótese é testar compostos mais simples e presentes no dia a dia, como açúcares. Este também é um trabalho futuro que se encontra em desenvolvimento por um membro do grupo.

O fato de o kit ter atraído considerável atenção na Semana de Tecnologia da Fatec também indica não só que este pode e deve ser usado no ensino como também que se deve estimular sua reprodução e aprimoramento por outros grupos de ensino.

6.Referências

- [1] RICARDO, Elio Carlos; CUSTODIO José Francisco; REZENDE JUNIOR, Mikael Frank. A tecnologia como referência dos saberes escolares: perspectivas teóricas e concepções dos professores. Rev. Bras. Ensino Fís., São Paulo, v. 29, n. 1, 2007, <http://dx.doi.org/10.1590/S180611172007000100020>.
- [2] ESTÉFANO, V, SILVA, DIRCEU DA, OLIVEIRA FERNANDA DE, MIRANDA, S, N A, CAMARGO, E P, Ensino de tecnologia no ensino fundamental: mobilização de habilidades e competências durante a aplicação do Projeto Teckids, Revista Ibero americana de Educación n.º 48/2 – 10 de enero de 2009 ISSN: 1681-5653.
- [3] CAETANO, S S, LINSINGEN I V, A noção de tecnologia nos artigos sobre a reforma do ensino profissional no brasil, Revista de Ensino de Engenharia, v. 31, n. 1, p. 53-63, 2012 – ISSN 0101-5001.
- [4] VERASZTO, Estéfano Vizconde; SILVA, Dirceu Da; SIMON, Fernanda De Oliveira. Influência da sociedade no desenvolvimento tecnológico: um estudo das concepções de graduandos brasileiros do Estado de São Paulo. **Cts**, São Paulo, v. 6, n. 17, p.179-211, 06 abr. 2011.
- [5] STRAUBE, Carmen Dolores. Efeitos da reestruturação produtiva sobre as competências necessárias aos profissionais: o caso do engenheiro químico no Brasil. 1999. Tese de Doutorado
- [6] REIS, EMERSON DOS, RIBEIRO, GIOVANI, Sinergia, Contribuição ao estudo das dimensões da criatividade e sua relação com o ensino de tecnologia São Paulo, v. 11, n. 1, p. 31-37, jan./jun. 2010
- [7] FREITAS, C C G, MAÇANEIRO, M B, KUHL, M R, SEGATTO A P, OLIVEIRA, S L D, LIMA, L F, Transferência tecnológica e inovação por meio da sustentabilidade Esterap — Rio de Janeiro 46(2): 363-84 mar./abr. 2012
- [8] VALLIM M B R, GALLO A H R, C L R, BITENCOURT, L C, incentivando carreiras na área tecnológica através da robótica educacional, cobenge, 2009, Recife, Pernambuco, artigo 694, www.abenge.org.br/CobengeAnteriores/2009/artigos/694.pdf

- [9] JÚNIOR, N M F, VASQUES, CARLA K. FRANCISCO, T H A, Robótica educacional e a produção científica na base de dados da capes Revista Electrónica de Investigación y Docência (REID), ISSN-e 1989-2446, N°. 4, 2010, págs. 35-53
- [10] SANTOS F L, NASCIMENTO, F M S., BEZERRA, ROMILDO M. S. REDUC: A Robótica Educacional como Abordagem de Baixo Custo para o Ensino de Computação em Cursos Técnicos e Tecnológicos Anais do Workshop de Informática na Escola - WIE 2012, 2012, *pag 1304 -1313* ISSN 2316-6541; <http://ceiesbc.tempsite.ws/pub/index.php/wie/article/view/2053/1815>
- [11] MIRANDA, L C, SAMPAIO, F F, BORGES, J A S, Robô Fácil: Especificação e Implementação de um Kit de Robótica para a Realidade Educacional Brasileira Revista Brasileira de Informática na Educação, Volume 18, Número 3, 2010 pag 46-58 DOI: 10.5753/RBIE. 2010.18.03.46
- [12] DUARTE, R O, FRANCISCO PEDRO, Metodologia de Ensino Orientada para Projetos e Criação de Material Didático: Um relato de caso da disciplina sistemas, processadores e periféricos – Laboratório, da Escola de Engenharia da UFMG *Do nosso Garcia* REVISTA DOCÊNCIA DO ENSINO SUPERIOR, vol 1 no. 1, 2011, artigo 20, ISSN: 2237-5864 <http://giz.lcc.ufmg.br/revista/index.php/RevistaGIZ/article/view/20>
- [13] MACÊDO, J A, DICKMAN, A G, SILVA ISABELA, Simulações computacionais como ferramentas para o ensino de conceitos básicos de Eletricidade Cad. Bras. Ens. Fís., v. 29, n. Especial 1: p. 562-613, set. 562 2012. DOI: 10.5007/2175-7941.2012v29 nesp1p562
- [14] CLAUDEMIR MURARI, Experienciando Materiais Manipulativos para o Ensino e a Aprendizagem da Matemática *boletim de educação matemática*, vol 25, no 45, 2011, p. 187-211, ISSN0103-636X, <http://www.periodicos.rc.biblioteca.unesp.br/index.php/bolema/article/viewArticle/5744>
- [15] *Zuin, V G, Freitas, Denise e de, Oliveira M R. G.*, Análise da perspectiva ciência, tecnologia e sociedade em materiais didáticos Ciências & Cognição 2008; Vol 13 (1): 56-64
- [16] ALVES; L G L, JÚNIOR J B L, experimentos de química e física para alunos do ensino médio da rede pública (experimentoteca anais do seminário

