

PORTFÓLIO DE SERVIÇO	
CÓDIGO	LAAIEG03
LABORATÓRIO	LAAI – LABORATÓRIO DE ANÁLISES INSTRUMENTAIS
DIVISÃO	APR – DIVISÃO DE PROPULSÃO
SUBDIRETORIA	SDEG – SUBDIRETORIA DE ENGENHARIA
DESCRIÇÃO	CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC): TEMPERATURA DE TRANSIÇÃO VÍTREA (T_g) EM POLÍMEROS, PONTO DE FUSÃO E CALOR ESPECÍFICO, ENTALPIA DE REAÇÃO. FAIXA DE OPERAÇÃO -60°C A 400°C

Descrição do STE

Na calorimetria exploratória diferencial (DSC), é medida a diferença de fluxo de calor de uma amostra em relação a um material de referência, em função da temperatura à medida que a amostra é aquecida ou resfriada. Pode-se ainda medir a variação de fluxo de calor em relação ao tempo, mantendo-se o material em temperatura isotérmica. O sinal de medição é a energia absorvida ou liberada pela amostra, com relação a uma amostra de referência, ambas mantidas nas mesmas temperaturas durante todo o ensaio.

Esta técnica permite detectar efeitos endotérmicos e exotérmicos, medir áreas dos picos relacionadas à entalpia desses eventos, determinar temperaturas que caracterizam um pico e outros efeitos, e medir o calor específico de um material sob variação de temperatura.

No LAAI, o equipamento utilizado é o Analisador Térmico DSC Q100 da TA Instruments, com faixa de operação de -60 a 400°C. Neste equipamento, o valor do fluxo de calor será obtido pela calibração realizada com um padrão metálico nas mesmas condições de análise. Havendo absorção ou liberação de calor pela amostra deve-se observar na curva DSC um pico abaixo (endotérmico) ou acima (exotérmico) da linha base, respectivamente.

A Figura 1 exemplifica um resultado de uma análise DSC para determinação da temperatura de transição vítrea (T_g) de um polímero. Nesta curva DSC, a temperatura T_g é evidenciada por um desnível endotérmico (para baixo) e determinada pela temperatura a meia altura do desnível (H).

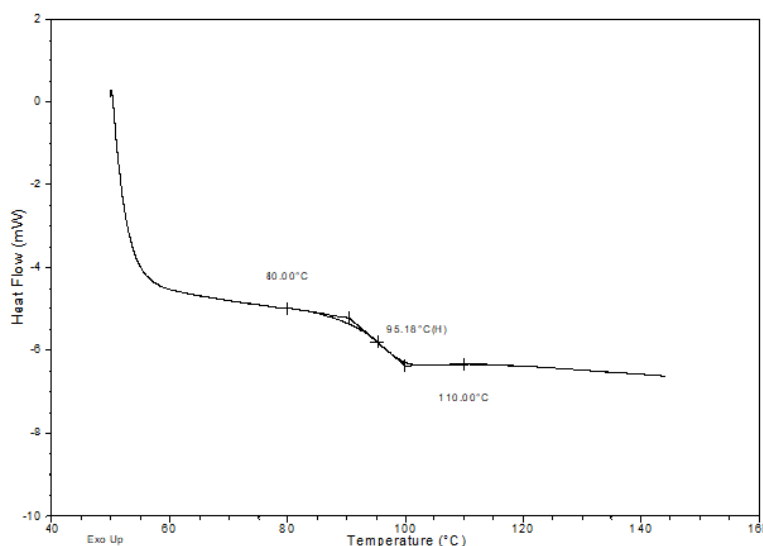


Figura 1 – Exemplo de um resultado de uma análise DSC.

Sequência ordenada de atividades e tarefas para a prestação do STE

A sequência ordenada de atividades e tarefas da ICT/IAE que serão realizadas para a prestação do serviço técnico especializado na área de calorimetria exploratória diferencial é descrito em detalhes a partir do seguinte ordenado de etapas:

- **Etapa 1. Reunião inicial com o solicitante para a definição dos parâmetros a serem utilizados nas análises e verificação da possibilidade de atendimento:** Inicialmente, por uma reunião técnica, o solicitante e a equipe da ICT definem os melhores parâmetros a serem utilizados nas análises (faixa de operação, taxa de aquecimento, tipo de panelinha, quantidade de amostra, entre outros). Reserva-se o direito à equipe da ICT de avaliar a possibilidade de atendimento diante das condições de atendimento do laboratório, concordando ou recusando as análises. Todas as etapas de análise são discutidas, definindo-se os relatórios a serem entregues, prazos, e as reuniões de acompanhamento, se assim acordados.

