

CORPO DE PROVA DE RESINA EPÓXI COM PROPRIEDADES TERMOCROMÁTICAS PARA AVALIAÇÃO QUALITATIVA DO FEIXE ULTRA-SÔNICO APLICADO EM FISIOTERAPIA

Rejane Medeiros Costa

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Biomédica, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Biomédica.

Orientador(es): Wagner Coelho de Albuquerque
Pereira
Marco Antônio von Krüger

Rio de Janeiro Março de 2009

CORPO DE PROVA DE RESINA EPÓXI COM PROPRIEDADES TERMOCROMÁTICAS PARA AVALIAÇÃO QUALITATIVA DO FEIXE ULTRASÔNICO APLICADO EM FISIOTERAPIA

Rejane Medeiros Costa

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA BIOMÉDICA

Aprovada por:	
	Prof. Wagner Coelho de Albuquerque Pereira, D. Sc.
	Prof. Marco Antônio von Krüger, Ph. D.
	Prof. Roberto Macoto Ichinose, D. Sc.
	Prof. ^a Elisabeth Ermel da Costa Monteiro, D. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL MARÇO DE 2009

Costa, Rejane Medeiros

Corpo de Prova de Resina Epóxi com Propriedades Termocromáticas para Avaliação Qualitativa do Feixe Ultra-sônico Aplicado em Fisioterapia/ Rejane Medeiros Costa. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2009.

XV, 81 p.: il.; 29,7 cm.

Orientadores: Wagner Coelho de Albuquerque Pereira Marco Antônio von Krüger.

Dissertação (mestrado) — UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Biomédica, 2009.

Referências Bibliográficas: p. 69-77.

1. Corpo de Prova para Ultra-som Terapêutico. 2. Fisioterapia. 3. Cristais Líquidos Colestéricos. I. Pereira, Wagner Coelho de Albuquerque *et al.* II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Biomédica. III. Título.

DEDICATÓRIA

Dedico a meus queridos pais, meus grandes protetores e incentivadores. Sem a ajuda de vocês, eu não estaria aqui...

AGRADECIMENTOS

A Deus, primeiramente, pela minha vida e pela graça concedida.

A meus avós (in memorian), pelos ensinamentos. Quanta saudade...

A meus amados pais, William e Jocinéa, o meu reconhecimento e gratidão pela paciência, compreensão e apoio constante nesta jornada da vida. Obrigada por acreditarem em mim e me incentivarem em todos os momentos!

Ao meu amado irmão Luis Fernando, que torce por minhas conquistas e acredita em meu potencial.

A João Alfredo, meu querido namorado, que esteve ao meu lado, em todos os momentos, com palavras de apoio, compreensão e incentivo.

A meus orientadores Marco Antônio e Wagner, exímios professores, pela eterna paciência durante este tempo, por tantas ajudas em momentos de dificuldade, nunca medindo esforços para a finalização deste trabalho, me acrescentando muitos ensinamentos, não só para a vida acadêmica e profissional, mas também para a vida. "Professor, 'sois o sal da terra e a luz do mundo" (Cora Coralina). O meu muito obrigada!

À minha amiga Priscila, colega de turma na graduação de Fisioterapia, pelo incentivo para iniciar este mestrado e que por uma grande coincidência foi minha companheira nas pesquisas e medições.

A Luiz Eduardo Maggi, que se tornou um grande amigo, e sem medir esforços me auxiliou em todas as fases deste trabalho.

Aos companheiros do LUS, Thaís, Fellipe, Rodrigo, Vinícius, Isabela, Will, Lorena, Jaqueline, Júlio, Abílio, Daniel, Christiano, Kelly, Marcelo e Guillermo que tornaram os dias no laboratório mais animados.

Às amigas que fiz da turma de 2006: Bárbara, Caroline, Nadja, Camila e Patrícia pela companhia e ajuda no primeiro ano do mestrado.

À Márcia e Prof^a Elisabeth Monteiro (LAPIN /IMA) e ao prof^o Rodrigo José Correa do Laboratório de Fotoquímica (IQ) pelo apoio nas medições para a espectrofotometria, à Maycon do LTTC (COPPE), pela ajuda nas medições das propriedades térmicas e a Nelson do Laboratório de Preparação de Amostras (COPPE) pelo auxílio no corte, lixamento e polimento dos corpos de prova.

A todos os docentes do PEB que, de alguma forma, contribuíram para a minha formação acadêmica e para realização deste trabalho e aos funcionários pelo apoio técnico nesta trajetória.

Às Instituições CAPES e CNPq pelo apoio financeiro.

vii

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos

necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M. Sc.)

CORPO DE PROVA DE RESINA EPÓXI COM PROPRIEDADES

TERMOCROMÁTICAS PARA AVALIAÇÃO QUALITATIVA DO FEIXE ULTRA-

SÔNICO APLICADO EM FISIOTERAPIA

Rejane Medeiros Costa

Março/2009

Orientadores: Wagner Coelho de Albuquerque Pereira

Marco Antônio von Krüger

Programa: Engenharia Biomédica

Nas últimas décadas, o ultra-som terapêutico (UST) tem sido amplamente

utilizado em Fisioterapia, como uma das opções para o tratamento de lesões de tecidos

moles. Um de seus efeitos é a produção de calor local. No entanto, há uma dificuldade

para os profissionais realizarem verificações periódicas do desempenho do aparelho,

que, por sua vez, é agravada pela falta de métodos de calibração acessíveis. A proposta

deste trabalho é a construção de um objeto que possua propriedades termocromáticas e

que possa ser utilizado pelo profissional no local de trabalho para avaliar seu

equipamento de UST e verificar se há alguma alteração neste. O corpo de prova

desenvolvido é composto de resina epóxi e cristais colestéricos. Foi realizada a

caracterização das propriedades acústicas e térmicas do polímero puro, e deste com os

materiais termocromáticos adicionados. A utilização dos cristais colestéricos

possibilitou a visualização do campo térmico no objeto e o comportamento do feixe

ultra-sônico pela especificidade de cada tipo de cristal a uma determinada faixa de

temperatura.

viii

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the

requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

TEST OBJECT MADE OF EPOXY RESIN WITH THERMOCHROMATIC

PROPERTIES FOR QUALITATIVE EVALUATION OF ULTRASONIC BEAM

APPLIED IN PHYSIOTHERAPY

Rejane Medeiros Costa

March/2009

Advisors: Wagner Coelho de Albuquerque Pereira

Marco Antônio von Krüger

Department: Biomedical Engineering

In the last decades, ultrasound has been employed in the area of Physiotherapy

as an option for the treatment of soft tissue injuries. One of its effects is the generation

of local heat. However, it is difficult to perform periodic verifications on the equipment

performance. Moreover, the lack of accessible calibration methods intensifies the

problem. The purpose of this work is the construction of a test object with

thermochromatic properties that enables the professional to check on site his therapeutic

ultrasound equipment and detect any alterations on its performance. The test objects

consist of epoxy resin loaded with cholesteric liquid crystals. The acoustic and thermal

characterization of the pure epoxy and of the epoxy loaded with thermocromic materials

was executed. The test object developed enabled the visualization of the beam shape

and thermal field at a certain specific temperature due to the type of crystal employed.

SUMÁRIO

Capitulo 1 - Introdução	1
Capítulo II – Fundamentação Teórica	4
II.1 – Ultra-Som Terapêutico	4
II.2 – Resina epóxi	7
II.3 – Cristais líquidos colestéricos	9
Capítulo III – Revisão Bibliográfica	13
Capítulo IV - Metodologia	20
IV.1 –Elaboração dos corpos de prova	20
IV.1.1 – Protocolo de confecção dos corpos de prova	21
IV.1.2 – Tipos de corpos de prova	22
IV.2 – Caracterização das propriedades acústicas	23
IV.2.1 – Montagem experimental	23
IV.2.2 - Expressão de incertezas relacionadas aos parâmetros acústicos	28
IV.2.2.1 – Incertezas-padrão tipos A e B	29
IV.2.2.2 – Coeficientes de sensibilidade	30
IV.2.2.3 – Incerteza-padrão combinada	31
IV.2.2.4 – Incerteza-padrão expandida	31
IV.3 – Análise das propriedades térmicas	32
IV.3.1 – Protocolo de medição dos parâmetros térmicos	35
IV.4 – Imagem térmica do corpo de prova	41
IV.5 - Espectrofotometria	43
Capítulo V - Resultados	46
V.1 – Corpos de prova confeccionados	46
V.2 – Propriedades acústicas dos corpos de prova	46
V.2.1 – Estimativa das incertezas relacionadas aos parâmetros acústicos	52
V.3 – Propriedades térmicas dos corpos de prova	55
V.3.1 – Densidade	56
V.3.2 – Difusividade térmica	56
V.3.3 – Calor específico	57
V.3.4 – Condutividade térmica	57
V.4 – Imagem Térmica no corpo de prova	58
V.5 – Espectrofotometria	61

Capítulo VI - Discussão	63
Capítulo VII - Conclusão	68
Referências Bibliográficas	69
ANEXO A: Propriedades Acústicas	78
ANEXO B: Propriedades Térmicas	80
ANEXO C: Produção da Dissertação	81

LISTA DE FIGURAS

Figura II.1 – Variação da intensidade ao longo do campo acústico para uma onda
contínua. Adaptado de GOMEZ-FLORES (2006)5
Figura II.2 – Anel oxirânico7
Figura II.3 - Estrutura química do diglicidil éter de bisfenol A (DGEBA)8
Figura II.4 – Principais reações durante a cura da resina epóxi com aminas alifáticas
primária (A) e secundária (B)9
Figura II.5 – Estados sólido, líquido cristalino e líquido10
Figura II.6 – Ilustração dos tipos de cristais líquidos termotrópicos: (a) nemáticos, (b)
esméticos e (c) colestéricos. Adaptado de KHOO e WU (1993)11
Figura II.7 – Desenho esquemático da estrutura colestérica12
Figura III.1 - Esquema de uma balança de força de radiação16
Figura IV.1 – Componentes utilizados para confecção dos corpos de prova21
Figura IV.2 – Esquemas dos tipos de corpos de prova. (a) disco; (b) bloco, com a
camada central com cristais colestéricos; (c) bloco cortado para a confecção do tipo
bloco em cruz e (d) bloco em cruz, com duas áreas em planos perpendiculares com
material termo-cromático23
Figura IV.3 - Arranjo experimental para medição das propriedades acústicas do corpo
de prova por transmissão direta, usando o método de substituição24
Figura IV.4 -Esquemas de medições para a coleta dos sinais. (a) coleta-se o sinal
transmitido pela amostra de espessura "x", entre os transdutores; (b) a amostra é retirada
e coleta-se o sinal de referência, mantida a mesma distância entre os transdutores25
Figura IV.5 – Janela do programa desenvolvido em Labview 8.5 (National
Instruments)26
Figura IV.6 – Diagrama de blocos para fontes de incerteza relacionadas às propriedades
acústicas
Figura IV.7 – Curva de difusividade térmica medida segundo PARKER et al. (1961). A
difusividade é tomada como o ponto onde a temperatura adimensional é 0,534
Figura IV.8 - Degrau devido à transferência de calor por radiação entre as faces da
amostra (MASSARD, 2007)35
Figura IV.9 – Balança AM220 da Marte e dentro desta está montado o Densímetro
Sartorius VDK 01

Figura IV.10 – Componentes do Densímetro Sartorius YDK 01 e uma das amostras
utilizadas para medição
Figura IV.11 – Esquema do equipamento Netzsch Nanoflash LFA 447/138
Figura IV.12 – Equipamento Netzsch Nanoflash LFA 447/1 (indicado pela seta)39
Figura IV.13 – Suporte para as quatro amostras
Figura IV.14 – Tela de Controle do <i>Nanoflash</i>
Figura IV.15 - Definindo o tipo de material para o Nanoflash
Figura IV.16 – Equipamento de US com seu transdutor, adaptador e corpo de prova do
tipo disco utilizado para a obtenção da imagem térmica
Figura IV.17 – Transdutor com o adaptador acoplado e o corpo de prova. O espaço
entre a face do transdutor e o corpo de prova foi preenchido por água destilada a 25° . 42°
Figura IV.18 - Espectrofotômetro Shimadzu 2450 em operação no laboratório de
Fotoquímica (IQ/UFRJ)44
Figura IV.19: Amostras confeccionadas em moldes de acrílico. Estes moldes serão os
posicionadores a serem utilizados no acessório de reflectância difusa44
Figura IV.20 – Local de colocação dos posicionadores no espectrofotômetro na posição
amostra. Há uma incidência de radiação UV-visível na faixa de comprimento de onda
determinada e é feito o espectro do percentual de intensidade de radiação refletida
(%R)45
Figura $V.1$ – Corpos de prova confeccionados: (a) disco, (b) bloco e (c) bloco em cruz
46
Figura V.2 - Valores de média de atenuação da amostra 1 nas cinco semanas de
medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz.
Figura V.3 - Valores de média de atenuação da amostra 2 nas cinco semanas de
medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz
Figura V.4 - Valores de média de atenuação da amostra 3 nas cinco semanas de
medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz
Figura V.5 - Valores de média de atenuação da amostra 4 nas cinco semanas de
medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz
Figura V.6 - Valores de média de velocidade de propagação da amostra 1 nas cinco
semanas de medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz49
Figura V.7 - Valores de média de velocidade de propagação da amostra 2 nas cinco
semanas de medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz49

Figura V.8 - Valores de média de velocidade de propagação da amostra 3 nas cinco
semanas de medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz50
Figura V.9 - Valores de média de velocidade de propagação da amostra 4 nas cinco
semanas de medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz50
Figura V.10 – Variação da atenuação em função da frequência51
$Figura\ V.11-Variação\ da\ velocidade\ de\ propagação\ em\ função\ da\ frequência51$
Figura V.12 – Variação de difusividade térmica e desvio-padrão em função da
temperatura das amostras com e sem cristais colestéricos
Figura V.13 - Variação do calor específico e desvio-padrão em função da temperatura
das amostras com e sem cristais colestéricos
Figura V.14 - Variação da condutividade térmica e desvio-padrão em função da
temperatura das amostras com e sem cristais colestéricos
Figura V.15 - Imagens térmicas do feixe ultra-sônico na frequência de 1 MHz em
diferentes tempos: (a) 10 s, (b) 20 s e (c) 30 s59
Figura V.16 - Imagens térmicas do feixe ultra-sônico na freqüência de 3 MHz em
diferentes tempos: (a) 10 s, (b) 20 s e (c) 30 s59
Figura V.17 – Imagens térmicas do feixe ultra-sônico na freqüência de 1 MHz, com
intensidade nominal de $2~\mathrm{W/cm^2}$ em diferentes tempos: (a) $5~\mathrm{s}$, (b) $10~\mathrm{s}$, (c) $15~\mathrm{s}$, (d) $20~\mathrm{cm^2}$
s, (e) 25 s, (f) 30 s. Também é mostrado após o equipamento ser desligado: (g) 3 min e
30s e (h) 5 min e 30 s60
Figura V.18 – Espectro na região visível por reflectância da amostra 161
Figura V.19 – Espectro na região visível por reflectância da amostra 262
Figura V.20 – Espectro na região visível por reflectância da amostra 362

LISTA DE TABELAS

Tabela V.I. Componentes da incerteza-padrao do coefficiente de atenuação para a
amostra 1
Tabela V.2. Componentes da incerteza-padrão do coeficiente de atenuação para a
amostra 252
Tabela V.3. Componentes da incerteza-padrão do coeficiente de atenuação para a
amostra 353
Tabela V.4. Componentes da incerteza-padrão do coeficiente de atenuação para a
amostra 453
Tabela V.5. Componentes da incerteza-padrão da velocidade de propagação para a
amostra 153
Tabela V.6. Componentes da incerteza-padrão da velocidade de propagação para a
amostra 253
Tabela V.7. Componentes da incerteza-padrão da velocidade de propagação para a
amostra 354
Tabela V.8. Componentes da incerteza-padrão da velocidade de propagação para a
amostra 454
Tabela V.9. Incertezas-padrão combinadas para o coeficiente de atenuação ($\mu_c \alpha$) e para
a velocidade de propagação ($\mu_c c$) e o valor esperado para cada parâmetro e amostra54
Tabela V.10. Graus de liberdade efetivos para as estimativas de coeficiente de
atenuação e de velocidade de propagação55
Tabela V.11. Fator de abrangência para cada amostra (tabela t de Student para nível de
confiança de 95%)
Tabela V.12. Incerteza-padrão expandida levando em consideração um nível de
significância de 95%55
Tabela V.13. Valores de média de densidade obtidos nas cinco amostras (utilizando um
densímetro)56
Tabela VI.1. Valores acústicos e térmicos médios dos corpos de prova confeccionados e
dos tecidos moles humanos (BACON e SHAW, 1993)66
Tabela A.1. Média e desvio-padrão dos valores de atenuação na frequência de 0,91
MHz obtidas de cinco medições em locais distintos nas 5 amostras78
Tabela A.2. Média e desvio-padrão dos valores de atenuação na frequência de 2,01
MHz obtidas de cinco medições em locais distintos nas 5 amostras78

Tabela A.3. Média e desvio-padrão dos valores de atenuação na frequência de 4,02
MHz obtidas de cinco medições em locais distintos nas 5 amostras78
Tabela A.4. Média e desvio-padrão dos valores de velocidade de propagação na
frequência de 0,91 MHz obtidas de cinco medições em locais distintos nas cinco
amostras
Tabela A.5. Média e desvio-padrão dos valores de velocidade de propagação na
frequência de 2,01 MHz obtidas de cinco medições em locais distintos nas cinco
amostras
Tabela A.6. Média e desvio-padrão dos valores de velocidade de propagação na
frequência de 4,02 MHz obtidas de cinco medições em locais distintos nas cinco
amostras
Tabela B.1. Valores de média e desvio-padrão (dp) da difusividade térmica nas cinco
amostras nas temperaturas medidas de 25, 35 e 45°C80
Tabela B.2. Valores de média e desvio-padrão do calor específico nas cinco amostras
nas temperaturas medidas de 25, 35 e 45°C80
Tabela B.3. Valores de média e desvio-padrão (dp) da condutividade térmica nas cinco
amostras nas temperaturas medidas de 25, 35 e 45°C80

Capítulo I

Introdução

O ultra-som terapêutico (UST) é amplamente utilizado em Fisioterapia, já há algumas décadas, como uma das opções para o tratamento de tecidos moles, devido aos seus efeitos térmicos no tecido biológico. São utilizadas freqüências de radiação na faixa de 0,75 a 3 MHz. Os transdutores geralmente têm áreas da face de 2 a 4,5 cm², atuam com intensidade nominal de 0,1 a 3,00 W/cm², e possuem dois modos de operação: contínuo e pulsado.

Apesar do equipamento de UST ser portátil e apresentar um baixo custo, ainda há, entre os profissionais, incertezas tanto a respeito dos efeitos biológicos desta forma de irradiação, quanto sobre a sua melhor forma de aplicação. Isto acarreta preocupação no que concerne a sua efetividade e segurança. Uma das causas desta situação é a necessidade de realizar verificações periódicas do desempenho do aparelho que, por sua vez, é agravada pela falta de métodos de calibração acessíveis. Normalmente, os profissionais utilizam um teste qualitativo que somente demonstra se o aparelho está emitindo energia ultra-sônica.

É notória a importância de se verificar periodicamente o equipamento de UST, pois sua utilização continuada na prática clínica pode sobrecarregá-lo e/ou danificá-lo e, além disto, eventuais acidentes com o transdutor podem levar à distorção no campo de irradiação (HEKKENBERG et al., 1986). Estudos sobre a avaliação de ultra-som em Fisioterapia têm indicado que os equipamentos não estão calibrados como foi demonstrado por ISHIKAWA (2000), que, tendo por base a Norma NBR-IEC 1689 da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) (1998), verificou que nenhum dos aparelhos atendeu completamente à mesma. Além deste, outros estudos avaliaram a potência acústica e demonstraram que é bastante comum a discrepância entre a potência acústica nominal do equipamento e a medida por balança de força de radiação (PYE e MILFORD, 1994, GUIRRO et al., 1997, HEKKENBERG et al., 1986).

Além desta desinformação sobre calibração entre os profissionais de saúde, há uma carência de laboratórios capacitados para realizar a certificação total de equipamentos de UST, não existindo também uma periodicidade proposta para a

realização de tal calibração (MARTIN e FERNANDEZ, 1997, FORMIGA *et al.*, 2000, ALVARENGA *et al.*, 2005).

