



Pedro Gonçalo de Almeida Pata

Licenciado em Ciências de Engenharia

**Fundamentos e Aplicações da
Metodologia de Ensaios Não
Destrutivos com Células Bacterianas**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia Mecânica

Orientador: Professor Doutor Telmo Jorge Gomes
Santos, Faculdade de Ciências e Tecnologia

Co-orientador: Doutora Carla C.C.R. Carvalho, Instituto
Superior Técnico

Fundamentos e Aplicações da Metodologia de Ensaio Não Destrutivo com Células Bacterianas

Copyright © 2015 Pedro Gonçalo de Almeida Pata

Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar quero agradecer à minha Mãe, pessoa sem a qual era impossível alcançar o pouco que já alcancei até aqui na minha vida, ao meu irmão Diogo pela sua energia contagiante e pelo seu apoio incondicional, à minha avó Benedita e ao meu avô António pelo seu apoio, confiança e ajuda em todas as fases da minha vida e ao meu amigo José pelo seu apoio e confiança.

À Margarida que nestes últimos anos me apoiou, confiou e encorajou em todos os momentos, o meu sincero muito obrigado.

Ao meu orientador, Professor Telmo Santos pela energia e empenho que dedicou a este projeto bem como pelos seus conselhos que me ajudaram muito na realização deste trabalho.

À minha co-orientadora, a Doutora Carla Carvalho que disponibilizou as células bacterianas e o seu laboratório para a realização dos ensaios experimentais assim com agradeço também a sua enorme disponibilidade e partilha de conhecimentos.

Aos técnicos das oficinas do DEMI da FCT, Sr. António Campos e Sr. Paulo Magalhães o meu sincero obrigado pela ajuda na realização deste trabalho.

Aos professores do DEMI da FCT pelo conhecimento transmitido ao longo do meu percurso académico.

Aos meus colegas do laboratório de Tecnologia Mecânica e Ensaios Não Destrutivos pelo seu espírito de amizade e partilha de conhecimentos.

Aos meus amigos que sempre me acompanharam ao longo da minha vida escolar e com os quais sempre pude contar, o meu sincero obrigado.

Desejo agradecer também às seguintes entidades:

Ao Instituto de Biotecnologia e Bioengenharia (IBB) do Instituto Superior Técnico (IST) por possibilitar o uso das suas instalações e equipamentos necessários à realização deste projecto.

À Fundação para a Ciência e a Tecnologia (FCT – MEC), pelo suporte financeiro concedido a este trabalho no âmbito do projecto I&D MicroBac (PTDC/EME – TME/118678/2010).

RESUMO

Os Ensaio s Não Destrutivos (END) são determinantes para a fiabilidade de materiais cuja integridade é de extrema importância. A técnica de Ensaio s Não Destrutivos com células bacterianas (CB) tem demonstrado viabilidade para deteção de defeitos superficiais, com espessuras e profundidades inferiores a 5 µm em vários materiais de engenharia. O conhecimento adquirido sobre esta técnica já é significativo mas alguns aspetos necessitam de mais desenvolvimentos, como a interação bactéria-defeito e a viabilidade da técnica para condições de superfície diferentes das já ensaiadas.

O objetivo deste trabalho é alargar a técnica a uma maior gama de materiais de engenharia com condições de superfície diferentes, assim como, desenvolver o conhecimento sobre a interação bactéria-defeito.

A bactéria *Rhodococcus erythropolis* foi usada na inspeção de vários materiais como Alumínio Liga 1100, Estanho, Ouro, Prata, INCONEL 9095, Aço revestido com Nickel, Cobre revestido com Ouro, Alumínio revestido com Cobre, Polímero com nano tubos de carbono, entre outros, e com condições de superfície diferentes como superfícies anodizadas e revestidas. Foram também caracterizados os campos magnéticos de dois equipamentos desenvolvidos para esta técnica de Ensaio s Não Destrutivos.

Os resultados experimentais mostraram que a utilização de campos magnéticos contribui positivamente para a deteção de defeitos e que provetes com revestimentos superficiais diferentes revelam resultados diferentes apesar de terem o mesmo material base.

PALAVRAS-CHAVE

Ensaio s Não Destrutivos

Micro defeitos

Células bacterianas

Novos materiais de engenharia

ABSTRACT

The Non-Destructive Testing (NDT) is crucial to the reliability of materials whose integrity is of utmost importance. The nondestructive testing technique with bacterial cell (BC) has shown feasibility for detection of surface defects with thicknesses and depths less than 5 um in various engineering materials. The knowledge acquired in this technique is significant but some aspects require further development, as the bacteria-defect interactions and the technical feasibility for different surface conditions of those already tested.

The purpose of this work is to extend the technique to a wider range of engineering materials with different surface conditions, as well as developing the knowledge of bacteria-defect interaction.

The *Rhodococcus erythropolis* bacteria was used in the inspection of various materials such as AA1100, Tin, Gold, Silver, INCONEL 9095, steel coated with Nickel, Copper coated with gold, aluminum coated with copper, polymer with carbon nanotubes, among others, and subjected to different surface conditions, such as anodized and coated surfaces. The magnetic fields of two devices developed for this Non-Destructive Testing technique were also characterized.

The experimental results showed that the use of magnetic fields positively contributes to the detection of defects and that test samples with different surface coatings show different results while having the same base material.

KEY-WORDS

Non-Destructive Testing (NDT)

Micro defects

Bacterial Cells (BC)

New materials for engineering

ÍNDICE

AGRADECIMENTOS	v
RESUMO	vii
PALAVRAS-CHAVE	vii
ABSTRACT	x
KEY-WORDS	x
ÍNDICE	xii
ÍNDICE DE FIGURAS	xvi
ÍNDICE DE TABELAS	xxii
NOMENCLATURA	xxiv
1. INTRODUÇÃO	1
1.1 Estado da Arte e Motivação	1
1.2 Objetivos	3
1.3 Estrutura da Dissertação	3
1.4 Trabalho Desenvolvido	5
2. ESTADO DA ARTE	7
2.1 Introdução	7
2.2 Ensaio Não Destrutivo	8
2.3 Ensaio Não Destrutivo por Líquidos Penetrantes	9
2.3.1 Metodologia de aplicação	9
2.4 Ensaio Não Destrutivo com Células Bacterianas	11
2.4.1 Metodologia de aplicação	12
2.4.2 Equipamentos desenvolvidos	14
2.4.3 Principais parâmetros da técnica de END com CB	16
2.4.4 Resultados da técnica de END com CB	16
2.4.5 Modelo analítico do movimento das células bacterianas	17

2.5	Outros Métodos de Detecção de Micro defeitos	20
2.5.1	Spin-valve Giant Magnetoresistance sensor e Tomografia Computorizada ..	21
2.5.2	Interferometria a Laser	21
2.5.3	Laser –Doppler vibrometry	22
2.5.4	Nanoemulsão polarizável magneticamente.....	25
2.6	Anodização	27
3.	Materiais e Métodos	30
3.1	Introdução	30
3.2	Produção de Provetes	31
3.2.1	Materiais utilizados.....	31
3.2.2	Defeitos padrão produzidos	35
3.2.3	Anodização de provetes de Alumínio	38
4.	Ensaaios Experimentais.....	40
4.1	Procedimento Experimental	40
4.2	Ensaaios Experimentais com Células Bacterianas	41
4.2.1	AA1100	43
4.2.2	AA1100 Anodizado	44
4.2.3	Perfil Bosch	47
4.2.4	Alumínio Anodizado e pintado	48
4.2.5	Estanho.....	49
4.2.6	Ouro 24kt.....	51
4.2.7	Cobalto-Crómio	54
4.2.8	INCONEL 9095	56
4.2.9	Estanho-Chumbo	57
4.2.10	Disco de um Disco Rígido.....	59
4.2.11	Ouro 9kt.....	60
4.2.12	Prata 835	62
4.2.13	Bloco Padrão DIN EN ISO 3452-2:2006.....	64
4.2.14	Aço revestido com Níquel	65

4.2.15	Aço revestido com Zinco	67
4.2.16	Cobre revestido com Cobre	69
4.2.17	Aço revestido com Cobre	71
4.2.18	Alumínio revestido com Cobre	73
4.2.19	Alumínio revestido com Ouro	76
4.2.20	Aço revestido com Ouro.....	78
4.2.21	Cobre revestido com Ouro	80
4.2.22	Polímero com Nano Tubos de Carbono	82
4.2.23	Chip.....	84
4.2.24	Placa <i>Printed Circuit Board</i> (PCB)	86
4.3	Síntese do Capítulo.....	88
5.	Conclusões e Proposta de Desenvolvimentos Futuros	92
5.1	Conclusões	92
5.2	Proposta de Desenvolvimento Futuro	94
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	96

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 - Metodologia de aplicação da técnica [1].....	13
Figura 2.2 - Diagrama de corpo livre de uma bactéria [4].....	19
Figura 2.3 - Ilustração do <i>Laser-Doppler vibrometry</i> [11].....	22
Figura 2.4 - Demonstração de um defeito no sinal obtido [11].	23
Figura 2.5 - Distorção causada por defeitos da mesma altura mas com dimensões diferentes [11].....	24
Figura 2.6 - Fórmula matemática de desconvulsão [11].	24
Figura 2.7 - Mapa dos defeitos encontrados no disco [11].	25
Figura 2.8 - Representação das amostras (a,c,e) e do sensor do nanofluído (b,d, f-i) [17].	25
Figura 2.9 - Representação da configuração para a medição do campo magnético e recolha de imagem [17].....	26
Figura 3.1 - a) Matriz de micro defeitos; b) Forma dos defeitos [4].	36
Figura 3.2 - Aparato Laboratorial para a anodização de alumínio.	38
Figura 3.3 - Provetes de alumínio anodizados.	39
Figura 4.1 - Ensaio Experimentais AA1100 com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> positiva.....	43
Figura 4.2 - Ensaio Experimental AA1100 com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> negativa.	44
Figura 4.3 - Ensaio Experimental AA1100 Anodizado com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> positiva.	45
Figura 4.4 - Ensaio Experimental AA1100 Anodizado com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> negativas.	45
Figura 4.5 - Ensaio Experimental AA1100 Anodizado. a) com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial positiva. b) com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial negativa.	46
Figura 4.6 - Ensaio Experimental AA1100 metade anodizado. a) sem CB. b) com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial positiva.....	46
Figura 4.7 - Ensaio Experimental em Perfil Bosch com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial positiva.	47

Figura 4.8 - Ensaio Experimental com Perfil Bosch sem anodização. a) com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial positiva. b) com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial negativa.....	48
Figura 4.9 - Ensaio Experimental em Alumínio Anodizado e pintado. a) sem CB. b) com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial positiva.	49
Figura 4.10 - Ensaio Experimental em provete de Estanho com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial positiva. a) Provete 2. b) Provete 3.....	50
Figura 4.11 - Ensaio Experimental em provete de Estanho com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial negativa. a) Provete 2. b) Provete 3	51
Figura 4.12 - Ensaio Experimental em provete de Ouro 24kt com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial positiva	51
Figura 4.13 - Ensaio Experimental em provete de Ouro 24kt com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial negativa. a) Matriz nano defeitos. b) Matriz nano defeitos em pormenor.	52
Figura 4.14 - Ensaio Experimental em provete de Ouro 24kt com CB magnéticas.....	53
Figura 4.15 - Ensaio Experimental em provete de Ouro 24kt com CB magnéticas.....	53
Figura 4.16 - Representação gráfica da intensidade do campo magnético B em da distância ao iman permanente [5].	54
Figura 4.17 - Ensaio Experimental em provete de Cobalto-Crómio; a) sem CB; b)com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial positiva	55
Figura 4.18 - Ensaio Experimental em provete de Cobalto-Crómio com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial negativa.	55
Figura 4.19 - Ensaio Experimental em provete de INCONEL; a) sem CB; b) com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial positiva.	56
Figura 4.20 - Ensaio Experimental em provete de INCONEL com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial negativa.....	57
Figura 4.21 - Ensaio Experimental em provete de Estanho-Chumbo.....	57
Figura 4.22 - Ensaio Experimental em provete de Estanho-Chumbo; a) com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> positivas; b) com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> negativas.....	58
Figura 4.23 - Ensaio Experimental em provete de Estanho-Chumbo com CB magnéticas.	58
Figura 4.24 - Ensaio Experimental em provete de Disco Rígido sem CB.	59
Figura 4.25 - Ensaio Experimental em provete de Disco Rígido; a) com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> positivas; b) com <i>Rhodococcus erythropolis</i> negativas.....	60

Figura 4.26 - Ensaio Experimental em provete de Ouro 9kt sem CB.	61
Figura 4.27 - Ensaio Experimental em provete de Ouro 9kt; a) com CB Rhodococcus erythropolis positivas; b) com CB Rhodococcus erythropolis negativas.....	61
Figura 4.28 - Provete de Prata	62
Figura 4.29 - Ensaio Experimental em provete de Prata.	63
Figura 4.30 - Ensaio Experimental em provete de Prata; a) com CB Rhodococcus erythropolis positivas; b) com CB Rhodococcus erythropolis negativas	63
Figura 4.31 - Ensaio Experimental em provete de Bloco padrão ISO tipo1	64
Figura 4.32 - Ensaio Experimental em provete de Bloco padrão tipo 1; a) com CB Rhodococcus erythropolis positivas; b) com CB Rhodococcus erythropolis negativas.....	65
Figura 4.33 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de aço revestido com níquel.....	66
Figura 4.34 - Ensaio Experimental em provete de aço revestido com níquel com CB Rhodococcus erythropolis positivas.....	66
Figura 4.35 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de aço revestido com níquel com CB Rhodococcus erythropolis positivas.....	67
Figura 4.36 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de aço revestido com zinco.....	68
Figura 4.37 - Ensaio Experimental em provete de aço revestido com zinco com CB Rhodococcus erythropolis positivas.....	68
Figura 4.38 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de aço revestido com zinco com CB Rhodococcus erythropolis positivas.....	69
Figura 4.39 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de cobre revestido com cobre.....	70
Figura 4.40 - Ensaio Experimental em provete de cobre revestido com cobre com CB Rhodococcus erythropolis positivas.....	70
Figura 4.41 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de cobre revestido com cobre com CB Rhodococcus erythropolis positivas.....	71
Figura 4.42 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de aço revestido com cobre.....	72
Figura 4.43 - Ensaio Experimental em provete de aço revestido com cobre com CB Rhodococcus erythropolis positivas.....	72

Figura 4.44 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de aço revestido com cobre com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> positivas.	73
Figura 4.45 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de alumínio revestido com cobre.	74
Figura 4.46 - Ensaio Experimental em provete de alumínio revestido com cobre com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> positivas.	74
Figura 4.47 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de alumínio revestido com cobre com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> com carga superficial positiva. ..	75
Figura 4.48 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de alumínio revestido com ouro.	76
Figura 4.49 - Ensaio Experimental em provete de alumínio revestido com ouro com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> positivas.	76
Figura 4.50 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de alumínio revestido com ouro com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> positivas.	77
Figura 4.51 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de aço revestido com ouro.	78
Figura 4.52 - Ensaio Experimental em provete de aço revestido com ouro com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> positivas.	78
Figura 4.53 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de aço revestido com ouro com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> positivas.	79
Figura 4.54 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de cobre revestido com ouro.	80
Figura 4.55 - Ensaio Experimental em provete de cobre revestido com ouro com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> positivas.	81
Figura 4.56 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de cobre revestido com ouro com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> positivas.	81
Figura 4.57 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de polímero com nano tubos de carbono.	82
Figura 4.58 - Ensaio Experimental em provete de polímero com nano tubos de carbono com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> positivas.	83
Figura 4.59 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de polímero com nano tubos de carbono com CB <i>Rhodococcus erythropolis</i> positivas.	83
Figura 4.60 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de chip.	84

Figura 4.61 - Ensaio Experimental em provete de chip com CB Rhodococcus erythropolis positivas.....	85
Figura 4.62 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de chip com CB Rhodococcus erythropolis positivas.....	85
Figura 4.63 – Placa Visteon sem bactérias.....	86
Figura 4.64 - Ensaio Experimental em provete da placa Visteon com CB Rhodococcus erythropolis com carga superficial positiva.	87

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1 - Propriedades das células bacterianas utilizadas nos ensaios [22].	12
Tabela 2.2 - Caracterização dos equipamentos existentes para a técnica de END com CB. ...	15
Tabela 2.3 - Resultados do END com CB.	17
Tabela 3.1 - Propriedades dos materiais dos provetes [23].	32
Tabela 3.2 - Provetes utilizados nos ensaios	34
Tabela 3.3 - Escala de dimensões dos defeitos.	35
Tabela 3.4 - Caracterização dos micro defeitos nos diferentes materiais.	37
Tabela 4.1 - Planificação dos ensaios experimentais com CB.	43
Tabela 4.2 – Menor defeito detetado nos provetes com revestimentos.	89
Tabela 4.3 - Tabela dos menores defeitos detetados nos ensaios realizados.	90

NOMENCLATURA

Siglas

AA	<i>Aluminium alloy</i>
AISI	<i>American Iron and Steel Institute</i>
ASNT	<i>American Society for Nondestructive Testing</i>
BC	<i>Bacterial cells</i>
CB	Células bacterianas
DEMI	Departamento de Engenharia Mecânica e Industrial
END	Ensaio Não Destrutivo
FCT	Faculdade de Ciências e Tecnologias
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
kt	Quilates
LP	Líquidos penetrantes
NDT	<i>Non-Destructive Testing</i>
NTI	Núcleo de Tecnologia Industrial
PCB	<i>Printed Circuit Board</i>
UNL	Universidade Nova de Lisboa
CEMUC	Centro de Engenharia Mecânica da Universidade de Coimbra

1. INTRODUÇÃO

1.1 Estado da Arte e Motivação

Os Ensaaios Não Destrutivos consistem na aplicação de um vasto grupo de metodologias e técnicas de ensaio de modo a analisar peças, materiais ou equipamentos sem alterar ou danificar as suas características de forma irreversível, podendo, após a inspeção voltar ao seu normal funcionamento.

Com a recente evolução tecnológica, surgiu a necessidade de desenvolver novos métodos e a utilização de novos materiais. Com o desenvolvimento de novas tecnologias de fabricação, como é o caso da micro fabricação [24], surge a necessidade de desenvolver novas técnicas de END, de modo a conseguir acompanhar essa evolução.

A motivação deste trabalho decorre da necessidade de desenvolver novas técnicas de END, que consigam detetar micro defeitos superficiais em peças e equipamentos, nomeadamente, fabricados por micro fabricação, uma vez que as técnicas de END atuais não se adequam a esta nova realidade porque não existe coincidência entre os defeitos encontrados na fabricação convencional e na micro fabricação. Esta nova técnica de ensaios não destrutivos tem como base o uso de

células bacterianas para a detecção de micro defeitos. A utilização de células bacterianas tem como objetivo, explorar as suas principais características como o tamanho, a mobilidade e a sua aderência.

O primeiro trabalho efetuado sobre esta nova técnica de END foi realizado por João Borges [1] e permitiu avaliar o potencial desta nova técnica, obtendo bons indicadores. Como desenvolvimento surgiram os trabalhos de Bruno Mateus [2] e Diogo Carvalho [3], que criaram novos equipamentos e fizeram vários ensaios práticos em diversos materiais recolhendo mais informação sobre esta nova técnica e definiram alguns parâmetros ótimos para os ensaios realizados. Continuando o desenvolvimento desta técnica surgiu o trabalho de Patrick Inácio [4] que desenvolveu um novo equipamento para aplicação de campos magnéticos tridimensionais, caracterizou os campos magnéticos e elétricos dos equipamentos existentes, simulou o comportamento das células bacterianas sujeitas a forças magnéticas e elétricas em meio aquoso e realizou mais ensaios práticos com diferentes células bacterianas e em diferentes materiais de engenharia. Por último, na sequência do trabalho realizado anteriormente, Alexandre Costa [5] realizou um trabalho em que desenvolveu mais um equipamento de aplicação de um campo magnético triaxial permanente, simulou analiticamente o movimento das células bacterianas quando sujeitas a diferentes intensidades e frequências do campo elétrico aplicado, e realizou ensaios experimentais com padrões de sensibilidade de modo a poder comparar os resultados com os resultados dos ensaios com líquidos penetrantes.

Visto que a técnica necessita de mais investigação e desenvolvimento, o trabalho a realizar pretende dar mais informações sobre os fundamentos desta técnica e sobre futuras aplicações industriais.

1.2 Objetivos

Tendo em consideração o conhecimento teórico e experimental adquirido com os vários trabalhos realizados ao longo dos últimos 4 anos, e a necessidade de responder a algumas questões ainda em aberto, pretende-se aprofundar o estudo da técnica de END com células bacterianas por forma a compreender melhor alguns aspetos envolvidos, bem como a sua influência nos resultados finais da inspeção.

Nesse sentido, os objetivos propostos para este trabalho são:

- Alargar esta nova técnica de END a uma vasta gama de materiais de engenharia e a materiais com condições de superfície diferentes assim como a novas peças de biomédica, eletrónica e componentes micro fabricados
- Aprofundar o conhecimento sobre o mecanismo de interação bactéria-defeito
- Selecionar, preparar e caracterizar provetes para ensaios.

1.3 Estrutura da Dissertação

O presente documento encontra-se estruturado em cinco capítulos, ao longo os quais se desenvolvem as matérias tratadas.

No Capítulo 2 é apresentado o estado da arte das matérias abordadas neste trabalho, ou seja os Ensaio Não Destrutivos (END), em particular os Ensaio Não Destrutivos com células bacterianas (CB). A pesquisa bibliográfica encontra-se dividida em três partes: em 2.2 são abordados os END na sua generalidade, em 2.3 refere-se os END por Líquidos Penetrantes, em 2.4 foca-se os END com CB e tudo o que está relacionado com esta nova técnica de END, por último este Capítulo em 2.5 aborda-se alguns outros métodos de deteção de micro defeitos.

No Capítulo 3 aborda-se a conceção e a produção dos defeitos e dos provetes utilizados nos ensaios experimentais.

O Capítulo 4 compreende a parte experimental deste trabalho assim, em 4.1 explica-se o procedimento experimental e em 4.2 aborda-se os ensaios experimentais realizados assim como os seus resultados.

No Capítulo 5 apresentam-se as conclusões do trabalho desenvolvido e as propostas para futuros desenvolvimentos.

1.4 Trabalho Desenvolvido

Foi feita uma pesquisa bibliográfica sobre técnicas de detecção de micro defeitos e foi efetuada uma agregação de informação sobre o desenvolvimento da técnica de END com CB.

Foram produzidos vários provetes para serem sujeitos a ensaios experimentais, os materiais utilizados foram:

- Alumínio AA100.
- Alumínio AA100 anodizado.
- Alumínio anodizado e pintado.
- Bloco padrão de Líquidos Penetrantes ISO 3452-3.
- Superfície de um disco rígido que tem material uma liga de cobalto.
- Liga de INCONEL 9095.
- Liga de cromo-cobalto 9100.
- Prata.
- Ouro 9kt.
- Ouro 24kt.
- Estanho.
- Liga com 60% de estanho e 40% chumbo.

Realizaram-se os ensaios experimentais que permitiram determinar o menor defeito detetado com esta técnica de END com CB para os materiais dos provetes produzidos. As células bacterianas utilizadas nos ensaios experimentais realizados foram *Rhodococcus erythropolis* DCL14.

Por fim foi feita uma simulação numérica do campo elétrico e magnético de alguns equipamentos desenvolvidos para esta técnica de END e foi desenvolvido o modelo analítico já existente do movimento das células bacterianas.

2. ESTADO DA ARTE

2.1 Introdução

Neste capítulo é apresentado o resultado da pesquisa bibliográfica realizada e a revisão do conhecimento existente sobre as matérias mais importantes para este trabalho. No estado da arte são abordados os temas, END com líquidos penetrantes (LP), END com células bacterianas (CB) e outras técnicas para a detecção de micro defeitos.

2.2 Ensaios Não Destrutivos

Os Ensaios Não Destrutivos (END) consistem na aplicação de um vasto grupo de técnicas e metodologias de ensaio de modo a analisar peças, materiais e equipamentos sem alterar ou danificar as suas características de forma irreversível, podendo após a inspeção voltar ao seu normal funcionamento. Os END são técnicas que permitem controlar o estado dos equipamentos e materiais, havendo a possibilidade de realizar os ensaios em materiais acabados ou semiacabados. A escolha correta do ensaio não destrutivo a utilizar permite obter informações sobre o tipo de defeito, a sua localização, a sua geometria e a sua dimensão. São muito utilizados na indústria por serem económicos em termos de tempo e por não comprometerem o uso das peças inspecionadas. Este tipo de ensaio é definido pela *American Society for Nondestructive Testing* [6], como:

“Processos de inspeção, teste e avaliação de materiais, componentes ou peças para a deteção de descontinuidades e defeitos sem danificar as características que lhe permitem desempenhar a sua função.”

Os END não têm uma data específica para o seu aparecimento, mas sofreram um grande desenvolvimento nas duas Grandes Guerras Mundiais passando a ser uma ferramenta importante para o aumento os níveis de fiabilidade, qualidade e segurança dos materiais e componentes. Com o desenvolvimento das tecnologias de produção e com o aparecimento de novos materiais, surgem novos tipos de defeitos e com eles a necessidade de novas técnicas de END para a sua deteção.

Devido às inúmeras tecnologias de END, estas podem ser classificadas em função dos seus princípios físicos, entre os quais se podem salientar:

- Radiação eletromagnética.
- Eletromagnetismo.
- Ultra-sons.
- Outros.

Os métodos mais comuns destes ensaios são, a inspeção visual, os líquidos penetrantes, as partículas magnéticas, os raios X, as correntes induzidas e os ultra-sons.

2.3 Ensaios Não Destrutivos por Líquidos Penetrantes

A técnica de Ensaios Não Destrutivos por Líquidos Penetrantes (LP) é uma das técnicas mais simples e mais sensíveis na detecção de defeitos à superfície. Esta técnica é aplicável a quase todo o tipo de componentes, com geometria simples ou complexa, com materiais metálicos, cerâmicos ou poliméricos, magnéticos ou não magnéticos, exceto componentes com materiais porosos [7].

A origem dos Líquidos Penetrantes remonta ao início do século XIX em que, na indústria dos caminhos de ferros, as peças eram mergulhadas em óleo mineral, secas e cobertas com talco e o aparecimento de manchas de óleo na superfície da peça revelava a existência dos defeitos. Apesar de eficaz para defeitos de grandes dimensões, esta técnica rudimentar não permitia detetar defeitos de dimensões reduzidas ou com pequenas aberturas à superfície, o que levou ao desenvolvimento de líquidos penetrantes com melhor capacidade de penetração (capilaridade) e à adição de corantes para melhor detecção dos defeitos [8]. A técnica de Líquidos Penetrantes é uma das técnicas mais usadas na indústria devido à sua fácil aplicação e rapidez na obtenção dos resultados.

2.3.1 Metodologia de aplicação

Esta técnica de END baseia-se na capacidade de penetração dos líquidos penetrantes por efeito de capilaridade. O procedimento para a realização de um ensaio por LP é o seguinte [9]:

1. Preparação da superfície: É necessário garantir que a superfície a inspecionar está livre de gorduras, óleos, poeiras, água ou outras substâncias que possam comprometer a entrada do LP nos defeitos.
2. Aplicação do penetrante: Depois de a superfície estar limpa, o penetrante é aplicado sobre a forma de *spray* ou a peça é mergulhada num banho de líquido penetrante.
3. Tempo de penetração: Seguidamente à colocação do penetrante sobre a superfície, é importante deixá-lo atuar durante algum tempo para possibilitar a sua entrada nos defeitos de menores dimensões. Este tempo é geralmente aconselhado pelo produtor do penetrante e pode variar entre 5 a 60 minutos.

4. Remoção do penetrante em excesso: A remoção do excesso de penetrante é uma etapa muito delicada uma vez que o penetrante que se encontra nos defeitos não deve ser removido. A remoção do penetrante pode ser efetuada de três formas, com água, com um emulsificador, com solventes ou com remoção mecânica.

5. Aplicação do revelador: É aplicada, uniformemente, uma fina camada de revelador sobre toda a superfície a ser inspecionada de modo a absorver o penetrante que se encontra nos defeitos, indicando desta forma onde se encontram os defeitos.