de extensão universitária - semex, v. 1, n. 1 (5), artigo 1443

<http://periodicos.uems.br/novo/index.php/semex/article/view/1443>

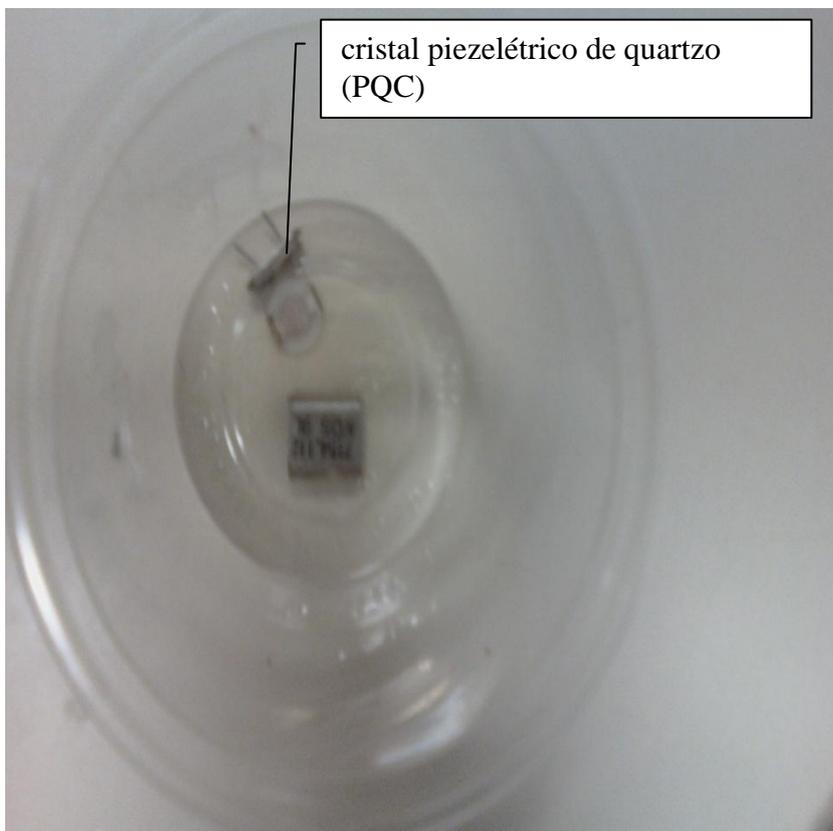
- [17] SILVA, Maria Lúcia Pereira da, FURLAN, Rogério, RAMOS, Idália
Development of Miniaturized Structures and Setups for Research and Teaching of New Concepts in Engineering In: 9th International Conference on Engineering Education, 2006, San Juan. 9th International Conference on Engineering Education. , 2006. p.1 - 5
- [18] FERREIRA, Eduardo, da Silva, M.L.P. SISTEMA ELETRÔNICO DE PRECISÃO PARA A MEDIDA DE FREQUÊNCIAS EM MICRO-BALANÇAS DE CRISTAL DE QUARTZO. Boletim Técnico da Faculdade de Tecnologia de São Paulo. , v.28, p.38 - 41, 2010
- [19] Ieiri, M. Y, BOTTEON, M. M., Hernandez, L.F., Silva, L.M., Carvalho, A.T., Silva, M.L.P. O USO DE ESTRUTURAS MINIATURIZADAS PARA ENSINO DA MODIFICAÇÃO NO FLUXO PELO PREENCHIMENTO DE CANAIS. Boletim Técnico da Faculdade de Tecnologia de São Paulo. , v.24, p.33 - 37, 2008.
- [20] BOTTEON, M. M., MARTINS, R. O, HERNANDEZ, L. F., Carvalho, R.A.M., Silva, M.L.P. Metodologia para Ensino de Membranas Seletivas: PVC e Celulose como Exemplos. Boletim Técnico da Faculdade de Tecnologia de São Paulo. , v.22, p.48 - 52, 2007.
- [21] Kameoka, E., Carvalho, A.T., Silva, M.L.P., PERES, Henrique Maldonado, Lima, R.R. SISTEMAS DE BAIXO CUSTO, PARA DETECÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS VOLÁTEIS, ÚTEIS NO ENSINO E NA PESQUISA. Boletim Técnico da Faculdade de Tecnologia de São Paulo. , v.22, p.23 - 27, 2007.
- [22] BARBOSA, Marcelo Emídio, CARVALHO, Alexsander Tressino de, SILVA, Maria Lúcia Pereira da Proposta de Protótipo para Testes de Adsorção. Boletim Técnico da Faculdade de Tecnologia de São Paulo. , 2003
- [23] JR, ARANDI GINANE BEZERRA Tecnologias livres e ensino de física: uma experiência na utfpr, xviii simpósio nacional de ensino de física – snef 2009 – vitória, es.
- [24] HAFNER, MATHEUS MINA, Utilização do kit lego como auxílio no ensino de controle e automação, xxxi encontro nacional de engenharia de produção, belo horizonte, mg, brasil, 04 a 07 de outubro de 2011