- **Etapa 2. Recebimento das amostras:** Após a reunião preliminar e com a definição dos parâmetros de análise, ocorre o recebimento das amostras nas condições previamente estabelecidas entre o solicitante e a equipe da ICT. As amostras são armazenadas em dessecador até a realização dos ensaios. As condições ambientais são mantidas e controladas, por meio de equipamentos de ar condicionado, desumidificador e termohigrômetro, para a manutenção da integridade das amostras.

- **Etapa 3. Calibração do equipamento Analisador Térmico nas condições definidas na reunião inicial:** Antes das análises serem realizadas, é necessário a calibração do equipamento Analisador Térmico DSC Q100 da TA Instruments nas condições previamente acordadas entre o solicitante e a equipe da ICT. Esta calibração é realizada seguindo procedimento padrão do laboratório.

- **Etapa 4. Realização das análises solicitadas:** Nesta etapa, acontece o ensaio calorimétrico exploratório diferencial propriamente dito, no qual o fluxo de calor de uma amostra e de um material de referência é medido como uma função da temperatura. As condições ambientais são mantidas e controladas, por meio de equipamentos de ar condicionado, desumidificador e termohigrômetro, para o adequado funcionamento dos equipamentos do laboratório.

- **Etapa 5. Análise dos resultados obtidos nas análises:** Uma análise minuciosa dos resultados é realizada pelo corpo de servidores da ICT após as análises calorimétricas exploratórias diferenciais. Nesta etapa, são realizados os cálculos de acordo com a análise solicitada.

- **Etapa 6. Preparação de Relatórios:** Uma vez concluídas todas as etapas anteriores, a equipe da ICT procederá a confecção do relatório acordado no início do projeto com o solicitante. Juntamente com o relatório serão entregues todas as outras informações previamente acordadas entre a equipe da ICT e o solicitante, em mídias também definidas previamente.

Pessoal envolvido para realização do STE

O pessoal da ICT necessário para a prestação da STE relacionado com a área de análise calorimétrica exploratória diferencial é o efetivo do Laboratório de Análises Instrumentais (LAAI) da Seção de Síntese e Caracterização (APR-PSC) da Divisão de Propulsão (APR) da ICT/IAE. A eles, de acordo com o Regimento Interno do Instituto de Aeronáutica e Espaço, cabe a realização de pesquisas, desenvolvimento e análises físico-químicas de caracterização de propelentes, proteções térmicas, revestimentos e/ou seus componentes.

Tabela 1 – Definição de pesquisadores envolvidos.

Serviço técnico especializado	Pesquisadores envolvidos
Calorimetria exploratória diferencial (DSC): temperatura de transição vítrea (T _g) em polímeros, ponto de fusão e calor específico, entalpia de reação. Faixa de operação -60°C a 400°C	Todo o efetivo do Laboratório de Análises Instrumentais (LAAI) da ICT/IAE. Por ser a chefe do laboratório, a servidora civil <u>Silvana Navarro Cassu</u> será incumbida de chefiar as atividades do STE em análise calorimétrica exploratória diferencial.

Tabela 2 – Número de servidores envolvidos nas etapas do STE.

Etapa 1	1 Servidor de Nível Superior
Etapa 2	1 Servidor de Nível Técnico
Etapa 3	1 Servidor de Nível Técnico
Etapa 4	1 Servidor de Nível Técnico
Etapa 5	1 Servidor de Nível Técnico
Etapa 6	1 Servidor de Nível Superior

Insumos, equipamentos e laboratórios utilizados para a realização do STE

O laboratório que será requerido é o Laboratório de Análises Instrumentais (LAAI), disponível na infraestrutura da ICT/IAE. Reforça-se que o laboratório dispõe de servidores de nível superior e de um corpo técnico preparados para a realização do serviço técnico especializado na área de análise calorimétrica exploratória diferencial.

Para a realização do STE, uma quantidade diversa de insumos é requerida de acordo com a especificidade do ensaio. No geral, são utilizados gás nitrogênio (< 5 ppm H₂O), padrões metálicos para calibração da temperatura (tais como, Índio, Zinco e Estanho), padrões para calibração do fluxo de calor (Safira), e panelinhas para amostra. Durante a fase de alinhamento de projeto, mediante intermédio de Fundação de Apoio, é acordado quais insumos deverão ser adquiridos para o atendimento completo do pedido feito pelo solicitante do ensaio.