6. Inspeção e interpretação dos resultados: Após a detecção dos defeitos, estes são caracterizados de modo a avaliar se os defeitos são prejudiciais ou não.

7. Limpeza da superfície: O último passo deste procedimento é a limpeza da superfície de modo a remover todos os vestígios de materiais penetrantes que possam permanecer na superfície, o que poderia afetar uma aplicação futura ou mesmo o normal funcionamento do componente.

Os LP têm como principais propriedades a capilaridade/molhabilidade, a coloração e a viscosidade. Outras características dos LP são:

- Ponto de inflamação elevado.
- Volatilidade baixa.
- Estabilidade térmica para que não ocorra perda de brilho e cor dos pigmentos utilizados.
- Inércia química, ou seja, o penetrante não pode reagir quimicamente com as peças a inspecionar.
- Toxicidade baixa.
- Solubilidade e facilidade de remoção.

2.4 Ensaios Não Destrutivos com Células Bacterianas

A técnica de END com CB é uma técnica inovadora, que está a ser desenvolvida no Núcleo de Tecnologia Industrial (NTI) da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa (FCT-UNL) e que visa tirar partido de algumas características das células como, a sua dimensão, aderência, fluorescência, reprodutibilidade, morte, mobilidade e sensibilidade aos campos elétricos e magnéticos para a deteção de micro defeitos superficiais, apesar de existirem outras técnicas de END que detetem micro defeitos superficiais como é apresentado em 2.5. A sua interação com os campos elétricos e magnéticos é utilizada para aumentar a sua mobilidade e a sua penetração nos defeitos, através de equipamentos desenvolvidos para a aplicação desses mesmos campos em três direções ortogonais.

As CB utilizadas nesta técnica de END não são patogénicas e por isso não representam qualquer perigo para quem está a realizar o ensaio. A seleção das CB a utilizar em cada ensaio depende da sua dimensão, da interação com os materiais e da interação com os campos elétricos e magnéticos a aplicar no provete a ensaiar. Para os ensaios em que são aplicados campos magnéticos as células utilizadas são as *Staphylococcus aureus* e as *Staphylococcus hominis* uma vez que estas contêm partículas de ferro, motivo pelo qual interagem com os campos magnéticos. Para os ensaios em que são aplicados campos elétricos as células utilizadas são as *Rhodococcus erythropolis* DCL14 que contem carga elétrica.

Uma característica comum a todas as células é a possibilidade de fluorescência na gama de 480-500 nm. A fluorescência é provocada por uma mistura de ácido nucleico verde fluorescente SYTO[®]9 (que confere a coloração verde a todas as células) e iodeto de propídeo (que confere uma coloração vermelha às células danificadas). Deste modo é possível distinguir entre uma célula danificada e uma célula viável [10].

As principais características das CB utilizadas nos ensaios são apresentadas na Tabela 2.1.[3].

Designação	Propriedades elétricas/magnéticas	Diâmetro médio	Comprimento /Largura (valor médio)	Fonte de Carbono
<i>Rhodococcus erythropolis</i>	Elétrica	-	1,5 µm /0,6 µm	Etanol ou hexadecano
<i>S. aureus</i>	Magnética	0,64 µm	-	Glucose
<i>S. hominis</i>	Magnética	0,64 µm	-	Glucose

Tabela 2.1 - Propriedades das células bacterianas utilizadas nos ensaios [22].

O defeito mais pequeno que foi possível detetar com esta técnica foi detetado no âmbito da tese de Mestrado de Alexandre Costa [5] e media de lado 5,3 µm e de profundidade 0.4 µm sendo o material do provete ensaiado AISI 316L.

A investigação sobre esta técnica de END tem tido os seus desenvolvimentos através da investigação levada a cabo pelo Núcleo de Tecnologia Industrial (NTI) da Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa (FCT-UNL) no âmbito de teses de Mestrado, como é descrito no seguimento do sub-capítulo 2.4.

2.4.1 Metodologia de aplicação

O procedimento para a realização de um ensaio desta nova técnica tem paralelismo com o END por LP e consiste em 8 etapas:

1. Identificação da área a inspecionar.
2. Limpeza superficial.
3. Aplicação das CB.
4. Penetração e aderência.
5. Remoção do excesso de CB.
6. Revelação.
7. Inspeção e Interpretação.
8. Limpeza e esterilização.

A primeira etapa consiste na identificação da localização da área a inspecionar, que se segue a uma limpeza da superfície a inspecionar, segunda etapa, na terceira

etapa coloca-se a suspensão de células bacterianas. A quarta etapa consiste em aguardar que as bactérias aderiam ao material e que penetrem nos defeitos existentes. Após o tempo de penetração procede-se à quinta etapa que consiste na remoção da suspensão de CB que não penetrou nos defeitos. Na sexta etapa, realiza-se a revelação e de seguida a inspeção e interpretação que formam a sétima etapa. Por fim, realiza-se a limpeza e a esterilização da amostra a inspecionar, sendo que a permanência das CB na amostra não deve exceder os 10 minutos para evitar a adesão irreversível das CB à superfície [5].

Na Figura 2.1 é ilustrada a metodologia de aplicação da técnica de END com CB.

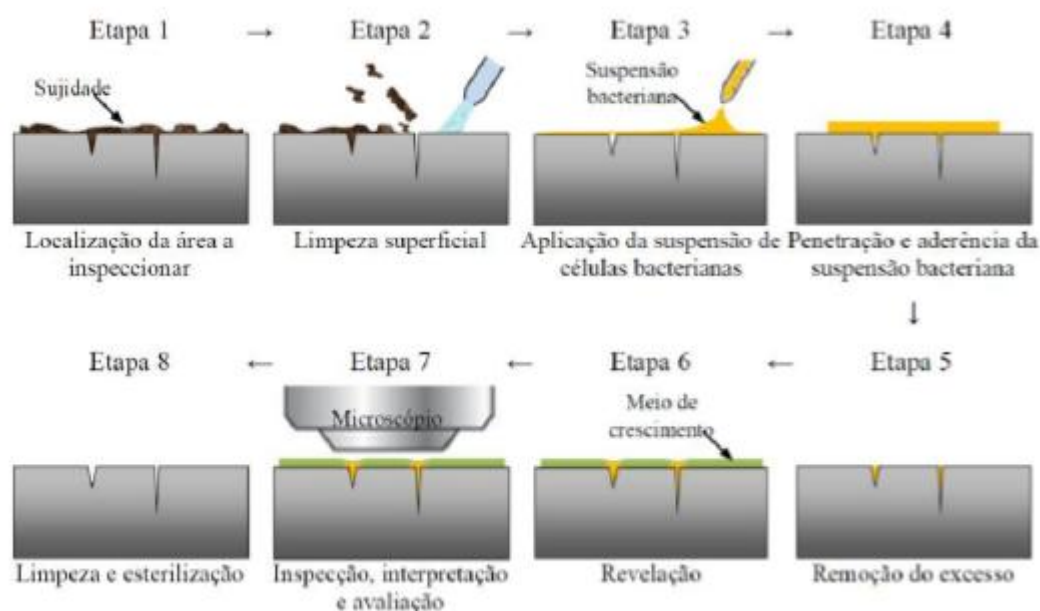


Figura 2.1 - Metodologia de aplicação da técnica [1]

De entre as oito etapas que constituem a metodologia de aplicação desta técnica, as etapas mais importantes para o sucesso do ensaio são as etapas 4, 5 e 7.

A quarta etapa é uma etapa crucial, existindo variantes que permitem melhorar os resultados obtidos nos ensaios. A variante mais simples apenas utiliza a capilaridade, a molhabilidade e a viscosidade do meio em que se encontram as CB para a sua movimentação e penetração. Nas outras variantes são utilizados equipamentos que produzem campos magnéticos ou campos elétricos para

promoverem a mobilidade e a penetração, de acordo com as CB utilizadas nos ensaios [5].

A quinta etapa, que consiste na remoção da suspensão de CB que não penetrou nos defeitos, também tem algumas variantes. Na sua variante mais simples, a remoção pode ser feita mecanicamente através de um pano, outra variante é a utilização de radiação ultravioleta bactericida (comprimento de onda de ~250 nm [5]) incidente sobre as CB, cujo ângulo e incidência (θ) pode variar entre 0-90°, a última variante é a deposição seletiva de um agente bacteriano apenas nas regiões da superfície ausentes de defeitos [5].

Na sétima etapa, a análise da amostra pode ser feita com recurso a um microscópio (com ou sem revelação) ou pode ser feita a olho nu, depois da revelação. Por fim, as CB utilizadas podem ser fluorescentes para auxiliar a visualização e a deteção de defeitos [5].

2.4.2 Equipamentos desenvolvidos

Como descrito anteriormente, as variantes da quarta etapa têm como objetivo melhorar os resultados nos ensaios desta técnica de END com CB, e para tal foi necessário desenvolver equipamentos para a aplicação dos campos magnéticos e elétricos. Existem vários equipamentos dedicados à aplicação de campos elétricos [1], campos magnéticos biaxiais [1], triaxiais [4] e campos magnéticos permanentes [4], [5], desenvolvidos no âmbito de outras teses de Mestrado. Na Tabela 2.2 são caracterizados de forma sucinta os equipamentos existentes para a aplicação das variantes descritas.




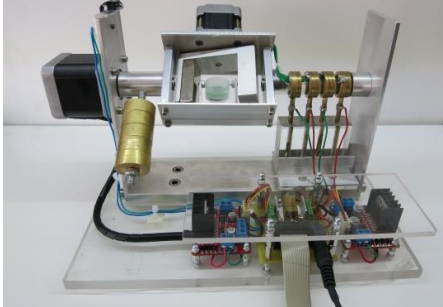
Equipamento	Intensidade Máxima do Campo Magnético [Gauss]	Tipo de Campo	Fotografia
Equipamento de campo magnético Horizontal e Vertical [2]	353	Biaxial variável	
Equipamento de campo elétrico [2]	84	Triaxial variável	
Equipamento de campo magnético permanente triaxial (imanes de neodímio) [4]	~1000	Triaxial permanente	
Equipamento de campo magnético triaxial [5]	~1000	Triaxial permanente	

Tabela 2.2 - Caracterização dos equipamentos existentes para a técnica de END com CB.

2.4.3 Principais parâmetros da técnica de END com CB

Os principais parâmetros desta nova técnica de END foram identificados por Diogo Carvalho [3] e são os seguintes:

- Combinação do tipo de bactéria/tipo de material a inspecionar.
- Método de deposição (derrame ou imersão).
- Tempo de penetração.
- Aplicação de campos elétricos e magnéticos.
- Intensidade e frequência de aplicação dos campos aplicados.
- Método de remoção.

O tempo de penetração não deve exceder os 4 minutos, porque como foi verificado por João Borges [1], não existe melhorias na penetração das células bacterianas e para tempos de penetração superiores pode ocorrer a adesão irreversível das células bacterianas ao material. Foi verificado também que uma molhagem das amostras em água/etanol, antes dos ensaios parece potenciar a adesão das bactérias aos defeitos e a sua mobilidade [4].

2.4.4 Resultados da técnica de END com CB

Na Tabela 2.3 estão resumidos os resultados dos ensaios com a técnica de END com CB para os quais estão identificados quais os menores defeitos detetados, assim como o respetivo material e o equipamento utilizado durante o tempo de penetração e da mobilidade das CB. As dimensões L e P [μm] representam, respetivamente, o lado e a profundidade do defeito detetado.

Os micro defeitos produzidos são obtidos com um micro durómetro através da variação da carga aplicada pelo indentador na amostra. O indentador produz micro defeitos de diferentes dimensões consoante a carga que é aplicada pelo micro-durómetro. As cargas do indentador variam entre 0.01 Kg e 1 Kg e para melhor identificação dos defeitos foram associadas letras a cada carga aplicada consoante a sua dimensão, este assunto é abordado com mais detalhe em 3.2.2.

Para os casos em que foi detetado o menor defeito produzido (H), o limite de detetabilidade ainda é desconhecido uma vez que não sabemos se as CB permitem detetar defeitos de menor dimensão.

Material	Bactéria	Menor defeito detetado L [µm] / P [µm]	Defeito
AA 1100 [5]	<i>Rhodococcus erythropolis-</i>	11.1/2.2	H
AISI 316 L [5]	<i>Rhodococcus erythropolis-</i>	5.7/1.2	H
Titânio (grade 5) [5]	<i>Rhodococcus erythropolis-</i>	9.1/1.8	G
Cobre [4]	<i>Rhodococcus erythropolis-</i>	9.7/2.0	H
Magnésio [4]	<i>Rhodococcus erythropolis+</i>	27.0/5.5	F
Chumbo [4]	<i>Rhodococcus erythropolis+</i>	54.6/11.0	G
AISI 316 L brasado [5]	<i>Rhodococcus erythropolis-</i>	11.9/2.4	G
Padrões de sensibilidade [5]	<i>Rhodococcus erythropolis+</i>	1/20	-

Tabela 2.3 - Resultados do END com CB.

2.4.5 Modelo analítico do movimento das células bacterianas

Com o objetivo de melhorar o conhecimento processual da técnica de ENDT com CB foi desenvolvido, na tese de mestrado de Alexandre Costa [5], um modelo do movimento das CB. Este modelo visa exprimir a influência dos parâmetros que regem o fenómeno do movimento das CB quando um campo elétrico ou magnético é aplicado sobre as células [5].

As CB possuem diversas morfologias, as utilizadas para a validação da técnica de END com CB possuem a forma *coccus* que corresponde a uma morfologia aproximadamente esférica [5].

Neste modelo analítico foi considerada uma hipótese simplificativa em que a bactéria foi tratada como um uma partícula pontual. Esta simplificação é razoável devido às dimensões das CB (comprimento 1-2 µm e largura 0.5-0.7 µm [22]) sendo que os

termos referentes à rotação são nulos devido à geometria esférica. As CB utilizadas nos ensaios experimentais possuem complexos de ferro ou carga elétrica, pelo que a intensidade das forças, elétricas ou magnéticas, originadas pelos campos aplicados estão correlacionadas com a quantidade de ferro existente na sua constituição. Logo, este é um parâmetro do modelo analítico do movimento das CB, assim como a carga elétrica [5].

O modelo utilizado para este estudo foi inicialmente proposto no trabalho de Patrick Inácio [4] e considera as CB como cargas pontuais com uma massa, m [kg], com um raio, r [m], uma carga elétrica, q [C], sobre as quais atuam várias forças. As bactérias por sua vez encontram-se num fluido com uma densidade, ρ [kg/m^3], e com uma viscosidade dinâmica, μ [$N \cdot s/m^2$] [5].

As forças aplicadas sobre as CB são as forças elétrica ou magnética, F_e [N] ou F_m [N], conforme é aplicado um campo elétrico E [kV/m] ou um campo magnético B [T]. De acordo com a Lei de Stokes, uma força de arrasto, F_d [N] (Eq. 2.3) é gerada opondo-se à força aplicada, assim como uma força de inércia, F_i [N] (Eq.2.4). Estas forças traduzem os efeitos dos campos em uma carga pontual (bactéria).

$$\vec{F}_e = \vec{E} \cdot q \quad (2.1)$$

$$\vec{F}_m = \frac{\mu_r V}{\mu_0} \cdot B \cdot \frac{\partial B}{\partial x} \quad (2.2)$$

$$\vec{F}_d = 6 \cdot \pi \cdot r \cdot \mu \cdot \frac{\partial x}{\partial t} \quad (2.3)$$

$$\vec{F}_i = m \cdot \frac{\partial^2 x}{\partial t^2} \quad (2.4)$$

Na Figura 2.2 é apresentado o diagrama de corpo livre de uma bactéria [5].

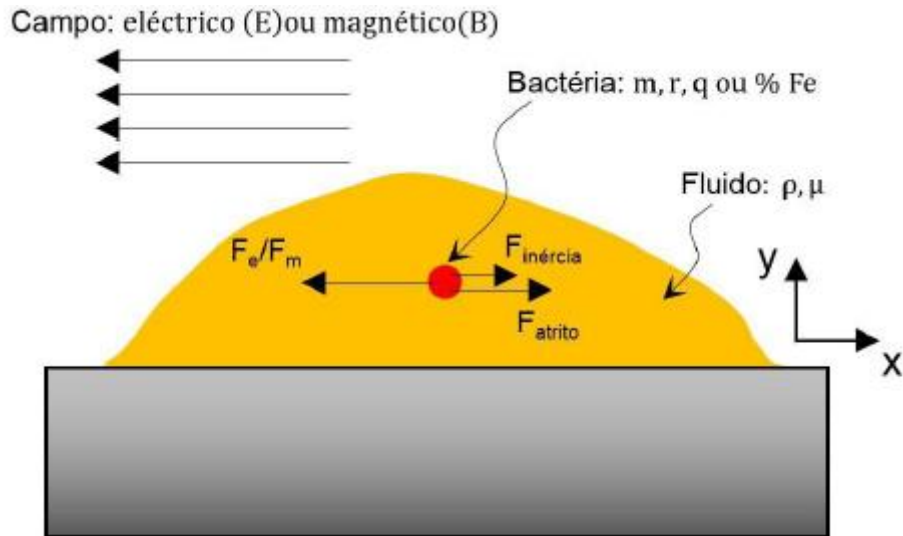


Figura 2.2 - Diagrama de corpo livre de uma bactéria [4].

O balanço das equações apresentadas anteriormente e tendo em conta o diagrama de corpo livre da Figura 2.2 é dado pela Eq. 2.5 onde $c = 6 \cdot \pi \cdot r \cdot \mu$ é uma constante de arrasto, F [N] é a força elétrica ou magnética que é multiplicada por um fator que considera a variação da intensidade de um campo com uma certa frequência, ω [rad/s], com o tempo, t [s]. A Eq. 2.6 é a solução da Eq. 2.5 e representa a posição de uma bactéria em função do tempo. A Eq. 2.7 por sua vez é a simplificação da Eq. 2.6 se tivermos em conta que estamos no regime laminar e que segundo o número de Reynolds (Eq.2.8), aquando desta situação as forças inerciais não têm relevância e apenas as forças viscosas se aplicam, e como tal, a massa, m [kg], pode ser desprezada na Eq. 2.6 uma vez que é várias ordens de grandeza inferior aos restantes termos da equação. A densidade é representada por, ρ [Kg/m³], a velocidade do escoamento é representada por, v [m/s], L [m] representa a dimensão característica do escoamento como por exemplo o diâmetro da bactéria e μ [N · s/m²] representa a viscosidade do fluido [25].

$$m \cdot \frac{\partial^2 x}{\partial t^2} + c \cdot \frac{\partial x}{\partial t} = F \cdot \sin(\omega t) \quad (2.5)$$

$$x(t) = \frac{c^2 \cdot F \cdot (1 - \cos(\omega t)) + m^2 \cdot F \cdot \omega^2 \left(1 - e^{-\frac{c \cdot t}{m}}\right) - c \cdot m \cdot F \cdot \omega \cdot \sin(\omega t)}{c^3 \cdot \omega + c \cdot m^2 \cdot \omega^3} \quad (2.6)$$

$$x(t) \approx \frac{F \cdot (1 - \cos(\omega t))}{c \cdot \omega} \quad (2.7)$$

$$\text{Re} = \frac{\rho \cdot v \cdot L}{\mu} \quad (2.8)$$

2.5 Outros Métodos de Detecção de Micro defeitos

Com o crescimento da micro fabricação, houve a necessidade de inspecionar peças cada vez mais pequenas e com geometrias muito variadas onde os END convencionais não conseguem, devido às suas limitações, detetar os micro defeitos encontrados neste novo tipo de fabricação.

Os END por células bacterianas e outros processos, que serão apresentados de seguida, vieram explorar essa necessidade e procurar dar resposta a várias situações onde os END convencionais não se revelaram eficazes.

As principais limitações dos END convencionais são as dimensões das peças a inspecionar, o facto de o material ser ou não magnético, se é condutor de corrente elétrica ou não e a sua forma. O método de END por correntes induzidas necessita da colocação de sondas nas peças, se a peça for menor que o tamanho da sonda ou se a forma da peça for tal que a sonda seja de difícil colocação esta técnica já não é possível de ser aplicada. O END por partículas magnéticas, só é possível de ser aplicado se o material for magnetizável, caso contrário as partículas não vão

aderir à superfície da peça ficando incapazes de detetar qualquer defeito [20]. O END por raios-X têm a sua limitação na forma da peça, se a peça tiver uma forma muito complexa as sombras criadas no raio-X vão fazer com que a compreensão dos resultados seja muito difícil [18]. No caso do END por ultra-sons, se o defeito for menor que o comprimento de onda, a onda sonora vai sofrer uma difração e vai dobrar-se em torno das extremidades do defeito e não vai detetá-lo através do eco refletido [19].

2.5.1 Spin-valve Giant Magnetoresistance sensor e Tomografia Computorizada

Em 2006, Sotoshi et al [12] desenvolveram, na Universidade de Kanazawa no Japão, uma técnica para detetar micro defeitos na inspeção de componentes produzidos por *printed circuit board* (PCB), foi uma sonda de correntes induzidas de alta frequência composta por uma *meander coil*, como bobina de excitação e por um *spin-valve giant magnetoresistance* (SV-GMR). A sonda tem a capacidade de inspecionar PCB, detetando os micro defeitos nos micro condutores, fornecendo também informação sobre a dimensão e alinhamento do condutor. A sonda foi testada num modelo de PCB com um condutor de 200 μm de espessura em que os defeitos variavam entre os 50 e os 500 μm , conseguindo detetar o defeito de menor dimensão [13].

Os defeitos nos microcomponentes eletrónicos podem também ser detetados através do uso da técnica de tomografia computorizada, que gera um modelo 3D de visualização do componente, o modelo 3D é gerado pelo processamento de um algoritmo de reconstrução dos raios-X tirados em diferentes planos. Esta técnica pode atingir resoluções na ordem dos 2 μm [14].

A técnica de END por raios-X é uma técnica que utiliza a parte transmitida, pela peça a inspecionar, do feixe de radiação-X para produzir uma imagem num filme. Esta técnica não é utilizada na deteção de micro defeitos, uma vez que, as formas cada vez mais complexas dos componentes e a sua reduzida dimensão interferem na aplicação dos raios-X o que vai originar uma imagem na qual os defeitos vão ser dificilmente detetados [18].

2.5.2 Interferometria a Laser

A interferometria a laser é uma técnica usada em condutas de vapor uma vez que estas estão sujeitas a altas pressões durante grandes intervalos de tempo, os

defeitos mais comuns são micro defeitos que se propagam da superfície da conduta até ao seu interior, podendo causar graves falhas ou mesmo a sua rutura. Assim sendo, é muito importante a deteção de micro defeitos para garantir a segurança e a longevidade das condutas [15].

O método utilizado para inspecionar este tipo de condutas é o END por ultra-sons, mas no caso dos micro defeitos, os ultra-sons não conseguem detetar a sua presença, uma vez que o comprimento de onda dos ultra-sons é superior ao comprimento dos defeitos o que vai originar uma difração da onda sonora em vez da sua reflexão. Para solucionar este problema, J.V. Zhitluchina et al [15] desenvolveu um trabalho sobre as propriedades acústicas de amostras de aço 12Kh1MF (aço resistente a alta temperatura) retiradas de uma conduta de vapor com micro defeitos de 0,5 μm até 28 μm . A técnica de interferometria laser foi utilizada para aprofundar o conhecimento da dinâmica espacial-temporal dos campos acústicos na presença de defeitos internos e superficiais. Os resultados obtidos nos ensaios realizados mostram uma boa relação entre os sinais causados pela difração dos ultra-sons com a extensão dos danos no material [16].

2.5.3 Laser –Doppler vibrometry

Os micro defeitos que se encontram na superfície dos discos rígidos (*hard disk drive*) são difíceis de encontrar e difíceis de medir usando técnicas convencionais e podem causar a falha do equipamento. A Pollytec LLC desenvolveu uma técnica chamada *Laser-Doppler vibrometry* que tem uma capacidade única para detetar e medir micro defeitos difíceis de detetar com técnicas convencionais [11].

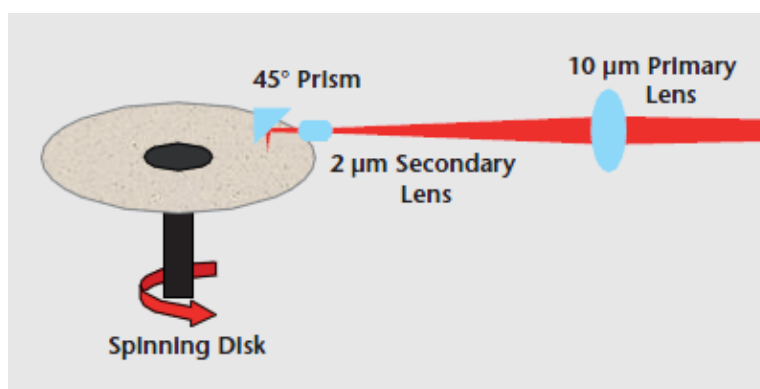


Figura 2.3 - Ilustração do *Laser-Doppler vibrometry* [11]

O Laser-Doppler vibrometry (Figura 2.3), utiliza um feixe de laser que passa primeiro por uma lente de 10 μm , em seguida por uma segunda lente de 2 μm e por último, por um prisma a 90° que conduz o feixe para a superfície do disco. Qualquer deformação, ondulação ou rugosidade é medido como um pico positivo ou negativo, no sentido do movimento da medição. Cada pico é interpretado como uma vibração pelo sistema de laser e todas as vibrações são convertidas para comprimento de onda através do conhecimento da velocidade de rotação e do raio do disco [11].

A detecção de defeitos é feita através da interpretação do sinal obtido, onde o defeito é detetado quando o sinal tem um pico maior que o sinal da rugosidade normal do disco, como ilustrado na Figura 2.4. Outra característica importante é a polaridade do sinal obtido que nos permite conhecer a orientação do defeito, um defeito do tipo excesso de material tem um pico positivo seguido de um negativo, e uma fenda tem o oposto, um pico negativo seguido de um pico positivo [11].

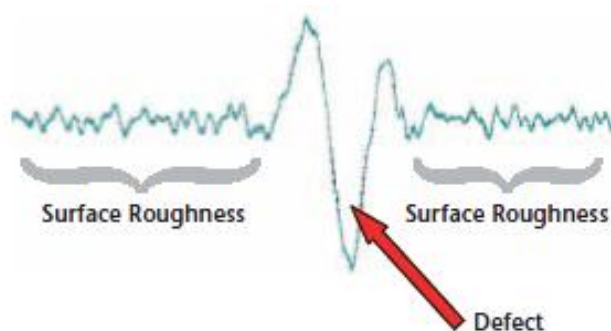


Figura 2.4 - Demonstração de um defeito no sinal obtido [11].

No caso dos micro defeitos, como as suas dimensões são mais próximas das dimensões do feixe, o sinal obtido aparece distorcido e em alternativa usando um feixe de maiores dimensões vai ocorrer uma redução da altura medida do defeito e uma ampliação associada. Na Figura 2.5 é possível observar o efeito da distorção, ou convulsão, no sinal obtido causada por defeitos da mesma altura mas tamanhos reduzidos e constatar que à medida que o defeito é mais pequeno o sinal obtido é também mais pequeno confundindo-se com a rugosidade do disco [11].

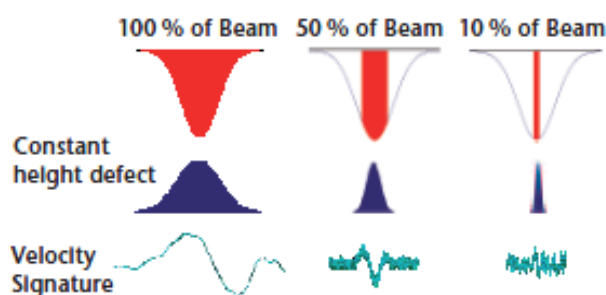


Figura 2.5 - Distorção causada por defeitos da mesma altura mas com dimensões diferentes [11].

Para resolver o problema causado pela convulsão do sinal obtido foi utilizado uma técnica de desconvulsão (processo que reverte a distorção ótica que acontece em qualquer instrumento de imagem) que permite determinar com maior precisão a altura e o comprimento de micro defeitos de dimensões inferiores ao diâmetro do feixe. A técnica de desconvulsão permite reverter a distorção que ocorre através do conhecimento da distorção nas lentes aplicada a um algoritmo matemático (Figura 2.6) que permite o melhoramento das imagens [11].