- [25] ZILLI, GUILHERME MARTIGNAGO, Desenvolvendo a educação através da robótica móvel: uma proposta pedagógica para o ensino de engenharia, cobenge 2010
- [26] DONOHUE, S.K. RICHARDS, L.G. Workshop - Elementary Engineering Education: Engineering Teaching Kits for K-5 Students. 38th ASEE/IEEE Frontiers in Education Conference Session W3B, Saratoga Springs, NY, 2008
- [27] SEVINHAGO, R.; HERDEN, A.; VALLIM, M. B. R. Análise de usabilidade do software de programação de três kits comerciais de robótica educacional. In: I ENCONTRO NACIONAL DE INFORMÁTICA E EDUCAÇÃO, Cascavel. Anais do I Encontro Nacional de Informática e Educação. Cascavel: UNIOESTE, 2009
- [28] BOESING, I.J., ROSA, J.A., JUNG, C.F., SPORKET, F. Desenvolvimento de Competências na Formação do Engenheiro de Produção: Uma Contribuição a Partir do Ensino de Física. Gestão da Produção, Operações e Sistemas – Ano 3, nº 4, 2008, p. 89-100
- [29] MELLO, VALÉRIA DE CAMPOS, Instituições e instrumentos econômicos para a administração ambiental: o regime internacional para florestas tropicais, planejamento e políticas públicas no 19 - jun de 1999, pag 71-148
- [30] MMA divulga produtos ambientalmente corretos
<http://noticias.ambientebrasil.com.br/clipping/2001/05/20/1293-mma-divulga-produtos-ambientalmente-corretos.html>
- [31] <http://www.cce.usp.br/?q=node/85>
- [32] Fabricantes se adaptam ao novo “mercado verde”
<http://www.gazetadopovo.com.br/economia/conteudo.phtml?id=806872>
- [33] MOTOROLA IMPLEMENTA O PROGRAMA AMBIENTAL ECOMOTO NA AMÉRICA LATINA <http://mediacenter.motorola.com/Content/Detail.aspx?ReleaseID=7165>
- [34] Matsuy, E. Y, de Lima, R. R., da Silva, M. L. P., Sistema de injeção contínua para detectar compostos orgânicos voláteis presentes em fase líquida. Trabalho de conclusão de curso, 2010
- [35] Kallol Pradhan and Paul F. Lyman, Growth and structure of ZnO thin films on polar ($\sqrt{3}\times\sqrt{3}$)R30° reconstructed and unreconstructed MgO(111) surfaces by atomic layer deposition, published 8 February 2013