Frente ao exposto, torna-se necessário propor e desenvolver técnicas para avaliar com uma maior exatidão, os efeitos gerados pelo UST. Neste sentido, têm sido desenvolvidos corpos de prova, denominados *phantoms*, que mimetizam as propriedades acústicas (basicamente, velocidade de propagação e coeficiente de atenuação) e, mais recentemente, as termofísicas (difusividade térmica, condutividade térmica e calor específico) do tecido humano (MADSEN *et al.*, 1999, SATO *et al.*, 2003, BASTO, 2007, PROKOP *et al.*, 2003). Estes podem ser utilizados juntamente com sensores de temperatura, como termopares (FURTADO, 2005), ou com material termocromático, como a folha cromotérmica de cristais líquidos colestéricos, para realizar um mapeamento do feixe acústico pela geração de imagens térmicas (MARTIN e FERNANDEZ, 1997, MACEDO *et al.*, 2002, GÓMEZ, 2006). Os *phantoms* atualmente disponíveis não possuem estabilidade estrutural duradoura (prazo de validade máximo em torno de um ano) e precisam de certos cuidados em sua manipulação e armazenamento, o que nem sempre está ao alcance do profissional, sendo somente utilizados em pesquisa e laboratórios de ensaios.

O objetivo do presente trabalho consiste no desenvolvimento de um corpo de prova com propriedades termocromáticas, que possua estabilidade estrutural adequada e possa ser utilizado pelo próprio profissional de Fisioterapia, em seu local de trabalho, para uma avaliação direta da radiação gerada por transdutores ultra-sônicos de Fisioterapia, para detectar eventuais alterações no feixe ultra-sônico. Sua utilização seria uma forma de verificar o funcionamento do equipamento e detectar mudanças na uniformidade do feixe. Por esse motivo, não é imprescindível que possua as propriedades similares ao tecido biológico.

No Capítulo II são apresentados os fundamentos teóricos relacionados ao trabalho, como conceitos básicos sobre UST e seus efeitos no tecido biológico, assim como sobre resina epóxi e cristais líquidos colestéricos. O Capítulo III oferece uma revisão bibliográfica abordando o tema de UST na literatura científica e assuntos correlatos.

O Capítulo IV descreve os materiais e a metodologia utilizada para a confecção dos corpos de prova, medição das propriedades termo-acústicas, visualização da imagem térmica no corpo de prova e sua espectrofotometria.

O Capítulo V mostra os resultados experimentais, já o Capítulo VI discute os pontos relevantes do trabalho e, as conclusões estão expostas no Capítulo VII.

Capítulo II

Fundamentação Teórica

Neste capítulo são apresentados os conceitos teóricos relacionados ao trabalho: ultra-som terapêutico e seus efeitos biológicos no tecido humano, resina epóxi e cristais líquidos colestéricos.

II.1 Ultra-Som Terapêutico

O ultra-som (US) é uma forma de energia mecânica não audível que consiste em vibrações de freqüência na faixa acima de 20 kHz, e estas são capazes de se propagar em meios elásticos (gases, líquidos e sólidos) com velocidades diversas, promovendo nestes meios, alternâncias de pressão e densidade (TER HAAR, 1987).

As ondas mecânicas produzidas pelo US podem ser longitudinais ou transversais. Nas primeiras, o movimento das partículas tem a mesma direção de propagação da onda, e são estas as utilizadas nos equipamentos de ultra-som terapêutico (UST), uma vez que os tecidos moles do corpo humano podem ser considerados como um fluido. Nas ondas transversais o movimento é perpendicular à direção de propagação da onda (GUIRRO *et al.*, 1996).

O equipamento de UST consiste de duas partes funcionais: um gerador de sinal elétrico de alta freqüência e um transdutor. O transdutor possui um elemento piezoelétrico, que pode ser um cristal como o quartzo ou uma cerâmica sintética como a de PZT (titanato zirconato de chumbo). Estes materiais têm a capacidade de converter energia elétrica em mecânica e vice-versa, pelo fato de terem sido polarizados pela aplicação de um campo elétrico (WILLIANS, 1997). Essa conversão ocorre quando se submete o material piezoelétrico a um campo elétrico variável. As cargas elétricas da rede cristalina do material interagem com esse campo, produzindo um efeito de contração e expansão, denominado efeito piezoelétrico inverso. A geração de ondas mecânicas de alta freqüência no UST é produzida por este efeito inverso (NUSSBAUM, 1996).

A distribuição de energia ao longo do campo acústico não é homogênea, e possui duas áreas distintas: o campo próximo ou a zona de Fresnel, e o campo distante

ou zona de Fraunhoufer (Figura II.1). Na primeira, a intensidade de energia apresenta variações bruscas, enquanto que na segunda, a intensidade de energia decresce suavemente com a distância da fonte, tornando-se mais regular (BASSOLI, 2001). O campo próximo é o utilizado para fins terapêuticos.

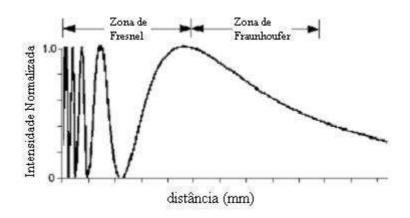


Figura II.1 – Variação da intensidade ao longo do campo acústico para uma onda contínua. Adaptado de GOMEZ-FLORES (2006).

O feixe ultra-sônico não é uniforme, mesmo estando em um meio homogêneo. Esta característica é medida em termos de Relação de Não-uniformidade do Feixe (RNF), definida como a razão entre o pico de intensidade, e a intensidade média do feixe. Este é o motivo pelo qual se preconiza a manutenção da movimentação do transdutor durante a aplicação, pois há áreas de alta intensidade, os chamados *hot spots* ou "pontos quentes".

A freqüência é o número de períodos completos da onda que passam por um determinado ponto na unidade de tempo (ciclo/s), e é expressa em hertz (Hz). As freqüências utilizadas para o tratamento ficam na faixa de 0,75 a 3 MHz, sendo mais utilizadas na prática clínica as de 1 MHz para irradiar tecidos mais profundos, e de 3 MHz, para tecidos superficiais. Atualmente tem entrado no mercado aparelhos com freqüência de 5 MHz, mas somente para aplicações na área de dermatologia.

A área de emissão da onda ultra-sônica depende do tamanho do cristal, e este é sempre menor do que o tamanho da face metálica do transdutor que o contém. A área perpendicular ao feixe por onde passa a potência emitida pelo transdutor denomina-se Área de Radiação Efetiva (ERA) (ISHIKAWA, 2000). Esta é importante na formulação da intensidade do UST, juntamente com a potência acústica. A potência é a quantidade de energia que incide em uma determinada superfície, e é expressa em watts (W). Esta

energia é dependente da frequência, amplitude, e das características do feixe de US (SPEED, 2001). Define-se por intensidade a quantidade de energia que passa através da unidade de área na unidade de tempo, e é expressa em watts por centímetro quadrado (W/cm²). Os aparelhos de UST normalmente possuem variação de 0,1 a 3,0 W/cm², mas na prática clínica não se costuma utilizar valores superiores a 2,0 W/cm². Para se obter o valor da potência ultra-sônica emitida, multiplica-se a intensidade nominal pela ERA.

Para a aplicação do UST na região de interesse, é necessário um bom acoplamento acústico entre o transdutor e o local de tratamento no paciente, devido à grande diferença de impedância entre o ar e o tecido biológico. Logo, é utilizado um agente acoplador como a água, gel ou alguns tipos de óleos, como a vaselina, para evitar bolhas de ar durante o tratamento que favoreceriam a atenuação do feixe ultra-sônico (WATSON, 2008).

A propagação das ondas ultra-sônicas (em UST) pode acontecer nos modos contínuo ou pulsado. No primeiro, o transdutor é excitado continuamente, com a conseqüente transferência desta energia para o tecido, já no modo pulsado há interrupções regulares e reguláveis na excitação do transdutor e a energia é liberada em pacotes. A escolha de um dos modos depende dos efeitos biofísicos que se deseja com o tratamento (McDIARMID e BURNS, 1987).

Tradicionalmente, as alterações fisiológicas são agrupadas em duas classes: efeitos térmicos ou efeitos mecânicos (não-térmicos). Os dois mecanismos ocorrem simultaneamente (DYSON, 1982), mas é possível potencializá-los alterando os parâmetros físicos da irradiação, como o tipo de onda utilizada, o tempo e a técnica de aplicação (DYSON, 1987).

Quando há a propagação do feixe ultra-sônico por um meio, a intensidade acústica é reduzida. Este processo é denominado atenuação, e seus principais mecanismos são: a absorção e o espalhamento. Quando o US atravessa o tecido, uma porcentagem dele é absorvida, e então há a geração de calor no local. A quantidade de absorção depende da natureza do tecido, de seu grau de vascularização e da freqüência ultra-sônica aplicada (WATSON, 2008). Tecidos com um alto conteúdo protéico absorvem US mais prontamente do que aquele com um alto conteúdo de gordura. Além disso, quanto maior a freqüência utilizada, maior é a absorção.

A queda da intensidade acústica ocorre em função do coeficiente de atenuação (α) e da profundidade (x) do tecido, como visto na equação a seguir:

$$I=I_o.e^{-2\alpha x}$$
 (Eq II.1)

onde, I é a intensidade na profundidade x (W/cm²), I_o é a intensidade na profundidade zero (W/cm²), α é o coeficiente de atenuação (dB/cm.MHz) e x é a profundidade (cm).

O efeito térmico é biologicamente significativo quando é alcançada a temperatura no tecido entre 40 e 45°C, por pelo menos 5 minutos (PRENTICE, 2002). Este aquecimento gera os seguintes efeitos no tecido biológico: alívio da dor, redução da rigidez articular por aumento da extensibilidade das fibras colágenas, aumento do fluxo sanguíneo local, redução do espasmo muscular (SPEED, 2001).

No modo pulsado, há a redução do aquecimento tecidual, potencializando assim os efeitos não-térmicos do US sobre os tecidos (DOCKER, 1987). Os efeitos mecânicos são a cavitação, correntes acústicas, ondas estacionárias e micromassagem. Estes efeitos não serão aqui tratados, pois fogem do escopo deste trabalho.

II.2 Resina Epóxi

A resina epóxi é largamente utilizada na confecção de compósitos estruturais devido às suas características de resistência química, térmica e adesiva. Além disso, por ser um polímero termorrígido, também confere estabilidade dimensional ao material (OTHMEN, 1993). Antes do processo de cura, a resina epóxi é um material em estado líquido viscoso, com baixa massa molar, e é constituído de um ou mais grupos epoxídicos, também chamado de anel oxirânico (Figura II.2), e é este anel o responsável pela "funcionalidade" da resina epóxi (DOW CHEMICAL COMPANY, 1999).

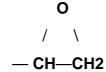


Figura II.2 - Anel oxirânico.

Entre os vários tipos de resina, a mais comum é o diglicidil éter de bisfenol A (DGEBA) (Figura II.3), derivado da reação entre bisfenol A [2, 2 - di 4 (4' -

hidroxifenil) propano] e epicloridrina (1-cloro-2,3-epóxi-propano) (GONÇALEZ, 2006).

$$H_{2}C \xrightarrow{C} C \xrightarrow{H} CH_{3} CH_{3} CH_{4} CH_{4} H CH_{4} H CH_{5} CH_{$$

Figura II.3 - Estrutura química do diglicidil éter de bisfenol A (DGEBA).

O **n** da estrutura química é o valor do grau de polimerização. Este é determinado pela razão dos reagentes. Se o valor de "n" situar-se entre 0 e 1, a resina epóxi é líquida, e quando "n" for maior que 2 a resina é sólida.

Para que a resina epóxi se torne um sólido termorrígido é necessário que ocorram mecanismos para a formação de ligações cruzadas, e este é o chamado processo de cura. Há dois principais fenômenos macroscópicos que ocorrem neste processo: a geleificação e a vitrificação (GONÇALEZ, 2006). A geleificação está relacionada com a brusca variação da viscosidade, caracterizada por uma transformação de líquido para gel, e o tempo em que ocorre esse fenômeno é conhecido como ponto gel. A vitrificação pode ou não ocorrer após a geleificação e é o processo de transformação de gel para vítreo. É nesta etapa que ocorre a densificação macromolecular pelo aumento do número de ligações cruzadas, o que leva à formação de um material insolúvel e infusível (GONÇALEZ, 2006).

Os agentes de cura, também denominados endurecedores, podem ser divididos em duas principais classes: alcalinos e ácidos. Os agentes de cura alcalinos incluem as poliaminas alifáticas primárias e secundárias, bases de Lewis, aminas e outros compostos contendo nitrogênio. Os ácidos incluem: ácidos de Lewis, fenóis, ácidos orgânicos, anidrido, ácido carboxílico e tióis (GOODMAN, 1998).

Os agentes de cura mais comuns são as poliaminas alifáticas tais como a dietileno triamina (DETA); trietileno tetramina (TETA) e trietileno pentamina (TEPA). Possuem baixa viscosidade, menor custo, cura rápida à temperatura ambiente, são rapidamente miscíveis, e proporcionam boas propriedades físicas à resina curada, incluindo excelente resistência química. Porém, possuem desvantagens quanto a alta reação exotérmica, tendo pouco tempo para o seu manuseio antes da cura, além de sua toxidade (GONÇALEZ, 2006).

A reação de cura das poliaminas alifáticas primárias e secundárias ocorre quando estas reagem através do hidrogênio ativo com o grupo epoxídico. Cada grupo de amina primária é capaz de reagir com dois grupos epoxídicos, e cada grupo de amina secundária com um grupo epoxídico. Da reação da amina primária com um grupo epoxídico forma-se uma amina secundária e esta reage com novos grupos epoxídicos (Figura II.4) (GOODMAN, 1998).

$$RNH_{2} + -CH-CH_{2} \longrightarrow RNH-CH_{2}-CH \longrightarrow (A)$$

$$RNH-CH_{2}-CH \longrightarrow + -CH-CH_{2} \longrightarrow RN$$

$$CH_{2}-CH-OH (B)$$

$$CH_{2}-CH-OH (B)$$

Figura II.4 – Principais reações durante a cura da resina epóxi com aminas alifáticas primária (A) e secundária (B).

Após a cura, a resina epóxi apresenta boa estabilidade térmica, alta resistência, baixo coeficiente de expansão, mas possui baixa resistência a impactos e à fratura devido principalmente a sua característica vítrea (GONÇALEZ, 2006).

Há estudos com a utilização de resina epóxi para a confecção de *phantoms* que mimetizem as propriedades acústicas de velocidade e atenuação do ultra-som do osso trabecular (CLARKE *et al.*, 1994) e também para aplicações como camada de retaguarda na construção de transdutores ultra-sônicos (GREWE *et al.*, 1990, NGUYEN *et al.*, 1996), mas estes assuntos não serão abordados, pois fogem do escopo deste trabalho.

II.3 Cristais Líquidos Colestéricos

A utilização de cristais líquidos em pesquisas e aplicações comerciais cresce a cada ano. São muito estudados devido às suas propriedades óticas sensíveis à temperatura, campo elétrico ou magnético e à pressão (ROLDAN, 1977). As principais áreas de aplicação são na visualização de fluxo e em estudos de transferência de calor, como também podem ser utilizados em trabalhos envolvendo a indicação de campos de temperatura e mapeamento térmico (HALLCREST, 2000).

Os cristais líquidos apresentam propriedades mecânicas e de simetria intermediária entre as fases sólida e líquida. O estado sólido possui um arranjo de moléculas rígido, e quando estas moléculas são aquecidas até o estado líquido cristalino (também denominada fase mesomórfica ou mesomórfica cristalina), o grau de orientação é um pouco menor, e se atingir o estado líquido, esse arranjo (ordem posicional e orientacional) é completamente destruído, e as moléculas não possuem mais posição e orientação fixas (MOREIRA, 2004) (Figura II.5).

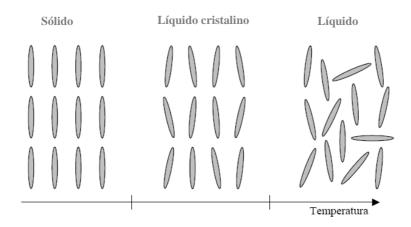


Figura II.5 – estados sólido, líquido cristalino e líquido.

Pode-se dizer que os cristais líquidos são divididos em duas principais classes: os liotrópicos e os termotrópicos. As moléculas dos liotrópicos possuem duas partes distintas: uma polar que forma a cabeça, freqüentemente iônica, e a outra apolar que forma a cauda (MOREIRA, 2004). Estes geram fase mesomórfica pela absorção de um líquido, como p. ex. sabão e detergente (ROLDAN, 1977). Os cristais líquidos termotrópicos são formados por moléculas alongadas ou discóides. Adquirem estrutura mesomórfica termicamente, como p. ex. o benzoato de colesterila (ROLDAN, 1977). Podem ser constituídos por componentes puros ou por mistura de várias substâncias mesogênicas (substâncias entre as fases sólida e líquida). Os cristais líquidos termotrópicos classsificam-se devido a sua simetria em três fases: nemática, esmética e colestérica (Figura II.6).

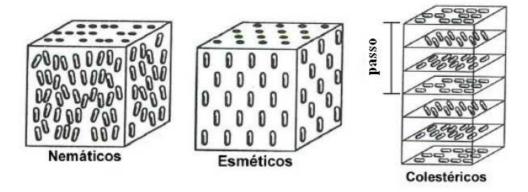


Figura II.6 – Ilustração dos tipos de cristais líquidos termotrópicos: (a) nemáticos, (b) esméticos e (c) colestéricos. Adaptado de KHOO e WU (1993).

Na mesofase nemática (Figura II.6 (a)), as moléculas possuem uma orientação quase paralela, sem a formação de camadas. Apresenta-se como um líquido fluido, menos viscoso que na fase líquida e é muito sensível à temperatura (ROLDAN, 1977).

A mesofase esmética (Figura II.6 (b)) é sempre a primeira após a fusão, se apresenta como um líquido muito viscoso e turvo. Possui uma estrutura mais ordenada, onde suas moléculas ficam paralelas formando camadas que podem deslizar umas sobre as outras, se apresentando como uma estrutura bidimensional (ROLDAN, 1977).

Por fim, há os cristais líquidos colestéricos (Figura II.6 (c)), que consistem de camadas nemáticas sobrepostas, cujos eixos direcionais formam entre si ângulos definidos, gerando superfícies helicoidais. A distância entre as duas camadas que giram em 360° corresponde ao passo (p) da estrutura periódica (MOREIRA, 2004) (Figura II.7). O passo das hélices é sensível à ação mecânica, temperatura, e campos elétricos e magnéticos. Nesta fase há uma intensa atividade ótica, reflexão seletiva de radiação visível, cujo comprimento de onda depende do passo da hélice (ROLDAN, 1977).



Figura II.7 – Desenho esquemático da estrutura colestérica. No detalhe a configuração geométrica de um cristal líquido colestérico. O passo (p) da estrutura periódica é a distância de uma volta completa da hélice. Adaptado de IRELAND e JONES (2000).

Devido a esta atividade ótica, são capazes de refletir seletivamente a luz branca incidente e gerar cores com o brilho semelhante ao da íris (MARTIN e FERNANDEZ, 1997, KHOO e WU, 1993). Essa capacidade em gerar cores é devida à distância entre as moléculas com a mesma posição após um ciclo de rotação (p), como visto nas Figuras II.6 (c) e II.7 (IRELAND e JONES, 2000). Pelo fato do comprimento de onda da luz refletida ser dependente do (p), que varia com a temperatura, pode gerar comprimentos de onda luminosa do espectro visível (CRISTOFORETTI *et al.*, 1993).

Estudos que utilizaram os cristais colestéricos para o mapeamento com UST serão abordados no próximo capítulo.

Capítulo III

Revisão Bibliográfica

Este capítulo apresenta um panorama da literatura sobre objetos similares ao que é proposto neste trabalho, assim como temas correlatos de caracterização de campos ultra-sônicos.

O UST é largamente utilizado em programas de reabilitação. Apesar disso, falta conhecimento por parte dos profissionais quanto aos seus efeitos biológicos nos tecidos, sua correta forma de aplicação, a avaliação do desempenho do aparelho, como também sobre a periodicidade com que estes equipamentos devam ser calibrados.

É importante que se proceda a verificação periódica dos equipamentos de UST, pois sua utilização continuada na prática clínica pode sobrecarregá-los e/ou danificá-los. Pequenos acidentes com o transdutor, por exemplo, podem levar à distorção no campo de irradiação (HEKKENBERG *et al.*, 1986). Com um equipamento descalibrado, pode ser gerada intensidade insuficiente, resultando em um tratamento ineficaz, ou intensidade acima da indicada, que pode ultrapassar o limiar terapêutico e causar dano tecidual. Ambas as condições são indesejáveis, tanto do ponto de vista do tratamento em si, como dos custos deste (PYE, 1996).