The deconvolution technique used is mathematically given by:

$$(f * g) + \varepsilon = h$$

where:

h is the recorded signal,

f is the signal we wish to recover,

g is the convolving function, and

ε is any noise that has entered the recorded signal.

Figura 2.6 - Fórmula matemática de desconvulsão [11].

Através do algoritmo da técnica de desconvulsão e da informação do tamanho do defeito medido pelo laser, o sinal obtido sofre a desconvulsão para se determinar o sinal retificado e a partir desse mesmo sinal determinar a altura ou comprimento do defeito [11].

Depois de determinados os defeitos são caracterizados quanto à sua forma e dimensão. A técnica *Laser-Doppler vibrometry* permite mostrar um mapa do disco com a localização dos defeitos encontrados, como demonstrado na Figura 2.7 [11].

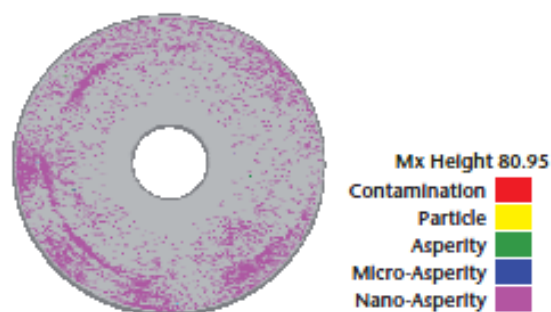


Figura 2.7 - Mapa dos defeitos encontrados no disco [11].

2.5.4 Nanoemulsão polarizável magneticamente.

Nesta técnica de detecção de micro defeitos a olho nu, quando o nanofluído utilizado é sujeito à ação de um campo magnético e se encontra na presença de um defeito, a sua tonalidade altera-se na região onde se localiza o defeito permitindo a sua visualização a olho nu. O fenómeno físico aqui implícito, e que cria a alteração da tonalidade do nanofluído, é a polarização da nanoemulsão causada pela perturbação das linhas de campo magnético associada à presença de defeitos (Figura 2.8). A nanoemulsão polarizável magneticamente utiliza partículas ferromagnéticas com dimensão de, aproximadamente, 10 nm [17].

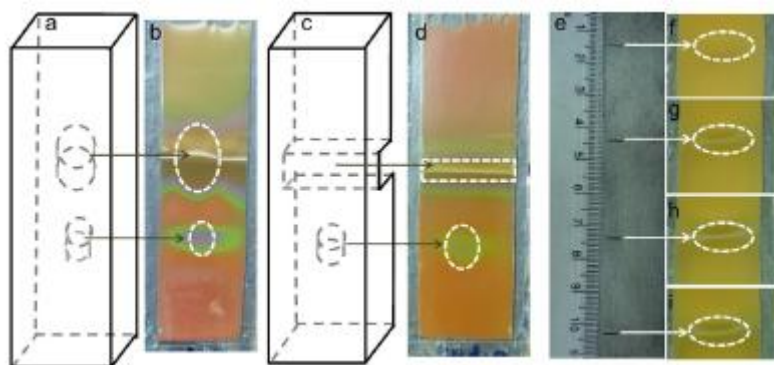


Figura 2.8 - Representação das amostras (a,c,e) e do sensor do nanofluído (b,d, f-i) [17].

A aplicação deste END envolve a magnetização da peça a examinar e a medição das componentes normal e tangencial do campo magnético, utilizando sondas de efeito de Hall, em torno do defeito com uma distância de *lift-off* constante de 1 mm. Depois de a peça ser magnetizada é colocada na face oposta à face a inspecionar um sensor de filme fino com *lift-off* de 1 mm. Esse sensor é constituído

pela nanoemulsão encapsulada entre duas lâminas de vidro paralelas e afastadas 300 μm . Para não ocorrer contaminação do exterior, as lâminas são seladas lateralmente [17].

A identificação do perfil do campo magnético de fuga é feita deslocando o sensor sobre a superfície da peça a examinar. O campo de fuga de diferentes peças é medido utilizando uma sonda de efeito de Hall para depois se proceder à avaliação do padrão de cor, localização e morfologia dos defeitos. A identificação da localização e forma dos defeitos é realizada pela união do conhecimento teórico do campo de fuga junto dos defeitos com o padrão de cor observado no sensor. A dimensão dos defeitos é determinada recorrendo à análise do deslocamento do pico de *Bragg* e à análise dos perfis *Red-Green-Blue* (RGB) (Figura 2.9). O padrão de cor que possibilita a identificação dos defeitos e desaparece quando é retirado o campo magnético, o que permite a reutilização do sensor [17].

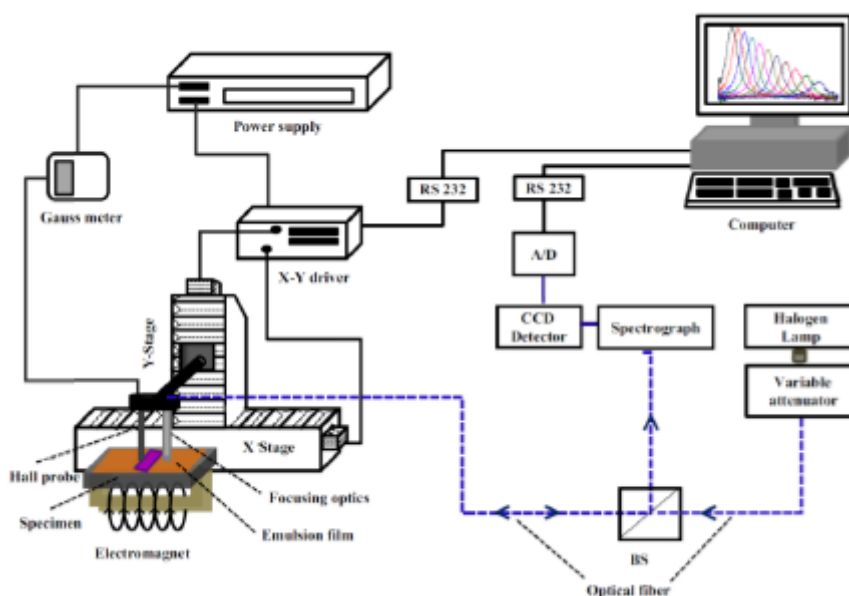


Figura 2.9 - Representação da configuração para a medição do campo magnético e recolha de imagem [17].

Os autores desta técnica de END referem que o limiar de detetabilidade é de 500 μm para o aço e que existe a possibilidade de melhorar este resultado utilizando emulsões melhor estabilizadas e através de campos magnéticos otimizados. A vantagem desta técnica é a sua simplicidade e rapidez na inspeção, sendo o seu campo de aplicação a deteção de defeitos superficiais e sub-superficiais em materiais ferromagnéticos. As desvantagens desta técnica são o facto da mesma

só poder ser aplicada em materiais ferromagnéticos com superfícies planas, e a impossibilidade de aferir quais são as dimensões dos defeitos [17].

2.6 Anodização

A anodização é um processo eletroquímico que gera um acabamento superficial que pode ser utilizado para vários fins uma vez que altera a peça que não está anodizada em uma peça com maior resistência ao desgaste, com um aspeto superficial diferente e com menor condutividade que a peça original. Este processo é usado em metais não ferrosos como o alumínio, o magnésio e o titânio.

A estrutura do óxido produzido na anodização do alumínio é originado pelo substrato de alumínio e é composta na sua totalidade por óxido de alumínio que se deposita na sua superfície.

O processo de anodização é composto pelas seguintes etapas:

- Limpeza.
- Anodização.
- Coloração.
- Selamento.

A primeira etapa consiste em limpar a peça que se pretende anodizar de modo a tirar poeiras e outra sujidade contida na mesma.

A segunda etapa é a mais importante pois é a etapa onde acontece a anodização. Nesta etapa a peça de alumínio é colocada numa solução de ácido sulfúrico e água destilada e passada uma corrente entre o ânodo (peça que queremos anodizar) e o cátodo (chapa de sacrifício). A anodização acontece porque os iões de oxigénio são libertados da solução de ácido sulfúrico e da água destilada e combinam-se com os átomos de alumínio na superfície da peça a anodizar enquanto a chapa de sacrifício é oxidada. A chapa de sacrifício geralmente é de chumbo.

A terceira etapa é opcional uma vez que apenas serve para dar uma coloração diferente à superfície da peça anodizada. Esta etapa pode ser executada de duas formas, pode ser adicionado um corante à solução de ácido sulfúrico e água

destilada e a peça anodizada fica da cor do corante adicionado ou pode ser executada depois da peça ser anodizada colocando-a num banho de água a ferver com o corante da cor desejada. Na segunda opção, esta etapa serve também como selamento. Se a peça não sofrer nenhum processo de coloração vai ficar com a sua cor natural mas com a superfície baça devido à anodização.

Na última etapa, o selamento, a peça depois de anodizada é colocada num banho de água a ferver. Esta etapa tem como objetivo tornar a anodização mais homogénea e como tal a fechar os poros criados pelo processo de anodização.

A anodização é um tratamento superficial que tem como vantagens produzir uma camada mais fina que a pintura e outros revestimentos, duradoura, resistente à corrosão e à abrasão, não lasca, é uma técnica não nociva para o ambiente uma vez que utiliza químicos inorgânicos que têm um impacto ambiental quase desprezável, boa isoladora elétrica e com um custo muito inferior aos outros revestimentos.

O tempo de anodização pode ser determinado e acordo com as equações (2.9) e (2.10):

$$t = h \times \frac{1}{0.33} \times \frac{1}{1.5} \quad (2.9)$$

$$t = \frac{(h \times 3.12)}{1.5} \quad (2.10)$$

Na equação (2.9), o t [min] é o tempo, o h [μm] representa a espessura da camada de óxido de alumínio pretendida na superfície do alumínio, o valor da primeira fração é uma constante enquanto a segunda fração corresponde à proporção da corrente a utilizar, no caso deste trabalho optou-se por 1.5 A/dm^2 .

Na equação (2.10) também conhecida por Regra 320, o h [μm] continua a representar a espessura da camada de óxido pretendida, o valor 3.12 é uma constante e o valor 1.5 representa a proporção da corrente a utilizar (1.5 A/dm^2).

3. Materiais e Métodos

3.1 Introdução

Foram produzidos diversos provetes com defeitos padrão em vários materiais, alguns já utilizados em trabalhos anteriores como o alumínio (AA1100) e outros novos, nomeadamente, alumínio anodizado (AA2024), alumínio anodizado e pintado, estanho, uma liga de estanho com chumbo, disco rígido, liga de INCONEL 9095, liga de cobalto-crómio 9100, prata, ouro de 24kt e ouro de 9kt.

A utilização de defeitos padrão tem como objetivo, garantir a não aleatoriedade da dimensão e morfologia dos defeitos detetados.

3.2 Produção de Provetes

3.2.1 Materiais utilizados

A utilização de novos materiais tem especial interesse por serem materiais nos quais a técnica de END com CB ainda não foi testada e por haver a necessidade de observar o limite de detetabilidade no maior número de materiais possíveis.

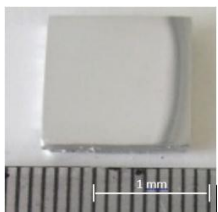
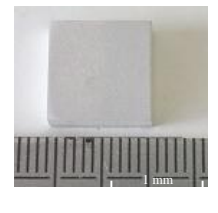
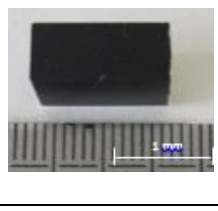
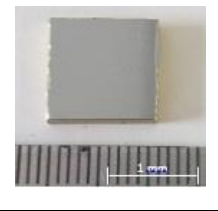

Outro aspeto importante é analisar o comportamento das CB em materiais com tratamentos superficiais, como é o caso do alumínio anodizado e do alumínio anodizado e pintado e em ligas, como a de estanho e chumbo ou o ouro de 9kt (37,5% ouro e 62,5% cobre), em comparação com o seu comportamento nos materiais puros.

A produção dos micro defeitos por indentação foi realizada com um micro-durómetro que através da variação de cargas produz defeitos com tamanhos diferentes. O micro-durómetro é, normalmente, utilizado para medir a dureza dos materiais mas neste trabalho foi utilizado para produzir matrizes de defeitos em forma de pirâmide invertida. É importante que defeitos com a mesma dimensão se encontrem em sítios diferentes nas matrizes de defeitos, pois em caso de não uniformidade da disposição das CB ou em virtude da dificuldade de obtenção de superfícies perfeitamente polidas, a fiabilidade da técnica pode ser posta em causa. Na Tabela 3.1 encontram-se algumas das propriedades físicas, mecânicas e elétricas dos materiais dos quais são feitos os provetes.

Os provetes foram produzidos seguindo a mesma metodologia utilizada na tese de Diogo Carvalho [3], na qual os provetes possuem a forma quadrangular e são previamente lixados com quatro lixas de granulometria diferentes (Lixa 240, 600, 1200 e 2500) e polidos por forma a tornar a sua superfície o mais plana e isenta de riscos possível. Após o polimento, foram produzidos micro defeitos por indentação com exceção do bloco padrão ISO 3452-3 que apresenta defeitos produzidos segundo a norma DIN EN ISO 3452-2: 2006. Na Tabela 3.2 estão caracterizados os provetes utilizados nos ensaios experimentais.

Material	Densidade [kg/m³]	Tensão de cedência [MPa]	Tensão de rotura [MPa]	Condutividade elétrica [S. m]
AA1100	2700	103	110	$3,33 \times 10^7$
AA1100 (anodizado)	2700	103	110	-
Alumínio (anodizado e pintado)	2700	-	-	-
Perfil Bosch (AA2024)	2780	345	483	-
Perfil Bosch Sem anodização	2780	345	483	$5,82 \times 10^8$
Bloco padrão ISO 3452-3	-	-	-	-
Estanho	5765	14,5	200	$9,17 \times 10^6$
Estanho-Chumbo	8500	-	48	$1,499 \times 10^7$
Disco Rígido (Cobalto-Crômio)	2698.9	7-11	-	-
INCONEL 9095	8190	-	1375	-
Liga Cobalto- Crômio 9100	8300	324	-	-
Prata 835 (83,5%)	10491	54	140	$6,30 \times 10^7$
Ouro 24kt (99,9%)	19320	205	120	$4,26 \times 10^7$
Ouro 9kt (37,5%)	11100	72	379	$10,8 \times 10^6$

Tabela 3.1 - Propriedades dos materiais dos provetes [23].

Material	Acabamento superficial	Morfologia do defeito	Fotografia
AA1100	Polimento	Micro indentação	
AA1100 (anodizado)	Anodizado	Micro indentação	
Alumínio (anodizado e pintado)	Anodizado e pintado industrial	Micro indentação	
Perfil Bosch (AA2024)	Anodizado industrial	Micro indentação	
Perfil Bosch (AA2024)	Desanodizado	Micro indentação	
Bloco padrão ISO 3452-3	-	Risco	
Estanho	Polimento	Micro indentação	

Estanho-Chumbo	Polimento	Micro indentação	
Disco Rígido (Cobalto-Crômio)	Polimento	Micro indentação	
INCONEL 9095	Polimento	Micro indentação	
Liga Cobalto-Crômio 9100	Polimento	Micro indentação	
Prata 925	Polimento	Micro indentação	
Ouro 24kt	Polimento	Micro indentação	
Ouro 9kt	Polimento	Micro indentação	

Tabela 3.2 - Provetes utilizados nos ensaios

3.2.2 Defeitos padrão produzidos

Como o objetivo desta nova técnica é a detecção de micro defeitos superficiais em vários tipos de materiais, para a sua validação, foram produzidos micro defeitos por micro indentação. Os micro defeitos produzidos são obtidos com um micro durómetro através da variação da carga aplicada pelo indentador na amostra. O indentador tem a forma de uma pirâmide de base quadrada, denominada pirâmide de Vickers, e produz micro defeitos de diferentes dimensões consoante a carga que é aplicada pelo micro-durómetro. As cargas do indentador variam entre 0.01 Kg e 1 Kg e para melhor identificação dos defeitos foram associadas letras a cada carga aplicada consoante a sua dimensão, conforme se descreve na Tabela 3.3.

Carga [Kg]	1	0,5	0,3	0,2	0,1	0,05	0,025	0,01
Defeito	A	B	C	D	E	F	G	H

Tabela 3.3 - Escala de dimensões dos defeitos.

Com o objetivo de ajudar a definir o limiar da detetabilidade da técnica foi criada uma matriz de micro defeitos com diferentes dimensões. Na Figura 3.1. apresenta-se a forma dos micro defeitos e na Figura 3.2. as matrizes de micro defeitos utilizadas em cada provete, os defeitos na matriz são espaçados de 300 µm e as matrizes são espaçadas de forma que se encontrem o mais centradas no provete possível.

Na matriz de defeitos, os defeitos mais pequenos estão sempre próximos de defeitos de maiores dimensões para que quando o defeito mais pequeno não seja detetado se consiga avaliar se tal aconteceu devido à falta de CB nesse local ou se é por limitação da técnica.

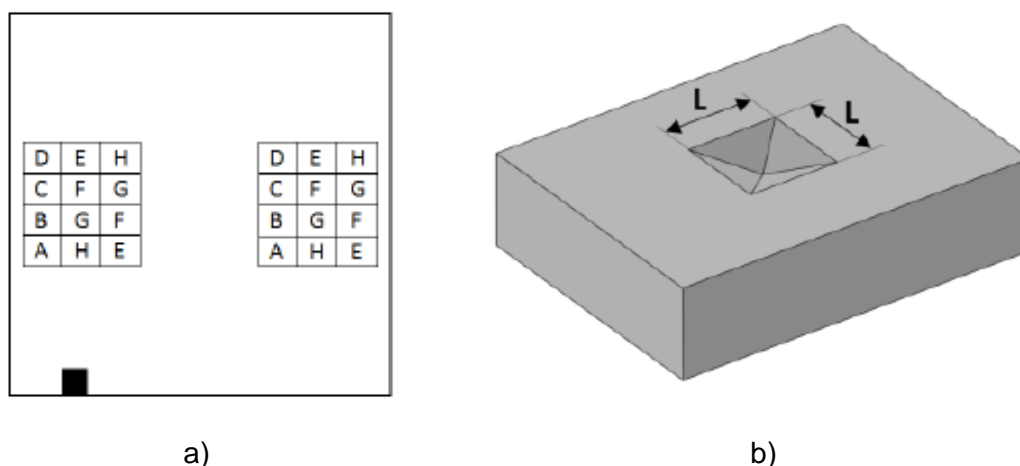


Figura 3.1 - a) Matriz de micro defeitos; b) Forma dos defeitos [4].

Os defeitos que constituem as matrizes são caracterizados pela medida do seu lado (L [μm]) e da sua profundidade (P [μm]). É possível obter uma relação entre o lado e a profundidade sabendo que as faces opostas da pirâmide do indentador fazem um ângulo de 136° . A relação é expressa pela seguinte equação:

$$L = P \times 2 \times \tan\left(\frac{136}{2}\right) \quad (3.1)$$

A Tabela 3.4 indica as dimensões de L e P de cada uma das identações produzidas pelas diferentes cargas e para cada um dos materiais utilizados nos ensaios.

Material		Dimensões médias do defeito							
		A	B	C	D	E	F	G	H
Alumínio AA1100	L [μm]	92,74	64,07	48,85	39,48	27,21	19,49	14,20	7,65
	P [μm]	18,74	12,95	9,87	7,98	5,50	3,94	2,87	1,54
Perfil Bosch (AA2024)	L [μm]	70,87	48,20	34,03	25,55	17,88	4,44	-	-
	P [μm]	14,32	9,74	6,87	5,17	3,62	0,90	-	-
Alumínio Anodizado e Pintado	L [μm]	81,62	55,84	35,61	12,58	15,89	12,80	8,44	5,61
	P [μm]	16,49	11,28	7,19	2,54	3,21	2,59	1,71	1,14
Estanho	L [μm]	-	-	192,11	170,29	138,33	116,93	102,69	88,94
	P [μm]	-	-	38,81	34,40	28,05	23,62	20,74	17,97

Ouro 9kt	L [μm]	56,36	39,61	30,82	24,83	17,74	12,65	9,25	5,11
	P [μm]	11,39	8,01	6,23	5,02	3,58	2,56	1,87	1,03
Prata	L [μm]	38,55	27,16	20,55	17,03	11,88	8,72	6,40	3,50
	P [μm]	15,56	10,97	8,30	6,88	4,80	3,52	2,59	1,42
Cobalto-Crómio	L [μm]	49,61	35,24	27,95	21,03	13,96	9,71	7,94	3,67
	P [μm]	10,02	7,12	5,65	4,25	2,82	1,96	1,61	0,75
INCONEL	L [μm]	40,25	28,21	21,27	16,78	11,24	8,28	5,78	2,93
	P [μm]	8,13	5,70	4,30	3,39	2,27	1,67	1,17	0,59
Disco-Rígido	L [μm]	96,18	60,72	41,73	30,39	17,11	9,72	6,50	2,75
	P [μm]	19,43	12,27	8,43	6,14	3,46	1,96	1,32	0,56
Estanho-Chumbo	L [μm]	-	-	410,35	169,44	136,29	112,75	96,04	80,85
	P [μm]	-	-	82,90	34,23	27,53	22,78	19,40	16,33
Cobre	L [μm]	94,79	67,94	51,85	42,20	30,26	22,34	16,45	10,19
	P [μm]	19,15	13,73	10,47	8,53	6,12	4,51	3,32	2,06
Aço 316 L	L [μm]	68,25	48,86	37,80	30,64	21,94	16,30	8,95	7,45
	P [μm]	13,79	9,87	7,64	6,19	4,43	3,29	1,81	1,51
Aço revestido Níquel	L [μm]	80,72	57,60	40,07	27,47	19,17	14,46	9,23	6,69
	P [μm]	16,31	11,64	8,09	5,55	3,88	2,92	1,87	1,35
Aço revestido Zinco	L [μm]	66,54	44,12	31,92	26,75	17,38	11,32	7,25	4,30
	P [μm]	13,44	8,92	6,45	5,42	3,51	2,29	1,47	0,87
Polímero com nano tubos de carbono	L [μm]	127,86	118,3	91,11	70,07	45,92	33,85	23,52	13,39
	P [μm]	25,83	23,90	18,41	14,16	9,28	6,84	4,75	2,71
Chip	L [μm]	63,12	31,95	28,17	20,76	17,58	14,58	12,75	5,12
	P [μm]	12,75	6,46	5,69	4,20	3,55	2,95	2,58	1,03

Tabela 3.4 - Caracterização dos micro defeitos nos diferentes materiais.

Nota: Os valores dos defeitos A e B no Estanho e no Estanho-Chumbo não estão caracterizados porque os defeitos eram demasiado grandes para serem medidos no microscópio e os valores dos defeitos G e H do Perfil Bosch não estão caracterizados por serem demasiado pequenos.

Devido ao facto de cada provete possuir mais do que uma matriz de micro defeitos, existe mais do que um tamanho para os defeitos produzidos sendo por isso, os valores de lado e profundidade (L [μm] e P [μm]) a média dos valores obtidos para os vários tamanhos dos micro defeitos, de A a H.

3.2.3 Anodização de provetes de Alumínio

Tendo como um dos objetivos comparar os resultados desta técnica de END em provetes de materiais iguais com e sem tratamentos superficiais, foram anodizadas algumas amostras de alumínio AA1100.

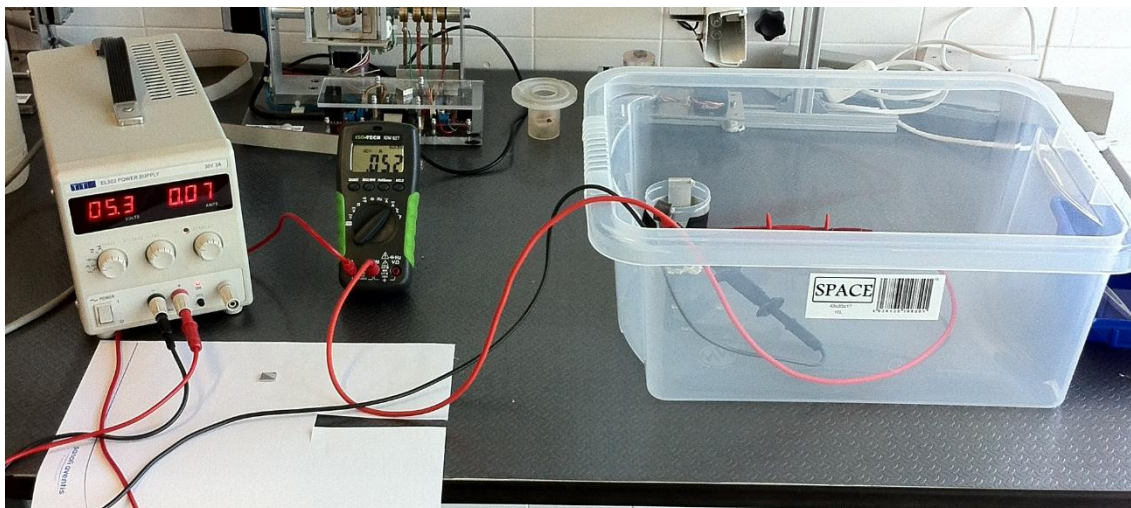


Figura 3.2 - Aparato Laboratorial para a anodização de alumínio.

Para realizar a anodização dos provetes do alumínio foi utilizada a montagem laboratorial ilustrada na Figura 3.2, a qual é constituída por:

- Caixa de plástico.
- Copo de plástico.
- Ácido sulfúrico.
- Água destilada.
- Multímetro.
- Fonte de alimentação contínua e constante.
- Ânodo.
- Cátodo.
- Suporte para os provetes de alumínio.

A anodização, como descrito em 2.6, é um processo eletroquímico em que os iões de oxigénio são libertados da solução de ácido sulfúrico e água destilada e combinam-se com os átomos de alumínio na superfície da peça a anodizar. O cátodo utilizado foi uma chapa de chumbo e o suporte para segurar o provete uma chapa de alumínio.

A caixa de plástico foi utilizada como uma medida de segurança caso a solução de ácido sulfúrico e água destilada saísse fora do copo onde se encontrava.

A 1ª anodização foi realizada no copo de plástico onde foi colocada uma solução de 40 ml ácido sulfúrico 96% e 6 ml água destilada, o valor utilizado na fonte de alimentação foi de 0.05 A e o tempo de anodização foi de 20 minutos. O provete anodizado encontra-se representado na Figura 3.3 a). Neste provete, antes da anodização foram produzidas as duas matrizes de micro defeitos.

A 2ª anodização também foi realizada no copo de plástico onde foi colocada uma solução de 60 ml de água destilada e 10 ml de ácido sulfúrico, os valores utilizados na fonte de alimentação foram de 0.09 A e 3.2 V e o tempo de anodização foi de 41 minutos. O provete está representado na Figura 3.3 b). Neste provete as matrizes de micro defeitos foram produzidas depois da anodização.

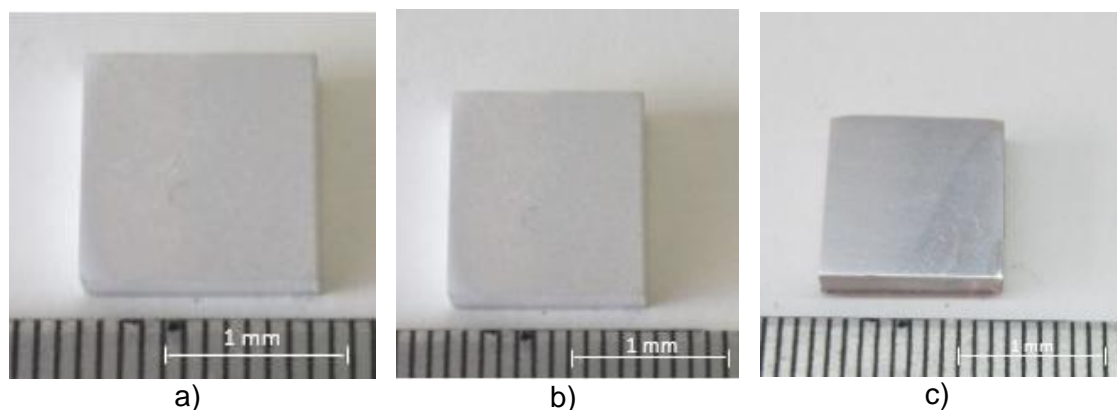


Figura 3.3 - Provetes de alumínio anodizados.