- [36] LEONARDO FROIS HERNANDEZ, produção de filmes compósitos a partir de tetraetil-ortossilicato para aplicação em estruturas miniaturizadas e em detecção de vocs/umidade, tese, epusp, 2012, 215 pag.
- [37] A. BOUGHAROUAT, A. BELLEL, S. SAHLI, Y. SÉGUI, P. RAYNAUD, Plasma polymerization of TEOS for QCM-based VOC vapor sensing, *The European Physical Journal Applied Physics / Volume 56 / Issue 02 / 2011*, 24017-24021
- [38] GUEMART N.; BELLEL, A.; SAHLI, S.; SEGUI, Y.; RAYNAUD, P.; Electrical and structural characterisation of plasma-polymerized TEOS thin films as humidity sensors *M. J. Condensed Matter*, v. 12, n. 3 pag 208-212, 2010.
- [39] Jesus, D. P. Dissertação de mestrado, IQUSP, São Paulo, 1999
- [40] Cristina Buzea, State of the art in thin film thickness and deposition rate monitoring sensors, published 5 January 2005.
- [41] Santos L.C., *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, v. 25 (2006), n. 2, 75-81
- [42] E. S. MEDEIROS, J. E. OLIVEIRA, N. CONSOLIN-FILHO, L. G. PATERNO, L. H. C. MATTOSO, Uso de Polímeros Condutores em Sensores. Parte 2: Aplicações em Sensores, *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v.7.3 (2012)144–158.
- [43] Zheng-Ming Huang , A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites, 8 April 2003.
- [44] SOARES, L F A T, Alinhamento de Nanofibras Poliméricas, 2007
- [45] WALTER PICHÍ JUNIOR, Construção de Protótipo Para Ensino na Área Tecnológica: Cromatografia como estudo de caso, PROGRAMA DE MESTRADO EM TECNOLOGIA, Centro Paula Souza, 2011, 123 pag.
www.centropaulasouza.sp.gov.br/Posgraduacao/Trabalhos/Dissertacoes/tecnologias-ambientais/2010/walter-pichi.html
- [46] A N R DA SILVA, M L P DA SILVA, E R FACHINI, Nanofibers and thin films as a selective membrane for sensors and microTAS, *Journal of Physics: Conference Series* 421 (2013) 012013 doi: 10.1088/1742-6596/421/1/012013.
- [47] R.R. LIMA, R.A.M. CARVALHO, L.M. SILVA, E.W. SIMÕES, M.L.P. DA SILVA, Single step process for particles surface modification or thin film composite production *Sensors and Actuators B* 137 (2009) 170–179.

[48] Leite, Alisson Rodolfo, Lima, Roberto da Rocha, Construção de equipamento para testes de microbalança de quartzo, workshop de pós graduação do centro Paula Souza, www.centropaulasouza.sp.gov.br/pos-graduacao/workshop-de-pos-graduacao-e-pesquisa/anais/2011/.

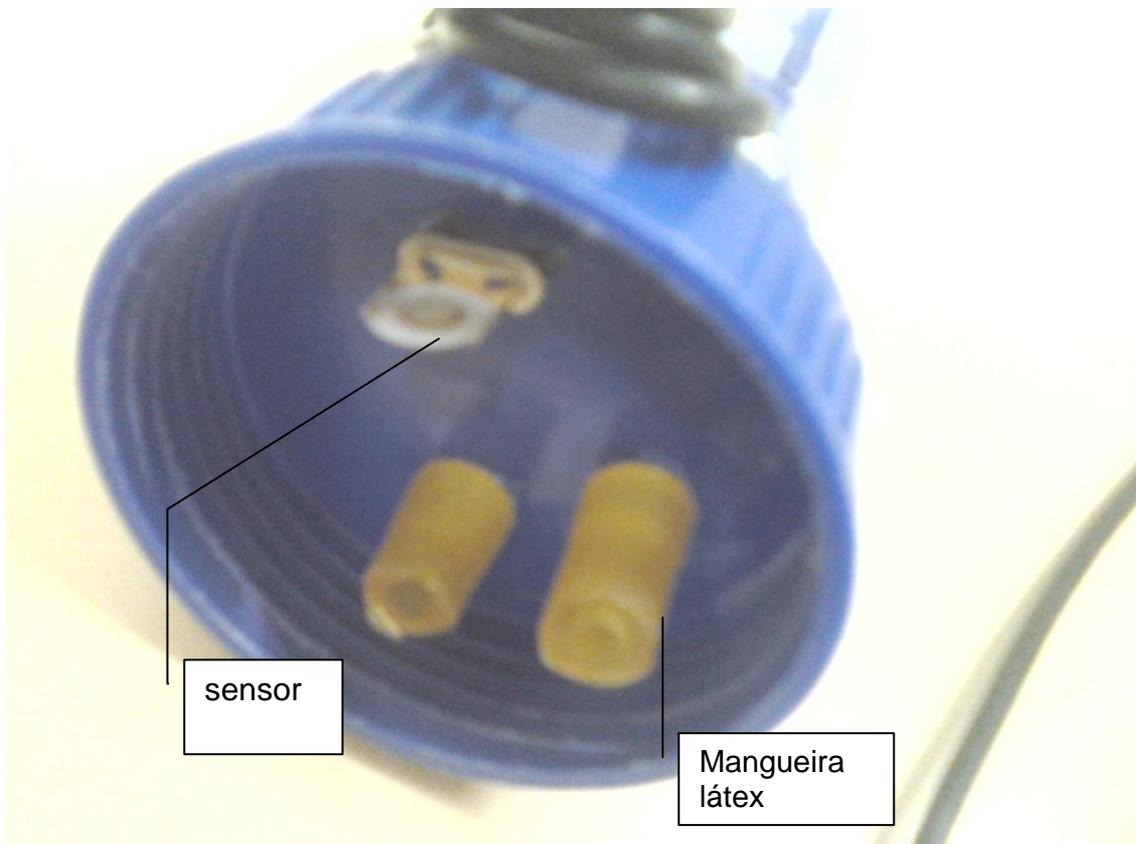
Anexo 1: cristal piezolétrico de quartzo (PQC) utilizado no kit