Para a realização das análises DSC são utilizados os equipamentos a seguir: calorímetro DSC Q100 da TA Instruments, ar condicionado, termohigrômetro, balança eletrônica microanalítica, prensa para panelinhas DSC, reguladores de pressão com saída de 0-100 Kgf/cm² e mangueiras apropriadas para a faixa de pressão. O resfriamento até -60°C é realizado com o auxílio de um dispositivo eletrônico, RCS (Refrigerated Cooling System) da TA Instruments. A utilização do RCS se faz necessária mesmo em análises realizadas a partir de 30°C, pois este dispositivo assegura o controle de temperatura durante o resfriamento do equipamento. Em geral, são utilizados também instrumentos para a preparação da amostra, tais

como pinças, espátulas, alicates de corte, alicates de manuseio, tesouras, estiletes, dentre outros dependendo da especificidade da amostra. Inerentemente, são utilizados computadores, programas computacionais (software do equipamento, editor de texto e planilhas eletrônicas) para o tratamento dos resultados e para elaboração dos relatórios. São utilizados também materiais básicos de segurança do trabalho (EPI). Os equipamentos e instrumentos utilizados variam conforme a solicitação do requisitante da análise.

Cronograma de execução do STE

Utilizando como referência as etapas explicitadas acima para uma única amostra, estima-se que os tempos de execução atendam ao cronograma disposto na Tabela 3. Em caso de duplicata e triplicata, os custos da etapa 4 são multiplicados por 2 ou 3, respectivamente. Os tempos de execução de cada etapa podem variar em função da complexidade da análise a ser atendida pelo STE.

Tabela 3 – Cronograma das etapas para execução do STE.

Etapa 1	0,5 h
Etapa 2	0,5 h
Etapa 3	2 h
Etapa 4	1 h
Etapa 5	1 h
Etapa 6	2 h

Eventuais certificações e garantias dos resultados obtidos do STE

Após a realização das análises requeridas, o laboratório emitirá o relatório final de acordo com os procedimentos padronizados pelo laboratório de acordo com as normas específicas ASTM, sempre que possível.

Formação dos custos unitários/globais do STE

Para o dimensionamento dos custos, o setor administrativo da ICT/IAE será responsável por estabelecer o custo da Hora Laboratório (HL), da Hora Computador (HC) e do Homem Hora (HH) referentes a ICT/IAE. Para a HL, tem-se como composição as horas em energia, do custo de manutenção de operacionalidade do equipamento e do custo de obsolescência do equipamento diluído em horas utilizadas pelo STE. Para a HC, considera-se o custo dos programas utilizados, de sua atualização e de sua obsolescência. Para o HH, estabelecem-se os valores referentes aos custos de serviços de funcionários de Nível Superior e Nível Médio. A tabela a seguir exhibe a composição de custos com base nos valores de HL, HC e HH supracitados.

Tabela 5 – Composição de custos.

	Atividade	Qualificação	Carga Horária	Valor por Hora	Valor Total	
Mão de Obra Dedicada	Etapa 1	Nível Superior	0,5	R\$ 189,81	R\$ 94,91	
		Nível Técnico	0	R\$ 109,24	R\$ 0,00	
	Etapa 2	Nível Superior	0	R\$ 189,81	R\$ 0,00	
		Nível Técnico	0,5	R\$ 109,24	R\$ 54,62	
	Etapa 3	Nível Superior	0	R\$ 189,81	R\$ 0,00	
		Nível Técnico	2	R\$ 109,24	R\$ 218,48	
	Etapa 4	Nível Superior	0	R\$ 189,81	R\$ 0,00	
		Nível Técnico	1	R\$ 109,24	R\$ 109,24	
	Etapa 5	Nível Superior	0	R\$ 189,81	R\$ 0,00	
		Nível Técnico	1	R\$ 109,24	R\$ 109,24	
	Etapa 6	Nível Superior	2	R\$ 189,81	R\$ 379,62	
		Nível Técnico	0	R\$ 109,24	R\$ 0,00	
		SUBTOTAL	R\$ 966,11			

Equipamentos (Consumo Energético e Depreciação)									
Atividade	Tipo de Equipamento (Dedicado ou de Apoio)	Equipamento	BMP (nº de carga)	Potência do Equipamento (kW)	Tempo de Equipamento ligado (h)	Custo de Energia (R\$0,78 por kWh)	Custo de Manutenção por hora de uso (R\$/h)	Custo do Equipamento (r\$)	TEMPO DE USO (ANOS)
ENSAIO	Dedicado	DSC Q100		0,5	2	R\$0,78	11,09	540.000,00	22
	Apoio	Condicionador de ar	2135220	2	2	R\$3,12	1	4000	15
	Apoio	Datalogger		0,004	2	R\$0,01	1	3000	10
	Dedicado	Computador	670507	0,010	2	R\$0,02	1	8000	22
	Dedicado	RCS		0,4	2	R\$0,62	1	170.000,00	22
				SUBTOTAL		R\$4,55		SUBTOTAL	
CALIBRAÇÃO	Dedicado	DSC Q100		0,5	2	R\$0,78	11,09	540.000,00	22
	Dedicado	Computador	670507	0,010	2	R\$0,02	1	8000	22
	Dedicado	Datalogger		0,004	2	R\$0,01	1	3000	10
	Dedicado	Condicionador de ar	2135220	2	2	R\$3,12	1	4000	15
	Apoio	RCS		0,4	2	R\$0,62	1	170.000,00	22
				SUBTOTAL		R\$4,55		SUBTOTAL	
RELATÓRIO	Dedicado	Computador	670507	0,020	2	R\$0,03	1	8000	22
	Dedicado	Condicionador de ar	2135220	2	2	R\$3,12	1	4000	15
				SUBTOTAL		R\$3,15		SUBTOTAL	