Alguns estudos realizaram a comparação entre a intensidade nominal indicada pelo equipamento e a medida através da balança de força de radiação (a balança fornece o valor da potência acústica, e a intensidade é a razão entre esta e a ERA), e verificaram que há uma discrepância entre estes dois valores, o que pode levar a tratamentos indesejáveis como já mencionados no parágrafo anterior (HEKKENBERG *et al.*, 1986; PYE E MILFORD, 1994; ROSS *et al.*, 1984).

GUIRRO *et al.* (1997) avaliaram a intensidade acústica de 31 equipamentos de UST em uso na cidade de Piracicaba, em São Paulo, nos modos contínuos e pulsado, na freqüência de 1 MHz e encontraram grandes discrepâncias entre a intensidade indicada no painel e a emitida pelo transdutor. Neste estudo, ainda mostrou-se que a idade do equipamento e sua freqüência de uso não influenciavam, pois alguns equipamentos mais antigos obtiveram um melhor desempenho do que os novos ou menos utilizados.

ISHIKAWA *et al.* (2002) avaliaram o desempenho em 33 equipamentos de UST novos e usados, que operavam em clínicas e hospitais do município do Rio de Janeiro,

de fabricação nacional e estrangeira. Foram analisados vários parâmetros tendo por base a Norma NBR-IEC 1689 da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) (1998): intensidade, área de radiação efetiva (ERA), freqüência, relação de não-uniformidade do feixe (RNF), intensidade máxima do feixe, tipo de feixe, forma de onda de modulação para o modo pulsátil, fator de operação e exatidão do temporizador. Verificou-se que nenhum dos aparelhos atendeu completamente à norma.

Quanto à periodicidade com que estes equipamentos devam sofrer uma calibração, não há uma padronização e nem um consenso entre os pesquisadores. KITCHEN (2003) recomenda calibração semanal, a CHARTERED SOCIETY OF PHYSIOTHERAPY (1990) de Londres recomenda inspeções semanais e calibração no mínimo mensalmente, enquanto o INSTITUTE OF PHYSICAL SCIENCES IN MEDICINE (1988) de Londres recomenda uma simples calibração semanal pelo próprio profissional e uma calibração completa a cada três meses por um físico hospitalar. REPACHOLI e BENWELL (1979) e RIVEST et al.(1987) recomendam calibração mensal dos equipamentos. PYE (1996) recomenda a calibração preferencialmente anual, no máximo a cada dois anos, utilizando balança de força de radiação calibrada conforme o National Physics Laboratory. Acrescenta ainda que o profissional deve regularmente realizar um simples teste que forneça um resultado quantitativo utilizando, por exemplo, uma balança de água ou um calorímetro para medir a saída de 1 W/cm² da onda contínua (se o equipamento for utilizado diariamente devem ser testados semanalmente) (PYE, 1996). Apesar dessas recomendações, nenhum desses trabalhos é claro no que diz respeito a que medições devem ser realizadas nessas inspeções e calibrações.

A primeira norma específica para a fisioterapia foi a IEC 150 (*Testing and Calibration of Ultrasonic Therapeutic Equipment*), publicada em 1963, relativa a medição da intensidade. Em 1996 foi substituída pela norma IEC 61689, que foi o resultado de um estudo apoiado pela Comunidade Européia, e que traz uma evolução da caracterização dos parâmetros de desempenho dos equipamentos de UST. No Brasil, foi publicada em março de 1998, pela ABNT, com a denominação NBR-IEC 1689, Ultrasom - Sistemas de Fisioterapia – Prescrições para desempenho e métodos de medição na faixa de freqüências de 0,5 MHz a 5 MHz. Recentemente, em 2007, foi publicada a segunda edição da IEC 61689 que substitui a de 1996, e realiza uma revisão técnica dos temas, principalmente da determinação da área de radiação efetiva (ERA) no intuito de melhorar sua precisão para pequenos transdutores.

A Norma relata métodos de medições e caracterização do feixe ultra-sônico. Define os parâmetros para transdutores ultra-sônicos terapêuticos como área de radiação efetiva (ERA), razão de não-uniformidade do feixe (RNF), tipo de feixe, intensidade efetiva, intensidade máxima do feixe, além de definir seus valores de segurança. Além disso, demonstra como realizar o mapeamento acústico pela técnica de varredura por hidrofone, de onde se pode determinar o valor da ERA do transdutor. No entanto, por necessitar de um tanque acústico com sistema de posicionamento, possui um alto custo, encontrando-se disponível somente em poucos laboratórios, e além de ser uma técnica demorada.

Outro instrumento que também é relatado na Norma é a balança de força de radiação, utilizada para medir a potência acústica de saída do transdutor. Pode ser utilizada tanto para ondas contínuas, quanto para pulsadas. É constituída por um recipiente preenchido com água destilada e degaseificada onde está imerso um alvo acoplado a uma balança eletrônica (Figura III.1). Coloca-se o transdutor com a face mergulhada e voltada para o alvo, alinhado a este e perpendicular ao ápice por uma garra acoplada a um suporte universal. Ao se ligar o transdutor, o alvo experimenta uma força devido ao momento associado com a onda ultra-sônica. Esta força é proporcional à potência acústica. A intensidade acústica pode ser medida dividindo-se a potência acústica pela ERA. Apesar de ser um método simples, não é um instrumento muito conhecido pelos terapeutas, sendo somente encontrado em laboratórios especializados, pois apresenta um custo elevado, dificultando assim sua utilização por parte dos profissionais de Fisioterapia (GUIRRO & SANTOS, 1997).

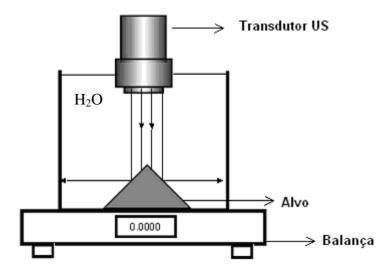


Figura III.1 - Esquema de uma balança de força de radiação. O transdutor é colocado suspenso preso a um suporte, e ao ser ligado, gera uma força que atinge o alvo e muda o seu peso aparente, e este é detectado pela balança.

Normalmente, os profissionais utilizam um teste de cavitação onde se colocam algumas gotas de água sobre a face do transdutor, ligando-o em seguida. Com este procedimento pode-se observar a formação de névoa (gotículas de água), demonstrando que o aparelho está emitindo energia ultra-sônica. Este teste, entretanto, é essencialmente qualitativo e não consegue detectar divergências entre a intensidade nominal indicada no aparelho e a que efetivamente está sendo fornecida pelo equipamento (KITCHEN, 2003), ou fornecer detalhes importantes, como por exemplo, a direção e a distribuição da intensidade do feixe.

Outra forma de se caracterizar o campo acústico proposto na literatura é o desenvolvimento de objetos, denominados *phantoms*, que mimetizem as propriedades acústicas (velocidade de propagação e coeficiente de atenuação) e termofísicas (difusividade térmica, condutividade térmica e calor específico) do tecido biológico. Isto permite que sejam realizados estudos do comportamento do feixe acústico nos tecidos como também dos efeitos do UST. Os *phantoms* podem ser à base de agar como os de MADSEN (1999), SATO *et al.* (2003) e BASTO (2007), à base de poliacrilamida, como os de PROKOP *et al.* (2003) e LAFON *et al.* (2005), entre outros. Contudo, possuem um curto prazo de estabilidade estrutural, e precisam de certos cuidados em sua manipulação e armazenamento, sendo mais utilizados para pesquisa.

Alguns métodos já foram propostos no que diz respeito a avaliação direta da distribuição do campo térmico gerado pelos equipamentos de UST. SARVAZYAN *et al.* (1985) utilizaram um cartão branco imerso em uma solução de azul de metileno, que

quando exposto à irradiação de US, em alguns minutos, já permite visualizar variações na coloração do cartão, demonstrando a não-homogeneidade do feixe ultra-sônico. Entretanto, por ter que utilizar corantes, é um método difícil para se incluir na prática clínica.

CHIN et al. (1991) utilizaram termopares imersos em um phantom mimetizador de tecido muscular composto por esferas de agar imersas em uma solução de n-propanolol e gelatina animal diluída em água, para avaliar a distribuição axial da temperatura aplicada por um UST. Seus resultados mostraram-se similares ao modelo teórico, e apenas discordavam nos valores referentes aos lóbulos laterais do feixe, apresentando-se superiores. No entanto, esta técnica é um tanto quanto complexa para ser utilizada na prática clínica, devido à utilização de muitos termopares (25 ao todo).

SHAW *et al.* (1999) utilizaram uma matriz de termopares imersa em uma gelatina animal misturada com água para avaliar a distribuição de temperatura ocasionada pelo US para diagnóstico por imagem. Seus resultados mostraram-se similares ao modelo teórico, porém os sensores utilizados possuíam uma vida útil curta. Assim como o trabalho de CHIN *et al.* (1991), é uma técnica complexa, que torna difícil a sua utilização na prática clínica.

Phantoms opticamente transparentes já foram fabricados para avaliação de danos térmicos. São compostos por poliacrilamida e misturados com proteínas, como albumina serosa bovina (LAFON et al., 2005) ou albumina de ovo (TAKEGAMI et al., 2004), que são os indicadores sensíveis à temperatura. Permitem a avaliação tridimensional do dano ocasionado pela temperatura devido a desnaturação da proteína. Entretanto, apresenta a desvantagem de ser irreversível, podendo ser utilizado somente uma única vez.

O trabalho de COOK e WERCHAN (1971) foi um dos primeiros que demonstraram a potencialidade do emprego de cristais colestéricos no mapeamento do campo ultra-sônico. Neste estudo foi colocada uma membrana contendo os cristais líquidos (folha cromotérmica) na interface ar/água em um pequeno tanque acústico para interceptar o feixe ultra-sônico, e a partir do aquecimento promovido pelo US, foi realizado o mapeamento em função da distribuição da temperatura local.

A partir deste trabalho, MARTIN e FERNANDEZ (1997) desenvolveram um método, baseado em um modelo matemático, para aumentar a sensibilidade dos cristais líquidos ao estímulo térmico do ultra-som, ao acoplar à membrana cromotérmica uma camada de poliuretano com características acústicas e térmicas que favorecessem o

aquecimento da membrana e retardassem o equilíbrio térmico. Utilizou-se um absorvedor anecóico para evitar a formação de ondas estacionárias que distorcessem o padrão térmico. A imagem de distribuição térmica era fotografada através de um espelho de mylar colocado a 45° do fundo do tanque acústico. Os autores observaram que as cores geradas na membrana pelo aquecimento, estavam relacionadas a intensidade média. Além disso, consideraram que, além da atenuação da onda ultrasônica, da condutividade térmica e da região do material com maior resposta ao estímulo térmico, a espessura do material absorvedor também influencia na resolução da imagem.

Da mesma forma MACEDO *et al.* (2002) se basearam no trabalho de MARTIN e FERNANDEZ (1997) e realizaram o mapeamento do feixe ultra-sônico de vários transdutores em vários planos perpendiculares ao seu eixo central. Acoplaram ao material cromotérmico um absorvedor constituído de um filme de poliuretano para aumentar a resolução da imagem de distribuição de intensidade no plano, pois constataram que com a irradiação direta na folha cromotérmica havia a geração de imagens pouco definidas e com um número menor de cores. Os mapas obtidos se apresentaram similares aos feitos por varredura planar com hidrofone, e permitiram a detecção da variação de intensidade que há no campo próximo. No entanto, esta técnica apresentou limitações, pois ao se colocar o absorvedor acoplado à folha cromotérmica na interface ar/água, houve a geração de ondas estacionárias pela mudança brusca de impedância entre os meios, resultando num padrão de imagens térmicas com distorções. Além disso, o campo não abrangeu uma área de queda de intensidade de – 32 dB, preconizada pela Norma NBR IEC 1689 (1998).

GÓMEZ et al. (2006) demonstraram um método para visualizar o padrão da taxa de absorção específica utilizando um *phantom* que mimetiza as propriedades acústicas dos tecidos biológicos. Neste estudo compararam a imagem térmica obtida com a incidência do feixe ultra-sônico sobre a folha de cristal líquido colestérico presa ao *phantom*, com a imagem térmica na folha sem o *phantom*. Montou-se um feixe térmico em 3D a partir dos planos obtidos a várias distâncias entre o transdutor e a folha cromotérmica, e além disso foi demonstrado que o tempo de formação da imagem na folha, depende da distância do transdutor a esta e ao meio de atenuação (*phantom* utilizado) (GÓMEZ et al., 2006).

A presente dissertação propõe um corpo de prova que não possui propriedades acústicas similares aos tecidos biológicos. Foi dada prioridade para a obtenção de um

objeto estruturalmente rígido, estável, de fácil manuseio e reutilizável. Isso pôde ser obtido usando-se um polímero termorrígido (resina) transparente com camada interna de material termocromático (reversível), onde se forma a imagem do campo térmico dentro do espectro visível, podendo ser fotografada ou filmada por câmeras comuns.

Capítulo IV

Metodologia

Este capítulo se divide nos seguintes tópicos: confecção das amostras, avaliação das propriedades acústicas e térmicas, obtenção da imagem térmica do corpo de prova e análise por espectrofotometria.

IV.1 Elaboração dos corpos de prova

Para a confecção das amostras buscou-se um material com estabilidade estrutural de longo prazo e transparência suficiente para uma boa visualização da mudança de cor do material termocromático, quando do aquecimento por US. O polímero escolhido foi a resina epóxi, pois é muito utilizada para a confecção de compósitos estruturais devido às suas características de resistência química, térmica e adesiva. Além disso, antes do processo de cura, é um material líquido viscoso, o que favorece a mistura com o material termo-cromático e permite a confecção em vários tamanhos e formas.

Os corpos de prova desenvolvidos possuem os seguintes componentes (Figura IV.1):

- (a) resina epóxi em especificação incolor (Araldite[®] GY 257);
- (b) seu respectivo agente de cura (Aradur[®] 2963);
- (c) cristais colestéricos em pó (ChromaZone[®]) cores azul (31°C) e vermelha (47°C).

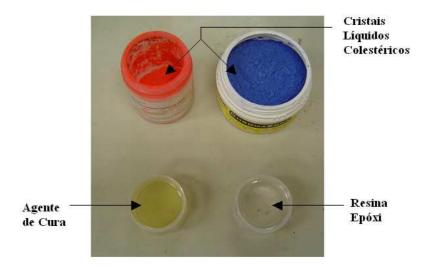


Figura IV.1 – Componentes utilizados para confecção dos corpos de prova.

IV.1.1 Protocolo de confecção dos corpos de prova

Os equipamentos e materiais utilizados para a confecção dos corpos de prova foram os seguintes:

- Balança Helmac (HM3300) resolução de 0,01 g;
- Bomba vácuo Ind. Mec. Primer Ltda. (Modelo 166, marca 104N 1016);
- Desmoldante AR 120 (ARALTEC Prod. Químicos Ltda);
- Moldes de acrílico e de vidro de variadas dimensões:
- bastão de vidro:
- Placa de vidro;
- Peneira do tipo comercial com abertura retangular de 0,20 x 0,08 mm.

A confecção dos corpos de prova é iniciada pela mistura do agente de cura com os materiais termocromáticos. Essa mistura é peneirada para que não forme grumos após a cura. Em seguida, é adicionada a resina epóxi, e colocada por aproximadamente 20 minutos na bomba de vácuo, para a retirada de bolhas.

As proporções de resina e endurecedor utilizadas são as especificadas pelo fabricante, de 100:48. Já para o material termocromático foi utilizado um percentual em massa 0,8% em relação a resina epóxi pura para cada tipo utilizado.

Foram também confeccionadas amostras sem o material termocromático, para avaliação das propriedades termo-acústicas da resina epóxi pura, como também para a

confecção das camadas dos corpos de prova tipo bloco, que será explicado no tópico seguinte ("tipos de corpos de prova"). É realizada a mistura da resina epóxi com o seu endurecedor, e após isso é colocada no vácuo. O processo final é o mesmo para os dois tipos, como relatado a seguir.

Após o procedimento de retirada de bolhas, a mistura é vertida em um molde já revestido por três camadas de desmoldante (conforme especificado pelo fabricante) para iniciar o processo de cura da resina, e este é colocado em uma superfície nivelada de vidro para que as bases fiquem paralelas. O processo de cura é realizado em temperatura ambiente.

IV.1.2 Tipos de corpos de prova

Durante o estudo foram confeccionados basicamente três tipos:

- a) corpo de prova do tipo disco (1 camada): Feito em duas especificações (i) resina epóxi pura, adicionada apenas de seu agente de cura e (ii) resina epóxi + agente de cura + cristais colestéricos (Figura IV.2 (a)).
- b) corpo de prova tipo bloco (3 camadas): (Figura IV.2 (b))
- ► 1ª camada resina epóxi pura + agente de cura
- ≥ 2ª camada resina epóxi pura + agente de cura + cristais colestéricos
- ➤ 3ª camada resina epóxi pura + agente de cura.
- c) corpo de prova do tipo bloco (em cruz):
- ► 1ª camada resina epóxi pura + agente de cura
- ≥ 2ª camada resina epóxi pura + agente de cura + cristais colestéricos
- ➤ 3ª camada resina epóxi pura + agente de cura

Neste caso, primeiramente é feito um bloco em camadas como na Fig. IV.2(b). Em seguida, este bloco é cortado ao meio, no plano perpendicular à camada interna com material termocromático (Figura IV.2 (c)). Ambas as faces resultantes são lixadas e polidas. Faz-se, então, uma nova camada de resina epóxi com cristais colestéricos, unindo as partes recém-cortadas. Esta nova camada fica, portanto, posicionada a 90º da anterior. (Figura IV.2 (d)).

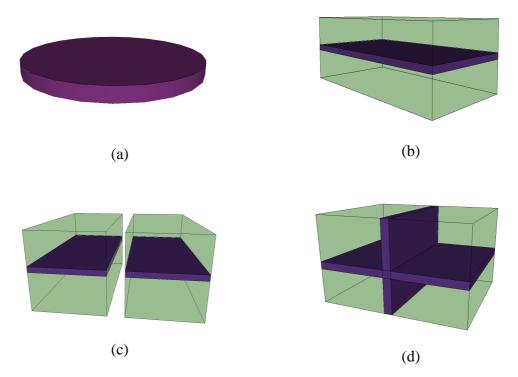


Figura IV.2 – Esquemas dos tipos de corpos de prova. (a) disco; (b) bloco, com a camada central com cristais colestéricos; (c) bloco cortado para a confecção do em cruz e (d) bloco em cruz, com duas áreas em planos perpendiculares com material termocromático.

Obs: Para a confecção dos corpos de prova dos tipos bloco e bloco em cruz, o processo é mais demorado, com o preparo de uma camada a cada dia.

IV.2 Caracterização das propriedades acústicas

Foi realizada a medição da velocidade de propagação e do coeficiente de atenuação do ultra-som nas amostras com e sem cristais colestéricos, para caracterização dos materiais.

IV.2.1 Montagem experimental

Os equipamentos, materiais e programas utilizados para a análise das amostras foram os seguintes:

• Computador PC;

- Placa de transmissão e recepção (MATEC, SR-9000) acoplada a um computador
 PC;
- Osciloscópio TDS-2024B (*Tektronix*);
- Tanque acústico (18 x 18 x 25 cm) com água destilada;
- Transdutores de 1, 2,25 e 5 MHz (*Panametrics*);
- Suporte para os transdutores;
- Atenuador de sinal de 20dB Modelo CAT-20 (*Mini-Circuits*®);
- Paquímetro (*SOMET*);
- Software de aquisição de sinais *NI Signal Express Tektronix Edition*;
- Algoritmo em Labview 8.5 (National Instruments) para análise dos sinais (cálculo de velocidade de propagação e o coeficiente de atenuação), desenvolvido no Laboratório de Ultra-Som do Programa de Engenharia Biomédica- COPPE/UFRJ.

Os sinais ultra-sônicos utilizados para se estimar a velocidade de propagação e o coeficiente de atenuação das amostras foram obtidos por transmissão direta (ZELL, 2007), usando o método de substituição, com temperatura controlada a 25°C, em um tanque acústico com água destilada. A montagem experimental pode ser vista na Figura IV.3. A técnica usa dois transdutores de mesma freqüência, um transmissor e o outro receptor. Estes são colocados em lados opostos da amostra, tocando sua superfície.