Na Figura 3.3 está representada a 3ª anodização. Neste provete o objetivo foi anodizar só metade de modo a conseguirmos comparar a reação das CB à superfície anodizada e à superfície sem anodização. Nesta anodização a solução usada tinha 60 ml de água e 10 ml de ácido sulfúrico, os valores usados na fonte de alimentação foram de 0.06 A e 2.9 V e o tempo de anodização foi de 23 minutos. O resultado da anodização foi de mais de metade da superfície do provete porque foi essa parte da superfície que ficou em contacto com a solução tendo a restante superfície ficado coberta com fita adesiva. Neste provete não foram produzidos micro defeitos.

4. Ensaaios Experimentais

4.1 Procedimento Experimental

Os ensaios experimentais com as células bacterianas (CB), foram realizados no Instituto de Biotecnologia e Bioengenharia (iBB) no Instituto Superior Técnico (IST) pela Professora Doutora Carla Carvalho, co-orientadora neste trabalho. Nos ensaios realizados com a técnica de END com células bactérias, foi utilizado o procedimento descrito em 2.4.1, tendo sido utilizado, em um ensaio, um equipamento de aplicação de campo magnético.

A metodologia para a execução dos ensaios seguiu as seguintes etapas:

1. Identificação da área a inspecionar com um microscópio ótico;
2. Limpeza da superfície do provete com etanol;
3. Deposição das CB sobre as matrizes de micro defeitos do provete.
4. Penetração e aderência.
5. Remoção do excesso de CB, utilizando panos de limpeza.
6. Inspeção e interpretação.
7. Limpeza e esterilização da peça.

Com exceção do provete de ouro de 24kt todos os provetes continham duas matrizes de micro defeitos. Na etapa 3 foram depositadas CB com carga superficial positiva sobre uma das matrizes e CB negativas sobre outra. Na etapa 4 só foi usado o equipamento de aplicação e campo magnético triaxial com o provete de 24kt para serem testadas um novo tipo de CB magnéticas, nos restantes ensaios não foi aplicado qualquer campo, no entanto tanto para o ensaio com o campo magnético como para os ensaios sem qualquer campo aplicado o tempo do ensaio foi de 4 minutos. Na etapa 6 foi utilizado um microscópio ótico para a inspeção e interpretação dos resultados. Na etapa 7, a limpeza e esterilização da peça foi feito com etanol 70% (v/v).

4.2 Ensaio Experimentais com Células Bacterianas

Foram realizados vários ensaios com os provetes descritos anteriormente e com as células bacterianas de modo a verificar a viabilidade desta técnica em novos materiais como o INCONEL, a liga de cobalto-crómio, o ouro de 24kt, o ouro de 9kt, a prata e alumínio anodizado.

Foi utilizado apenas o equipamento de campo magnético triaxial para promover a movimentação das células em um ensaio com o provete de ouro de 24kt para testar a viabilidade de novas células bacterianas magnéticas nesta técnica de END. Nos restantes ensaios não foi utilizado qualquer tipo de equipamento de promoção do movimento das células, as células foram depositadas e o tempo de penetração utilizado foi constante e de quatro minutos para todos os ensaios.

Na Tabela 4.1 é apresentada a planificação dos ensaios experimentais realizados.

Materiais	Bactérias	Método	Notas
AA1100	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	-
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	-
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	Anodizado
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	Anodizado
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	½ Anodizado

	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	½ Anodizado
Perfil Bosch (AA2024)	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	Anodizado
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	Anodizado
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	Desanodizado
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	Desanodizado
Alumínio anodizado e pintado	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	-
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	-
Estanho	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	-
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	-
Ouro 24kt	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	-
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	-
	<i>Staphylococcus hominis hominis</i>	Campo magnético triaxial	-
Cobalto-Crômio	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	-
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	-
INCONEL	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	-
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	-
Estanho-Chumbo	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	-
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	-
Disco-Rígido	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	-
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	-
Ouro 9kt	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	-
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	-
Prata	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	-
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	-
Bloco Padrão	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição	-
	<i>Rhodococcus erythropolis</i> -	Deposição	-
Cobre	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição/ Campo magnético	
Aço 316 L	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição/ Campo magnético	

Aço revestido com Níquel	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição/ Campo magnético	
Aço revestido com Zinco	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição/ Campo magnético	
Polímero com nano tubos de carbono	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição/ Campo magnético	
Chip	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição/ Campo magnético	
Placa Visteon	<i>Rhodococcus erythropolis</i> +	Deposição/ Campo magnético	

Tabela 4.1 - Planificação dos ensaios experimentais com CB.

4.2.1 AA1100

A liga de alumínio AA1100 já foi testada nos trabalhos de Patrick Inácio [4] e de Alexandre Costa [5]. No trabalho de Patrick Inácio os resultados forem inconclusivos e no trabalho de Alexandre Costa, apenas com deposição, foi possível a deteção de todos os micro defeitos com as bactérias com carga elétrica negativa.

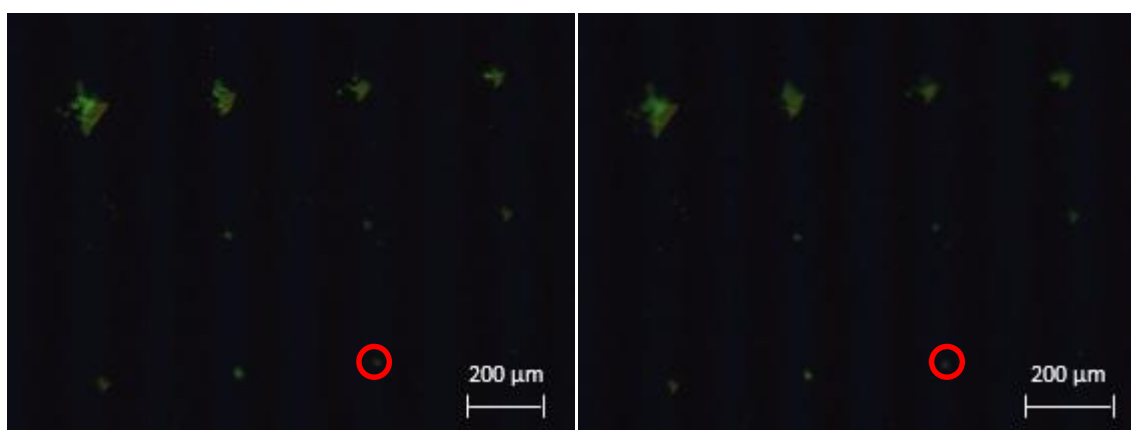


Figura 4.1 - Ensaios Experimentais AA1100 com CB *Rhodococcus erythropolis* positiva.

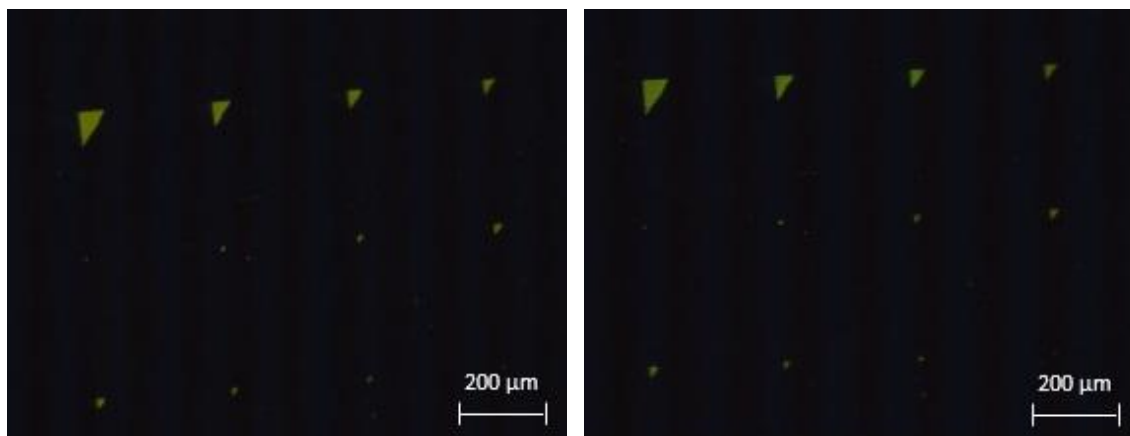


Figura 4.2 - Ensaio Experimental AA1100 com CB *Rhodococcus erythropolis* negativa.

Nas imagens da Figura 4.1 é possível verificar que as CB com carga positiva penetraram em todos os micro defeitos produzidos com exceção do defeito de menor dimensão. Nas imagens da Figura 4.2 verificasse que as CB negativas não penetraram em nenhum micro defeito.

Estes resultados vêm contrariar os resultados obtidos na tese de Alexandre Costa em que as células negativas penetraram em todos os defeitos. Como na tese de Alexandre Costa não foram realizados ensaios com CB com carga superficial positiva apenas é possível concluir que as CB com carga superficial positiva têm a capacidade de detetar micro defeitos no AA1100.

4.2.2 AA1100 Anodizado

Com o objetivo de explorar a viabilidade desta técnica de END com CB para materiais com tratamentos superficiais, foi ensaiada uma liga de alumínio já conhecida mas sujeita a anodização depois de produzidos os micro defeitos, ou seja, as superfícies dos defeitos também foram anodizadas.

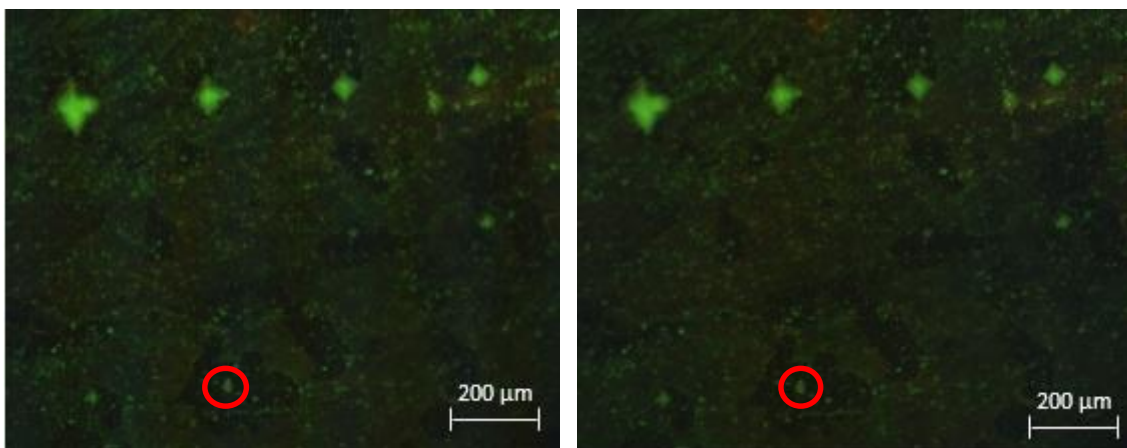


Figura 4.3 - Ensaio Experimental AA1100 Anodizado com CB *Rhodococcus erythropolis* positiva.

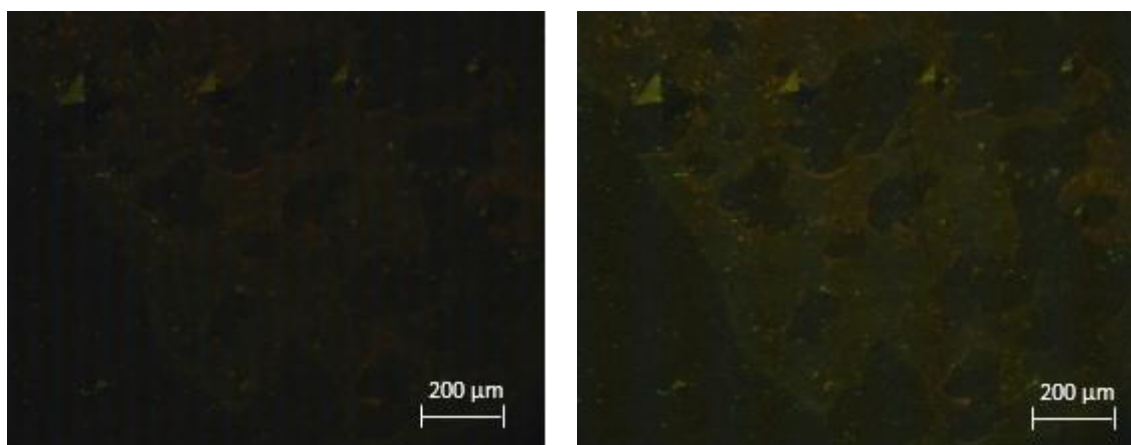


Figura 4.4 - Ensaio Experimental AA1100 Anodizado com CB *Rhodococcus erythropolis* negativas.

Nas imagens da Figura 4.3 é possível observar que as CB com carga positiva ocuparam todos os defeitos, com exceção dos dois defeitos mais pequenos. Em relação às CB com carga negativa, é possível observar na Figura 4.4 que não houve ocupação de qualquer dos micro defeitos.

De modo a observar se o resultado da técnica de END é influenciado pela produção das matrizes de micro defeitos antes ou depois da anodização, foi testado um provete igual ao anterior mas no qual os defeitos foram produzidos depois da anodização.

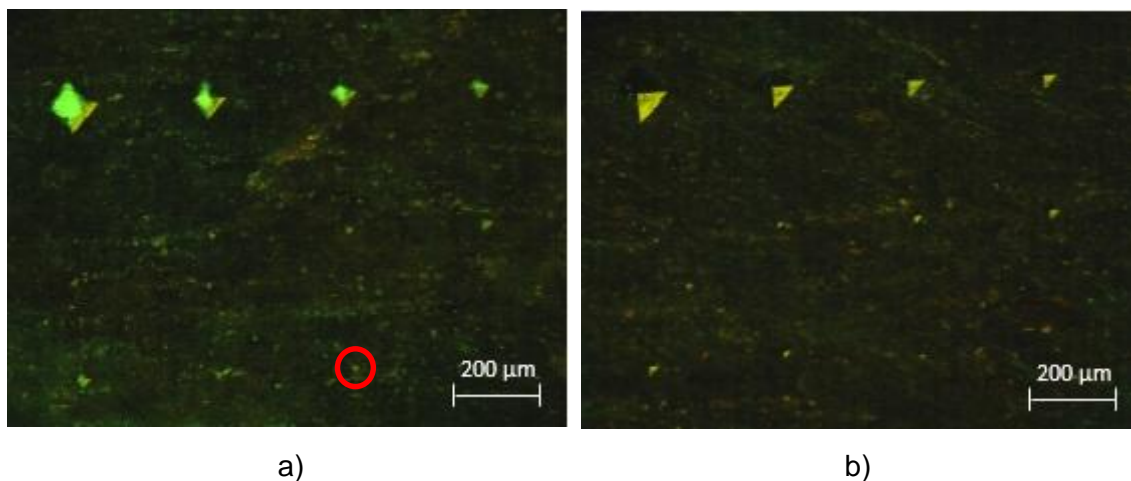


Figura 4.5 - Ensaio Experimental AA1100 Anodizado. a) com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial positiva. b) com CB *Rhodococcus erythropolis* COM carga superficial negativa.

A Figura 4.5 a) mostra que as CB com carga superficial positiva penetraram em todos os defeitos com exceção do defeito de menores dimensões, já na imagem que representa o resultado do mesmo ensaio experimental com CB com carga negativa, é possível verificar que as CB não se encontram em qualquer defeito.

Na tentativa de averiguar a diferença no comportamento as CB no alumínio anodizado e no alumínio sem anodização, foi produzido e ensaiado um provete metade anodizado e metade sem anodização.

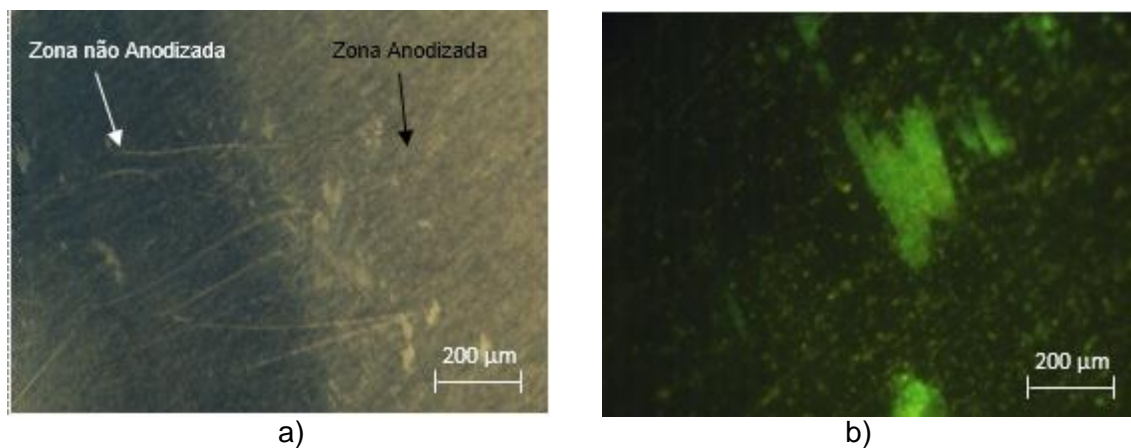


Figura 4.6 - Ensaio Experimental AA1100 metade anodizado. a) sem CB. b) com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial positiva.

É possível observar na Figura 4.6 a) a fronteira entre a zona anodizada do provete e a zona não anodizada, na Figura 4.6 b) é possível observar que as CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial positiva se situam todas na zona anodizada do provete. Com este resultado é possível concluir que as CB têm preferência pela superfície anodizada em relação à superfície sem a anodização.

4.2.3 Perfil Bosch

Foram produzidos dois provetes de Perfil Bosch, alumínio da série 2xxx, um no qual foram feitos os micro defeitos sob a anodização industrial existente neste material e outro no qual os micro defeitos foram produzidos depois de removida a anodização existente.

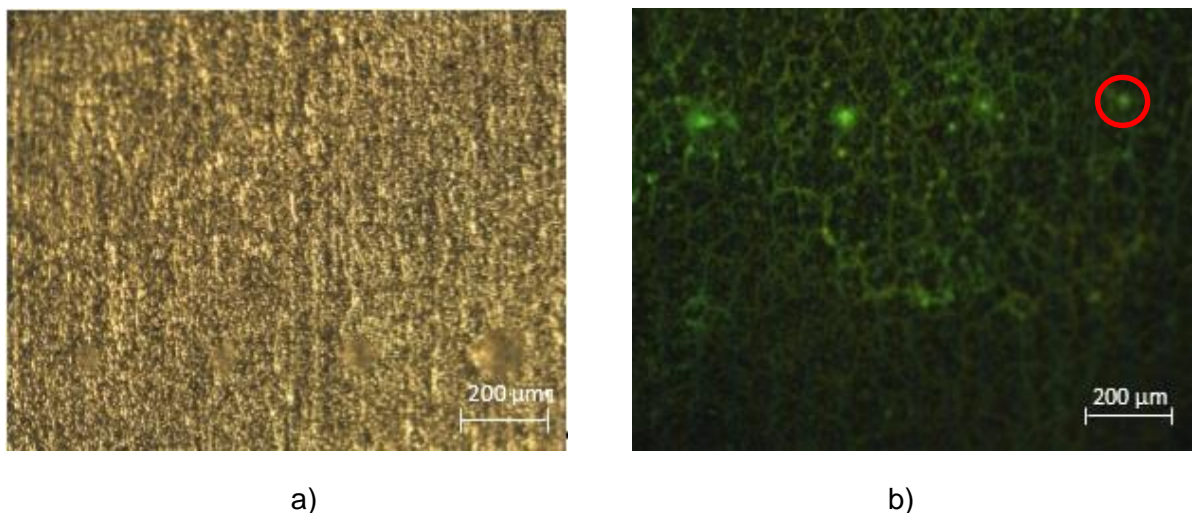


Figura 4.7 - Ensaio Experimental em Perfil Bosch com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial positiva.

Na Figura 4.7 a) é apresentada a imagem obtida antes do ensaio onde é difícil observar as irregularidades da superfície, na Figura 4.7 b) é apresentada a imagem da mesma superfície depois do ensaio com CB com carga superficial positiva. É possível verificar que as CB com carga superficial positiva penetraram nos micro defeitos de maior dimensão e também revelaram a real topografia da superfície anodizada.

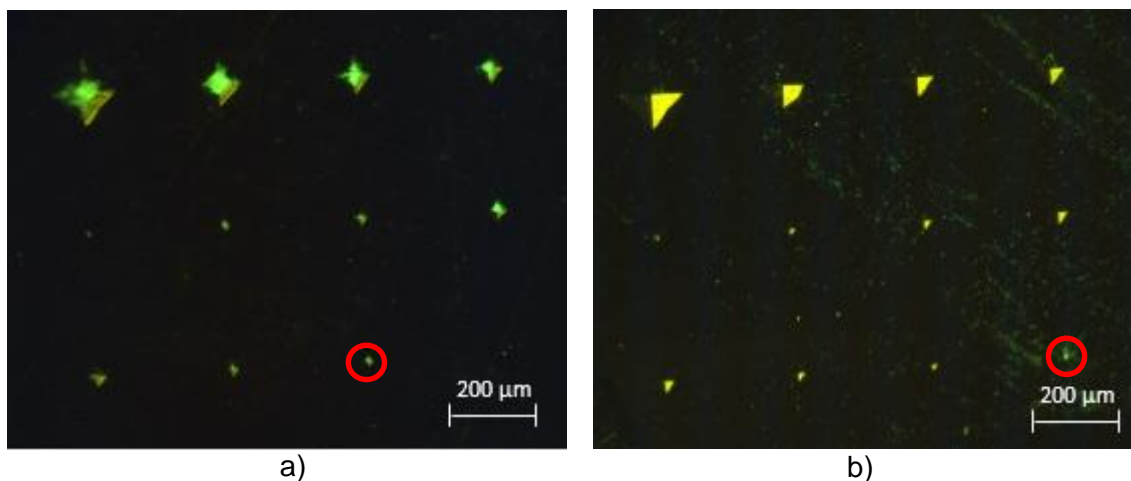


Figura 4.8 - Ensaio Experimental com Perfil Bosch sem anodização. a) com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial positiva. b) com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial negativa.

Na Figura 4.8 a) é apresentada a imagem da superfície do provete sem anodização e é possível verificar que as CB com carga superficial positiva penetraram em todos os micro defeitos produzidos, na imagem b) observasse que as CB com carga superficial negativa, para a mesma superfície sem anodização, não ocuparam qualquer micro defeito com exceção do de menor dimensão.

4.2.4 Alumínio Anodizado e pintado

Foi produzido também um provete de um alumínio anodizado e pintado industrialmente para comparar os resultados com o Perfil Bosch também anodizado industrialmente.

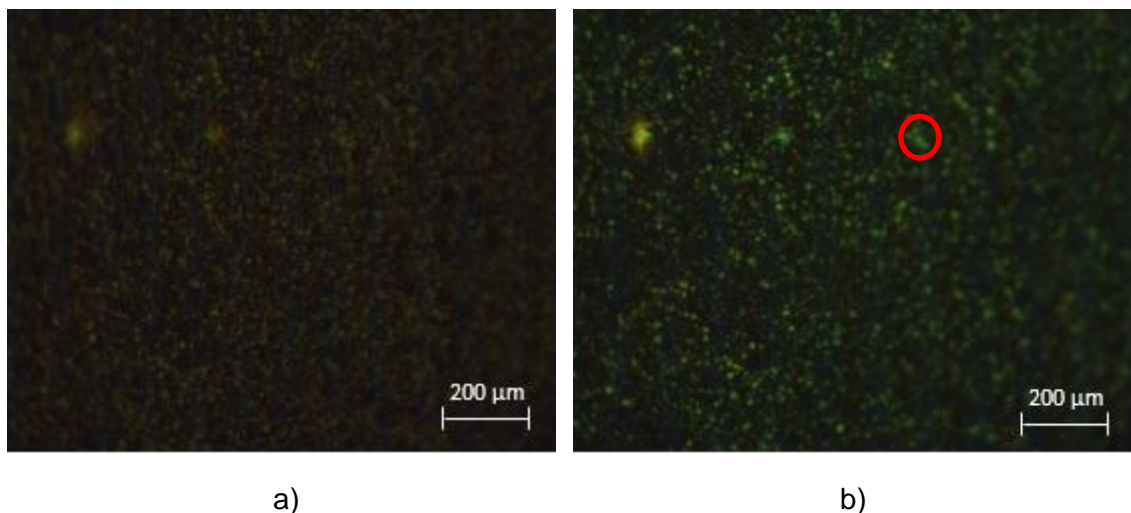


Figura 4.9 - Ensaio Experimental em Alumínio Anodizado e pintado. a) sem CB. b) com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial positiva.

Na Figura 4.9 observasse a matriz de micro defeitos no provete sem CB e a topografia da superfície criada pela anodização e pintura a que esta peça foi sujeita. Na Figura 4.9 b) observasse que as CB com carga superficial positiva ocuparam os três maiores defeitos da matriz, assim como revelaram a real topografia criada pela anodização industrial da superfície. Este resultado vem reforçar a conclusão do ensaio anterior em que se concluiu que as CB com carga superficial positiva não só detetam os micro defeitos produzidos como também revelam a real topografia das superfície anodizadas.

4.2.5 Estanho

A liga de estanho utilizada para fazer estes dois provetes é proveniente de um rolo consumível de uma impressora 3D. O consumível foi derretido para um molde de forma a ser possível obter o provete da forma desejada.

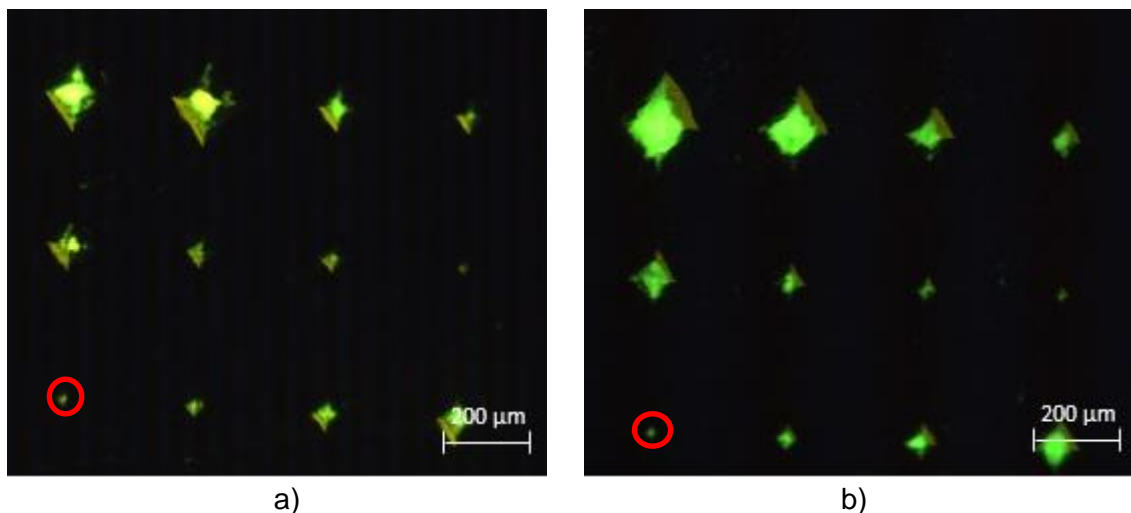


Figura 4.10 - Ensaio Experimental em provete de Estanho com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial positiva. a) Provete 2. b) Provete 3

Nas imagens da Figura 4.10 é possível observar que tanto no provete 2 como no provete 3 de estanho, as CB com carga superficial positiva penetraram em todos os micro defeitos. Os defeitos nos provetes de estanho têm uma dimensão maior, uma vez que o estanho é um material com uma dureza muito baixa.