Anexo 2: A câmara do kit consiste em um recipiente de volume 1 litro, sendo o frasco de polietileno da NALGON®, vedado por uma tampa de rosca



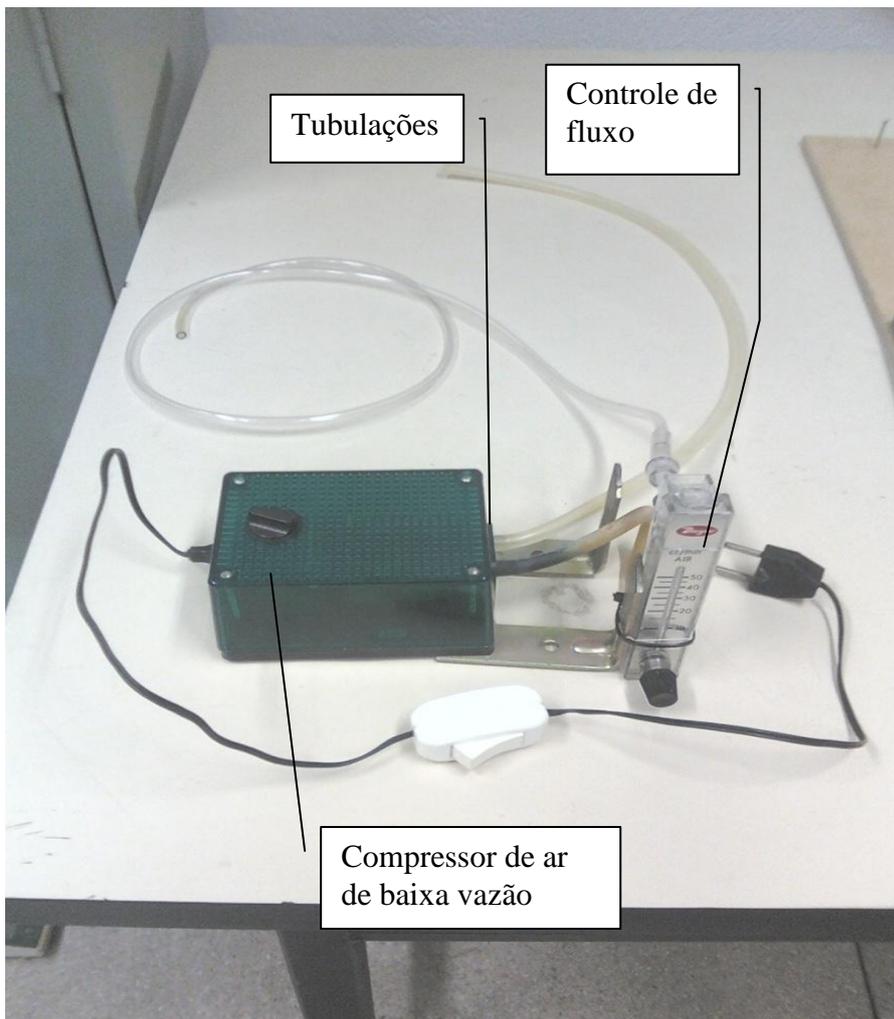
Anexo 3: PQC colocado no centro da câmara, através da tampa por conector e mangueiras de látex para septo



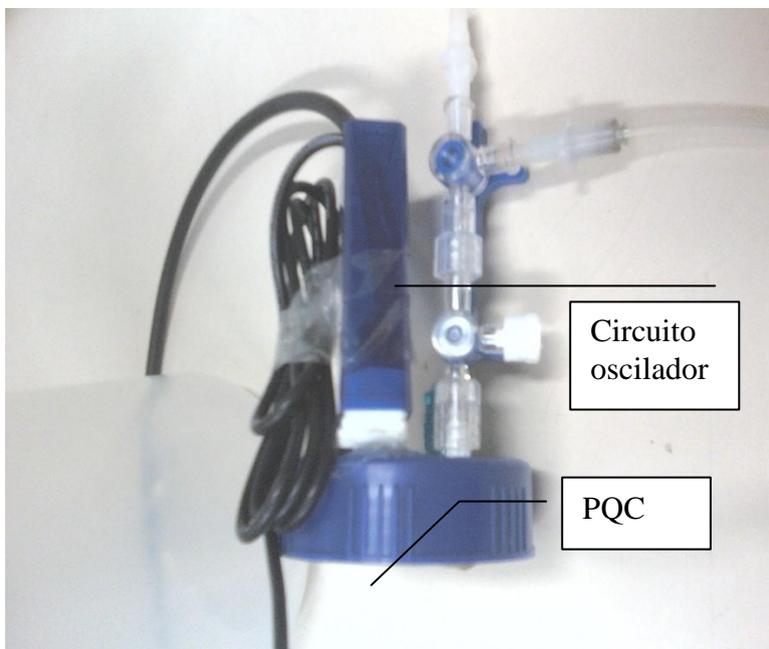
Anexo 4: inserção de um septo na tampa do recipiente, o que permite a injeção de reagente sem a abertura do frasco