Depreciação de Instalações							
Atividade	Tipo de Equipamento (Dedicado ou de Apoio)	Equipamento	BMP (nº de carga)	Instalação	Número / identificação do prédio	Tempo de Uso PARA A ATIVIDADE (h)	Valor Depreciado durante o tempo de uso em R\$
ENSAIO	Dedicado	DSC Q100		LAAI	E-0077	2	40,71906859
	Apoio	Condicionador de ar	2135220	LAAI	E-0077	2	0,442380004
	Apoio	Datalogger		LAAI	E-0077	2	0,497677505
	Dedicado	Computador	670507	LAAI	E-0077	2	0,603245461
	Apoio	RCS		LAAI	E-0077	2	12,81896604
	SUBTOTAL						
CALIBRAÇÃO	Dedicado	DSC Q100		LAAI	E-0077	2	40,71906859
	Apoio	Computador	670507	LAAI	E-0077	2	0,603245461
	Dedicado	Datalogger		LAAI	E-0077	2	0,497677505
	Dedicado	Condicionador de ar	2135220	LAAI	E-0077	2	0,442380004
	Apoio	RCS		LAAI	E-0077	2	12,81896604
SUBTOTAL							R\$55,08
RELATÓRIO	Dedicado	Computador	670507	LAAI	E-0077	2	0,603245461
	Dedicado	Condicionador de ar	2135220	LAAI	E-0077	2	0,442380004
SUBTOTAL							R\$1,05

Atividade	Insumos	Custo (R\$/h)	Custo por ensaio de 2h
ENSAIO	gás de purga (nitrogênio grau analítico) consumo/h	1	2
	porta amostra (US\$ 2,64)	14,26	28,52
	Subtotal	15,26	30,52
CALIBRAÇÃO	gás de purga (nitrogênio grau analítico) consumo/h	1	2
	padrão (custo/h)	0,54	0,54
	porta amostra (US\$ 2,64)	14,26	14,26
	Subtotal	15,8	16,8

Tabela 6. Valores das etapas

CÁLCULO DO VALOR FINAL ENSAIO		CÁLCULO DO VALOR CALIBRAÇÃO		CÁLCULO DO VALOR RELATÓRIO	
Mão de Obra Dedicada	RS 369,01	Mão de Obra Dedicada	RS 218,48	Mão de Obra Dedicada	RS 379,62
Consumo de energia	RS 4,45	Consumo de energia	RS 4,45	Consumo de energia	RS 3,15
Valor de insumos	RS 30,52	Valor de insumos	RS 16,80	Valor de insumos	NA
Custo manutenção DSC Q100/h (x2h)	RS 22,18	Custo manutenção DSC Q100/h (x2h)	RS 22,18	Custo manutenção DSC Q100/h (x2h)	NA
Depreciação dos Equipamentos/h (x2h)	RS 55,08	Depreciação dos Equipamentos/h (x2h)	RS 55,08	Depreciação dos Equipamentos/h (x2h)	RS 1,05
TOTAL	RS 481,24	TOTAL	RS 316,99	TOTAL	RS 383,82

Valor Total do ensaio: Valores da Tabela 5 e Tabela 6: R\$ 2.148,16

OBS: A estimativa de custo por análise foi feita considerando-se análises realizadas na faixa de temperatura de 30-300°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min. Custos de análises em condições diferentes destas serão fornecidos sob consulta.

Informações que a contratante deve apresentar para apreciação do grau de inovação do STE

De acordo com o estabelecido na Política de Inovação da ICT/IAE, a contratante deve apresentar mediante Carta ao Instituto um compêndio de informações acerca da necessidade de realização de STE e que estejam enquadrados nos objetivos da Lei de Inovação de nº 10.973/04, mais especificamente os artigos 4º, 6º, 8º, 9º e 22º, e devidamente verificados pelo Chefe da VDIR-GI. Um encaminhamento formal será enviado para a Coordenadoria de Gestão da Inovação (DCTA-CGI), para enfim serem aprovados pelo Diretor da ICT/IAE.