Na Figura 4.11 são apresentados os mesmos ensaios que na figura anterior mas com CB com carga superficial negativa, é possível observar que com estas CB os micro defeitos apesar de conterem algumas CB não estão completamente ocupados como nas imagens anteriores. Com este resultado é possível concluir que as CB com carga superficial negativa não são tão eficazes na detecção de defeitos em estanho como as CB com carga superficial positiva. Este resultado pode ser explicado pela hipótese da tensão superficial mais alta das CB com carga superficial negativa ser uma desvantagem neste material.

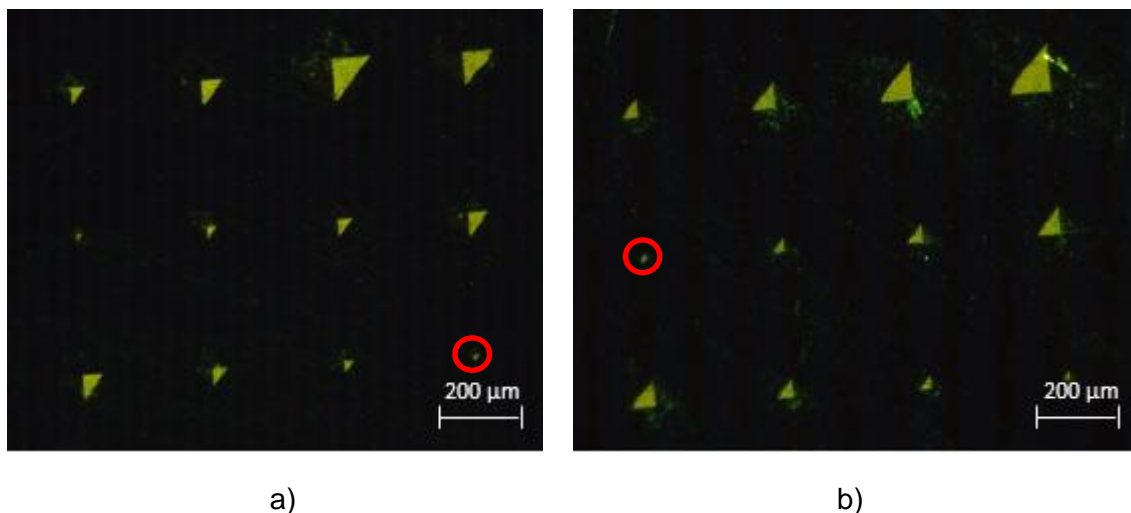


Figura 4.11 - Ensaio Experimental em provete de Estanho com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial negativa. a) Provete 2. b) Provete 3

4.2.6 Ouro 24kt

Apesar do ouro de 18kt já ter sido ensaiado no trabalho de Alexandre Costa [5], foi realizado um ensaio com um provete de ouro de 24kt, onde foram produzidos nano defeitos. Os nano defeitos foram produzidos no Centro de Engenharia Mecânica da Universidade de Coimbra (CEMUC).

Foram ensaiadas três CB diferentes neste provete. As CB utilizadas foram as CB com carga positiva, com carga superficial negativa e CB com propriedades magnéticas (*Staphylococcus hominis hominis*).

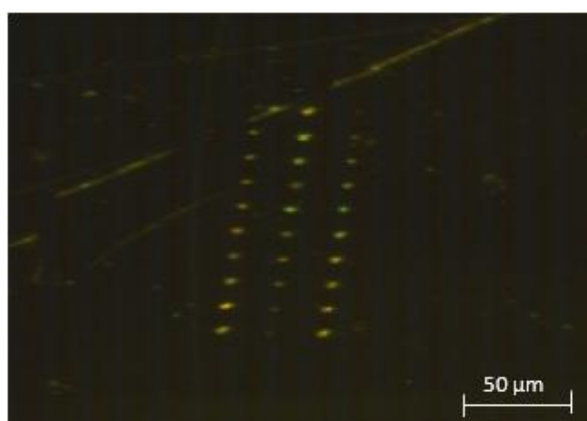


Figura 4.12 - Ensaio Experimental em provete de Ouro 24kt com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial positiva

Na Figura 4.12 é possível observar o resultado do ensaio com as CB com carga superficial positiva apenas com deposição das CB. As CB ocuparam todos os nano defeitos, algumas células aparentam ter uma cor mais avermelhada porque, sendo o ouro um material com propriedades bactericidas, as CB ao fim de algum tempo expostas a este material acabam por morrer e assim apresentar uma cor avermelhada.

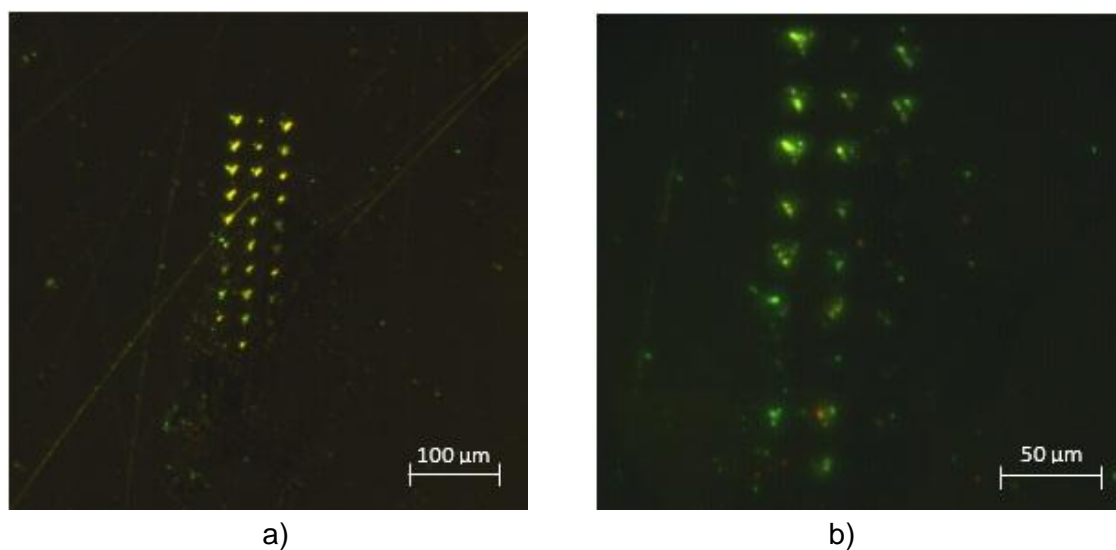


Figura 4.13 - Ensaio Experimental em provete de Ouro 24kt com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial negativa. a) Matriz nano defeitos. b) Matriz nano defeitos em pormenor.

A Figura 4.13 ilustra o resultado do ensaio com CB com carga superficial negativa, é possível observar, na Figura 4.13 b) que as CB ocupam quase todos os nano defeitos. Um resultado idêntico ao obtido com as CB com carga superficial positiva mas pior uma vez que alguns defeitos não foram detetados mas ao contrário do que aconteceu com as CB com carga superficial positiva as CB com carga superficial negativa não apresentaram nenhuma coloração avermelhada o que permite concluir que são mais resistentes ao contacto com o ouro de 24kt que as CB com carga superficial positiva apesar de não serem tão eficazes na deteção dos defeitos.

Na Figura 4.14 encontra-se o resultado do ensaio experimental com as CB *Staphylococcus hominis hominis* com propriedades magnéticas, neste ensaio não foi aplicado qualquer campo (magnético ou elétrico) para ajudar a sua mobilização foram apenas depositadas sobre o provete.

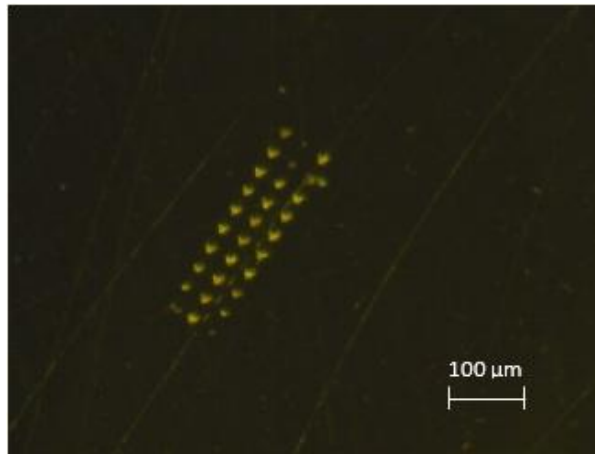


Figura 4.14 - Ensaio Experimental em provete de Ouro 24kt com CB magnéticas.

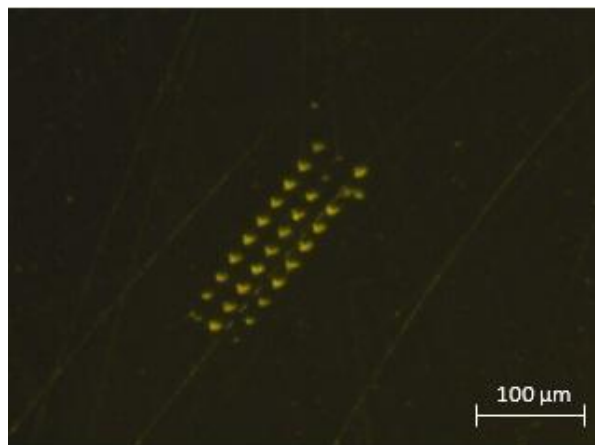


Figura 4.15 - Ensaio Experimental em provete de Ouro 24kt com CB magnéticas.

O ensaio cujo resultado se encontra na Figura 4.15, foi o único em que foi utilizado o auxílio de um campo magnético para a mobilização das CB. O tempo de penetração foi, como em todos os ensaios experimentais efetuados, de quatro minutos, sendo que neste ensaio as CB foram expostas a um campo magnético triaxial com uma intensidade entre 300 e 1400 Gauss (Figura 4.16), dependendo do local do provete, durante dois minutos o qual foi retirado durante os outros dois minutos de revelação.

O campo magnético foi aplicado pelo equipamento designado por PF_Btriaxial_permanente, desenvolvido no trabalho de Alexandre Costa [5]. Este equipamento foi desenvolvido para aplicação de campo magnético triaxial permanente.

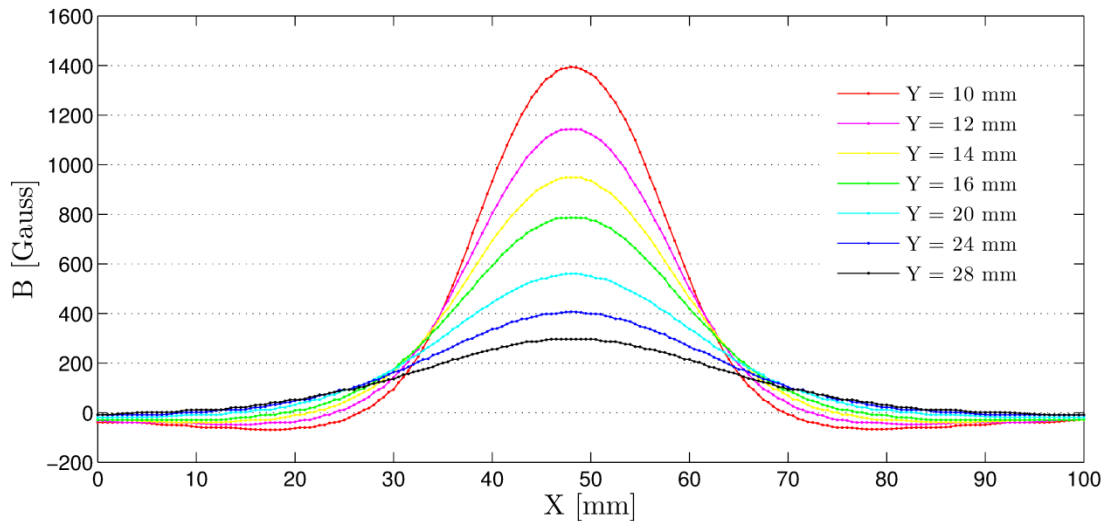


Figura 4.16 - Representação gráfica da intensidade do campo magnético B em da distância ao iman permanente [5].

4.2.7 Cobalto-Crômio

Sendo este um material nunca antes ensaiado, com uma grande aplicabilidade industrial em próteses de diversos tipos e que ficou por ensaiar do trabalho de Alexandre Costa [5], foi produzido um provete da peça existente.

Na Figura 4.17 a), está ilustrada a matriz de micro defeitos produzida. Os defeitos neste material são de dimensões mais reduzidas, como demonstrado na Tabela 3.4, devido à sua dureza elevada. O resultado do ensaio experimental no provete de Cobalto-Crômio com CB com carga positiva está ilustrado na Figura 4.17 b) em que é possível constatar que as CB ocuparam todos os defeitos da matriz com exceção do defeito mais pequeno.

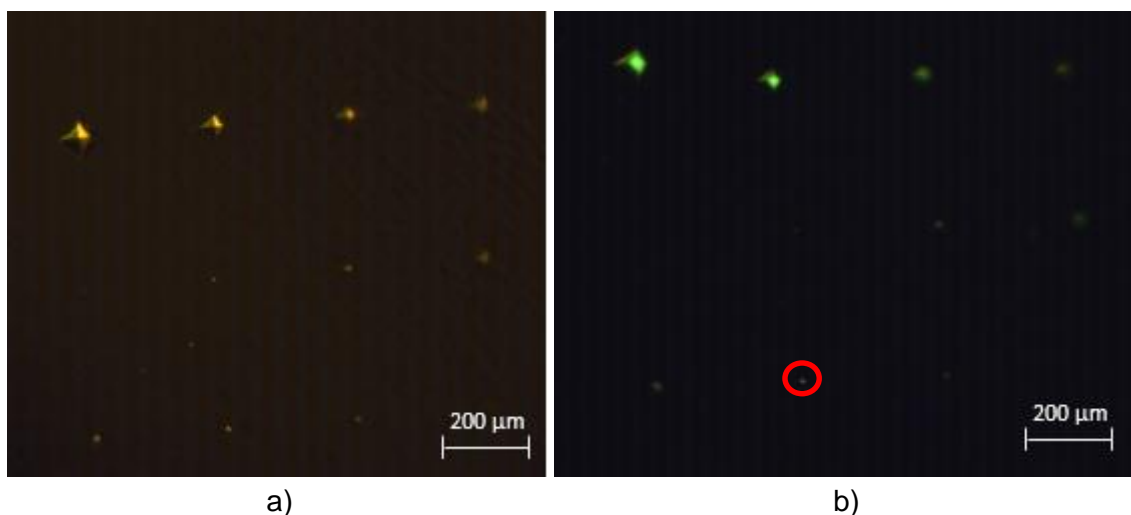


Figura 4.17 - Ensaio Experimental em provete de Cobalto-Crómio; a) sem CB; b) com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial positiva

Na Figura 4.18 está apresentado o resultado do ensaio experimental no provete de Cobalto-Crómio com as CB com carga negativa. Como ilustrado nas imagens, as CB ocuparam os mesmos defeitos que as CB com carga positiva embora o seu número em cada defeito seja muito inferior. Com este resultados é possível concluir que embora ambas as CB (com carga superficial positiva e negativa) sejam capazes de detetar os defeitos produzidos, as CB com carga superficial positiva são mais eficazes uma vez que apresentam mais bactérias em cada defeito. As conclusões anteriores podem ser explicadas com a hipótese de a menor tensão superficial (22 mN/m) das CB com carga superficial positiva ser uma vantagem na superfície desta liga de cobalto-crómio.

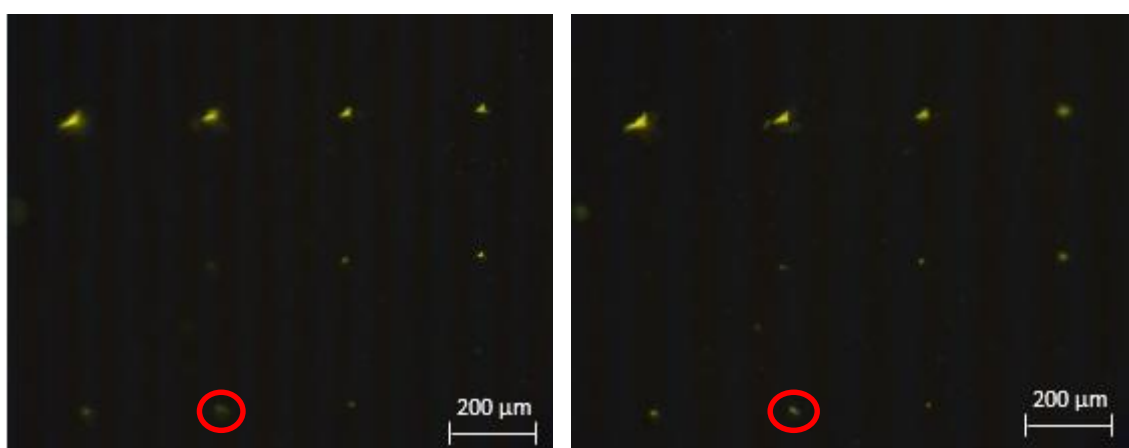


Figura 4.18 - Ensaio Experimental em provete de Cobalto-Crómio com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial negativa.

4.2.8 INCONEL 9095

O INCONEL 9095 é um metal não ferroso que se encontra na classe das super ligas e é constituído maioritariamente por Níquel e Crómio. Assim como o Cobalto-Crómio é um material que ainda não foi sujeito a esta nova técnica de END. Este material tem uma grande aplicação ao nível da aeronáutica.

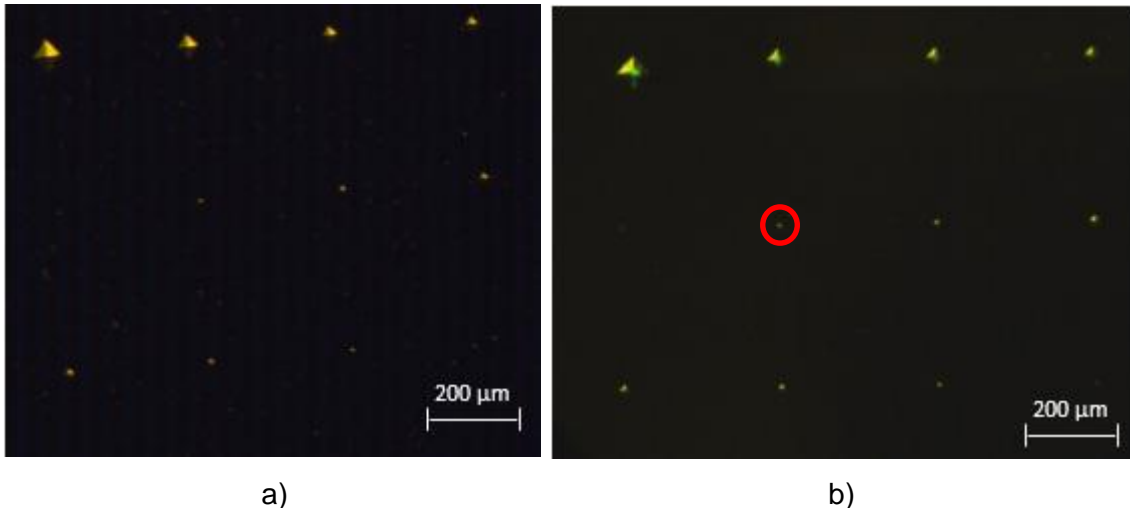


Figura 4.19 - Ensaio Experimental em provete de INCONEL; a) sem CB; b) com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial positiva.

Na Figura 4.19 a) é possível observar a matriz de micro defeitos sem CB, na Figura 4.19 b) é possível observar que as CB com carga superficial positiva penetraram em todos os defeitos da matriz com exceção dos defeitos mais pequenos. Os defeitos no INCONEL, como demonstrado pelos valores da Tabela 3.4, têm dimensões mais reduzidas devido à sua dureza.

No caso do ensaio com as CB com carga superficial negativa, o resultado é apresentado na Figura 4.20. Tal como nas CB com carga superficial positiva, as CB com carga superficial negativa penetram nos micro defeitos da matriz com exceção dos defeitos de menores dimensões (defeitos H). Apesar dos dois tipos de CB (com carga superficial negativa e positiva) penetrarem nos defeitos, é possível concluir que as CB com carga superficial negativa são mais eficazes uma vez que detetam defeitos de menores dimensões, apesar do número de CB em cada defeito ser menor. Este resultado permite colocar a hipótese da tensão superficial mais alta (67 mN/m) das CB com carga superficial negativa ser benéfico na superfície deste material.



Figura 4.20 - Ensaio Experimental em provete de INCONEL com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial negativa.

4.2.9 Estanho-Chumbo

A liga de estanho-chumbo utilizada para fazer estes dois provetes é proveniente de um rolo consumível de uma impressora 3D. O consumível é constituído por 60% de estanho e 40% de chumbo. O consumível foi fundido para um molde de forma a ser possível obter o provete da forma desejada.

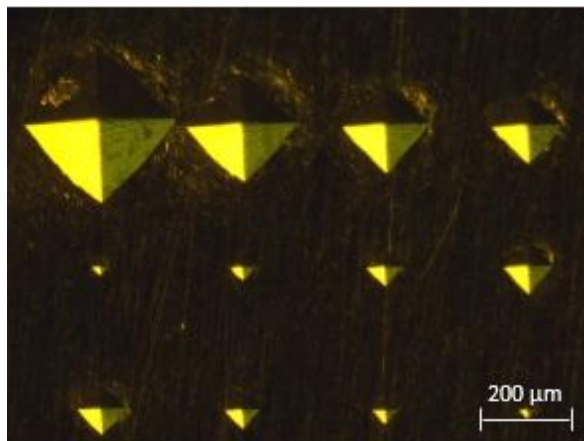


Figura 4.21 - Ensaio Experimental em provete de Estanho-Chumbo.

Na Figura 21 está ilustrada a matriz de micro defeitos produzidos sem CB aplicadas é possível observar que os defeitos têm dimensões maiores que nos restantes materiais devido à dureza desta liga.

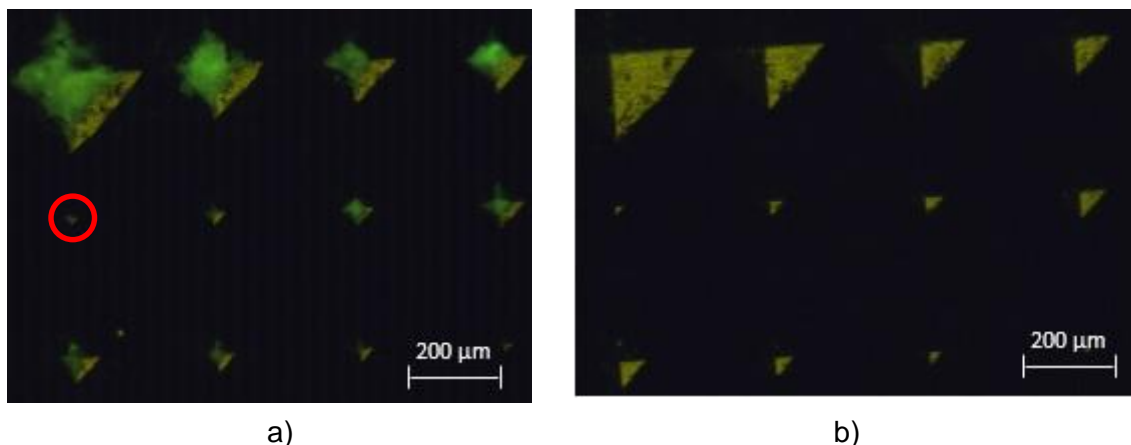


Figura 4.22 - Ensaio Experimental em provete de Estanho-Chumbo; a) com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas; b) com CB *Rhodococcus erythropolis* negativas.

A Figura 4.22 a) representa o resultado do ensaio experimental do provete de estanho-chumbo com as CB com carga positiva e a Figura 4.22 b) representa o mesmo mas para as CB com carga negativa. Concluimos pelas imagens que as CB com carga positiva conseguem ocupar todos os defeitos da matriz enquanto as CB com carga negativa não ocupam nenhum micro defeito. Com este resultado é possível concluir que as CB com carga negativa não são eficazes para a detecção de defeitos nesta liga de Estanho-Chumbo. Este resultado permite colocar a hipótese das CB negativas não detetarem qualquer defeito devido à sua maior tensão superficial (67 mN/m).

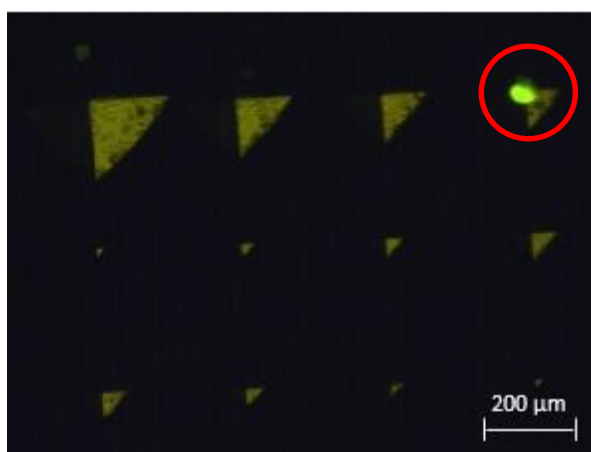


Figura 4.23 - Ensaio Experimental em provete de Estanho-Chumbo com CB magnéticas.

Esta liga de estanho-chumbo foi ainda ensaiada com CB com características magnéticas (*Staphylococcus hominis hominis*), neste ensaio não foi utilizado

qualquer equipamento de auxílio à mobilização das CB sendo estas apenas depositadas sobre a matriz de micro defeitos do provete. É possível observar na Figura 4.23 que este tipo de CB, tal como as CB com carga negativa, não penetraram nos micro defeitos com exceção do defeito D.

4.2.10 Disco de um Disco Rígido

O disco que se encontra no interior de um disco rígido, constituído por Cobalto e Crómio, é um dos vários materiais que nunca tinham sido ensaiados em trabalhos anteriores e com uma importância muito relevante na indústria. A Figura 4.24 ilustra a matriz de micro defeitos produzidos sem CB, os defeitos de dimensões mais reduzidas são difíceis de observar devido à dureza do material.

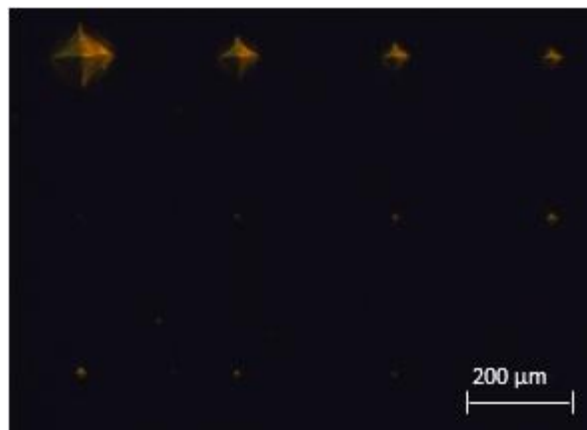


Figura 4.24 - Ensaio Experimental em provete de Disco Rígido sem CB.

Na Figura 4.25 encontra-se o resultado do ensaio, com o provete do disco com CB com carga positiva e com CB com carga negativa, Figura 4.25 a) e b), respetivamente.

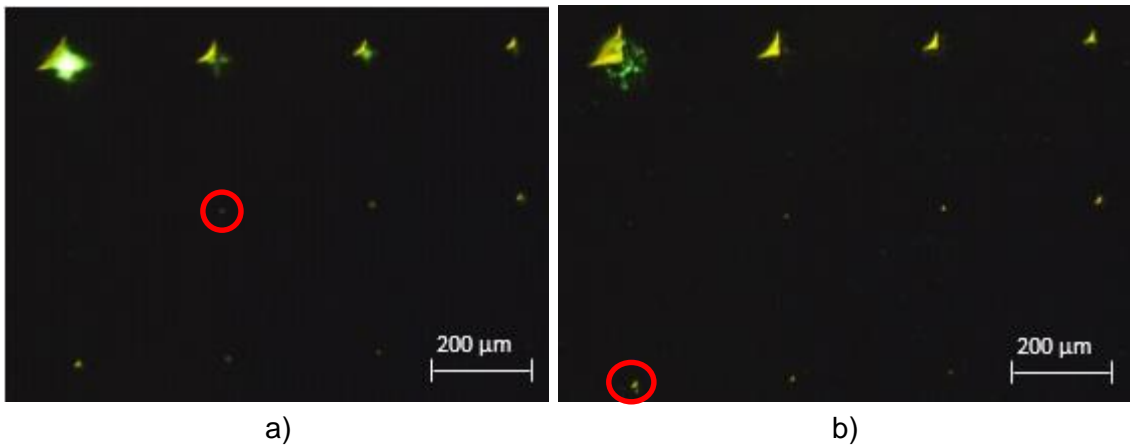


Figura 4.25 - Ensaio Experimental em provete de Disco Rígido; a) com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas; b) com *Rhodococcus erythropolis* negativas.