Anexo 5: tubulações utilizadas para a montagem do kit são de polietileno ou silicone e o controle de fluxo é feito por rotâmetro e compressor de ar



Anexo 6: Adaptação do módulo do oscilador para evitar contaminação dos componentes elétricos pelos reagentes e posteriores contaminações nas medidas



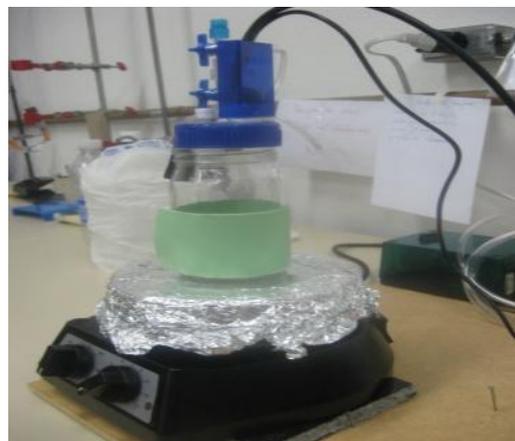
Anexo 7: frequencímetro Instrutherm FD-990, que permite acoplamento a computador



Anexo 8: Frasco Nalgon® (à esquerda) usado em temperatura ambiente em medidas de adsorção e frasco de vidro (à direita), de aproximadamente 300 ml de volume, usado para medidas de umidade quando preenchido com água até cerca de 2/3 do volume, e então aquecido em placa quente