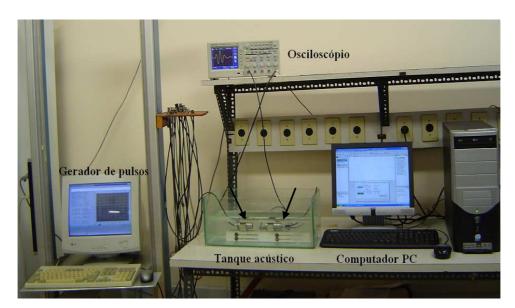


Figura IV.3 - Arranjo experimental para medição das propriedades acústicas do corpo de prova por transmissão direta, usando o método de substituição. As setas indicam os transdutores ultra-sônicos.

Inicialmente, é coletado o pulso ultra-sônico transmitido através da amostra (Figura IV.4 (a)). Retira-se a amostra e é repetido o mesmo procedimento, desta vez somente em água (Figura IV.4(b)). Os sinais são coletados utilizando o software *NI Signal Express Tektronix Edition*. Foram colhidos cinco sinais de cada amostra, nas freqüências de 1, 2,25 e 5 MHz a cada semana (durante cinco semanas).

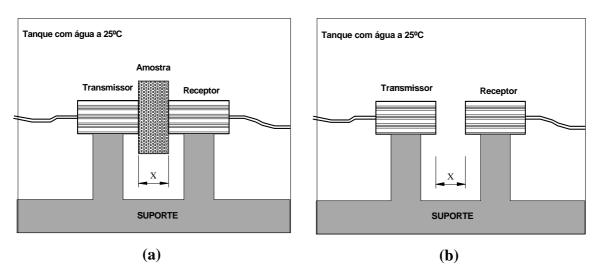


Figura IV.4 – Esquemas de medições para a coleta dos sinais. (a) coleta-se o sinal transmitido pela amostra de espessura "x", entre os transdutores; (b) a amostra é retirada e coleta-se o sinal de referência, mantida a mesma distância entre os transdutores.

As estimativas de velocidade e de coeficiente de atenuação a partir dos sinais foi realizada por um programa em LabView 8.5 (*National Instruments*) com a denominação de AcusticsTrans2 desenvolvido pelo doutorando Luis Eduardo Maggi. A Figura IV.5 apresenta a tela principal deste software.

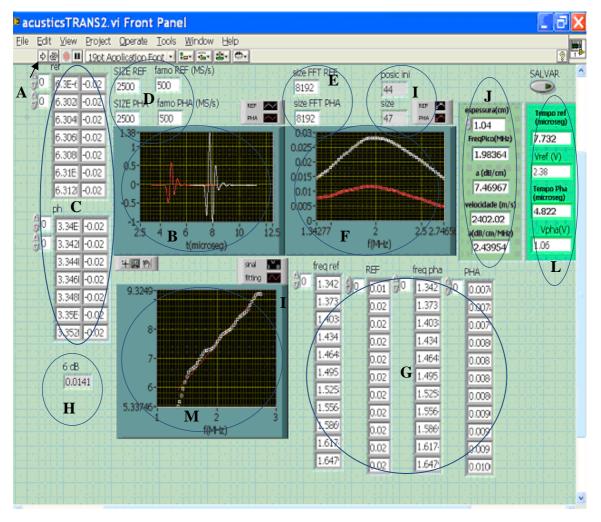


Figura IV.5 – Janela do programa desenvolvido em Labview 8.5 (*National Instruments*). Os sinais do exemplo são de uma amostra sem cristais colestéricos na freqüência de pico de 1,98 MHz. Os itens são explicados no texto a seguir.

Os itens apresentados na tela principal do programa são os seguintes:

- A) Ícone para o carregamento dos sinais de referência e da amostra para análise.
- B) Gráfico dos sinais coletados, na cor branca o sinal de referência (*REF*) e em vermelho o sinal da amostra (*PHA*).
- C) Dados coletados (*ref* para o sinal da água e *ph* para o sinal da amostra), primeira coluna é o tempo e a segunda o eixo y do gráfico B em microssegundos.
- D) SIZE REF e SIZE PHA é o número de pontos dos sinais de referência e da amostra respectivamente. De forma semelhante, famo REF e famo PHA é a freqüência de amostragem dos sinais em MS/s.
- E) Size FFT REF e size FFT PHA é o número de pontos do sinal para a FFT. Os sinais são incrementados para atingir 16.384 pontos, aumentando assim o número de pontos da FFT.

- F) Gráfico dos espectros de amplitude da referência (*REF*) e da amostra (*PHA*).
- G) Valores dos eixos que compõem o gráfico F.
- H) Valor do nível de corte em 6 dB.
- I) *Posic inic* indica em que ponto começa o sinal de referência a ser cortado e *size* indica quantos pontos existem dentro desta faixa.
- J) O valor *espessura* (cm) deve ser fornecido para o cálculo antes do carregamento dos sinais. Os outros elementos da coluna são os parâmetros estimados (velocidade e atenuação).
- L) valores obtidos necessários para a estimativa da incerteza. *Vref* e *Vpha* são os valores pico a pico dos sinais de referência e da amostra, respectivamente. São expressos em Volts (V). *Tempo ref* e *tempo pha* são os tempos em que ocorrem o pico do sinal de referência e do sinal da amostra, respectivamente. Expresso em microssegundos (µs).
- M) Gráfico para dar uma idéia da linearidade da atenuação (Não utilizado para análise neste trabalho).

A velocidade de propagação na amostra foi calculada comparando-se o atraso entre os tempos de propagação com e sem a amostra, pela equação (IV.1):

$$c = c_{H_2O} \cdot \left(\frac{\Delta t_{H_2O}}{\Delta t_{amostra}}\right) \left(\frac{m}{s}\right)$$
 (Eq.IV.1)

onde, Δt_{H2O} é o tempo de propagação do pulso sem a amostra, $\Delta t_{amostra}$ é o tempo de propagação com a amostra. C_{H2O} é a velocidade de propagação do US na água (1496 m/s em 25°C (BILANIUK e WONG, 1993)).

A medição do coeficiente de atenuação foi realizada pela comparação do módulo da Transformada de Fourier (via FFT) dos sinais coletados com e sem a amostra. O coeficiente é calculado pela razão entre o valor de pico da FFT do Sinal de Referência (A_o), que é o sinal colhido sem o corpo de prova, e o seu correspondente (na mesma frequência) do Sinal da Amostra (A), sinal coletado com o corpo de prova. O coeficiente de atenuação α foi obtido pela equação (IV.2):

$$\alpha = -\frac{20\log\left(\frac{A}{A_0}\right)}{x} \left(\frac{dB}{cm}\right)$$
 (Eq. IV.2)

onde, x é a espessura da amostra (em cm).

IV.2.2 Expressão de incertezas relacionadas ao cálculo das propriedades acústicas

Por ser desconhecida a incerteza do sistema utilizado para o cálculo das propriedades acústicas, foi realizada a determinação das incertezas relacionadas a este cálculo. Para isso, é necessária a definição dos mensurandos. As incertezas-padrão que contribuem para a incerteza do coeficiente de atenuação se referem a espessura da amostra, a amplitude do espectro de freqüências para o sinal com e sem a amostra, como se pode visualizar na Equação (IV.1). Já, as incertezas-padrão para a velocidade de propagação se referem a estimativa da velocidade de propagação na água e a aquisição dos sinais temporais do US na amostra e na água (SOUZA *et al.*, 2008), como pode ser visto na Equação (IV.2). Um diagrama de blocos pode ser visualizado na Figura IV.6 com as fontes de incerteza consideradas para esta estimativa.

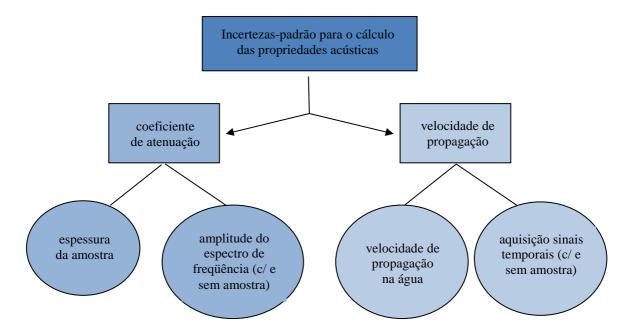


Figura IV.6 – Diagrama de blocos para fontes de incerteza relacionadas as propriedades acústicas.

Após a determinação das fontes de incerteza, são calculadas as incertezas-padrão tipo A e tipo B para cada um destes parâmetros. Denomina-se como incerteza-padrão tipo A, a decorrente de observações repetidas. A incerteza-padrão tipo B é baseada num conjunto de informações diversas, que podem ser fornecidos por certificados de

calibração, dados de medições prévias ou especificações do fabricante (INMETRO, 2003).

IV.2.2.1 Incertezas-padrão tipo A e B

A incerteza-padrão tipo A da espessura da amostra (μ_A) é obtida pelo cálculo do desvio-padrão (DP) de n medições (SOUZA *et al.*, 2008), como visto na Equação (IV.3). Para estes experimentos foi utilizado um n = 10.

$$\mu_{A}(D) = \frac{DP(D)}{\sqrt{n}}$$
 (Eq. IV.3)

A incerteza-padrão tipo B da espessura é obtida pela menor divisão na escala do instrumento utilizado na medição (SOUZA *et al.*, 2008), que neste caso, é o paquímetro (*pac*), conforme a Equação (IV.4):

$$\mu_{\scriptscriptstyle B}(D) = \frac{pac}{\sqrt{12}}$$
 (Eq. IV.4)

Além destas incertezas, para o coeficiente de atenuação é necessária a avaliação dos parâmetros de incerteza da amplitude dos sinais, e para a velocidade de propagação, dos tempos de propagação.

Para o cálculo das incertezas-padrão tipo A da amplitude e do tempo, é obtido o desvio-padrão (DP) de cinco medições de cada um destes parâmetros (SOUZA *et al.*, 2008). Posteriormente, estes valores são divididos pela raiz quadrada do número de medições (n), como visto nas Equações (IV.5) e (IV.6):

$$\mu_A(Ampl) = \frac{DP(Ampl)}{\sqrt{n}}$$
 (Eq. IV.5)

onde, $\mu_A(Ampl)$ é a incerteza-padrão tipo A da amplitude e DP(Ampl) é o desvio-padrão dos valores de cinco medições de amplitude.

$$\mu_A(t) = \frac{DP(t)}{\sqrt{n}}$$
 (Eq. IV.6)

onde, $\mu A(t)$ é a incerteza-padrão tipo A dos sinais e DP(t) é o desvio-padrão dos valores de cinco medições de tempo de propagação.

A incerteza-padrão tipo B dos parâmetros de amplitude e tempo dependem da exatidão dos equipamentos de medições utilizados. Para a amplitude são o gerador de pulsos e o osciloscópio, e para o tempo, somente o osciloscópio (SOUZA *et al.*, 2008).

A resolução da placa do gerador de pulso e a tensão nominal da placa (*T*) são fatores que contribuem para as incertezas-padrão das medições de amplitude (Equação (7)) (SOUZA *et al.*, 2008). Esta possui um conversor D/A de 16 bits.

$$\mu_B Ger(Ampl) = \frac{1/2^{16}}{2\sqrt{3}} * T$$
(Eq. IV.7)

onde, $\mu_B Ger(Ampl)$ é a incerteza-padrão tipo B da amplitude dos sinais, e T a tensão nominal aplicada na placa. Para este estudo o valor da tensão nominal na placa do gerador de pulsos foi de 130 V.

Outro fator que contribui para a incerteza-padrão tipo B da amplitude dos sinais é relacionado ao osciloscópio, como visto nas Equações (IV.8) e (IV.9) (SOUZA *et al.*, 2008):

$$\mu_{B}Osc(Ampl_{amostra}) = \frac{\left(0,03*v_{amostra}\right) + \left(0,1*escala\right) + 1mV}{\sqrt{3}}$$
 (Eq. IV.8)

onde, $\mu_B Osc(Ampl_{amostra})$ é a incerteza-padrão tipo B das medições de amplitude dos sinais da amostra no osciloscópio, $\nu_{amostra}$ é a amplitude do sinal da amostra; e *escala* é a escala do oscilóscópio utilizada nas medições, ou

$$\mu_{B}Osc(Ampl_{referência}) = \frac{\left(0,03*v_{referência}\right) + \left(0,1*escala\right) + 1mV}{\sqrt{3}}$$
 (Eq.IV.9)

onde, $\mu_B Osc(Ampl_{referência})$ é a incerteza-padrão tipo B das medições de amplitude dos sinais da água no osciloscópio; $\nu_{referência}$ é a amplitude do sinal na água a 25°C e *escala* é a escala do osciloscópio utilizada nas medições.

Para a incerteza-padrão tipo B do tempo relacionado ao osciloscópio ($\mu_B Osc(t)$) é utilizada a seguinte Equação (IV.10) (SOUZA *et al*, 2008):

$$\mu_B Osc(t) = \frac{1}{\sqrt{3}} * (I_a + 1ppm * l_t + 0, 6ns)$$
 (Eq. IV.10)

onde, I_a é o intervalo de amostragem ou inverso da freqüência de amostragem e l_t é a leitura de tempo de propagação do sinal da amostra ou da água.

IV.2.2.2 Coeficientes de sensibilidade

Correspondem às derivadas parciais de cada mensurando em relação às variáveis que compõem a incerteza. Descrevem como a estimativa do parâmetro em questão varia em função de cada uma de suas variáveis de entrada (INMETRO, 2003). Neste estudo foram calculadas seis variáveis, sendo três relacionadas ao coeficiente de atenuação (espessura, amplitude do sinal da amostra e amplitude do sinal na água), como pode ser visto nas Equações (IV.11), (IV.12) e (IV.13), respectivamente, e três relacionadas a velocidade de propagação (leitura do tempo de propagação do sinal da amostra, leitura do tempo de propagação do sinal na água e velocidade de propagação na água), como visto nas Equações (IV.14), (IV.15), e (IV.16), respectivamente.

$$\frac{\partial \alpha}{\partial D} = -\frac{20 \log \frac{Ampl_{amostra}}{Ampl_{referência}}}{D^2}$$
 (Eq. IV.11)

$$\frac{\partial \alpha}{\partial Ampl_{amostra}} = \frac{20\log e}{D*Ampl_{amostra}}$$
 (Eq. IV.12)

$$\frac{\partial \alpha}{\partial Ampl_{referência}} = -\frac{20 \log e}{D*Ampl_{referência}}$$
 (Eq. IV.13)

$$\frac{\partial c_{amostra}}{\partial t_{amostra}} = -\frac{c_{referência}t_{referência}}{t_{amostra}^{2}}$$
(Eq. IV.14)

$$\frac{\partial c_{amostra}}{\partial t_{referência}} = \frac{c_{referência}}{t_{amostra}}$$
(Eq. IV.15)

$$\frac{\partial c_{amostra}}{\partial c_{referência}} = \frac{t_{referência}}{t_{amostra}}$$
(Eq. IV.16)

IV.2.2.3 Incerteza-padrão combinada

Corresponde à raiz quadrada da variância combinada, como visto na Equação (IV.17). A variância combinada é a soma quadrática do produto de cada componente da incerteza pelo seu respectivo coeficiente de sensibilidade (INMETRO, 2003):

$$\mu ci = \sqrt{\sum \left| ci \left| \mu(xi)^2 \right|}$$
 (Eq. IV.17)

IV.2.2.4 Incerteza-padrão expandida

A incerteza-padrão expandida (U) pode ser vista na Equação (IV.18). É o produto da incerteza-padrão combinada μ_c e do fator de abrangência κ_a , o qual é relacionado ao número de graus de liberdade efetivos dos mensurandos, de acordo com um nível de confiança p = 0,95 da tabela t de Student (INMETRO, 2003).

$$U = \kappa_a * \mu_c$$
 (Eq. IV.18)

O número de graus de liberdade efetivos para o coeficiente de atenuação $V_{eff}(\alpha)$ e para a velocidade de propagação $V_{eff}(c)$ são calculados pela Equação (IV.19) a seguir:

$$v_{eff} = \frac{u_c^4}{\sum_{i}^{4} \frac{u_i^4}{v_i}}$$
 (Eq. IV.19)

onde, u_c é a incerteza-padrão combinada do mensurando cujos graus de liberdade efetivos serão calculados, u_i , as componentes da incerteza-padrão combinada e v_i os graus de liberdade da componente da incerteza-padrão combinada em questão (INMETRO, 2003).

IV.3 Análise das propriedades térmicas

As propriedades térmicas avaliadas neste estudo são: (a) difusividade térmica (mm²/s) - indica como o calor se difunde através de um material; (b) condutividade térmica (W/m.K) – habilidade com que o calor é trocado através de uma área unitária de material, quando sujeito a um gradiente de temperatura unitário; e (c) calor específico (J/g.K) - quantidade de calor necessária para aumentar de um grau uma unidade de massa deste material (CANEVAROLO, 2004).

O método Flash é o mais utilizado para a medição de propriedades térmicas em sólidos. Foi proposto em 1961 por PARKER *et al.*, e em 1992, tornou-se padrão (ASTM 1461-01, 2001), e permite determinar os valores para as três propriedades térmicas mencionadas acima.

Nesse método, um pulso de energia de curta duração e alta intensidade incide sobre a superfície frontal de uma amostra onde é absorvido e transmitido. A energia do pulso e a temperatura são medidas na face oposta, obtendo-se a partir do cálculo de PARKER *et al.* (1961), a difusividade térmica do material analisado. É levada em consideração a espessura da amostra (L) e o tempo necessário para a face oposta alcançar 50% do seu valor máximo de temperatura (t_{0.5}), como mostrado pela Equação (IV.20).

$$T(L,t) = \frac{Q}{\rho c_{p}L} \left[1 + 2\sum_{n=1}^{\infty} (-1)^{n} \exp\left(-n^{2}\pi^{2} \frac{Xt}{L^{2}}\right) \right]$$
 (Eq. IV.20)

onde, ρ é a densidade em g/cm³, c_P é o calor específico, Q a quantidade de calor e X é a difusividade térmica. A Equação (IV.20) pode ser escrita na forma adimensional, utilizando-se os seguintes parâmetros:

$$\theta = T(L,t)/T_m$$
 (Eq. IV.21)

$$\tau = Xt/L^2 \tag{Eq. IV.22}$$

onde, T_m é a temperatura máxima na superfície traseira $[T_m = T(L, t \rightarrow (\infty))]$.

Substituindo as Equações (IV.21) e (IV.22) na Equação (IV.20), obtém-se:

$$\theta(\tau) = 1 + 2\sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \pi^2 \tau)$$
 (Eq. IV.23)

Para PARKER *et al.* (1961), a difusividade pode ser determinada a partir da Eq. (IV.23), cuja curva se encontra na Figura IV.7, tomando como referência o ponto onde a temperatura adimensional θ é igual a 0,5 e corresponde ao tempo adimensional τ igual a 0,1388. Assim, substituído-se este valor de τ na Eq. (IV.22), obtém-se:

$$X = 0.1388L^2/t_{0.5}$$
 Eq. (IV.24)

onde, $t_{0.5}$ é o tempo necessário para que a temperatura da superfície traseira da amostra alcance metade da temperatura máxima. Logo, a difusividade térmica pode ser determinada diretamente pela Equação (IV.24), ao se medir o tempo onde a temperatura adimensional θ é igual a 0,5 ($t_{0.5}$).

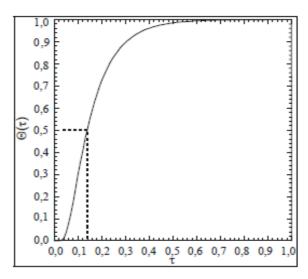


Figura IV.7 – Curva de difusividade térmica medida segundo PARKER *et al.* (1961). A difusividade é tomada como o ponto onde a temperatura adimensional é 0,5.

Porém, para que o cálculo se aproximasse das condições físicas reais do experimento, outros autores propuseram incluir, nos modelos matemáticos, a condução de calor no corpo de prova, como COWAN (1961), CAPE e LEHMAN (1963) e CLARK e TAYLOR (1975), além de modelos lidando com transferência acoplada condução-radiação no corpo de prova para materiais semitransparentes, como é o caso dos trabalhos de MEHLING *et al.* (1998).

A condição inicial do modelo de MEHLING *et al.* (1998) é a mesma utilizada por PARKER *et al.* (1961) ao considerar que o pulso de energia é instantaneamente absorvido em uma fina camada na superfície irradiada. Entretanto, levam em conta, além da condução de calor na amostra, uma transferência por radiação entre as superfícies dianteira e traseira. Para se aplicar um modelo sem transferência por radiação, seria necessária a utilização de cobertura de ouro como uma camada reflexiva abaixo da camada de grafite, o que todavia, é um processo caro e demorado. Como o meio é não participativo, a transferência de calor por radiação depende somente da temperatura nas fronteiras.