Como é possível observar pelas imagens ambas as CB (positivas e negativas) ocuparam os defeitos produzidos, embora as CB com carga negativa não tenham ocupado os defeitos F, G e H e os defeitos em que penetraram tenha sido com um número de células inferior ao das CB positivas.

É possível então concluir que ambas as CB (positivas e negativas) conseguem detetar os defeitos produzidos mas as CB positivas têm um limiar de detetabilidade maior conseguindo detetar todos os defeitos excepto o defeito H que tem uma profundidade de $0,56 \mu\text{m}$ e um lado de $2,75 \mu\text{m}$. Este resultado permite colocar a hipótese das CB positivas detetarem um defeito de menores dimensões devido ao facto da sua tensão superficial (22 mN/m) ser menor que nas CB negativas (67 mN/m).

4.2.11 Ouro 9kt

Com o objetivo de comparar a reação das CB quando expostas a materiais iguais mas com diferentes graus de pureza e continuar a expandir o leque de materiais ensaiados com esta técnica foi ensaiado um provete de ouro de 9kt. O ouro de 9kt tem uma percentagem de ouro de 37,5% sendo o restante cobre. O provete é uma medalha de ouro de 9kt com a superfície polida, a matriz de micro defeitos produzida está ilustrada na Figura 4.26.

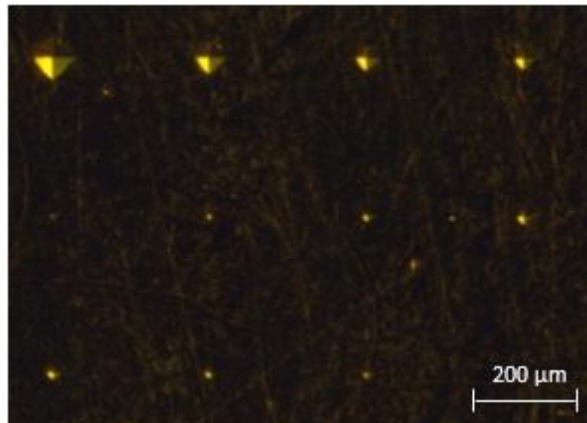


Figura 4.26 - Ensaio Experimental em provete de Ouro 9kt sem CB.

Na Figura 4.27 a) é possível observar o resultado do ensaio do provete de ouro de 9kt com as CB com carga positiva. Neste ensaio as CB positivas penetraram em todos os defeitos. Na Figura 4.27 b) encontra-se o mesmo ensaio mas com CB negativas e estas também penetraram em todos os defeitos mas como em outros materiais, em número muito menor que as CB positivas.

Com este resultado, como em anteriores materiais, é possível concluir que tanto as CB positivas como as negativas detetam os micro defeitos produzidos embora as CB positivas sejam mais eficazes uma vez que penetram mais CB em cada defeito. O resultado obtido permite colocar a hipótese das CB positivas serem mais eficazes em penetrar nos defeitos devido à sua menor tensão superficial (22 mN/m).

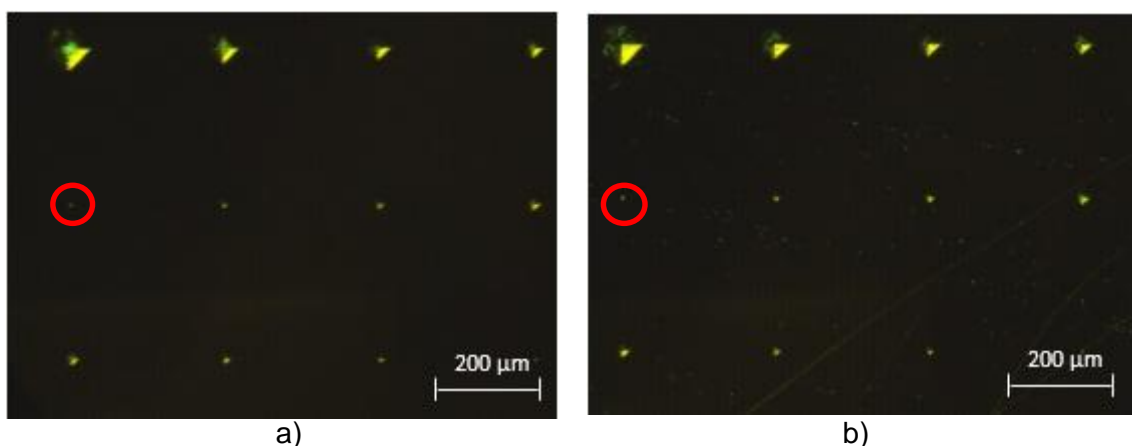


Figura 4.27 - Ensaio Experimental em provete de Ouro 9kt; a) com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas; b) com CB *Rhodococcus erythropolis* negativas

4.2.12 Prata 835

A prata utilizada para a produção dos provetes é uma prata 835, ou seja, tem 83,5% de pureza sendo o resto (16,5%) cobre. A prata é material que também nunca foi ensaiado em trabalhos anteriores e foram produzidos dois provetes da peça da Figura 4.28 com o objetivo de ensaiar mais um material com propriedades bactericidas, como o cobre que já foi ensaiado em trabalhos anteriores.



Figura 4.28 - Provete de Prata

Na Figura 4.29 está representada a matriz de micro defeitos produzidos no provete de prata sem CB depositadas. A superfície do provete estava polida aquando da produção da matriz de micro defeitos.

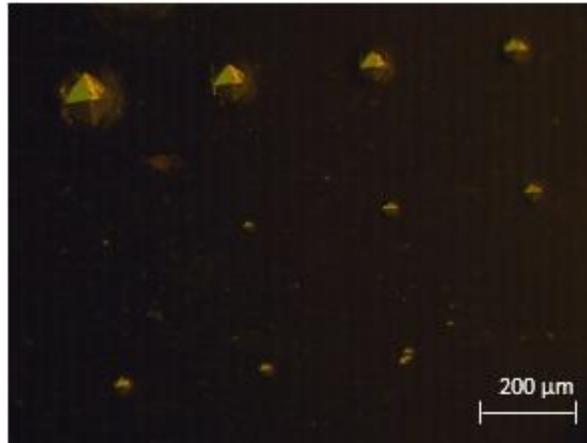


Figura 4.29 - Ensaio Experimental em provete de Prata.

Na Figura 4.30 estão ilustrados os resultados dos ensaios realizados com o provete de prata. Na Figura 4.30 a) é possível observar o resultado do ensaio com as CB com carga positiva. As CB positivas penetraram em todos os defeitos com exceção dos defeitos de menor dimensão. Na Figura 4.30 b) está ilustrado o resultado do ensaio com CB com carga negativa onde nenhum dos defeitos foi penetrado. Com este resultado é possível concluir que as CB com carga positivas são as únicas que detetam os defeitos produzidos em prata 835. Este resultado permite também colocar a hipótese das CB positivas serem mais resistentes a materiais bactericidas.

Nestes ensaios as CB foram depositadas sobre a superfície do provete não sendo sujeitas a qualquer tipo de campo para auxiliar a sua movimentação.

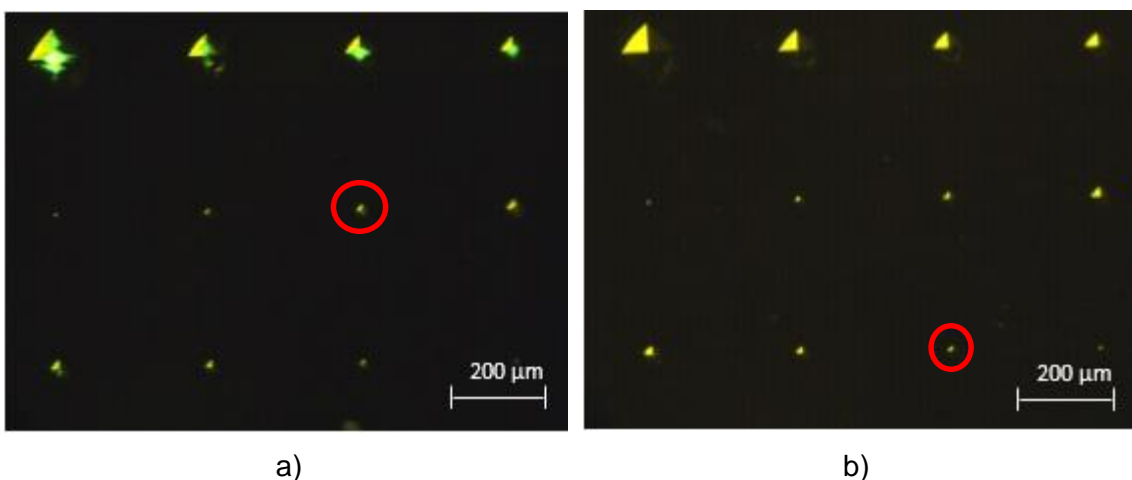


Figura 4.30 - Ensaio Experimental em provete de Prata; a) com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas; b) com CB *Rhodococcus erythropolis* negativas

4.2.13 Bloco Padrão DIN EN ISO 3452-2:2006

O bloco DIN EN ISO 3452-2:2006 é um bloco padrão de sensibilidade tipo 1 da técnica de END de líquidos penetrantes que corresponde à norma ISO 3452-3. Estes blocos padrão são utilizados para garantir que tanto o revelador como o penetrante estão em condições funcionais e se aplicação é feita de forma correta. Este tipo de bloco padrão já foi utilizado no trabalho de Alexandre Costa [5].

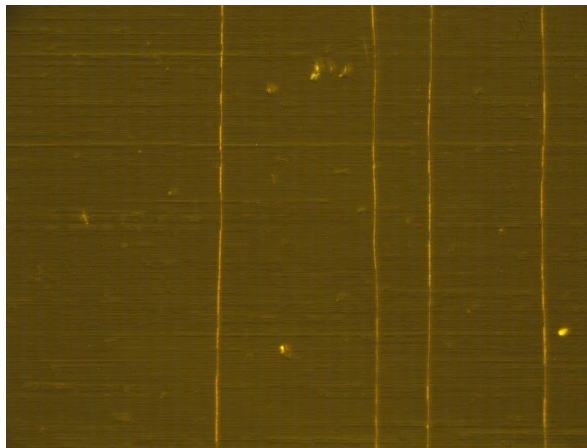


Figura 4.31 - Ensaio Experimental em provete de Bloco padrão ISO tipo1

Na Figura 4.31 estão ilustrados alguns defeitos contidos no provete do bloco padrão utilizado no ensaio ainda sem CB. Estes defeitos são produzidos através de um ensaio de tração longitudinal, uma vez que o bloco padrão tipo 1 é constituído por um bloco de bronze com um revestimento de crómio-níquel e em que quando sujeito à tração longitudinal o revestimento fissa e cria estes defeitos com uma profundidade igual à espessura do revestimento e uma largura $1/20$ da profundidade.

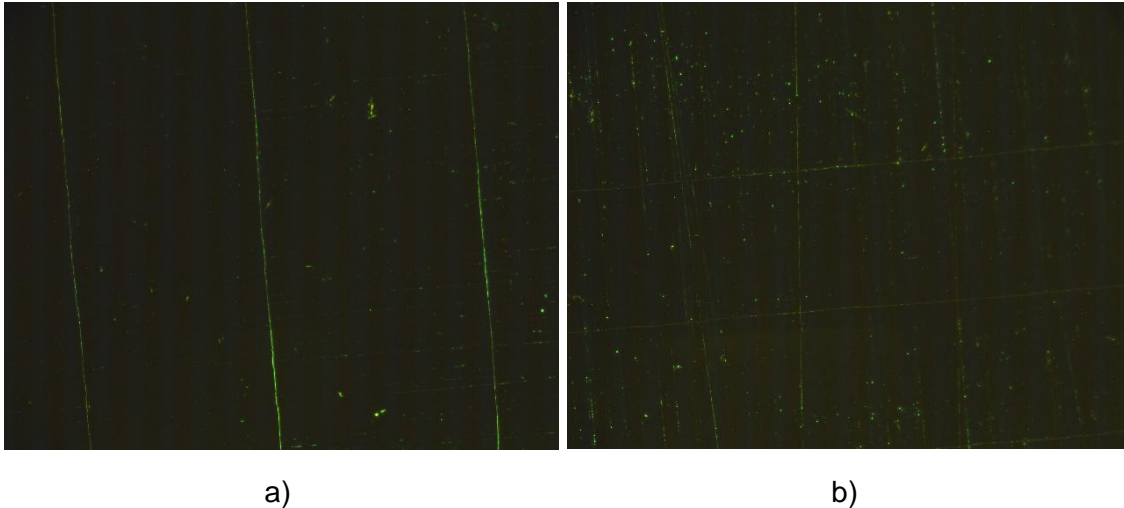


Figura 4.32 - Ensaio Experimental em provete de Bloco padrão tipo 1; a) com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas; b) com CB *Rhodococcus erythropolis* negativas

Na Figura 4.32 a), está ilustrado o resultado do ensaio com um provete de bloco padrão tipo 1 com CB com carga positiva. Neste ensaio é possível observar que as CB ocuparam as fissuras do bloco padrão tipo 1. Na Figura 4.32 b), é apresentado o ensaio para as CB com carga negativa e neste ensaio as CB não só penetraram nas fissuras como também nas fissuras perpendiculares existentes no provete. Nestes ensaios, as CB, apenas foram depositadas sobre o provete e não foi utilizado qualquer equipamento com campo magnético ou elétrico para o auxílio da movimentação das CB.

Com o resultado obtido é possível concluir que tanto as CB positivas e negativas detetam os micro defeitos embora as CB negativas sejam mais eficazes uma vez que para além de detetarem os defeitos do bloco padrão ainda revelaram defeitos perpendiculares aos defeitos padrão.

4.2.14 Aço revestido com Níquel

Foi produzido um provete de aço revestido com níquel com o objetivo de comparar a reação das CB quando expostas a superfícies com materiais bases iguais e com revestimentos superficiais diferentes. O material base usado foi o aço devido à sua abundância e importância na indústria.

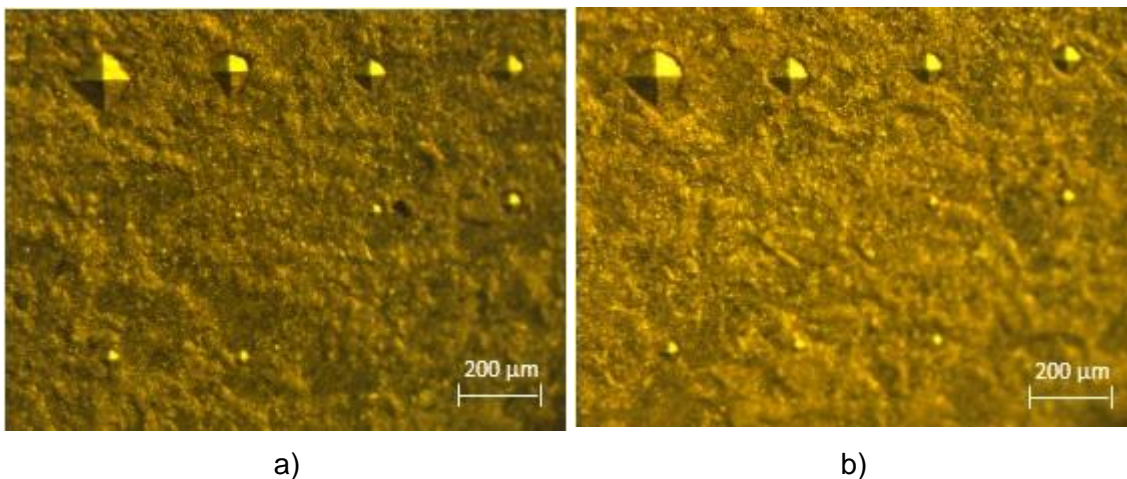


Figura 4.33 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de aço revestido com níquel.

Na Figura 4.33 estão representadas as duas matrizes de micro defeitos produzidas no provete. Na Figura 4.33 não se encontram as CB.

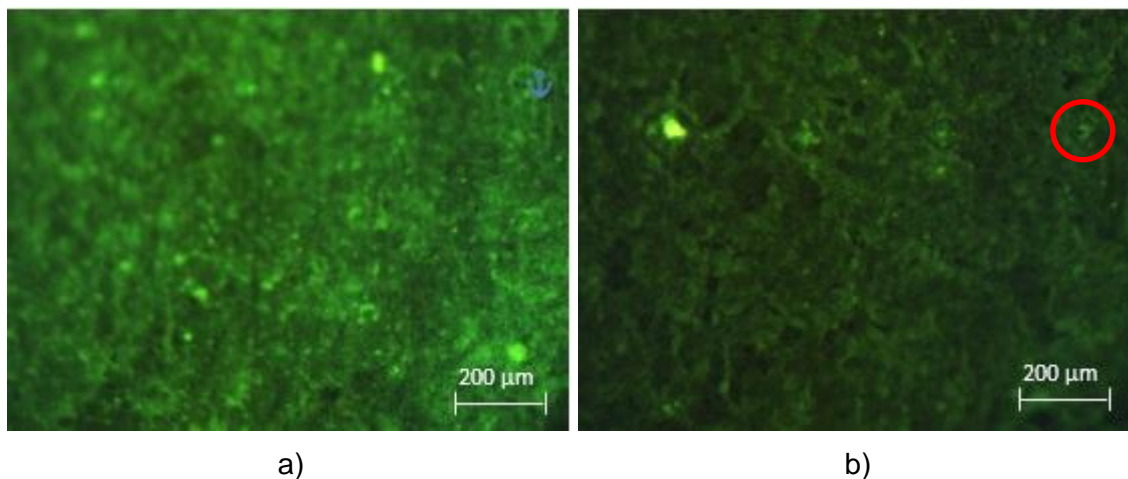


Figura 4.34 - Ensaio Experimental em provete de aço revestido com níquel com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.34 está representado o resultado de um ensaio experimental com CB com carga superficial positiva nas duas matrizes de micro defeitos produzidas no provete de aço revestido com níquel. Neste ensaio as bactérias não estiveram expostas a qualquer tipo de campo para facilitar a sua movimentação sendo apenas depositadas sobre a superfície do provete. Como é possível observar nas figuras anteriores, o revestimento superficial de níquel origina uma superfície rugosa o que vai fazer com que as CB tenham muita dificuldade em detetar os defeitos uma vez

que as rugosidades das superfícies são consideradas como defeitos e estas vão espalhar-se pela superfície e não vão concentrar-se nos defeitos produzidos.

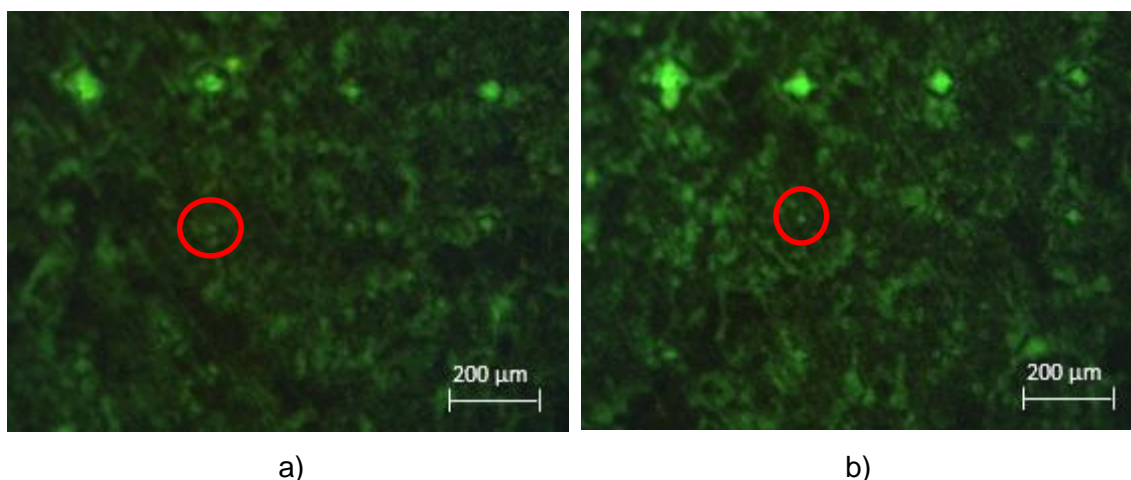
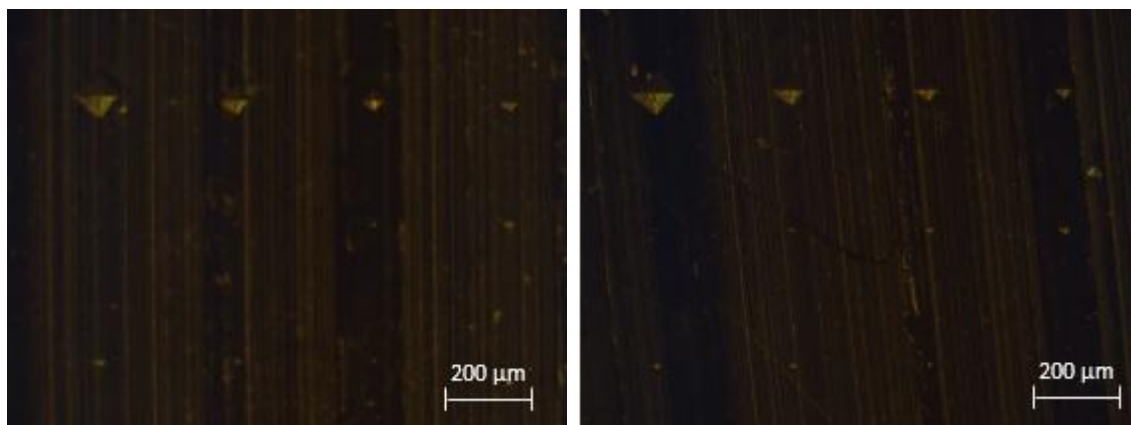


Figura 4.35 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de aço revestido com níquel com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.35 está representado o resultado, para as duas matrizes de micro defeitos produzidas, para um outro ensaio com o provete de aço revestido com níquel. Neste ensaio as CB foram expostas a um campo magnético, durante 4 minutos, de modo a facilitar a sua movimentação. O equipamento utilizado para aplicar o campo magnético foi o equipamento de campo magnético permanente triaxial com ímanes de neodímio (Tabela 2.2). É possível observar que, para as duas matrizes produzidas, com a ajuda do campo magnético as CB conseguiram concentrar-se em quase todos os defeitos, um resultado melhor que o anterior em que as CB apenas foram depositadas na superfície do provete.

4.2.15 Aço revestido com Zinco

Foi realizado um ensaio com um provete de aço com um revestimento superficial de zinco. Como no provete anterior, este provete foi ensaiado com o objetivo de comparar a reação das CB a materiais com o mesmo material base mas com revestimentos superficiais diferentes. Neste caso o material base continua a ser o aço mas o revestimento superficial, que no provete anterior era de Níquel, é de Zinco.

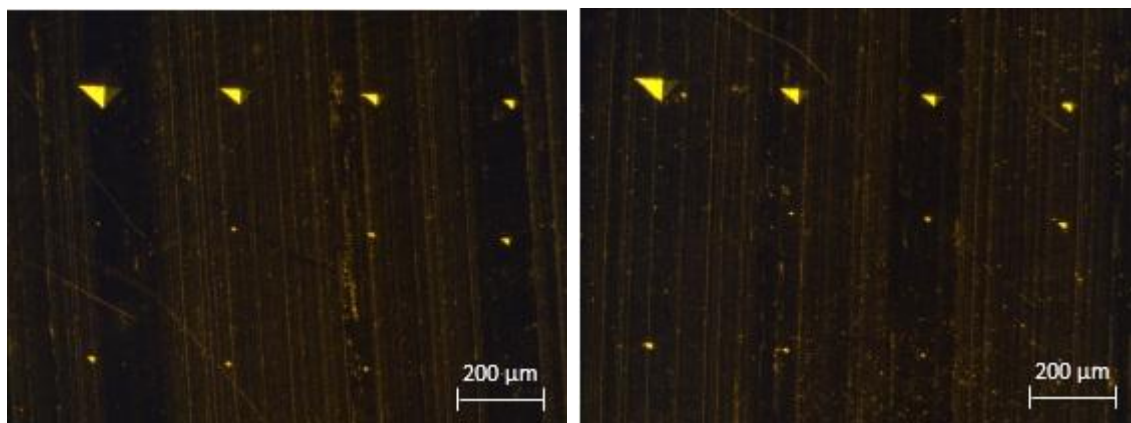


a)

b)

Figura 4.36 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de aço revestido com zinco.

Na Figura 4.36 estão representadas as duas matrizes de micro defeitos produzidas no provete. Como é possível observar só os defeitos de maiores dimensões, A, B, C, D e E (Tabela 3.4) são visíveis uma vez que os restantes defeitos se confundem com as irregularidades da superfície.



a)

b)

Figura 4.37 - Ensaio Experimental em provete de aço revestido com zinco com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.37 encontra-se o resultado, nas duas matrizes, do ensaio experimental com CB. Neste ensaio, as CB, apenas foram depositadas sobre a superfície do provete, não havendo qualquer exposição a algum campo. Na Figura 4.37 é possível observar que as bactérias não penetraram em qualquer defeito.

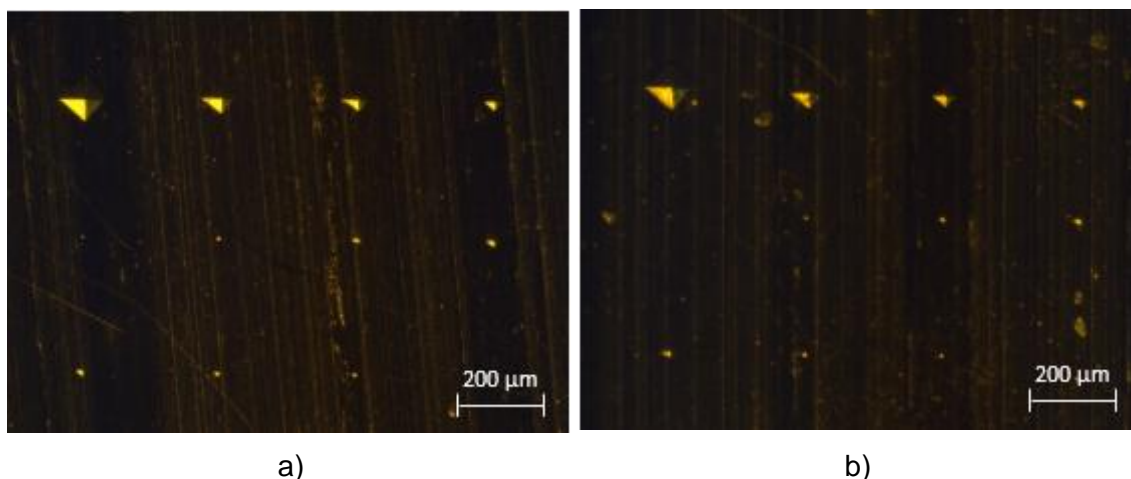


Figura 4.38 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de aço revestido com zinco com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.38 é possível observar o resultado de outro ensaio experimental em um provete de aço revestido superficialmente com zinco. Neste ensaio foi usado o equipamento de campo magnético permanente triaxial com ímãs de neodímio durante 4 minutos, para facilitar a movimentação das CB. Apesar do uso do campo magnético é possível observar na Figura 4.38 que as CB não penetraram em qualquer defeito.

Os resultados dos ensaios com as CB positivas, tanto o ensaio em que as CB apenas foram depositadas na superfície como o ensaio que foi usado campo magnético, permitem concluir que as CB positivas não são eficazes na detecção de micro defeitos em aço com revestimento superficial de zinco. Estes resultados permitem colocar a hipótese do revestimento superficial de zinco ser a causa do insucesso da detecção de defeitos por parte das CB positivas uma vez que com o mesmo material base e com um revestimento superficial de níquel as CB detetaram todos os defeitos exceto o H.