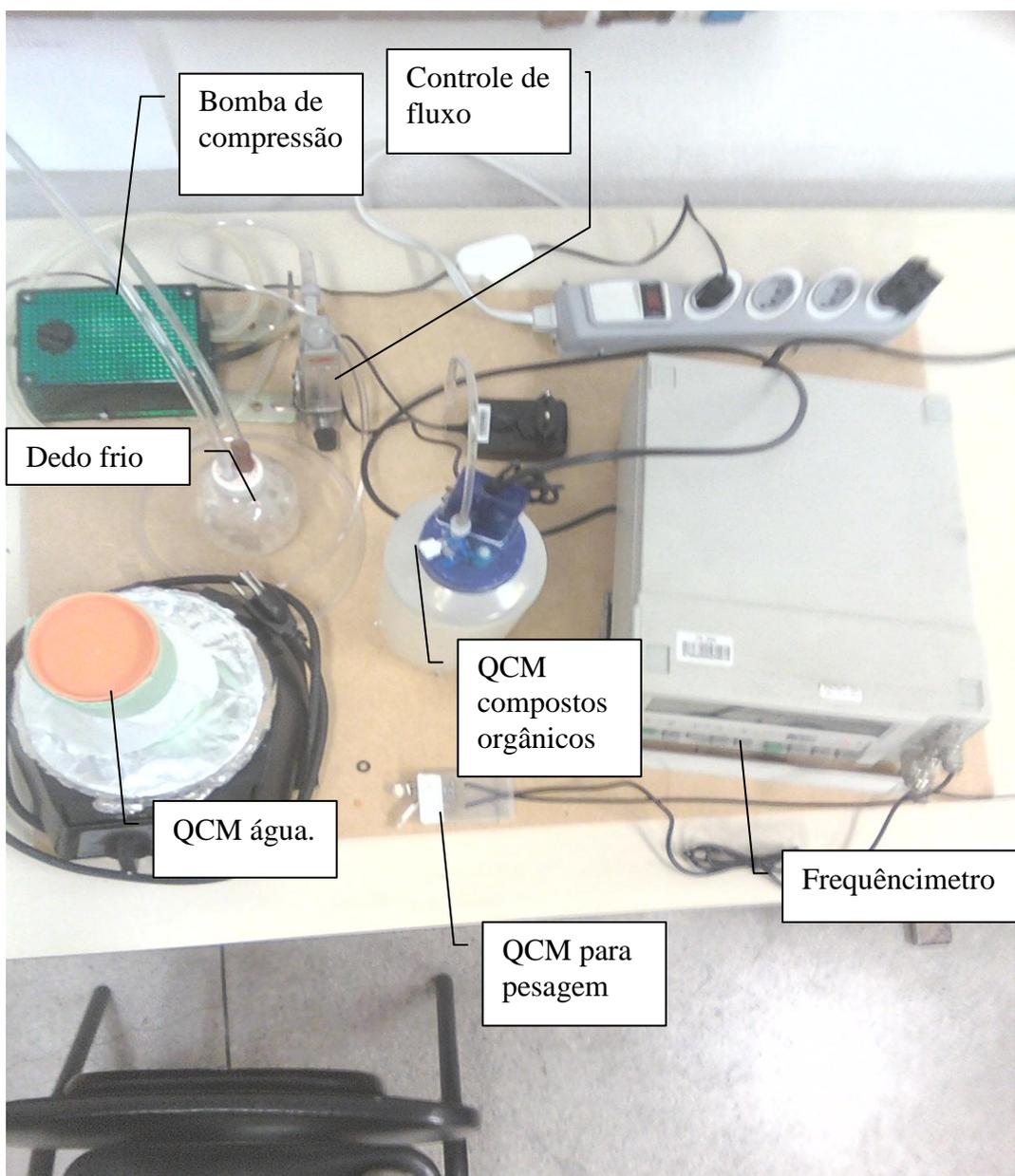
1



2

microbalança para medida de: (1) compostos orgânicos e (2) água.

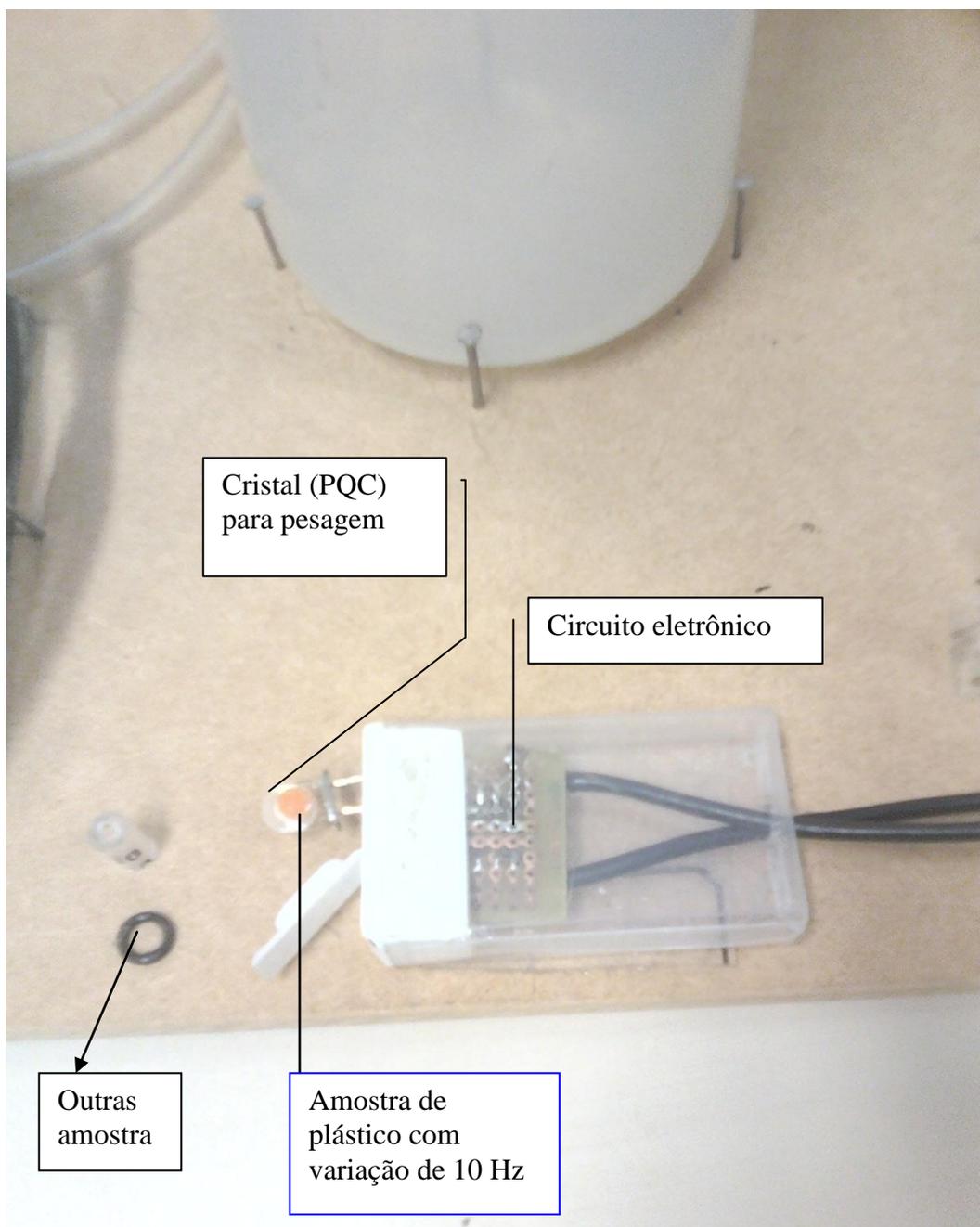
Anexo 9: conjunto completamente desmontável e é mantido sobre base de madeira.