Além disso, MEHLING *et al.* (1998) relatam que o modelo é capaz de capturar o degrau da temperatura de superfície traseira que é resultante da transferência de calor por radiação entre as superfícies de amostra (Figura IV.8).

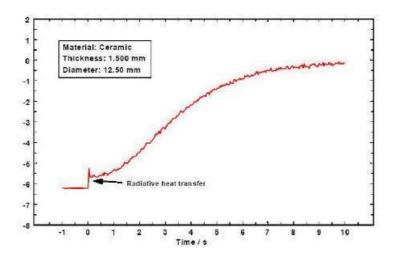


Figura IV.8 – Degrau devido à transferência de calor por radiação entre as faces da amostra (MASSARD, 2007).

Outra propriedade térmica, o calor específico (c_p) , pode ser calculada, comparando-se a curva do aumento de temperatura do material testado com a de um material de referência (PARKER *et al.*, 1961).

Após a determinação dos valores de difusividade térmica (X) e do calor específico (c_p), e tendo o valor da densidade do material (ρ), é obtida a condutividade térmica (λ) pela seguinte equação (ASTM 1461-01, 2001):

$$\lambda = Xc_{p}\rho \tag{Eq. IV.25}$$

Os protocolos para o cálculo da densidade, como também para o cálculo das propriedades termofísicas são descritos no próximo tópico.

IV.3.1 Protocolo de Medição dos Parâmetros Térmicos

Antes de se iniciar o processo de medição das propriedades térmicas é realizado o cálculo da massa específica das amostras. O procedimento a seguir descreve como esse cálculo foi feito utilizando uma balança hidrostática, onde a massa específica de um sólido é determinada a partir da massa específica do líquido no qual ele está imerso.

Foi utilizado o densímetro *Sartorius* YDK 01 e a balança Marte AM 220 (Figura IV.9). Os componentes do densímetro para esta medição foram os seguintes (Figura IV.10):

- > suporte para amostra sólidas;
- armação para a fixação dos componentes do densímetro na balança;
- > proveta com 50 ml de volume;
- termômetro com resolução de 0,1°C;
- > plataforma de metal para o suporte das peças do densímetro na balança; e
- > peça adaptadora para montar o kit na balança.



Figura IV.9 – Balança AM220 da Marte e dentro desta está montado o Densímetro *Sartorius* YDK 01.



Figura IV. 10 – Componentes do Densímetro Sartorius YDK 01 e uma das amostras utilizadas para medição.

O protocolo para a medição da massa específica é o que se segue:

- Centraliza-se a proveta na plataforma de metal;
- Coloca-se água destilada até aproximadamente cinco mm abaixo da borda;
- Colocam-se três gotas de detergente na água destilada para romper a tensão superficial;
- Prende-se o termômetro à borda da proveta;
- Pendura-se o suporte da amostra na armação;
- Tara-se a balança;
- Coloca-se a amostra no prato superior do suporte de amostras e faz-se a medida;
- Anota-se o valor da massa $(w_{(a)})$;
- Tara-se a balança com a amostra no prato superior do suporte;
- Coloca-se a amostra no suporte de amostras e então se mergulha a amostra no líquido;
- Mede-se G, que é indicado no display da balança ($G = w_{(a)}$ - $w_{(fl)}$). Com este valor e com o valor de $w_{(a)}$, calcula-se o valor de $w_{(fl)}$.

Calculando a Massa Específica:

- Anota-se a temperatura do líquido;
- Determina-se a massa específica $\rho_{\rm (fl)}$ da água na temperatura equivalente tabela fornecida no manual do densímetro;
- Calcula-se a massa específica (ρ) utilizando a seguinte equação:

$$\rho = \frac{w_{(a)} * \rho_{(fl)}}{w_{(a)} - w_{(fl)}}$$
 (Eq.IV.26)

Após o cálculo da massa específica das amostras, inicia-se o processo de medição das propriedades termofísicas utilizando o equipamento *Netzcsh Nanoflash LFA 447/1*. Seu esquema é mostrado na Figura IV.11. O equipamento utilizado no estudo pertence a UNIMET (Unidade de Metrologia Térmica do LTTC/PEM/COPPE) (Figura IV.12). A fonte de energia para gerar o aumento de temperatura nas amostras é uma lâmpada de xenônio de alta potência, e esta é envolvida por um espelho parabólico (refletor) que direciona o feixe de luz para a amostra. Um forno (aquecedor) é integrado ao suporte da amostra e mantém a temperatura estável durante a medição.

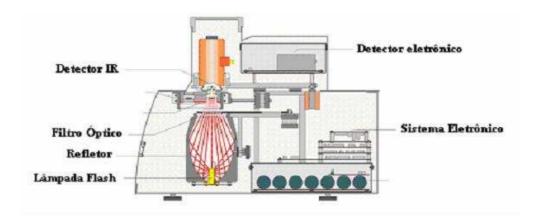


Figura IV.11 – Esquema do equipamento Netzsch Nanoflash LFA 447/1.



Figura IV.12 – Equipamento Netzsch Nanoflash LFA 447/1 (indicado pela seta).

O suporte utilizado permite até 4 amostras para a realização dos testes (Figura IV.13). Há suporte para amostras de secção de 10 mm x 10 mm e 8 mm x 8 mm ou cilíndricas de diâmetro de 10 mm, 12,7 mm e 25,4 mm. O posicionamento para medição é realizado pelo próprio software de controle.



Figura IV.13 – Suporte para as quatro amostras. Local de colocação da amostra (seta indicando).

Os parâmetros de teste são selecionados pelo usuário no software *Nanoflash* (Figura IV.14). Primeiro, é definido qual o tipo de material está em cada posição no suporte de amostras, sua espessura (caso seja de seção quadrada) ou diâmetro (se, de seção circular) e massa específica (Figura IV.15). Após, são definidos os parâmetros do teste: a faixa de temperatura, o passo entre as temperaturas, quantos passos serão realizados, os filtros, controle de voltagem da lâmpada, ganho do amplificador e tempo de duração do experimento.

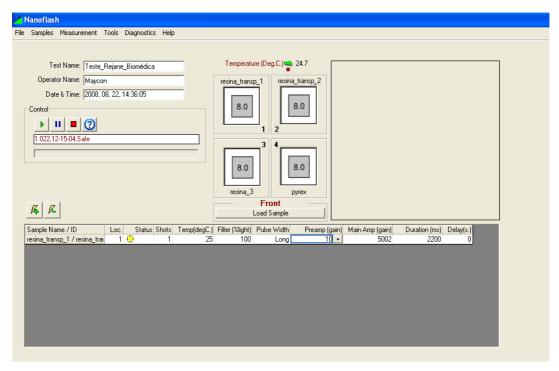


Figura IV.14 – Tela de Controle do Nanoflash.

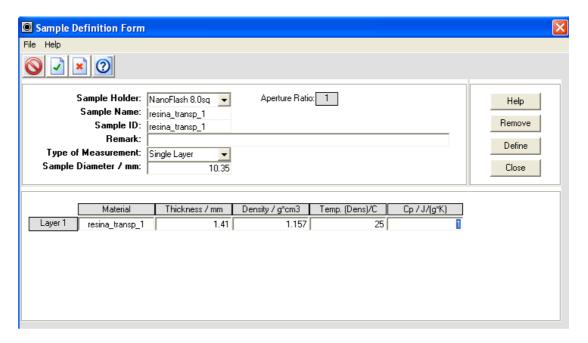


Figura IV.15 - Definindo o tipo de material para o Nanoflash.

Para dar início às medições é colocado nitrogênio líquido no sensor de IR, ligase um controlador da temperatura do forno e aguarda-se até que o equipamento atinja o equilíbrio. Os testes iniciais são feitos para determinar o valor de todos os parâmetros. Após o ajuste, o equipamento realiza os testes sem a intervenção do operador. Para a análise dos dados é utilizado o software *Proteus* fornecido pela *Netzsch*, que possui

modelos matemáticos para estas análises. O modelo utilizado para as amostras foi o de condução-radiação com correção de pulso (MEHLING *et al.*, 1998).

Uma das condições que influenciam o experimento é o tempo (duração) do pulso comparável com o tempo da difusão do calor. O pulso de energia tem uma duração curta. Se a duração do pulso for próxima do tempo necessário para o aquecimento da amostra, deve-se fazer uma correção de pulso. No software *Proteus* esta correção de pulso é levada em consideração (MASSARD, 2007).

O equipamento *Netzsch Nanoflash LFA 447/1* possui para difusividade térmica uma repetibilidade de +/- 3% e acurácia +/- 5% e para calor específico, respectivamente, +/- 5% e +/- 7%.

IV.4 Imagem térmica do corpo de prova

Foi obtida a imagem térmica no corpo de prova devido ao aquecimento a partir do equipamento de UST para demonstrar sua aplicabilidade na caracterização do feixe ultra-sônico.

Para obtenção das imagens foram utilizados os seguintes materiais (Figura IV.16):

- câmera fotográfica (Sony® DSC-P73);
- equipamento fisioterapêutico (Avatar III, KLD);
- corpos de prova do tipo disco e tipo bloco;
- adaptador de PVC para o transdutor;

O equipamento de US utilizado foi calibrado com uma balança de força de radiação e o transdutor foi mapeado em um tanque acústico para o cálculo da ERA.

Foi utilizado o corpo de prova do tipo disco de diâmetro 3,6 cm e espessura 0,45 cm, contendo materiais termocromáticos nas especificações azul e vermelho. Os instrumentos utilizados podem ser vistos na Figura IV.16.



Figura IV.16 – Equipamento de US com seu transdutor, adaptador e corpo de prova do tipo disco utilizado para a obtenção da imagem térmica.

Para se obter a imagem térmica, colocou-se um adaptador de PVC entre este e o transdutor, ficando o corpo de prova a uma distância de 1,4 cm de sua face, sendo este espaço preenchido por água destilada a 25°C (Figura IV.17). O transdutor foi excitado pelo equipamento fisioterapêutico, em modo contínuo, na freqüência de 1 MHz e depois na de 3 MHz, com intensidade nominal de 1 W/cm², por 30 segundos. Foram capturadas imagens nos tempos de 10, 20 e 30 s de exposição do corpo de prova ao feixe de US.

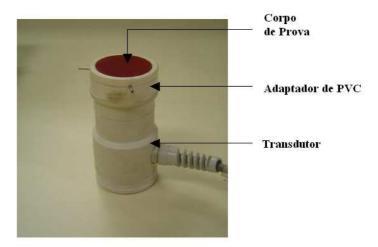


Figura IV.17 – Transdutor com o adaptador acoplado e o corpo de prova. O espaço entre a face do transdutor e o corpo de prova foi preenchido por água destilada a 25° .

Para o corpo de prova do tipo bloco, este foi posicionado sobre o transdutor, com um gel como meio acoplador. As imagens térmicas foram obtidas com o equipamento em modo contínuo, na freqüência de 1 MHz, com intensidade nominal de 2 W/cm², por 30 segundos. Foram capturadas imagens nos tempos de 5, 10, 15, 20, 25 e 30 s de exposição do corpo de prova ao feixe de US.

Para ambos, o ambiente foi iluminado por luz fluorescente comum e o procedimento experimental foi realizado em temperatura ambiente de 25°C.

IV.5 – Espectrofotometria

A calibração da cor dos cristais colestéricos em função da temperatura foi realizada pela espectrofotometria. Esta técnica permite comparar a radiação eletromagnética absorvida, transmitida ou refletida por uma solução que contém uma quantidade desconhecida de soluto, e uma quantidade conhecida da mesma substância. A absorção das radiações ultravioletas, visíveis e infravermelhas dependem das estruturas das moléculas, e esta é característica para cada substância química (SILVERSTEIN, 2000). Em relação a espectrocospia na faixa ultravioleta-visível, a absorção da radiação eletromagnética resulta das transições entre níveis de energia eletrônicos. Quando uma molécula absorve energia, um elétron é promovido para um orbital livre de maior energia potencial (SILVERSTEIN, 2000).

Foi utilizada a técnica de espectroscopia de ultravioleta visível por reflectância difusa (DRS UV-Vis). A curva de reflectância difusa apresenta a percentagem de luz que é difusamente refletida de acordo com o comprimento de onda da radiação incidente, a qual é varrida dentro do espectro visível (400-700 nm).

As análises para este trabalho foram realizadas com o equipamento espectrofotômetro *Shimadzu 2450* do Laboratório de Fotoquímica (Instituto de Química/UFRJ) com o acessório de reflectância difusa (Figura IV.18). A varredura foi realizada na faixa de comprimento de onda de 320 a 700 nm, no modo reflectância.



Figura IV.18 — Espectrofotômetro *Shimadzu 2450* em operação no laboratório de Fotoquímica (IQ/UFRJ)

Foram feitas três amostras com os cristais colestéricos e uma sem estes (amostrapadrão) como pode ser visto na Figura IV.19. Nesta, por ser transparente, foi adicionado alumina para que não absorvesse a luz, pois o molde utilizado é da cor preta. As amostras possuem 2 cm diâmetro por 0,5 cm de altura.



Figura IV.19: Amostras confeccionadas em moldes de acrílico. Estes moldes serão os posicionadores a serem utilizados no acessório de reflectância difusa. Foram confeccionadas quatro amostras: uma como amostra-padrão e três com os materiais termocromáticos.

Antes de realizar as medições com as amostras estudadas, foi traçada uma linha de base (100% reflectância) com uma amostra de sulfato de bário (BaSO₄) na posição amostra como mostra a Figura IV.20. Após isso, foi feito o espectro com uma amostra de BaSO₄ contra a amostra-padrão, que é a amostra controle do experimento. A partir daí, foram feitos os espectros das amostras com material termo-cromático nas temperaturas de 25 (ambiente), 30, 35, 40, 45, 50 e 55°C, para a comparação da reflexão entre estas. As temperaturas fornecidas pelo fabricantes nas quais os cristais colestéricos

utilizados modificam a sua coloração estão dentro desta faixa de estudo, com o azul a 31°C e vermelho a 47°C.



Figura IV.20 – Local de colocação dos posicionadores no espectrofotômetro na posição amostra. Há uma incidência de radiação UV-visível na faixa de comprimento de onda determinada e é feito o espectro do percentual de intensidade de radiação refletida (%R).

Capítulo V

Resultados

Este capítulo apresenta os corpos de prova confeccionados, os valores das propriedades acústicas e térmicas destes, como também a imagem térmica e a análise pela espectrofotometria, demonstrando o comportamento do cristal líquido colestérico com o aquecimento.

V.1 – Corpos de prova confeccionados

Os corpos de prova confeccionados com Araldite[®] GY 257 e seu agente de cura Aradur[®] 2963 são mostrados na Figura V.1, em seus 3 tipos: (a) disco, com diâmetro de 3,7 cm e espessura de 0,42 cm; (b) bloco com 6 cm x 4,5 cm x 3 cm e a camada central com espessura de 0,2 cm e (c) bloco em cruz com dimensões de 4,5 cm x 3,5 cm x 3 cm, e as camadas centrais com espessura de 0,2 e 0,4 cm.

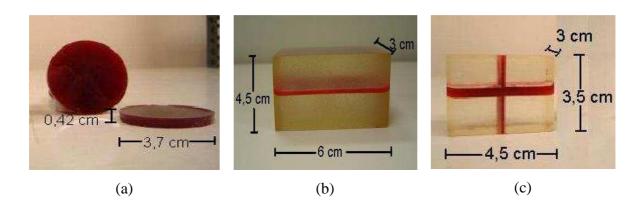


Figura V.1 – Corpos de prova confeccionados: (a) disco, (b) bloco e (c) bloco em cruz.

V.2 – Propriedades acústicas dos corpos de prova

Foram utilizadas quatro amostras: duas com resina epóxi, seu agente de cura e os cristais colestéricos (amostras 1 e 2) e duas somente com resina epóxi e seu agente de cura (amostras 3 e 4). As medições para o cálculo das propriedades acústicas foram realizadas em cinco locais distintos de cada amostra, a cada semana, durante cinco semanas, nas freqüências centrais de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz (valores experimentais dos

transdutores). Os resultados para atenuação são demonstrados nas Figuras V.2 a V.5. Valores de média e desvio-padrão das propriedades acústicas de cada amostra, em cada freqüência, nas cinco semanas de medições são apresentados no Anexo A desta dissertação.

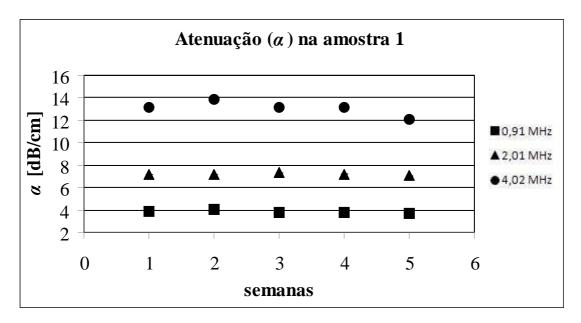


Figura V.2 – Valores de média de atenuação da amostra 1 nas cinco semanas de medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz.

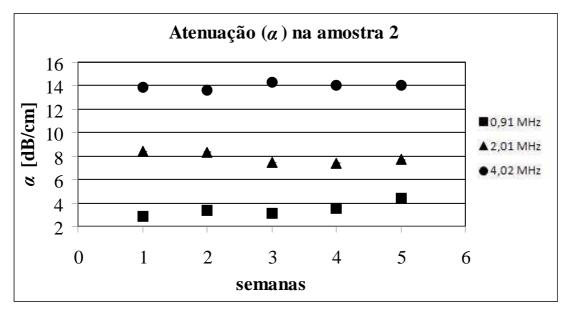


Figura V.3 – Valores de média de atenuação da amostra 2 nas cinco semanas de medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz.

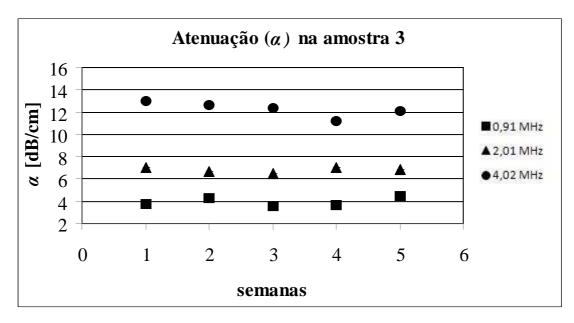


Figura V.4 – Valores de média de atenuação da amostra 3 nas cinco semanas de medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz.

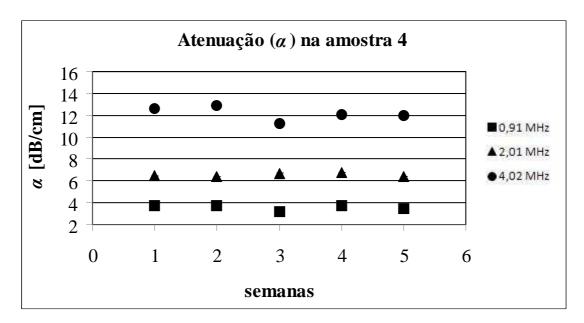


Figura V.5 – Valores de média de atenuação da amostra 4 nas cinco semanas de medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz.

Os resultados de velocidade de propagação nas três freqüências estudadas são mostrados nas Figuras V.6 a V.9.

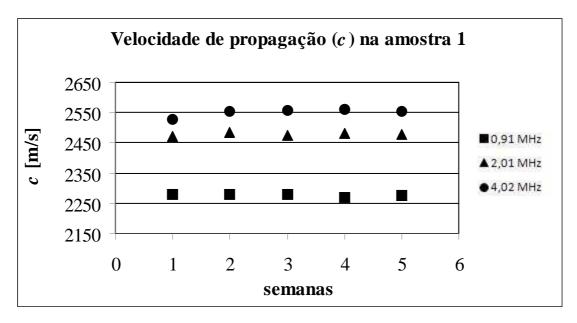


Figura V.6 – Valores de média de velocidade de propagação da amostra 1 nas cinco semanas de medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz.

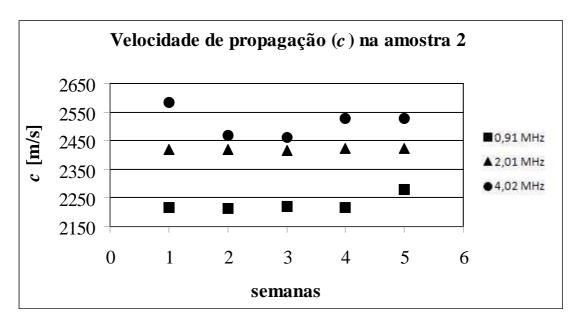


Figura V.7 – Valores de média de velocidade de propagação da amostra 2 nas cinco semanas de medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz.