4.2.16 Cobre revestido com Cobre

Este provete foi produzido em duas fases. Na primeira fase foram produzidas matrizes de defeitos apresentadas na Figura 4.39. Na segunda fase, o provete foi revestido com uma camada de cobre no Centro de Engenharia Mecânica da Universidade de Coimbra (CEMUC) tendo a camada superficial de cobre 200 nm de espessura e 70 nm de rugosidade média.

A produção deste provete tem o objetivo de observar a reação das CB a um provete com materiais bases iguais e diferentes tipos de revestimentos superficiais e se o revestimento de cobre (um metal com propriedades bactericidas) no material base cobre tem influência no resultado do ensaio.

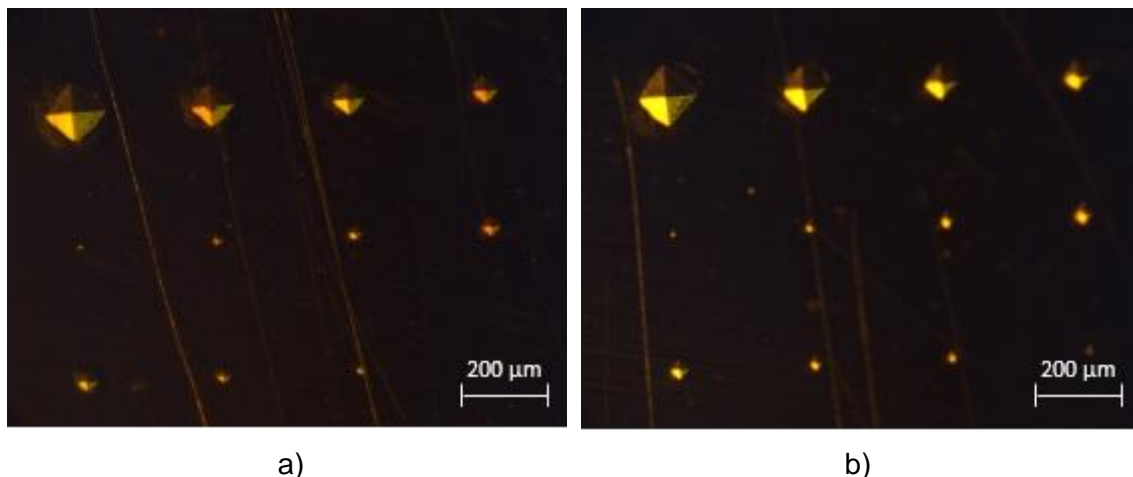


Figura 4.39 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de cobre revestido com cobre.

Na Figura 4.39 é possível observar as duas matrizes de micro defeitos produzidas no provete. Estas duas matrizes foram produzidas antes do provete ser revestido com uma camada superficial de cobre.

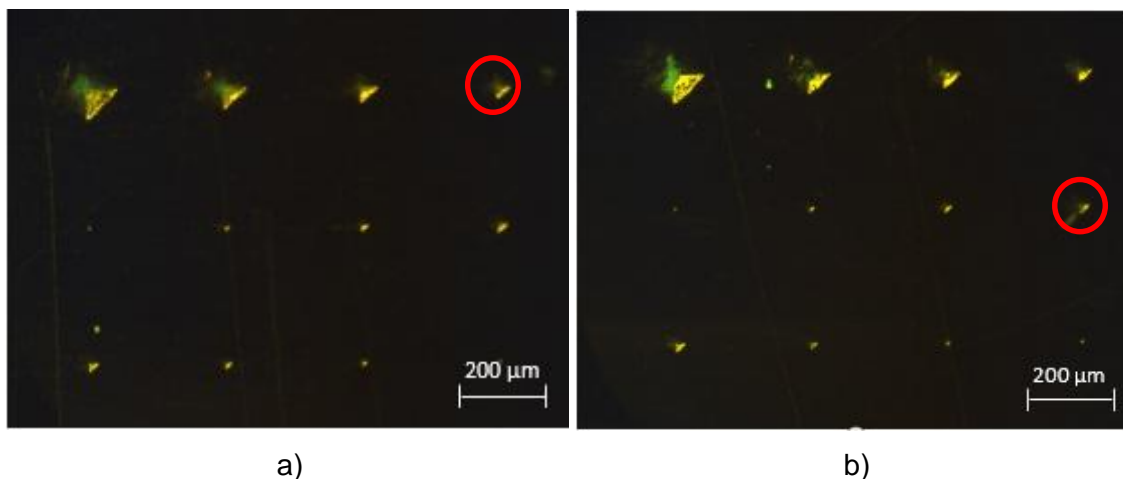


Figura 4.40 - Ensaio Experimental em provete de cobre revestido com cobre com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.40 observa-se o resultado de um ensaio experimental nas duas matrizes contidas no provete. É possível observar que as CB penetram apenas nos defeitos A, B, C e D na primeira matriz (Figura 4.40 a)) e nos defeitos A, B, C, D e

E na segunda matriz (Figura 4.40 b)). Neste ensaio o provete não foi exposto a nenhum tipo de campo para facilitar a sua movimentação sendo as CB apenas depositadas na superfície do provete.

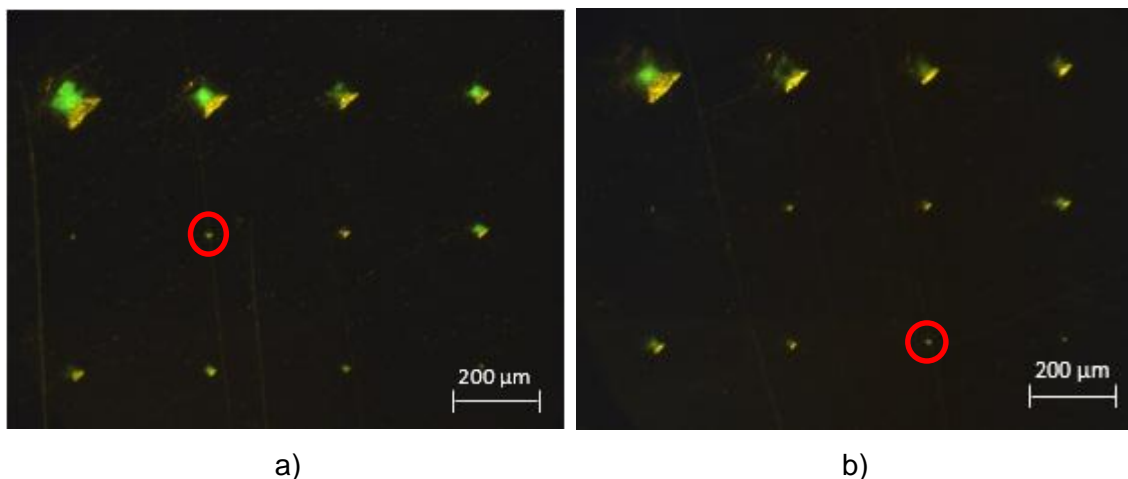


Figura 4.41 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de cobre revestido com cobre com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.41 está representado o resultado, para as duas matrizes produzidas, do ensaio experimental no provete de cobre revestido superficialmente com cobre. Neste ensaio foi usado o equipamento de campo magnético permanente triaxial com ímanes de neodímio para aplicação de um campo magnético, durante 4 minutos, de modo a ajudar na movimentação das CB sobre a superfície do provete. É possível observar que as CB penetraram em todos os micro defeitos existentes apesar das conhecidas propriedades antibacterianas do cobre. Podemos concluir então que a aplicação do campo magnético durante os quatro minutos melhorou o resultado do ensaio anterior e então que a aplicação do campo magnético é uma vantagem na detecção de defeitos na superfície do cobre.

4.2.17 Aço revestido com Cobre

Tal como o provete anterior, este provete foi produzido em duas fases e com a ajuda do Centro de Engenharia Mecânica da Universidade de Coimbra (CEMUC) tendo a camada superficial de cobre 200 nm de espessura e 20 nm de rugosidade média. A produção do provete de aço com revestimento superficial de cobre tem como objetivo continuar a comparar a reação das CB a provetes com materiais bases iguais e revestimentos superficiais diferentes. Depois dos ensaios com

material base aço e revestimentos superficiais de níquel e zinco agora o revestimento superficial é de cobre.

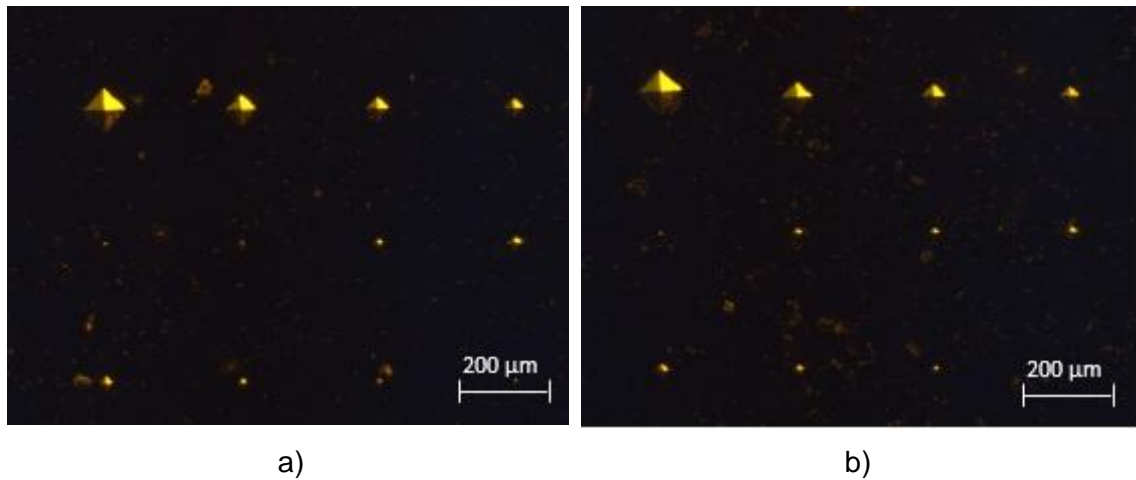


Figura 4.42 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de aço revestido com cobre.

Na Figura 4.42 estão representadas as duas matrizes de micro defeitos que foram produzidas no provete de aço antes de ser depositada a camada superficial de cobre.

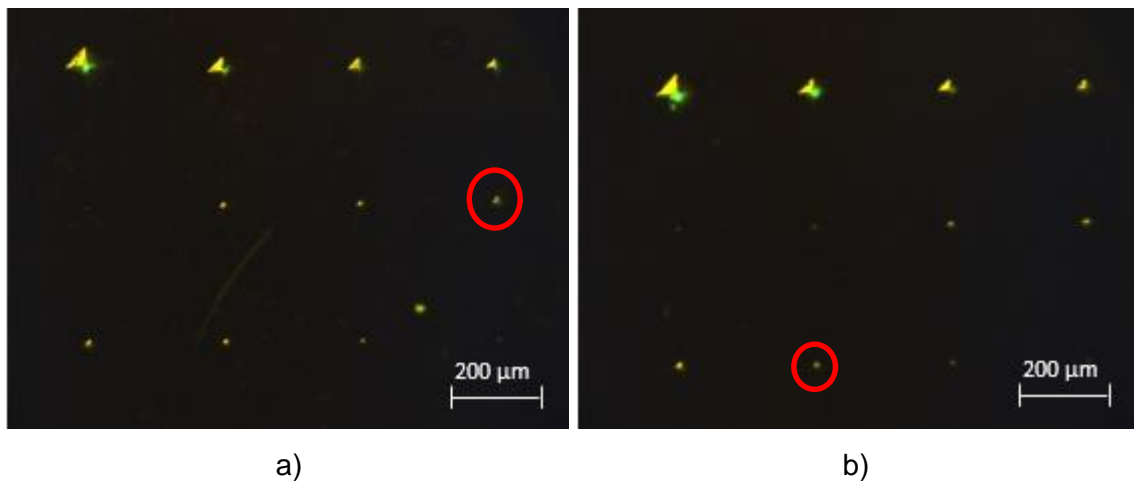


Figura 4.43 - Ensaio Experimental em provete de aço revestido com cobre com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.43 está apresentado o resultado do ensaio experimental, para as duas matrizes de micro defeitos, no provete de aço revestido com cobre. Neste ensaio não foi usado qualquer campo elétrico ou magnético para ajudar a movimentação das CB e como é possível observar nas imagens as CB penetraram

nos defeitos A, B, C, D, E e F (Tabela 3.4) ficando apenas por preencher os defeitos G e H, como apresenta a Figura 4.43 b).

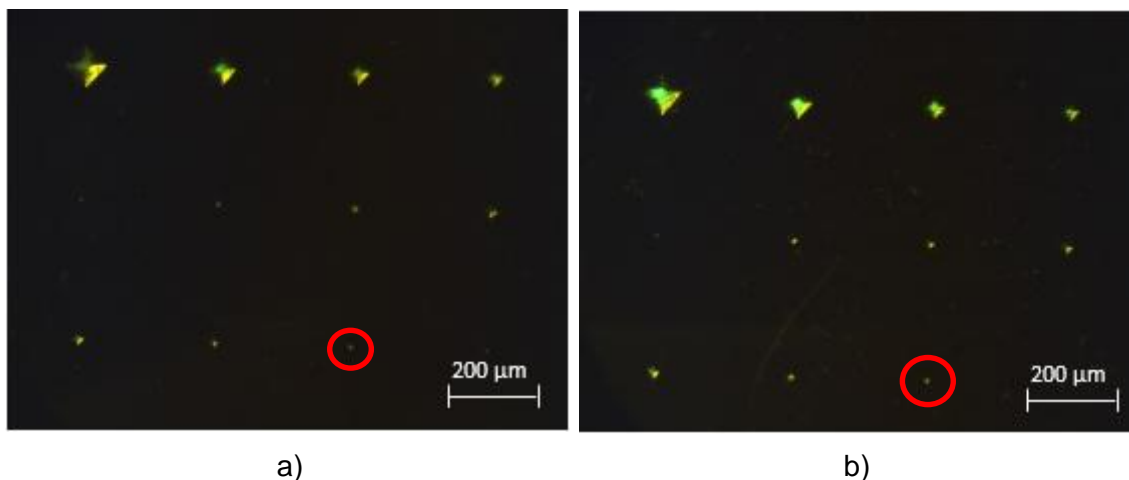


Figura 4.44 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de aço revestido com cobre com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.44 está representado o resultado de outro ensaio experimental com o provete de aço revestido com cobre. Neste ensaio foi usado o equipamento de campo magnético permanente triaxial com ímãs de neodímio, durante 4 minutos, para auxiliar a movimentação das CB. É possível observar que para as duas matrizes, as CB encontram-se em todos os defeitos produzidos exceto no defeito H. É possível concluir que o uso do campo magnético é uma vantagem na detecção de defeitos na superfície do provete de aço com revestimento de cobre, apesar do efeito bactericida do cobre, uma vez que o menor defeito detetado diminuiu para o defeito G ($L=8,95 \mu\text{m}$; $P=1,81 \mu\text{m}$).

4.2.18 Alumínio revestido com Cobre

Tal como os provetes anteriores, este provete foi produzido em duas fases e com a ajuda do CEMUC tendo a camada superficial de cobre 200 nm de espessura e 28 nm de rugosidade média. A produção deste provete de alumínio com um revestimento superficial de cobre tem como objetivo continuar a observar a reação das CB a provetes com o mesmo material base e diferentes revestimentos superficiais ou a iguais revestimentos superficiais e diferentes materiais base, como

é este o caso, uma vez que o revestimento de cobre já foi utilizado para o material base aço e cobre.

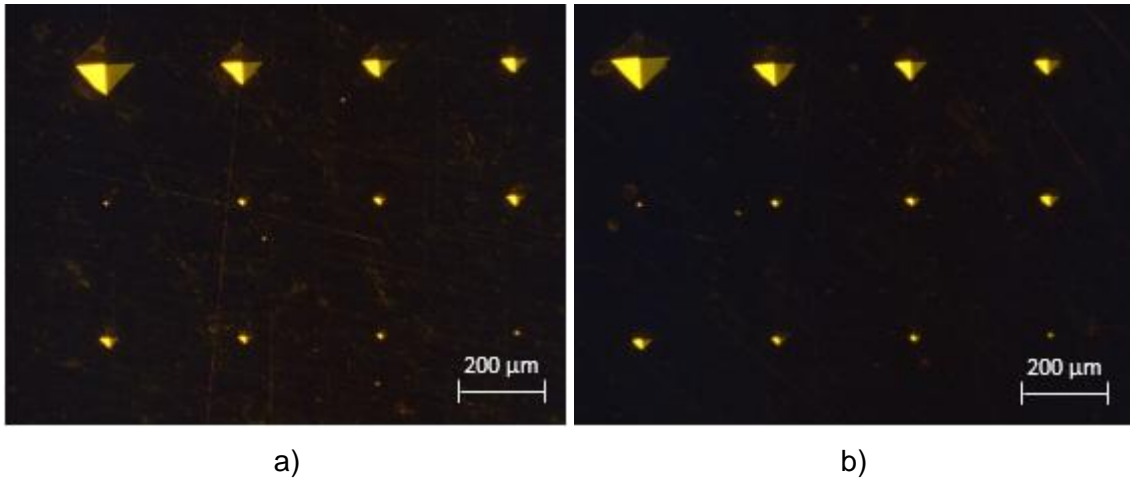


Figura 4.45 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de alumínio revestido com cobre.

Na Figura 4.45 estão as imagens das duas matrizes de micro defeitos produzidas no provete de alumínio. Tal como nos provetes anteriores, a deposição da camada superficial de cobre foi realizada depois das matrizes de micro defeitos terem sido produzidas.

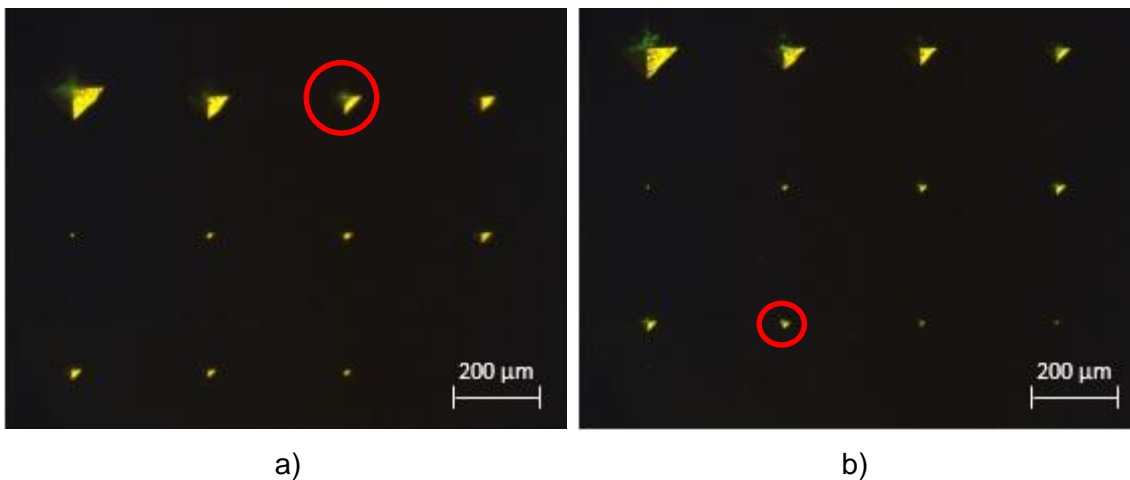


Figura 4.46 - Ensaio Experimental em provete de alumínio revestido com cobre com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.46 está representado o resultado de um ensaio experimental para as duas matrizes produzidas. Neste ensaio experimental o provete não foi sujeito a qualquer tipo de campo apenas foram depositadas na sua superfície as CB

positivas. Como é possível observar as CB na primeira matriz (Figura 4.46 a)) só penetraram nos defeitos A, B e C, na segunda matriz (Figura 4.46 b)) as CB penetraram em todos os defeitos, exceto nos defeitos G e H, embora em pouca quantidade.

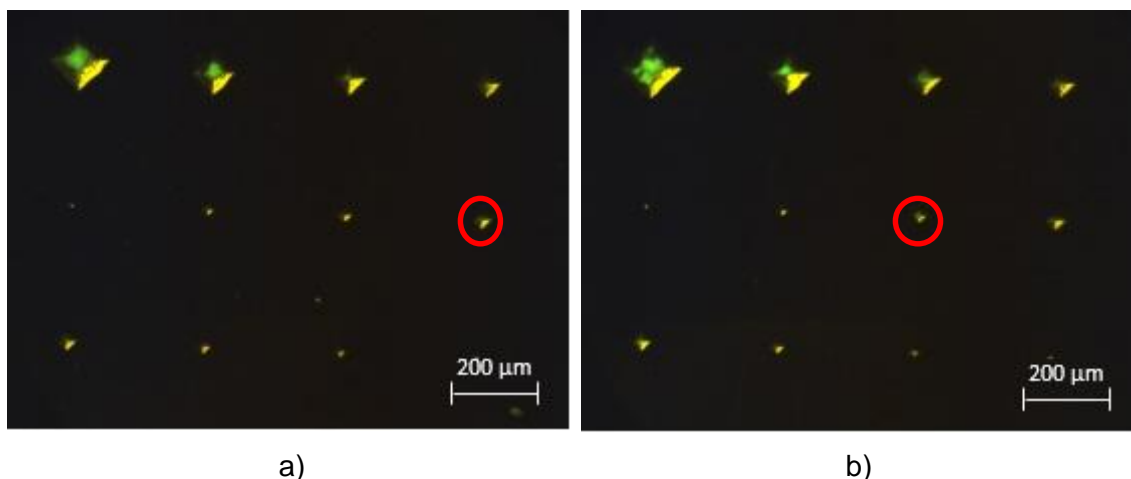


Figura 4.47 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de alumínio revestido com cobre com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial positiva.

Na Figura 4.47 encontra-se representado o resultado de um outro ensaio experimental ao provete de alumínio revestido superficialmente por cobre. Neste ensaio foi utilizado o equipamento de campo magnético permanente triaxial com ímanes de neodímio, durante 4 minutos, para auxiliar as CB nas suas movimentações.

Como é possível observar, o resultado deste ensaio é semelhante ao anterior uma vez que as CB não penetraram nos defeitos G e H, embora se encontrem em maior número nos defeitos em que penetraram. Com estes resultados podemos concluir que a utilização de campos magnéticos não foi uma vantagem na deteção de defeitos na superfície do provete ensaiado. Como em casos anteriores a utilização de campos magnético se revelou uma vantagem, é possível colocar a hipótese que o revestimento de superfície de cobre tenha contribuído para o insucesso da deteção dos defeitos devido às suas propriedades bactericidas.

4.2.19 Alumínio revestido com Ouro

O ensaio deste provete tem como objetivo observar a reação das CB a provetes com iguais materiais base e diferentes revestimentos superficiais. Como o provete anterior tinha como material base o alumínio e como revestimento superficial o cobre neste manteve-se o material base e colocou-se o ouro como revestimento superficial. Este provete, tal como os anteriores, foi produzido em duas fases e em parceria com o CEMUC tendo a camada superficial de ouro 200 nm de espessura e 28 nm de rugosidade média.

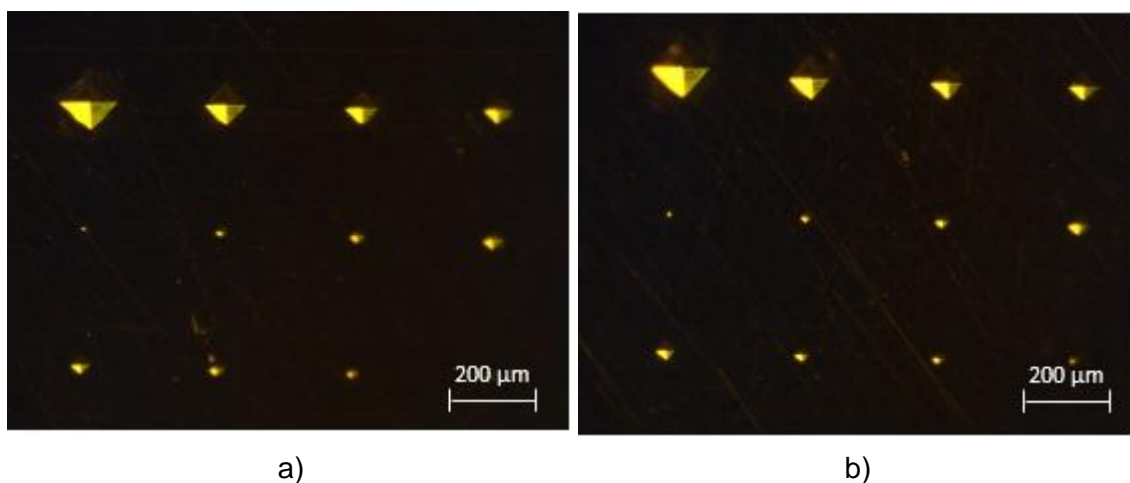


Figura 4.48 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de alumínio revestido com ouro.

Na Figura 4.48 estão representadas as duas matrizes de micro defeitos produzidas no provete de alumínio antes de ser depositada a cama superficial de ouro.

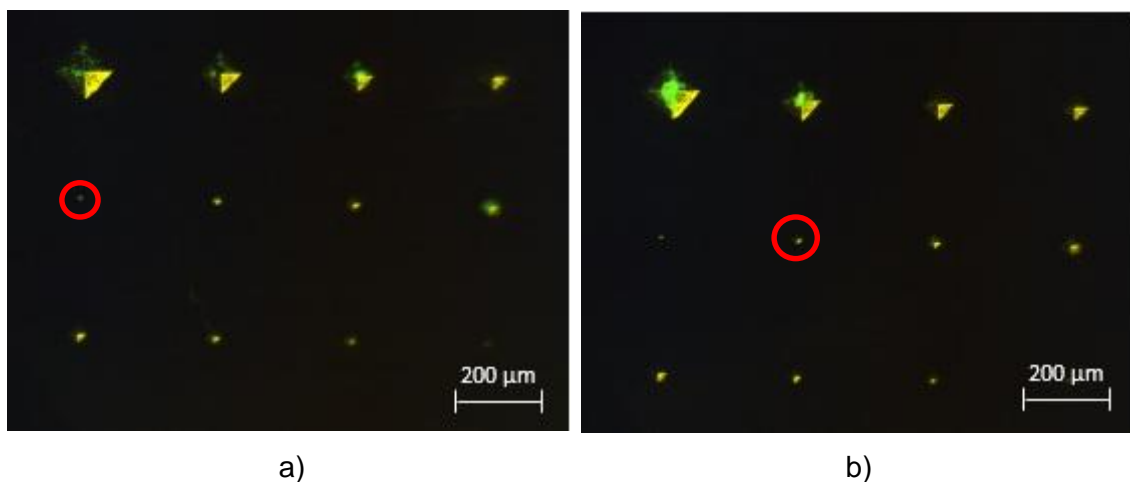


Figura 4.49 - Ensaio Experimental em provete de alumínio revestido com ouro com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.49 está o resultado do primeiro ensaio experimental no provete de alumínio revestido com ouro. Neste ensaio não foi utilizado qualquer tipo de campo para auxiliar as CB na sua movimentação. É possível observar na Figura 4.49 a) (primeira matriz) que as CB penetraram em todos os defeitos enquanto na Figura 4.49 b) (segunda matriz) as CB penetraram em todos os defeitos, exceto no defeito H, apesar de se encontrarem mais CB em cada defeito.