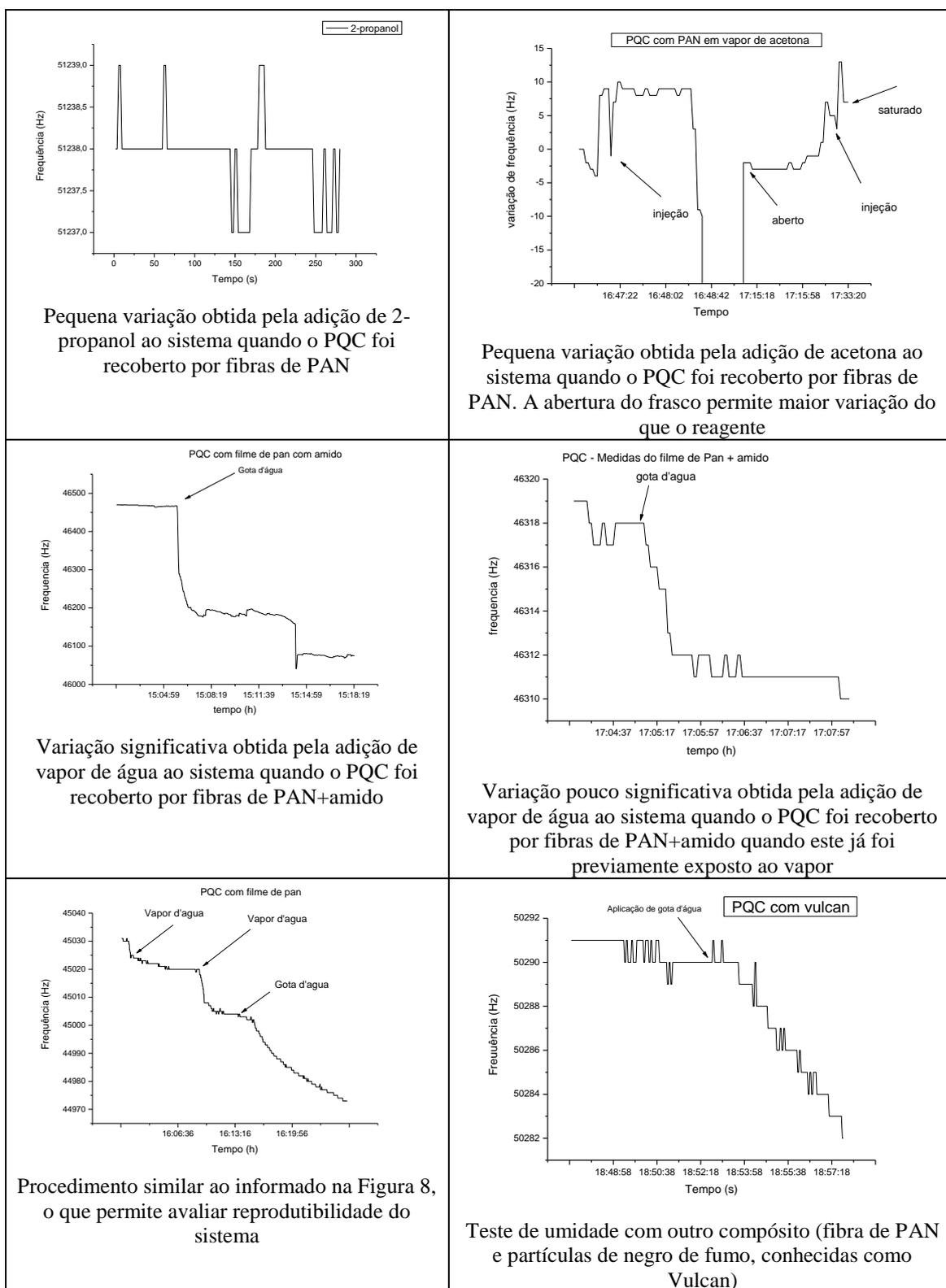
Anexo 10: dedo frio para obtenção de “ar contaminado” pelo uso de um entre o compressor de ar e a admissão no recipiente



Anexo 11: arranjo para pesagem. A tara da microbalança é feita utilizando-se pequenos pedaços de papel alumínio comercial de 1 cm²



Anexo 12: resultados típicos obtidos em medidas de adsorção



Anexo13: equipamento exposto e usado para demonstração para visitantes no 14º Congresso de Tecnologia da FATEC/SP