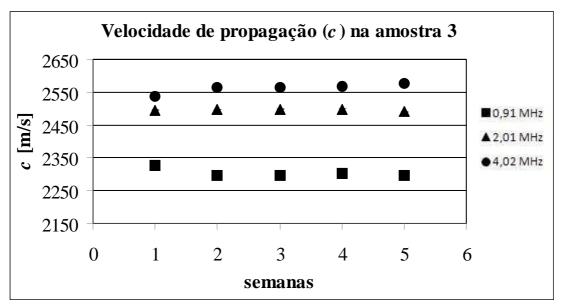


Figura V.8 – Valores de média de velocidade de propagação da amostra 3 nas cinco semanas de medições, nas freqüências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz.

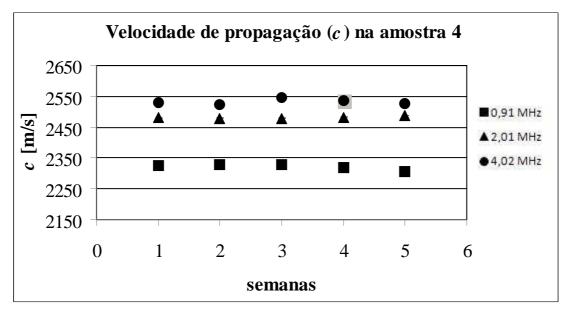


Figura V.9 – Valores de média de velocidade de propagação da amostra 4 nas cinco semanas de medições, nas frequências de 0,91, 2,01 e 4,02 MHz.

Nas figuras a seguir, pode-se visualizar os gráficos de atenuação (Figura V.10) e velocidade de propagação (Figura V.11) em função da freqüência nas amostras com e sem cristais colestéricos, bem como suas respectivas curvas de regressão. Cada ponto nos gráfico representa a média em cada freqüência experimental.

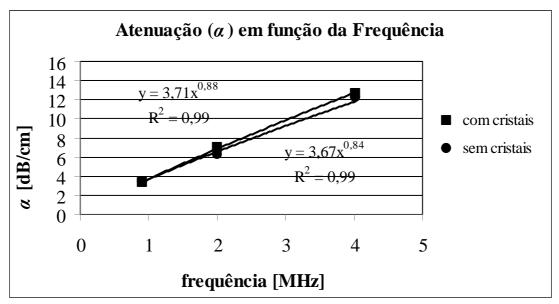


Figura V.10 – Variação da atenuação em função da frequência. Foram traçadas curvas de regressão em potência. As equações e coeficientes para com e sem cristais estão à esquerda e direita, respectivamente.

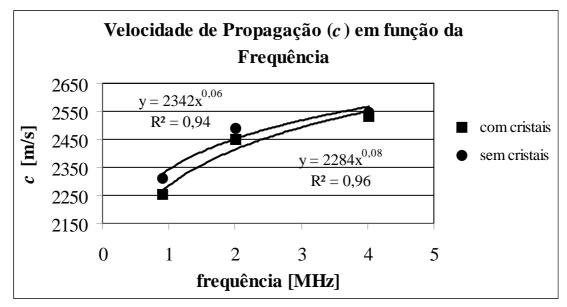


Figura V.11 – Variação da velocidade de propagação em função da frequência. Foram traçadas curvas de regressão em potência, pois foram as que mais se ajustaram a estes valores. Suas equações e os coeficientes de correlação tanto para as amostras sem cristais como para as com estes são mostrados à esquerda e direita, respectivamente.

Uma vez que o material do corpo de prova é sólido e a atenuação é maior que nos tecidos biológicos, foram estimadas regressões em potência. Pode-se notar que estes expoentes são próximos de 1. Já para o caso da velocidade em função da freqüência, nota-se que os expoentes são próximos de zero.

V.2.1 Estimativa das incertezas relacionadas ao cálculo dos parâmetros acústicos

Foram utilizadas quatro amostras para estimar as incertezas relacionadas ao cálculo da velocidade de propagação e do coeficiente de atenuação: duas com resina epóxi, seu agente de cura e os cristais colestéricos (amostras 1 e 2) e duas somente com resina epóxi e seu agente de cura (amostras 3 e 4). As incertezas-padrão das variáveis (μx_i) que descrevem os mensurandos e seus coeficientes de sensibilidade (c_i) estão expostas a seguir, nas Tabelas V.1 a V.8.

Tabela V.1. Componentes da incerteza-padrão do coeficiente de atenuação para a amostra 1

Componente da Incerteza	μx _i	Ci	$ c_i \mu(x_i)$
$\mu_A(Ampl_{amostra})$	0,01	-5,01	-0,03
$\mu_B Ger(Ampl_{amostra})$	$2,03 \times 10^{-16}$	-5,01	$-1,02 \times 10^{-16}$
μ _B Osc(Ampl _{amostra})	0,04	-5,01	-0,20
$\mu_A(Ampl_{ref})$	0	-3,23	0
$\mu_B Ger(Ampl_{ref})$	2,03 x 10 ⁻¹⁶	-3,23	-6,55 x 10 ⁻¹⁶
$\mu_B osc(Ampl_{ref})$	0,07	-3,23	-0,24
$\mu_{A}(D)$	1,52 x 10 ⁻³	3,51	5,36 x 10 ⁻³
$\mu_{B}(\mathbf{D})$	3,16 x 10 ⁻⁴	3,51	1,11 x 10 ⁻⁴

Tabela V.2. Componentes da incerteza-padrão do coeficiente de atenuação para a amostra 2

Componente da Incerteza	μx_i	$\mathbf{c_i}$	$ c_i \mu(x_i)$	
$\mu_A(Ampl_{amostra})$	0,01	-3,48	-0,03	
$\mu_B Ger(Ampl_{amostra})$	$2,03 \times 10^{-16}$	-3,48	$-7,07 \times 10^{-16}$	
$\mu_B Osc(Ampl_{amostra})$	0,09	-3,48	-0,31	
$\mu_A(Ampl_{ref})$	$2,22 \times 10^{-16}$	-1,89	-4,21 x 10 ⁻¹⁶	
$\mu_B Ger(Ampl_{ref})$	$2,03 \times 10^{-16}$	-1,89	$-3,85 \times 10^{-16}$	
$\mu_B osc(Ampl_{ref})$	0,12	-1,89	-0,22	
$\mu_A(\mathbf{D})$	2 x 10 ⁻³	2,77	$5,54 \times 10^{-3}$	
$\mu_B(D)$	$3,16 \times 10^{-4}$	2,77	8,87 x 10 ⁻⁴	

Tabela V.3. Componentes da incerteza-padrão do coeficiente de atenuação para amostra $\bf 3$

Componente da Incerteza	μx _i	c _i	$ c_i \mu(x_i)$
$\mu_A(Ampl_{amostra})$	0,01	-3,49	-0,03
μ _B Ger(Ampl _{amostra})	$2,03 \times 10^{-16}$	-3,49	$-7,08 \times 10^{-16}$
μ _B Osc(Ampl _{amostra})	0,09	-3,49	-0,35
$\mu_A(Ampl_{ref})$	0,02	-2,47	-0,04
μ _B Ger(Ampl _{ref})	2,03 x 10 ⁻¹⁶	-2,47	$-5,01 \times 10^{-16}$
μ _B osc(Ampl _{ref})	0,12	-2,47	-0,29
$\mu_A(\mathbf{D})$	1,33 x 10 ⁻³	2,76	$3,68 \times 10^{-3}$
$\mu_{B}(\mathbf{D})$	3,16 x 10 ⁻⁴	2,76	8,73 x 10 ⁻⁴

Tabela V.4. Componentes da incerteza-padrão do coeficiente de atenuação para a amostra 4

Componente da Incerteza	μx _i	Ci	$ c_i \mu(x_i)$
$\mu_A(Ampl_{amostra})$	$4,00 \times 10^{-3}$	-2,55	-0,01
μ _B Ger(Ampl _{amostra})	2,03 x 10 ⁻¹⁶	-2,55	$-5,17 \times 10^{-16}$
μ _B Osc(Ampl _{amostra})	0,09	-2,55	-0,23
$\mu_A(Ampl_{ref})$	$8,00 \times 10^{-3}$	-1,44	-0,01
μ _B Ger(Ampl _{ref})	$2,03 \times 10^{-16}$	-1,44	-2,93 x 10 ⁻¹⁶
μ _B osc(Ampl _{ref})	0,12	-1,44	-0,17
$\mu_A(D)$	$1,52 \times 10^{-3}$	1,51	$2,31 \times 10^{-3}$
$\mu_B(\mathbf{D})$	$3,16 \times 10^{-4}$	1,51	$4,78 \times 10^{-4}$

Tabela V.5. Componentes da incerteza-padrão da velocidade de propagação para a amostra $\mathbf{1}$

Componente da Incerteza	μx _i	c _i	$ c_i \mu(x_i)$
$\mu_B(c_{squa})$	0,18	-0,34	-0,06
$\mu_A(t_{amostra})$	11,49	1,46	16,72
$\mu_B(t_{amostra})$	$2,03 \times 10^{-16}$	1,46	2,95 x 10 ⁻¹⁶
$\mu_{\rm A}(t_{ m ref})$	9,59	0,24	2,26
$\mu_{B}(t_{ref})$	$2,03 \times 10^{-16}$	0,24	$4,78 \times 10^{-17}$

Tabela V.6. Componentes da incerteza-padrão da velocidade de propagação para a amostra $\mathbf 2$

Componente da Incerteza	μx _i	$\mathbf{c_i}$	$ c_i \mu(x_i)$
$\mu_{\rm B}({ m c}_{ m água})$	0,18	-0,28	-0,05
$\mu_A(t_{amostra})$	4,03	1,48	5,96
$\mu_B(t_{amostra})$	$2,03 \times 10^{-16}$	1,48	2,99 x 10 ⁻¹⁶
$\mu_{\rm A}(t_{ m ref})$	1,03	0,19	0,19
$\mu_B(t_{ref})$	$2,03 \times 10^{-16}$	0,19	$3,83 \times 10^{-17}$

Tabela V.7. Componentes da incerteza-padrão da velocidade de propagação para a amostra 3

Componente da Incerteza	μx _i	$\mathbf{c_i}$	$ c_i \mu(x_i)$
$\mu_{B}(c_{cute{agua}})$	0,18	-0,35	-0,06
$\mu_{\rm A}(t_{ m amostra})$	3,16	1,47	4,64
$\mu_{\rm B}(t_{ m amostra})$	$2,03 \times 10^{-16}$	1,47	$2,98 \times 10^{-16}$
$\mu_{ m A}(t_{ m ref})$	6,93	0,24	1,65
$\mu_{ m B}({ m t}_{ m ref})$	2,03 x 10 ⁻¹⁶	0,24	4,84 x 10 ⁻¹⁷

Tabela V.8. Componentes da incerteza-padrão da velocidade de propagação para a amostra 4

Componente da Incerteza	μx _i	c _i	$ c_i \mu(x_i)$
$\mu_{B}(c_{cute{agua}})$	0,18	-0,25	-0,05
$\mu_{A}(t_{amostra})$	3,04	1,55	4,72
$\mu_B(t_{amostra})$	$2,03 \times 10^{-16}$	1,55	$3,15 \times 10^{-16}$
$\mu_{\rm A}(t_{ m ref})$	4,03	0,16	0,65
$\mu_{B}(t_{ref})$	2,03 x 10 ⁻¹⁶	0,16	3,3 x 10 ⁻¹⁷

Foram estimadas a incertezas-padrão combinadas do coeficiente de atenuação e da velocidade de propagação para cada amostra e os valores estão na Tabela V.9. O valor esperado para cada um destes parâmetros foi obtido pela média de cinco medições.

Tabela V.9. Incertezas-padrão combinadas para o coeficiente de atenuação $(\mu_c \alpha)$ e para a velocidade de propagação $(\mu_c c)$ e o valor esperado para cada parâmetro e amostra

Mensurando	amostra 1	amostra 2	amostra 3	amostra 4
$\mu_c \alpha (dB/cm)$	0,32	0,38	0,45	0,29
Valor esperado (dB/cm)	3,69	3,5	3,74	3,46
$\mu_c c \text{ (m/s)}$	16,86	5,96	4,92	4,77
Valor esperado (m/s)	2251,4	2213,79	2302,97	2325,19

Os resultados dos graus de liberdade efetivos estão apresentados na Tabela V.10. Para as incertezas-padrão do tipo B, os graus de liberdade foram considerados infinitos por se tratarem de valores teóricos fornecidos pelos fabricantes ou por certificados de calibração. Os fatores de abrangência de cada amostra são apresentados na tabela V.11 para nível de confiança de 95%.

Tabela V.10. Graus de liberdade efetivos para as estimativas de coeficiente de atenuação e de velocidade de propagação

	Graus de liberdade efetivos							
Mensurando	amostra 1	amostra 1 amostra 2 amostra 3 amostra 4						
α (dB/cm)	$3,53 \times 10^7$	$8,64 \times 10^6$	$2,26 \times 10^6$	6,19 x 10 ⁶				
c (m/s)	12,52	19,04	4,03	5,91				

Tabela V.11. Fator de abrangência para cada amostra (tabela *t de Student* para nível de confiança de 95%)

	Fatores de abrangência (κ _a)					
Mensurando	amostra 1 amostra 2 amostra 3 amostr					
α (dB/cm)	1,96	1,96	1,96	1,96		
c (m/s)	2,16	2,09	2,78	2,45		

O valor do fator de abrangência para o coeficiente de atenuação foi de 1,96, pois os graus de liberdade para esta grandeza tendem ao infinito para todas as amostras.

Os resultados para as incertezas-padrão expandidas dos parâmetros acústicos para cada amostra estão na Tabela V.12 a seguir.

Tabela V.12. Incerteza-padrão expandida levando em consideração um nível de confiança de 95%

	Incerteza-padrão expandida (U)					
Mensurando	amostra 1 amostra 2 amostra 3 amost					
α (dB/cm)	0,62	0,75	0,89	0,56		
c (m/s)	36,43	12,46	13,67	11,68		

V.3 – Propriedades Térmicas dos Corpos de Prova

Foram confeccionadas seis amostras: três com resina epóxi, seu agente de cura e os cristais colestéricos (amostras 1, 2 e 3) e duas somente com resina epóxi e seu agente de cura (amostras 4 e 5). Não foi possível utilizar a terceira amostra sem os materiais termocromáticos, pois não apresentou superfície lisa necessária para o experimento.

V.3.1 – Densidade

A determinação da densidade foi realizada utilizando um densímetro (*Sartorius YDK 01*, montado na balança Marte AM 220). A Tabela V.13 apresenta os valores de densidade medidos nas cinco amostras.

Tabela V.13 – Valores de média de densidade obtidos nas cinco amostras (utilizando um densímetro)

	Densidade (g/cm ³)
Amostra 1	1,18
Amostra 2	1,19
Amostra 3	1,18
Amostra 4	1,16
Amostra 5	1,16

V.3.2 - Difusividade Térmica

A difusividade térmica foi determinada pelo método *flash*, utilizando o equipamento *Netzcsh Nanoflash LFA 447/1*. Na Figura V.12 a seguir, é possível visualizar os valores medidos da difusividade térmica em cada amostra nas três temperaturas (25, 35 e 45°C). Foram realizadas três medições em cada amostra em cada uma das temperaturas. Valores de média e desvio-padrão de cada amostra, em cada temperatura, são apresentados no Anexo B desta dissertação.

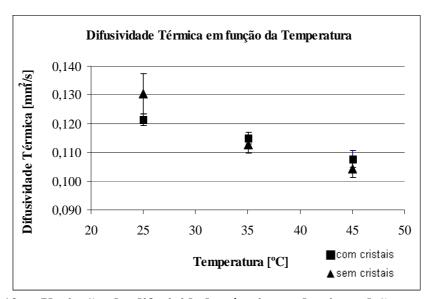


Figura V.12 — Variação de difusividade térmica e desvio-padrão em função da temperatura das amostras com e sem cristais colestéricos.

V.3.3 Calor Específico

Tal como a difusividade térmica, o calor específico foi determinado pelo método *flash*, utilizando o equipamento *Netzcsh Nanoflash LFA 447/1*. Na Figura V.13 é possível visualizar os valores medidos de calor específico nas amostras nas temperaturas de 25, 35 e 45°C. Foram realizadas três medições em cada amostra em cada uma das temperaturas. Valores de média e desvio-padrão de cada amostra, em cada temperatura, são apresentados no Anexo B.

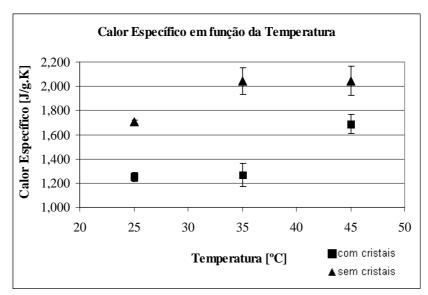


Figura V.13 – Variação do calor específico e desvio-padrão em função da temperatura das amostras com e sem cristais colestéricos.

V.3.4 - Condutividade Térmica

A condutividade térmica pôde ser determinada após a medição da densidade, difusividade e calor específico. Os valores encontrados para as amostras com e sem cristais colestéricos podem ser observados na Figura V.14 abaixo nas temperaturas de 25, 35 e 45°. Foram realizadas três medições em cada amostra em cada uma das temperaturas. Valores de média e desvio-padrão de cada amostra, em cada temperatura, são apresentados no Anexo B.

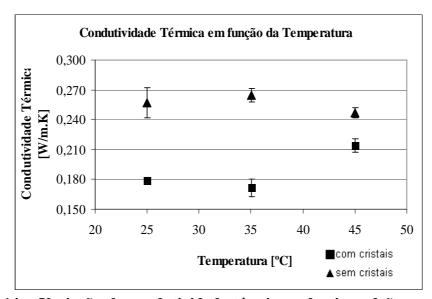


Figura V.14 – Variação da condutividade térmica e desvio-padrão em função da temperatura das amostras com e sem cristais colestéricos.

V.4 – Imagem térmica no corpo de prova

As Figuras V.15 e V.16 mostram as imagens térmicas produzidas no corpo de prova do tipo disco pelo feixe de US, em modo contínuo, nas freqüências de 1 e 3 MHz, as principais utilizadas em tratamentos fisioterapêuticos, ambas com intensidade nominal de 1 W/cm². A face do transdutor ficou a distância de 1,4 cm do corpo de prova (campo próximo) sendo este espaço preenchido com água.

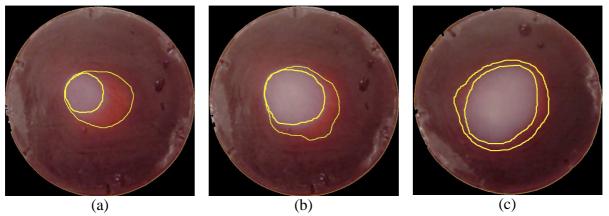


Figura V.15 – Imagens térmicas do feixe ultra-sônico na freqüência de 1 MHz em diferentes tempos: (a) 10 s, (b) 20 s e (c) 30 s.

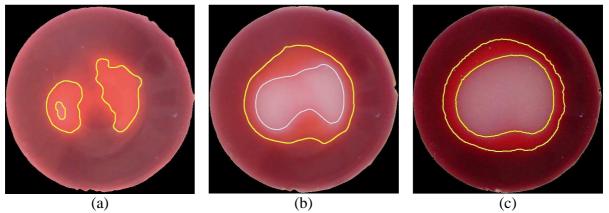


Figura V.16 – Imagens térmicas do feixe ultra-sônico na freqüência de 3 MHz em diferentes tempos: (a) 10 s, (b) 20 s e (c) 30 s.

No início do processo, é possível visualizar o desaparecimento da cor na região central passando do roxo para vermelho e para branco rapidamente, e com o aumento da região branca ao longo do tempo, ficando uma região vermelha ao redor desta.

As áreas centrais, descoloridas, representam temperaturas mais altas que ultrapassaram o limiar tanto do cristal azul, quanto do vermelho. Já ao redor desta área, o aumento de temperatura não atingiu o limiar do cristal colestérico vermelho, não ocasionando sua resposta termocromática, ficando esta área com coloração vermelha. A área externa não foi afetada pelo aquecimento, não modificando sua cor inicial roxa.

A Figura V.17 mostra as imagens térmicas produzidas pelo feixe de US no corpo de prova do tipo bloco, em modo contínuo, na freqüência de 1 MHz, com intensidade nominal de 2 W/cm², durante 30 segundos, e também após o equipamento ser desligado, para verificar a reversibilidade do material termocromático.

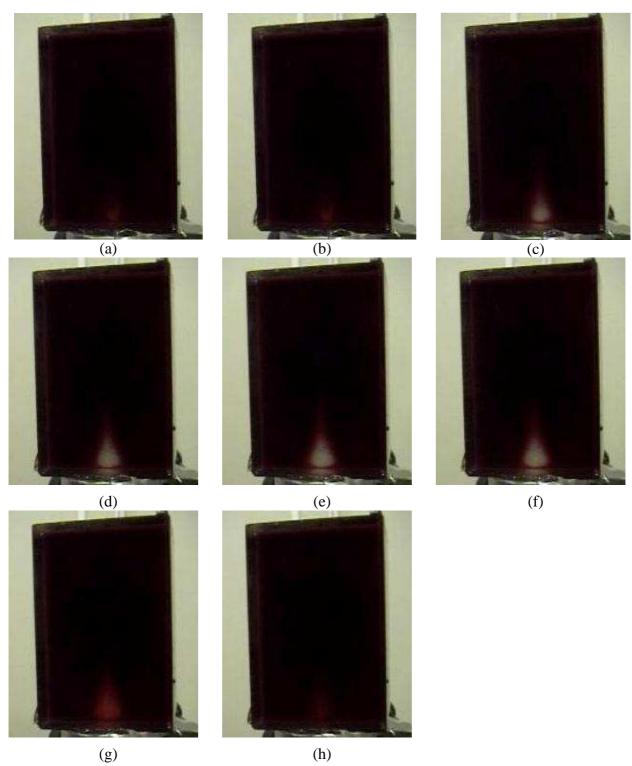


Figura V.17 – Imagens térmicas do feixe ultra-sônico na freqüência de 1 MHz, com intensidade nominal de 2 W/cm^2 em diferentes tempos: (a) 5 s, (b) 10 s, (c) 15 s, (d) 20 s, (e) 25 s, (f) 30 s. Imagens após o equipamento ser desligado: (g) 3 min e 30 s e (h) 5 min e 30 s.

Neste corpo de prova, houve o mesmo comportamento que o observado no disco, a área próxima ao contato do transdutor, descolorida, representa temperaturas que ultrapassaram o limiar tanto do cristal azul, quanto do vermelho. Já ao redor desta, apresentou uma cor avermelhada, demonstrando que o aumento de temperatura não ocasionou a resposta termocromática do cristal colestérico vermelho. Foi possível visualizar a reversibilidade do material termocromático.

V.5 – Espectrofotometria

Foram confeccionadas quatro amostras em moldes de acrílico de coloração preta com 1 cm de raio e 0,5 cm de altura, sendo três com a resina, seu agente de cura e os cristais colestéricos e uma amostra sem estes, porém com alumina, para que não ocorresse a absorção de luz, devido a cor preta do molde.

Inicialmente, foi realizado o estudo do espectro da amostra de referência na temperatura de 25°C. Em seguida, fez-se a análise das demais amostras em temperatura ambiente (25°C) e aquecidas a 30, 35, 40, 45, 50 e 55°C. Os espectros na região visível de cada amostra são mostrados nas Figuras V.18, V.19 e V.20, com diferentes curvas para cada temperatura estudada.

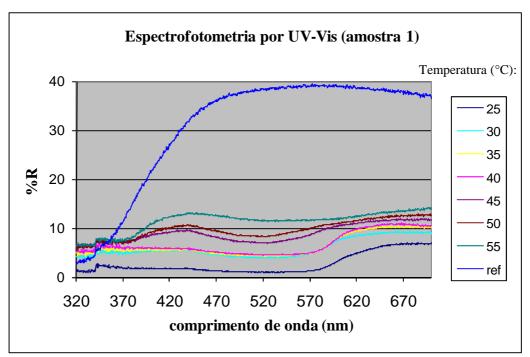


Figura V.18 – Espectro na região visível por reflectância da amostra 1.

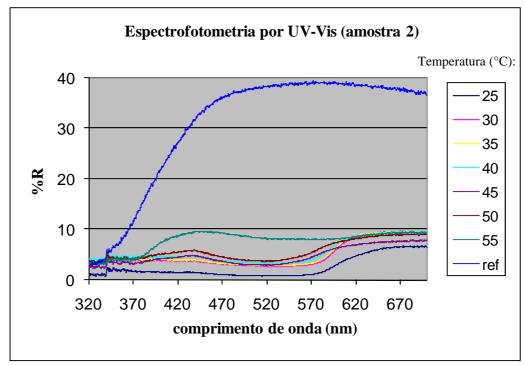


Figura V.19 – Espectro na região visível por reflectância da amostra 2.

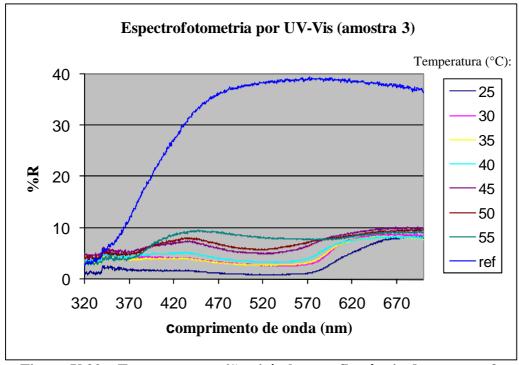


Figura V.20 – Espectro na região visível por reflectância da amostra 3.

Capítulo VI

Discussão

A visualização da imagem térmica no corpo de prova confeccionado foi possível devido ao aquecimento promovido pelo feixe ultra-sônico. Observou-se a não homogeneidade do feixe mostrando uma distribuição de cores com gradações do roxo (< 29°C) passando para vermelho (> 31°C) e para branco (> 44°C). Foram verificadas a rápida formação da imagem (em menos de 5 segundos) e a reversibilidade do material termocromático após o resfriamento, o que também é relatado por MARTIN e FERNANDEZ (1997) e MACEDO *et al.* (2003). Além disso, foi observado que temperaturas excessivas pela exposição do corpo de prova a irradiação, em um tempo maior que o utilizado neste estudo ou a utilização de altas intensidades torna a mudança de cor irreversível, ficando a parte afetada esbranquiçada. Esta sensibilidade também foi relatada, para o caso da folha cromotérmica, por COOK e WERCHAN (1971), MARTIN e FERNANDEZ (1997) e MACEDO *et al.* (2003).

Há um grande número de resinas epóxi e agentes de cura no comércio, mas poucos atendem ao proposto neste trabalho: apresentação incolor e que tenha uma cura rápida ao ar ambiente. Devido a isso, no início deste trabalho foram utilizadas duas especificações de resina epóxi com seus respectivos endurecedores, a Araldite[®] GY 257 e seu agente de cura Aradur[®] 2963 e a Araldite[®] BY158 e seu agente de cura Aradur[®] 3741. A segunda opção foi descartada, pois, após certo tempo, suas amostras apresentaram um aspecto fosco e, portanto, dificultaria a visualização da mudança de cor do material com o aquecimento. Ressalta-se ainda, que ao misturar o endurecedor e a resina há uma intensa reação exotérmica, que produz um aquecimento que aumenta com o volume. É necessário, portanto ter cuidado ao confeccionar objetos maiores que os especificados nesta dissertação.

Testaram-se os cristais colestéricos nas formas líquida e em pó, mas a forma líquida não apresentou uma boa associação com a resina epóxi, formando agregados após a cura.

Quanto à geometria, observou-se que, em virtude do cristal líquido descolorir com a temperatura e não o inverso, fica difícil visualizar o campo térmico. A forma de contornar este problema consistiu em utilizar discos finos ou blocos heterogêneos com

três camadas ou em cruz conforme descrito nos capítulos IV e V. Com os blocos foi possível visualizar sem, contudo, ter uma informação de escala, pois devido ao alto valor de atenuação, a penetração do US com intensidade suficiente para aquecer e descolorir era pequena. Com os discos, utilizando camada de água foi possível obter uma imagem do campo térmico em profundidades e escala correspondentes a água como meio de propagação. Outra verificação a ser feita seria a influência do tamanho da face do corpo de prova no cálculo da atenuação. Pelo fato do meio ser sólido, as ondas que se refletem nas bordas laterais podem causar alguma distorção no campo acústico gerado.

Não foram encontrados valores de velocidade de propagação e atenuação para a resina utilizada neste trabalho. Entretanto, foi possível encontrar no estudo de NGUYEN *et al.* (1996) valores de velocidade de propagação para outras resinas (2600m/s e 2750m/s) que serviram como referência. Além disso, foi também relatada uma dependência linear da atenuação em relação a frequência. DORIGHI *et al.* (1997) monitoraram a cura da resina epóxi utilizando um sistema ultra-sônico de fibra ótica que mediu a velocidade de propagação e o coeficiente de atenuação. Além deste, utilizaram um outro sistema composto de um transdutor piezoelétrico para geração do sinal e um sensor de fibra ótica para captar o sinal e compararam os resultados obtidos com os dois sistemas. A resina epóxi utilizada foi DOW D.E.R. 331 e seu agente de cura DOW D.E.H. 24. A cura foi realizada em ar ambiente, como a desta dissertação e os resultados encontrados nos dois sistemas para 1 MHz, quando a cura foi completada, foram de velocidade de propagação 2500 m/s, valor superior ao encontrado neste trabalho (2250 a 2300) e atenuação 2,0 dB/cm, 45% inferior ao resultado encontrado no presente estudo.

A adição de cristais líquidos colestéricos na resina epóxi e seu agente de cura alterou de forma estatisticamente significativa o valor de atenuação nas freqüências de 2,01 e 4,02 MHz, sem diferir em 0,91 MHz (teste de *Kruskall-Wallis*). Já para os valores de velocidade de propagação, nas frequências de 0,91 e 2,01 MHz, houve diferença significativa das amostras com material termocromático comparadas as amostras sem estes. No entanto, não alterou de forma significativa em 4,02 MHz (teste de *Kruskall-Wallis*), como pode ser visualizado na Figura V.11. Para cada uma das amostras houve diferença estatisticamente significativa de seus parâmetros acústicos em relação às freqüências (teste de *Kruskall-Wallis*).

Com relação aos cálculos da incerteza de medição, como sugerido por SOUZA *et al.* (2008), aumentou-se o número de medições da espessura de 5 para 10 e obteve-se

uma diminuição da incerteza tipo A da espessura. Verificou-se que a incerteza tipo B do osciloscópio é a que mais contribui para a incerteza-padrão combinada do coeficiente de atenuação. Já para a velocidade de propagação, verifica-se que a incerteza tipo A do tempo de propagação na amostra é a que mais contribui para a incerteza final, como também foi constatado por SOUZA *et al.* (2008). Sugere-se que seja aprimorado o posicionamento da amostra para a medição, no intuito de melhorar a reprodutibilidade deste.

A difusividade térmica do corpo de prova mostrou uma diminuição com o aumento da temperatura. Foi verificado que não há diferença significativa entre os valores das amostras com e sem cristais em cada temperatura, mas há diferença significativa entre temperaturas para ambos os tipos de amostras (Teste de *Kruskal-Wallis*). Os valores de difusividade encontrados na faixa de temperatura medida (25 a 45°C) ficaram entre 0,11 a 0,12 mm²/s para as amostras com cristais, e para as sem estes de 0,1 a 0,13 mm²/s.

O calor específico do corpo de prova na faixa de temperatura avaliada (25 a 45°C) apresentou um aumento diretamente proporcional a temperatura. Os valores encontrados nesta faixa de temperatura ficaram entre 1,25 a 1,69 J/g.K para as amostras com cristais, e para as sem estes de 1,71 a 2,05 J/g.K. Não houve diferença significativa entre as amostras com e sem cristais. No entanto, houve diferença significativa entre as temperaturas estudadas para os dois grupos (Teste de *Kruskal-Wallis*).

A condutividade térmica apresentou, para as amostras com cristal colestérico, uma diminuição aos 35°C e um aumento em 45° em relação aos valores encontrados para 25°C. Já para as amostras sem material termocromático houve um aumento em 35°C e uma diminuição em 45°C. Verificou-se que não houve diferença significativa entre os valores encontrados para as amostras com e sem cristais em cada temperatura estudada, mas houve diferença significativa entre as temperaturas para os dois grupos (Teste de *Kruskal-Wallis*). Os valores encontrados nesta faixa de temperatura ficaram entre 0,17 a 0,21 W/m.K para as amostras com cristais, e para as sem estes de 0,25 a 0,27 W/m.K.

Seria importante a realização de mais medições com um número maior de amostras e com um maior número de repetições em cada para se ter uma análise estatística mais robusta.

Os dados acima indicam que o corpo de prova de camadas não tem um comportamento térmico homogêneo e seria interessante desenvolver um modelo para avaliar a influência desta heterogeneidade na imagem do campo térmico gerado.

Apesar de não se ter buscado mimetizar os parâmetros acústicos e térmicos do tecido biológico, é valido comentar e comparar para um estudo futuro de sua correlação. A tabela VI.1 apresenta os valores médios encontrados no tecido biológico.

Tabela VI.1. Valores acústicos e térmicos médios dos corpos de prova confeccionados e dos tecidos moles humanos (BACON e SHAW, 1993)

	Corpo de prova	Tecidos moles humanos
c (m/s)	2250-2550	1560-1590
α (dB/cm.MHz)	3,67-3,71	0,5-0,7
X (mm ² /s)	0,1-0,13	0,12-0,14
k (W/m.K)	0,17-0,27	0,47-0,56
c_p (J/g.K)	1,25-2,05	3,8-3,9

c= velocidade de propagação ultra-sônica; $\alpha=$ coeficiente de atenuação; X= difusividade térmica; k= condutividade térmica e $c_p=$ calor específico.

Pode-se observar que para velocidade de propagação e coeficiente de atenuação, os valores são maiores em quase o dobro e o sêxtuplo, respectivamente. E quanto aos parâmetros térmicos, a condutividade e o calor específico são aproximadamente a metade dos valores encontrados no tecido enquanto que a difusividade térmica apresenta valores similares. Uma sugestão para a continuação deste estudo é que se busque um polímero com as mesmas propriedades da resina epóxi utilizada (transparência, estabilidade estrutural e estado sólido após a cura) e que possua as características termo-acústicas próximas daquelas do tecido biológico.

Em relação a espectrofotometria por reflectância difusa foi possível observar que há uma grande diminuição da porcentagem de reflexão com a adição de cristais colestéricos caindo da faixa de 30-40% para menos de 10% de reflexão. O azul sofreu uma maior variação (400 nm) nas três amostras estudadas, aumentando sua porcentagem de reflexão com o aumento da temperatura. Já no comprimento de onda do vermelho (600 nm) há uma menor variação, mas também é possível verificar que conforme aumenta a temperatura, este decaimento diminui, pois há uma maior reflexão. A amostra 3 apresentou pouca variação nesta faixa do vermelho o que pode ter sido

causada por algum erro experimental relativo ao aquecimento, já que as amostras continham a mesma concentração de cristais colestéricos. Apesar do corpo de prova ter somente duas cores, verificou-se que este responde a outros comprimentos de onda.

Uma limitação deste estudo foi a utilização de apenas dois tipos de cristais em duas faixas de temperatura (29-31°C e 44-47°C). Um estudo com a utilização de cristais que abranjam uma maior faixa de temperatura (25-50°C), e que tenham uma menor variação entre o início da mudança da cor e o seu desaparecimento é sugerido.

Capítulo VII

Conclusão

Neste trabalho foi desenvolvido um corpo de prova com propriedades termocromáticas composto de um polímero termorrígido com estabilidade estrutural e transparência. Foi realizada a caracterização acústica (na faixa de freqüência de 0,91 a 4,02 MHz) e térmica deste material puro e com a adição de cristais colestéricos. Além disso, foi demonstrada a aplicabilidade deste objeto para permitir a visualização da imagem térmica gerada pelo aquecimento provocado pelo feixe de UST, e o padrão de não-homogeneidade deste.

Não se almeja que este corpo de prova substitua qualquer verificação ou calibração, mas que seja um instrumento utilizado pelo próprio profissional de Fisioterapia em seu local de trabalho para verificar qualquer alteração no padrão do feixe acústico emitido pelo transdutor nas intensidades utilizadas no tratamento fisioterapêutico. Se constatada alguma destas alterações, sugere-se que o profissional leve o equipamento a um laboratório especializado para realizar uma calibração completa.

Ainda é necessário aprimorar o processo experimental de medição das propriedades acústicas, diminuindo os erros gerados neste, principalmente com o posicionamento da amostra, para melhorar a reprodutibilidade deste protocolo.

Como próximos passos, sugere-se estudar mais detalhadamente o campo térmico gerado nos corpos de prova através de comparação entre imagem térmica e intensidade, assim como buscar materiais que tenham propriedades acústica e térmicas mais próximas do tecido biológico, mantendo a mesma estabilidade de propriedades e facilidade de manuseio pelo profissional.

Outros tópicos a serem contemplados no futuro são a inclusão de cristais em temperaturas intermediárias e formatos diferentes dos corpos de prova.

Referências Bibliográficas

ALVARENGA, A.V., CARDONA, M.A.R. COSTA-FÉLIX, R.P.B., "Implantação de sistema de mapeamento do campo acústico de transdutores de ultra-som do Laboratório de Ultra-Som do INMETRO", In: *METROSAÚDE 2005 – Simpósio de Metrologia na Área de Saúde*, São Paulo, 9 e 10 de novembro de 2005.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 1998, NBR / IEC 1689 Ultra-som – Sistemas de Fisioterapia – Prescrições para Desempenho e Métodos de Medição na Faixa de Frequência de 0,5 MHz a 5 MHz, Rio de Janeiro.

ASTM Standard e 1461-01, 2001, "Standard Test Method for Thermal Diffusivity by the Flash Method", *ASTM*, West Conshohocken, PA.

BACON, D.R., SHAW, A., 1993, "Experimental validation of predicted temperature rises in tissue mimicking materials", *Physics and Medicine Biology*, v. 38, n. 11, pp. 1647-1659.

BASSOLI, D.A., 2001, Avaliação dos efeitos do ultra-som terapêutico pulsado de baixa intensidade na regeneração de músculos esqueléticos com vistas à aplicabilidade em clinica fisioterapêutica. Dissertação de M.Sc., Escola de Engenharia de São Carlos, São Carlos, SP, Brasil.

BASTO, R.L.Q., 2007, Construção de um Phantom Sintético com propriedades Termofísicas e Ultra-sônicas Similares às do Tecido Biológico Humano em 1,0 e 2,8 MHz. Dissertação de M.Sc. Programa de Engenharia Biomédica (COPPE/UFRJ), Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

BILANIUK, N., WONG, G.S.K., 1993, "Speed of sound in pure water as a function of temperature", *Journal of the Acoustical Society of America*, v. 93, n. 3, pp. 1609-1612.

CANEVAROLO JR., S. V., 2004, *Técnicas de caracterização de polímeros*, 1ª ed., São Paulo, Artliber.

CAPE, J., LEHMAN, G., 1963, "Temperature and Finite Pulse-Time Effects in the Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity", *Journal of Applied Physics*, v. 34, n.7, pp. 1909-1913.

CHARTERED SOCIETY OF PHYSIOTHERAPY, 1990, "Guidelines for the safe use of ultrasound therapy equipment", *Physiotherapy*, v. 76, n. 11, pp. 683-684.

CHIN, R. B., ZAGZEBSKI, J. A., MADSEN, E. L., 1991, "Experimental verification of a model for predicting transient temperature distributions by focused ultrasound", *Physics in Medicine and Biology*, v. 36, n. 9, pp. 1153-1164.

CLARK III, L., TAYLOR, R., 1975, "Radiation Loss in the Flash Method for Thermal Diffusivity", *Journal of Applied Physics*, v. 46, n. 2, pp. 714-719.

CLARKE, A.J., EVANS, J.A., TRUSCOTT, J.G., et al., 1994, "A phantom for quantitative ultrasound of trabecular bone", *Physics in Medicine Biology*, v. 39, pp. 1677-1687.

COOK, B.D., WERCHAN, R.E., 1971, "Mapping ultrasound fields with cholesteric liquid crystals", *Ultrasonics*, v. 9, pP. 101- 102.

COWAN, R., 1961, "Proposed Method of Measuring Thermal Diffusivity at High Temperatures", *Journal of Applied Physics*, v. 32, n. 7, pp. 1363-1369.

CRISTOFORETTI, L., PONTALTI, R., CESCATTI, L. *et al.*, 1993, "Quantitative Colorimetric Analysis of Liquid Crystal Films (LCF) for Phantom Dosimetry in Microwave Hyperthermia", *IEEE Transactions on Biomedical Engineering*, v.40, n.11, pp.1159-1165.

DOCKER, M. F., 1987, "A review of instrumentation available for therapeutic ultrasound". *Physiotherapy*, v. 73, n.4, pp. 154-155.

DORIGUI, J., KRISHNASWAMY, S., ACHENBACH, J., 1997, "A fiber optic ultrasonic system to monitor the cure of epoxy", *Research in Nondestructive Evaluation*, v.9, n.1, pp. 13-24.

DOW CHEMICAL COMPANY, 1999, "Dow Liquid Epoxy Resins", *Technical Catalogue*.

DYSON, M., 1982, "Non-thermal cellular effects of ultrasound", *British Journal of Cancer*, v. 45, n. 5, pp. 165-171.

DYSON, M., 1987, "Mechanisms involved in therapeutic ultrasound", *Physiotherapy*, v.73, n. 3, pp. 116-120.

FORMIGA, Y.M.N., ISHIKAWA, N.M., VIEIRA, C.R.S., *et al.*, 2000, "Metodologia para ensaios de temperatura excessiva em aparelhos de ultra-som para fisioterapia", In: *Anais do XVII Congresso de Engenharia Biomédic*a, pp. 423-426, Florianópolis.

FURTADO C. S., 2005, *Método Calorimétrico para Medição do Campo Térmico Gerado por Ultra-Som Empregado em Fisioterapia*, Tese de M. Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

GOMEZ-FLORES W., 2006, Método para la Caracterización de Sistemas de Terapia Ultrasónica Mediante una Técnica de Termografía Basada em Cristales Líquidos Termocromáticos, Tese de M. Sc., Cinvestav-IPN, Engenharia Elétrica, Cidade do México, México.

GÓMEZ, W., KRÜGER, M.A., PEREIRA, W.C.A. *et al.*, 2006, "Analysis of SAR with Thermochromic Liquid Crystal Sheets in Focused Ultrasound Beam", In: *Anais do XX Congresso Brasileiro de Engenharia Biomédica*, pp. 819-822, São Paulo.

GONÇALEZ, V., 2006, Modificação de resina epoxídica com poliéter e poliéster e sua utilização em compósitos com fibra de carbono, Dissertação M. Sc., IMA/ UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

GOODMAN, S.H., 1998, Handbook of thermoset plastics, 2 ed., New Jersey, Noyes.

GREWE, M.G., GURURAJA, T.R., SHROUT, T.R., et al., 1990, "Acoustic properties of particle/polymer composites for ultrasonic transducer backing applications", *IEEE Transactions on Ultrasonics Ferroeletrics and Frequency Control*, v. 37, n. 6, pp. 506-514.

GUIRRO, R.R.J., GUIRRO, E.C.O., BREITSCHWERDT, C., *et al.*, 1996, "As variáveis físicas do ultra-som terapêutico: uma revisão", *Revista de Ciência e Tecnologia*, v. 9, n.5, pp. 31-41.

GUIRRO, R.R.J., SANTOS, S.C.B., 1997, "A realidade da potência acústica emitida pelos equipamentos de ultra-som terapêutico: uma revisão", *Revista de Fisioterapia da Universidade de São Paulo*, v. 4, n. 2, pp. 76-82.

GUIRRO, R.R.J., SERRÃO, F., ELIAS, D., *et al*, 1997, "Calibration of Therapeutic Ultrasound Equipment", *Physiotherapy*, v. 83, n. 8, pp. 419-422.

HALLCREST, Inc., 2000, *Technology Background: The Use of TLC Products as Research Tools*, Disponível em: http://www.hallcrest.com/industrial/industrial.pdf. Acesso em: janeiro de 2007, Glenview, Illinois.

HEKKENBERG, R.T., OOSTERBAN, W.A., VAN BEEKUM, W.T., 1986, "Evaluation of ultrasound therapy devices", *Physiotherapy*, v. 72, n. 8, pp. 390-395.

INMETRO, 2003, *Guia para a expressão da incerteza de medição*, 3 ed., Rio de Janeiro, ABNT.

INSTITUTE OF PHYSICAL SCIENCES IN MEDICINE, 1988, "Guidelines for the routine performance checking of medical ultrasound equipment", IPSM report 58, edited by R.E. Richardson, IPSM, York, England.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMISSION, 1963, "Testing and Calibration of Ultrasonic Therapeutic Equipment", *IEC Publication* 150, IEC, Geneva.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMISSION, 1996, "Physiotherapy systems – Performance requirements and methods of measurement in the frequency range 0.5 to 5 MHz", *IEC*, draft revision of publication 150, IEC, Geneva.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMISSION, 2007, "Ultrasonics - Physiotherapy systems – Field Specifications and methods of measurement in the frequency range 0.5 to 5 MHz", *IEC*, 2 ed., Geneva.

IRELAND, P.T., JONES, T.V., 2000, "Liquid crystal measurements of heat transfer and surface shear stress", *Measurement Science and Technologyl*, v. 11, n. 7, pp. 969-986.

ISHIKAWA, N.L., 2000, Avaliação de equipamentos de ultra-som para fisioterapia segundo a norma NBR IEC 1689 da Associação Brasileira de Normas Técnicas, Dissertação de M. Sc., COPPE-UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

ISHIKAWA, N.L, ALVARENGA, A.V., PAES, L.F.C., et al., 2002, Avaliação de Equipamentos de Ultra-som para Fisioterapia segundo a Norma NBR IEC 1689 da Associação Brasileira de Normas Técnicas. In: *Anais do XVII Congresso Brasileiro de Engenharia Biomédica*, pp. 326-330, Florianópolis.

KITCHEN, S., 2003, "Terapia com Ultra-Som", *Eletroterapia – Prática Baseada em Evidências*, 11 ed., capítulo 14, São Paulo, Manole.

KHOO, I.C., WU, S., 1993, *Optics and Nonlinear Optics of Liquids Crystals*, 1^a ed., Singapore, World Scientific.

LAFON, C., ZDERIC, V., NOBLE, M. L., 2005, "Gel *phantom* for use in high-intensity focused ultrasound dosimetry", *Ultrasound in Medicine and Biology*, v. 31, n. 10, pp. 1383–1389.

MACEDO, A. R., 2002, *Mapeamento de Feixe Ultra-Sônico Utilizando Filme Cromotérmico*. Dissertação de M. Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

MADSEN, E., DONG, F., FRANK, G., *et al.*, 1999, "Interlaboratory comparison of ultrasonic backscatter, attenuation and speed measurements", *Journal of Ultrasound in Medicine*, v.18, n. 9, pp. 615-631.

MARTIN, K., FERNANDEZ, R., 1997, "A thermal beam-shape *phantom* for ultrasound physiotherapy transducers", *Ultrasound in Medicine and Biology*, v. 23, n. 8, pp. 1267-1274.

MASSARD, H., 2007, *Caracterização Termofísica de Nanofluidos*. Dissertação de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

McDIARMID, T., BURNS, P. N, 1987, "Clinical applications of therapheutic ultrasound", *Physiotherapy*, v. 73, n. 4, pp. 155-162.

MEHLING, H., HAUTZINGER, G., NILSSON, O., *et al.*, 1998, "Thermal Diffusivity of Semitransparent Materials Determined by the Laser-Flash Method Applying a New Analytical Model", *International Journal of Thermophysics*, v. 19, n. 3, pp. 941-949.

MOREIRA, M.F., 2004, *Desenvolvimento e Caracterização de um Sistema Laser de Cristal Líquido Colestérico Acoplado à Fibra Óptica*. Tese de D.Sc., Departamento de Física da PUC-RJ, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

NGUYEN, N.T., LETHIEC, M. KARLSSON, B., 1996, "Highly attenuative rubber modiefied epoxy for ultrasonic transducer backing applications", *Ultrasonics*, v. 34, pp. 669-675.

NUSSBAUM, E., 1996, "Therapeutic Ultrasound". In: BEHRENS, B., MICHLOVITZ, S.L., *Phisical Agents: Theory and Practice for the Physical Therapist Assistant*, 4 cap., Philadelphia, USA, F.A. Davis Company.

OTHMEN, K., 1993, "Composite material to detergency". *Encyclopedia of Chemical Technology*. v. 7, 4 ed. New York, Wiley.

PARKER, W., JENKINS, R., BUTLER, *et al.*, 1961. "Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity and Thermal Conductivity", *Journal of Applied Physics*, v. 32, n. 9, pp. 1679-1684.

PRENTICE, W. E., 2002, Técnicas de reabilitação em medicina esportiva, Manole.

PROKOP A. F., VAEZY S., NOBLE M. L., *et al.*, 2003, "Polyacrilamida Gel as an Acoustic Coupling Medium for Focused Ultrasound Therapy", *Ultrasound in Medicine & Biology*, v. 29, n. 9, pp. 1351-1358.

PYE, S.D., MILFORD, C., 1994, "The performance of ultrasound physiotherapy machines in Lothian region, Scotland, 1992", *Ultrasound in Medicine and Biology*, v. 20, n. 4, pp. 347-359.

PYE, S., 1996, "Ultrasound therapy equipment: Does it perform?", *Physiotherapy*, v. 81, n. 1, pp. 39-44.

REPACHOLI, M.H., BENWELL, D.A., 1979, "Using Surveys of Ultrasound Therapy Devices to Draft Performance Standards", *Health Physics*, v. 36, n. 6, pp. 679-686.

RIVEST, M., QUIRION-DE GIRIARD, C., SEABORNE, D., 1987, "Evaluation of Therapeutic Ultrasound Devices: Performance Estability Over 44 Weeks of Clinical Use", *Physiotherapy Canada*, v. 39, n. 2, pp. 77-86.

ROLDAN, E.A.V., 1977, *Polimerização da p(p-metacrilliloxibenzoato) butiferona em meio líquido-cristalino*. Dissertação de M.Sc. Departamento de Química Orgânica (UFRJ), Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

ROSS, R.N., SOURKES A.M., SANDERMAN J.M., 1984, "Survey of ultrasound therapy devices in Manitoba", *Health Physics*, v.47, pp. 595-601.

SARVAZYAN, A. P., PASHOVKIN, T. N., SHILINIKOU, G. V., 1985, "An extremely simple and rapid method of registration of ultrasonic field patterns", In: *Proceeding Ultrasound International*, Londres, pp. 324-328.

SATO, S. Y., PEREIRA, W.C.A., VIEIRA, C.R.S., 2003, "*Phantom* para Medição da Faixa Dinâmica de Equipamentos de Ultra-som Biomédicos". *Revista Brasileira de Engenharia Biomédica*, v. 19, n. 3, pp. 157-166.

SHAW, A., PAY, N. M., PRESTON, C. *et al.*, 1999, "Proposed standard thermal test object for medical ultrasound", *Ultrasound in Medicine and Biology*, v. 25, n. 3, pp. 121-132.

SILVERSTEIN, R. M., BASSLER, G. C., MORRILL, T. C., 2000, *Identificação Espectrométrica de Compostos Orgânicos*, 5ª ed., Rio de Janeiro, Guanabara Koogan.

SOUZA, A. B. B., MAGGI, L. E., ICHINOSE, R. M., *et al.*, 2008, "Expressão de Incertezas de Medição de Parâmetros Acústicos de Phantoms Ultra-Sônicos". In: *Anais do XXI Congresso Brasileiro de Engenharia Biomédica*, pp. 1202-1205, Salvador.

SPEED, C. A., 2001, "Therapeutic ultrasound in soft tissue lesions", *Rheumatology*, v. 40, n. 12, pp. 1331-1336.

TAKEGAMI, K. KANEKO, Y., WATANABE, T., *et al.*, 2004, "Polyacrylamide gel containing egg white as new model for irradiation experiments using focused ultrasound", *Ultrasound in Medicine and Biology*, v. 30, n. 10, pp. 1419–1422.

TER HAAR, G., 1987, "Basic physics of therapeutic ultrasound", *Physiotherapy*, v. 73, n. 3, pp. 110-113.

WATSON, T., 2008, "Ultrasound in contemporary physiotherapy practice", *Ultrasonics*, v. 48, n. 4, pp.321-329.

WILLIAMS, R., 1997, "Production and transmission of ultrasound", *Physiotherapy*, v.73, pp.113-116.

ZELL, K., SPERL, J. I., VOGEL, M. W., *et al.*, 2007, "Acoustical properties of selected tissue *phantom* materials for ultrasound imaging", *Physics in Medicine and Biology*, v. 52, pp. N475-N484.

ANEXO A: PROPRIEDADES ACÚSTICAS

Tabelas apresentando os valores de média e desvio-padrão das propriedades acústicas (atenuação e velocidade de propagação) nas três frequências experimentais durante as cinco semanas. Foram utilizadas quatro amostras: duas com resina epóxi, seu agente de **c**ura e os cristais colestéricos (amostras 1 e 2) e duas somente com resina epóxi e seu agente de cura (amostras 3 e 4).

Tabela A.1. Média e desvio-padrão dos valores de atenuação na freqüência de 0,91 MHz obtidas de cinco medições em locais distintos nas amostras

	Seman	a 1	Semana 2		Seman	a 3	Seman	a 4	Semana 5	
Amostra	Média (dB/cm)	dp								
1	3,83	0,02	4,06	0,08	3,77	0,08	3,81	0,04	3,69	0,04
2	2,84	0,07	3,36	0,13	3,08	0,01	3,53	0,01	4,37	0,1
3	3,75	0,03	4,23	0,07	3,55	0,03	3,66	0,02	4,38	0,07
4	3,76	0,04	3,72	0,03	3,16	0,09	3,72	0,09	3,45	0,1

Tabela A.2. Média e desvio-padrão dos valores de atenuação na freqüência de 2,01 MHz obtidas de cinco medições em locais distintos nas amostras

	Seman	a 1	Seman	a 2	Seman	a 3	Seman	a 4	Semana 5	
Amostra	Média (dB/cm)	dp								
1	7,19	0,01	7,17	0,02	7,32	0,02	7,2	0,01	7,04	0,02
2	8,41	0,07	8,35	0,02	7,49	0,01	7,41	0,02	7,68	0,01
3	7,01	0,02	6,68	0,02	6,48	0,01	7,02	0,02	6,87	0,01
4	6,44	0,01	6,42	0,01	6,71	0,01	6,74	0,01	6,4	0,02

Tabela A.3. Média e desvio-padrão dos valores de atenuação na freqüência de 4,02 MHz obtidas de cinco medições em locais distintos nas amostras

	Seman	Semana 1		Semana 2		a 3	Seman	a 4	Semana 5	
Amostra	Média (dB/cm)	dp	Média (dB/cm)	dp	Média (dB/cm)	dp	Média (dB/cm)	dp	Média (dB/cm)	dp
1	13,19	0,05	13,82	0,04	13,13	0,06	13,12	0,05	12,12	0,02
2	13,83	0,06	13,58	0,1	14,27	0,09	14,04	0,07	14,05	0,1
3	12,99	0,07	12,58	0,06	12,35	0,06	11,19	0,02	12,02	0,03
4	12,63	0,14	12,92	0,08	11,23	0,06	12,03	0,06	11,96	0,05

Tabela A.4. Média e desvio-padrão dos valores de velocidade de propagação na freqüência de 0,91 MHz obtidas de cinco medições em locais distintos nas amostras

	Seman	a 1	Seman	Semana 2		a 3	Seman	a 4	Semana 5	
Amostra	Média (m/s)	dp	Média (m/s)	dp	Média (m/s)	dp	Média (m/s)	dp	Média (m/s)	dp
1	2280,21	5,59	2280,21	2,91	2280,63	3,34	2270,14	4,34	2272,78	5,16
2	2217,99	3,38	2211,53	2,87	2219,04	1,00	2216,75	4,84	2279,32	4,76
3	2326,61	0,91	2295,96	4,94	2297,77	3,79	2301,46	1,04	2296,70	2,44
4	2325,64	4,30	2327,74	2,30	2327,68	6,25	2318,91	4,10	2305,00	5,16

Tabela A.5. Média e desvio-padrão dos valores de velocidade de propagação na freqüência de 2,01 MHz obtidas de cinco medições em locais distintos nas amostras

	Seman	a 1	Seman	Semana 2		a 3	Seman	a 4	Semana 5	
Amostra	Média (m/s)	dp	Média (m/s)	dp	Média (m/s)	dp	Média (m/s)	dp	Média (m/s)	dp
1	2469,72	1,47	2485,15	0,70	2475,30	1,12	2481,70	0,98	2476,80	3,90
2	2419,94	0,71	2419,42	0,89	2414,91	0,89	2421,33	1,08	2422,22	1,18
3	2495,24	0,82	2497,97	0,84	2498,84	4,40	2496,76	4,93	2490,63	2,31
4	2480,20	1,23	2479.40	1,47	2478,55	0,95	2482,20	0,67	2487,48	0,97

Tabela A.6. Média e desvio-padrão dos valores de velocidade de propagação na freqüência de 4,02 MHz obtidas de cinco medições em locais distintos nas amostras

	Semana 1		Seman	emana 2 Semana 3			Seman	a 4	Semana 5		
Amostra	Média (m/s)	dp	Média (m/s)	dp	Média (m/s)	dp	Média (m/s)	dp	Média (m/s)	dp	
1	2527,77	1,31	2555,44	2,69	2558,27	2,17	2560,10	3,15	2555,57	3,00	
2	2584,99	2,04	2467,99	2,24	2462,39	1,66	2526,18	2,09	2525,89	1,00	
3	2537,62	1,29	2564,43	1,45	2563,35	3,07	2566,59	1,37	2576,34	1,37	
4	2528,68	2,48	2522,18	0,58	2544,19	2,11	2535,19	1,58	1525,63	2,20	

ANEXO B: PROPRIEDADES TÉRMICAS

Tabelas apresentando os valores de média e desvio-padrão das propriedades térmicas (difusividade térmica, calor específico e condutividade térmica) nas três temperaturas medidas. Foram utilizadas cinco amostras: três com resina epóxi, seu agente de **c**ura e os cristais colestéricos (amostras 1, 2 e 3) e duas somente com resina epóxi e seu agente de cura (amostras 4 e 5).

Tabela B.1. Valores de média e desvio-padrão (dp) da difusividade térmica nas cinco amostras nas temperaturas de 25, 35 e 45°C

	Amost	ra 1	Amost	ra 2	Amost	ra 3	Amost	ra 4	Amostra 5		
T ^a (°C)	Média (mm²/s)	dp									
25	0,124	0	0,120	0	0,121	0,001	0,137	0,001	0,124	0,001	
35	0,117	0,003	0,114	0,003	0,114	0,001	0,115	0,001	0,110	0,001	
45	0,111	0,002	0,105	0,002	0,108	0,001	0,107	0,001	0,107	0,001	

Tabela B.2. Valores de média e desvio-padrão (dp) do calor específico nas cinco amostras nas temperaturas de 25, 35 e 45°C

	Amos	tra 1	Amos	Amostra 2		Amostra 3		tra 4	Amostra 5		
T ^a (°C)	Média (J/g.K)	dp	Média (J/g.K)	dp	Média (J/g.K)	dp	Média (J/g.K)	dp	Média (J/g.K)	dp	
25	1,2	0,016	1,271	0,017	1,284	0,006	1,717	0,013	1,697	0,014	
35	1,155	0,095	1,298	0,027	1,352	0,028	1,953	0,036	2,131	0,067	
45	1,596	0,058	1,704	0,029	1,761	0,045	1,956	0,069	2,133	0,081	

Tabela B.3. Valores de média e desvio-padrão (dp) da condutividade térmica nas cinco amostras nas temperaturas de 25, 35 e 45°C

	Amost	ra 1	Amost	ra 2	Amost	ra 3	Amost	ra 4	Amostra 5		
T ^a (°C)	média (W/m.K)	dp									
25	0,175	0	0,179	0	0,182	0,001	0,270	0,002	0,244	0,003	
35	0,160	0,004	0,173	0,001	0,182	0,001	0,259	0,002	0,271	0,001	
45	0,208	0,005	0,210	0,001	0,224	0,001	0,242	0,002	0,251	0,002	

ANEXO C: PRODUÇÃO DA DISSERTAÇÃO

- 1 Depósito do protocolo experimental para patente. Título: CORPO DE PROVA TERMOCROMÁTICO PARA APLICAÇÃO EM ULTRA-SOM TERAPÊUTICO.
- 2 COSTA, R. M., BUNN, P.S., MAGGI, L.E. *et al.*, 2008, "*Phantom* com propriedades termocromáticas para visualização da radiação gerada por transdutores ultra-sônicos de Fisioterapia", *In*: Anais do XXI Congresso Brasileiro de Engenharia Biomédica (CBEB) 2008, pp.1042-1045, Salvador, Brasil, 16 a 20 de novembro.