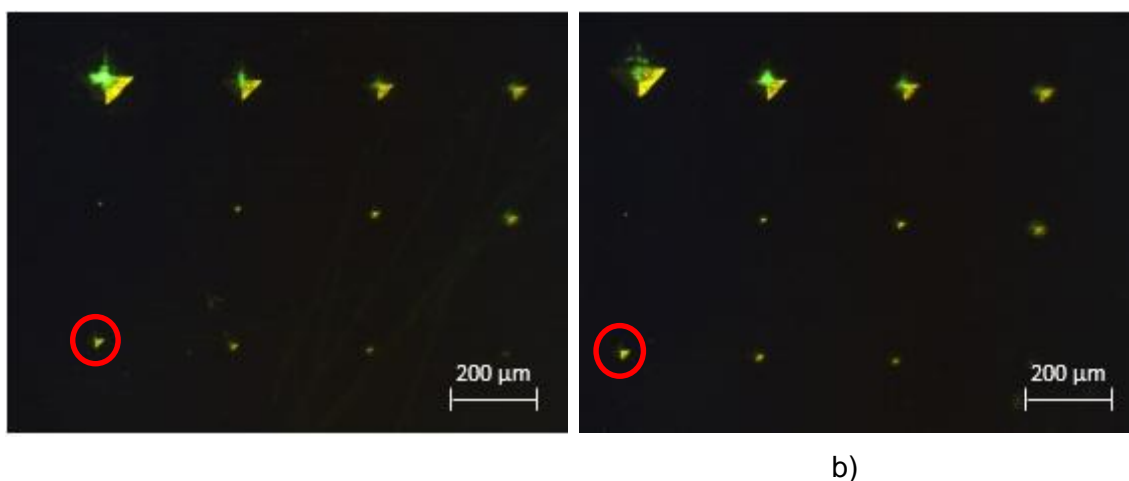


Figura 4.50 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de alumínio revestido com ouro com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.50 está ilustrado o resultado do segundo ensaio realizado ao provete de alumínio revestido com ouro. Neste teste, o provete foi exposto a um campo magnético, durante 4 minutos, com o equipamento de campo magnético permanente triaxial com ímãs de neodímio para auxiliar as CB a movimentarem-se na superfície do provete.

Como é possível observar na Figura 4.50, o resultado mostra que as CB só se encontram nos defeitos A, B, C, D e E. Este resultado vem contrariar os resultados anteriores em que a exposição do provete ao campo magnético tinha sido uma vantagem. Uma hipótese explicativa para o resultado obtido é nos provetes em que o alumínio é material base, os campos magnéticos não são uma vantagem para a detecção dos defeitos produzidos uma vez que no provete anterior, em que o alumínio era o material base, verificou-se a mesma situação.

4.2.20 Aço revestido com Ouro

Este provete, tal como os anteriores, foi produzido em duas fases e em parceria com o CEMUC tendo a camada superficial de ouro 200 nm de espessura e 20 nm de rugosidade média. O ensaio do provete de aço com revestimento superficial de ouro tem como objetivo continuar a produzir provetes com material base iguais e diferentes revestimentos superficiais para observar a reação das CB. Neste trabalho o aço já foi ensaiado com vários revestimentos superficiais como o níquel, o zinco e o cobre.

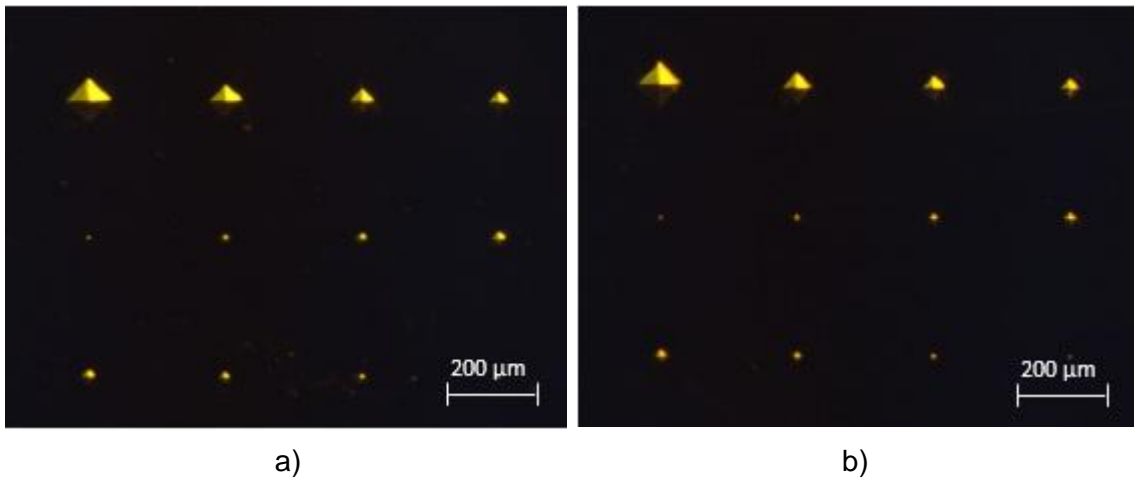


Figura 4.51 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de aço revestido com ouro.

Na Figura 4.51 estão ilustradas as duas matrizes de micro defeitos produzidas no provete antes da deposição da camada superficial de ouro.

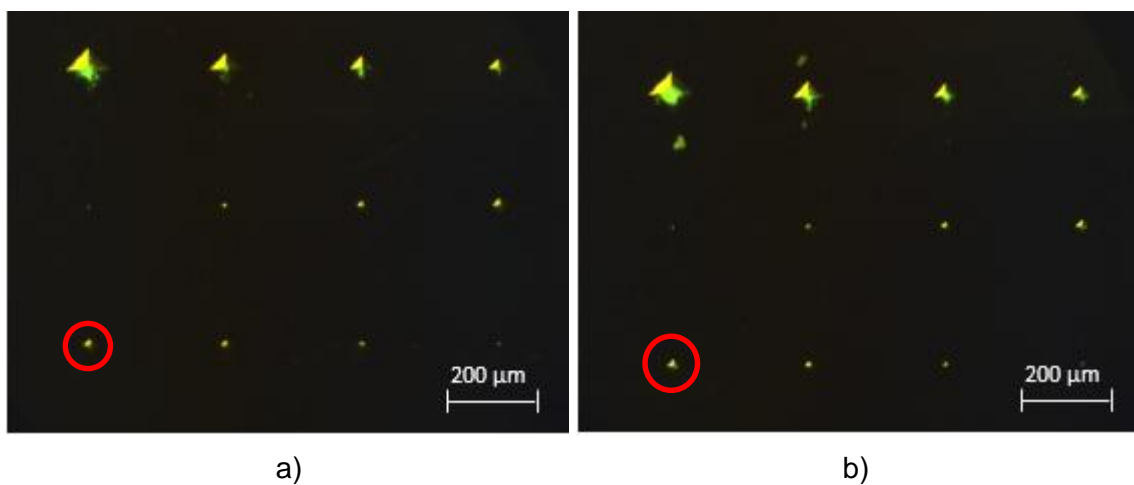


Figura 4.52 - Ensaio Experimental em provete de aço revestido com ouro com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.52 é possível observar o resultado do ensaio experimental efetuado neste provete com CB positivas. Neste ensaio experimental não foi utilizado qualquer tipo de campo para auxiliar o movimento das CB, apenas foram depositadas as CB sobre o provete.

Na Figura 4.52 é possível observar que as CB penetraram em quase todos os micro defeitos exceto nos defeitos F, G e H.

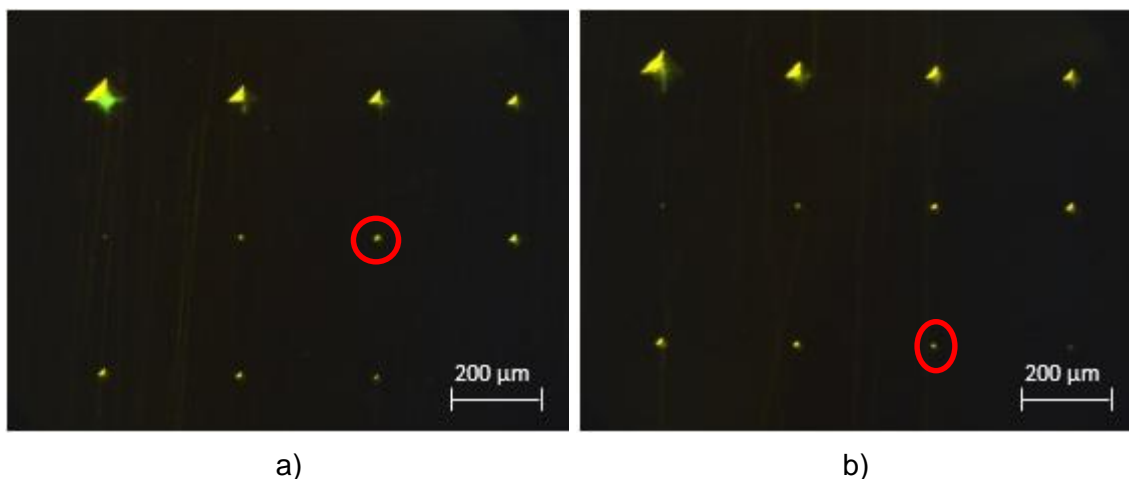


Figura 4.53 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de aço revestido com ouro com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.53 está ilustrado o resultado de outro ensaio experimental no provete de aço com revestimento de ouro com CB positivas. Neste ensaio foi utilizado o equipamento de campo magnético permanente triaxial com ímanes de neodímio durante 4 minutos de modo a auxiliar o movimento das CB sobre a superfície do provete.

Os resultados apresentados na Figura 4.53, mostram que as CB penetraram em todos os defeitos com exceção dos defeitos G e H, o que veio melhorar o resultado anterior em que as CB não penetraram nos defeitos F, G e H. Podemos concluir que a exposição aos campos magnéticos foi uma vantagem na detecção dos defeitos neste provete, assim como em todos os provetes em que o aço foi material base, exceto o provete com revestimento de zinco.

4.2.21 Cobre revestido com Ouro

Como os anteriores provetes, o provete de cobre com revestimento de ouro, foi produzido em parceria com o CEMUC tendo a camada superficial de ouro 200 nm de espessura e 72 nm de rugosidade média. Este provete foi ensaiado com o objetivo já antes descrito de produzir provetes com o mesmo material base e com revestimentos superficiais diferentes assim como observar a reação das CB quando ensaiadas com um provete com um metal bactericida com um revestimento superficial de um metal não bactericida. O provete tem como material base o cobre que neste trabalho já foi ensaiado com um revestimento superficial de cobre.

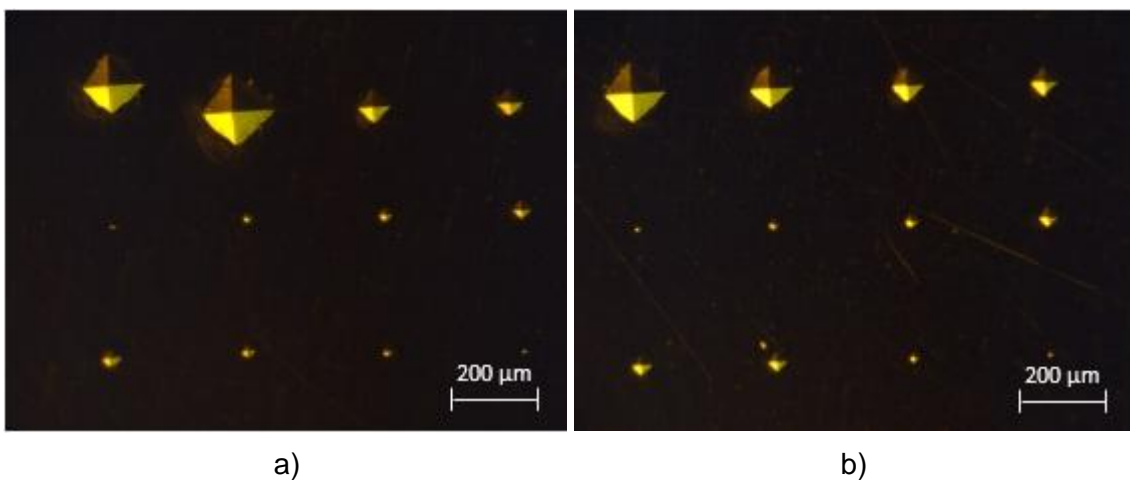


Figura 4.54 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de cobre revestido com ouro.

Na Figura 4.54 estão representadas as duas matrizes de micro defeitos que foram produzidas no provete de cobre revestido com ouro. As matrizes, como nos provetes anteriores, foram produzidas antes da camada superficial de ouro revestir a superfície do provete.

A Figura 4.54 a) representa uma matriz de micro defeitos na qual ocorreu um erro na sua produção. Os primeiros dois defeitos do canto superior esquerdo estão trocados, isto é, o maior defeito deveria ser o primeiro elemento da matriz e não o segundo (troca do defeito A com o B).

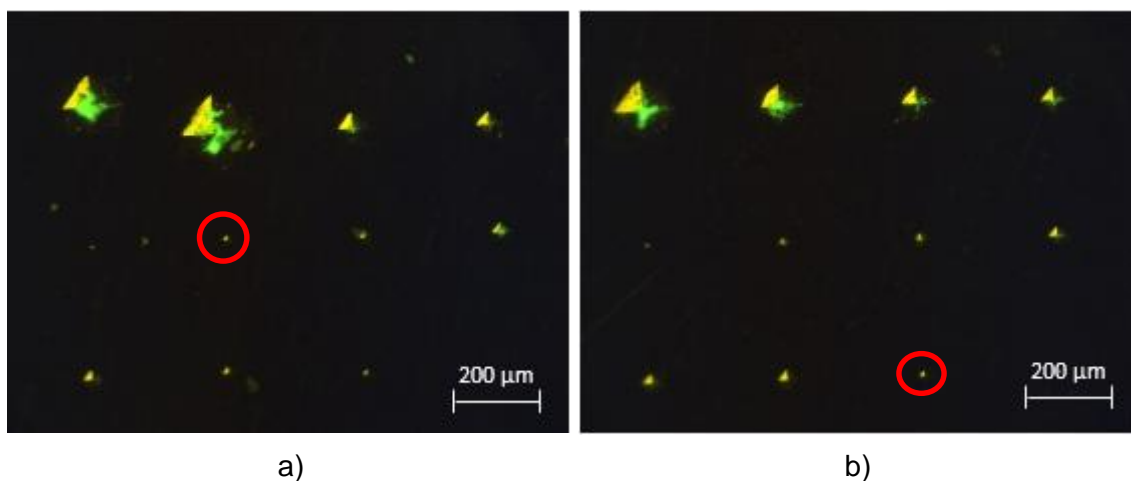


Figura 4.55 - Ensaio Experimental em provete de cobre revestido com ouro com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.55 está ilustrado o resultado do ensaio experimental com CB positivas no provete. Neste ensaio não foi utilizado nenhum tipo de campo para auxiliar o movimento das CB na superfície do provete. Tanto na Figura 4.55 a) como na Figura 4.55 b), é possível observar que as CB penetraram em todos os micro defeitos produzidos exceto nos defeitos H ($L= 10,19 \mu\text{m}$; $P= 2,06 \mu\text{m}$).

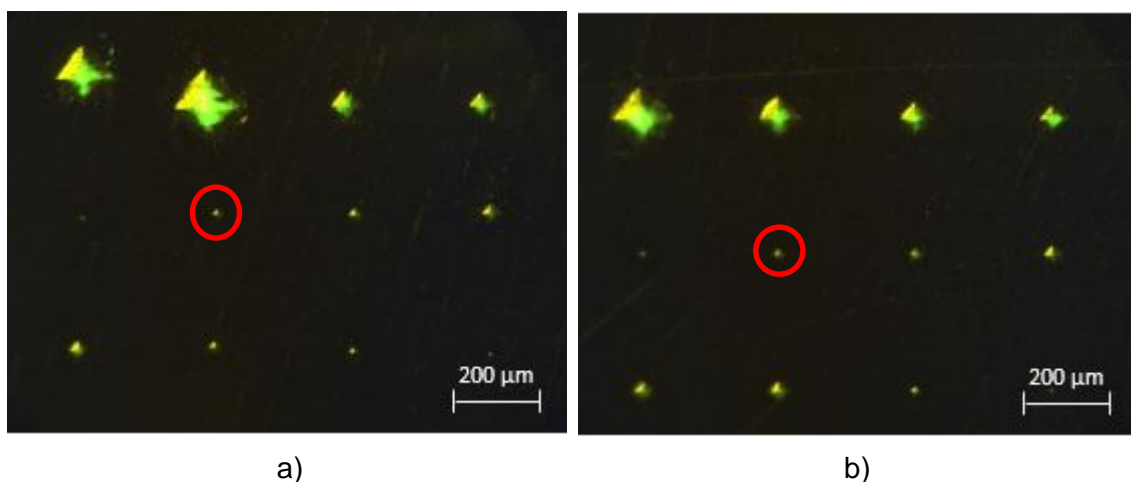


Figura 4.56 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de cobre revestido com ouro com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.56 está representado o resultado de outro ensaio experimental com CB positivas no provete de cobre revestido com ouro. Neste ensaio experimental, o equipamento de campo magnético permanente triaxial com ímãs de neodímio foi utilizado durante quatro minutos para ajudar na movimentação das CB.

Como no ensaio anterior, na Figura 4.56 é possível observar que as CB penetraram em todos os defeitos exceto nos defeitos H, embora a quantidade de CB em cada defeito neste ensaio seja maior que no ensaio sem campo magnético. Com este resultado é possível concluir que a exposição aos campos magnéticos é uma vantagem no sentido em que o número de CB no interior dos defeitos é maior, o que vai ajudar na deteção dos defeitos. É possível colocar a hipótese que o substrato de cobre seja uma desvantagem e por isso as CB não tenham conseguido penetrar em todos os defeitos como no caso do ouro de 9kt e do ouro de 24kt.

4.2.22 Polímero com Nano Tubos de Carbono

Este provete foi retirado de uma peça produzida industrialmente e posteriormente foram feitas as matrizes de micro defeitos. O uso de um provete com este material vem do facto de este ser um material nunca antes testado e inovador na indústria.

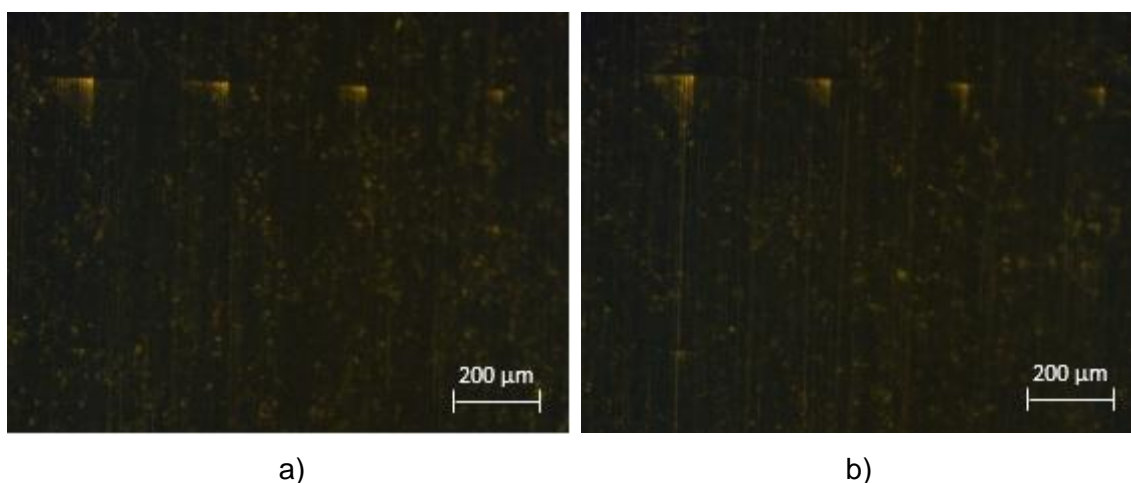


Figura 4.57 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de polímero com nano tubos de carbono.

Na Figura 4.57 estão ilustradas as duas matrizes de micro defeitos produzidas no provete. Nas matrizes apenas são visíveis os micro defeitos de maiores dimensões (A, B, C e D) devido à dureza e topografia da superfície do material ensaiado.

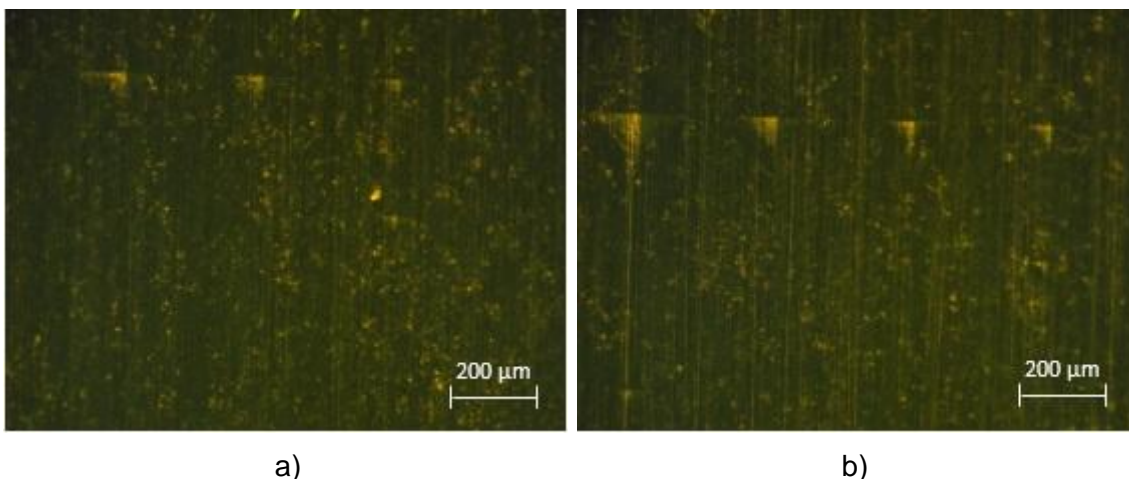


Figura 4.58 - Ensaio Experimental em provete de polímero com nano tubos de carbono com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Como é visível na Figura 4.58 as CB não penetraram nos micro defeitos produzidos em nenhuma das matrizes apesar de existirem CB na superfície do provete. Devido à real topografia da superfície do provete, as CB encontram-se espalhadas pela superfície do provete e não nos micro defeitos produzidos.

Neste ensaio não foi utilizado nenhum campo magnético para auxiliar a movimentação das CB, apenas foram depositadas sobre a superfície do provete.

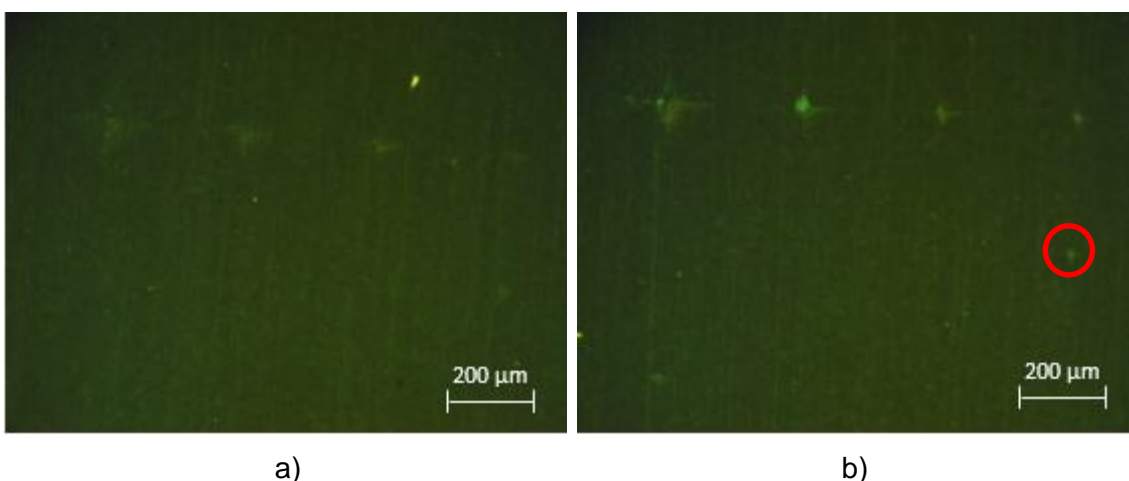


Figura 4.59 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de polímero com nano tubos de carbono com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.59 estão ilustrados os resultados para as duas matrizes de defeitos produzidas. Neste ensaio foi utilizado o equipamento de campo magnético permanente triaxial com ímãs de neodímio durante quatro minutos para ajudar na movimentação das CB sobre a superfície do provete.

É visível na Figura 4.59 b) que as CB apenas penetraram nos defeitos de maiores dimensões (A; B, C, D e E) e que continuam dispersas pela topografia da superfície do provete. Embora os defeitos mais pequenos não tenham sido identificados, houve uma melhoria dos resultados através do uso do campo magnético, uma vez que foi detetado o defeito E que no ensaio sem o campo magnético não o tinha sido, pelo que se pode concluir que estes continuam a ser uma vantagem na deteção dos defeitos em comparação com o método de apenas deposição das CB. Com os resultados obtidos, é possível colocar a hipótese que se a real topografia da superfície do polímero fosse diferente as CB poderiam detetados mais defeitos nas matrizes produzidas.

4.2.23 Chip

Foi ensaiado um chip onde foram produzidas duas matrizes de micro defeitos. O ensaio deste provete deve-se à importância que estes componentes têm na indústria em geral.

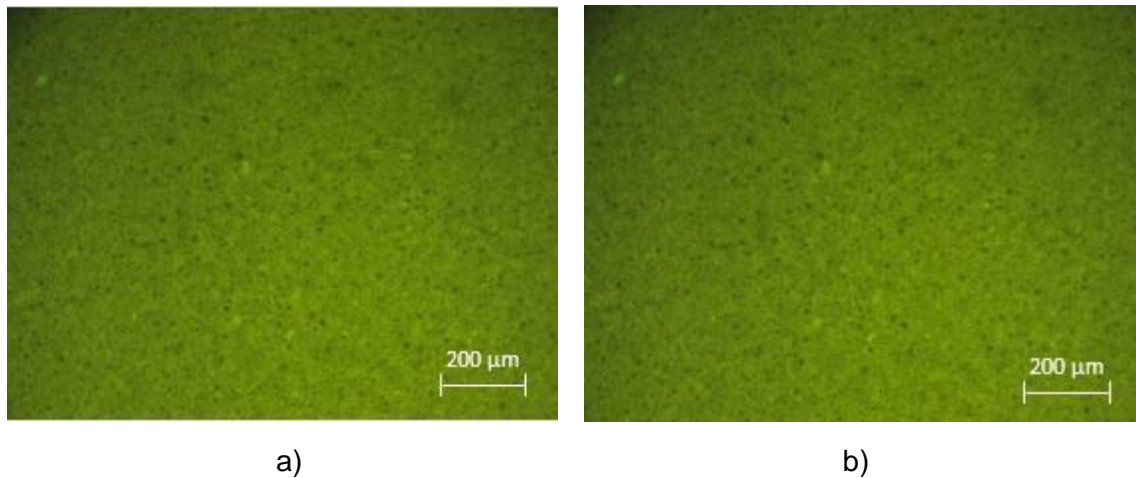
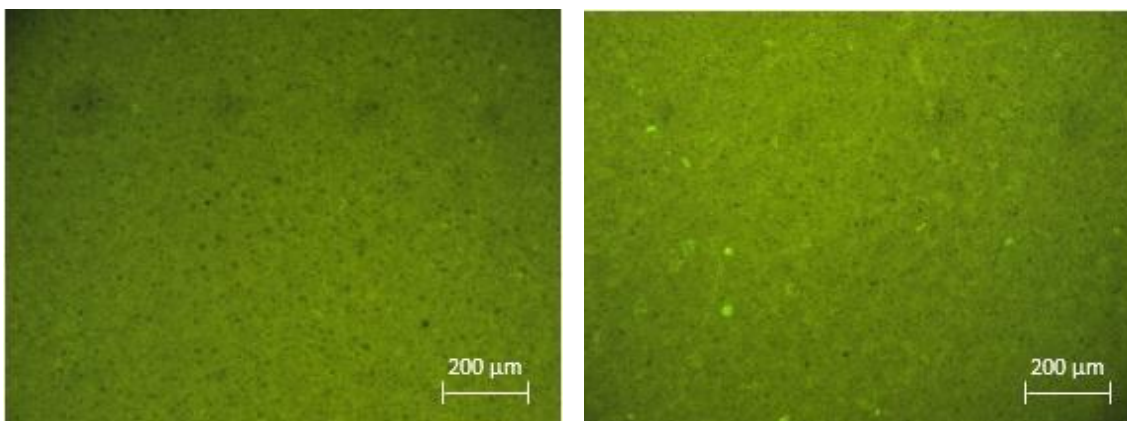


Figura 4.60 - Matrizes de micro defeitos sem bactérias em um provete de chip.

Na Figura 60 estão representadas as duas matrizes de micro defeitos produzidas no provete. Devido à topografia da superfície do material só é possível observar os defeitos A, B, C e D.



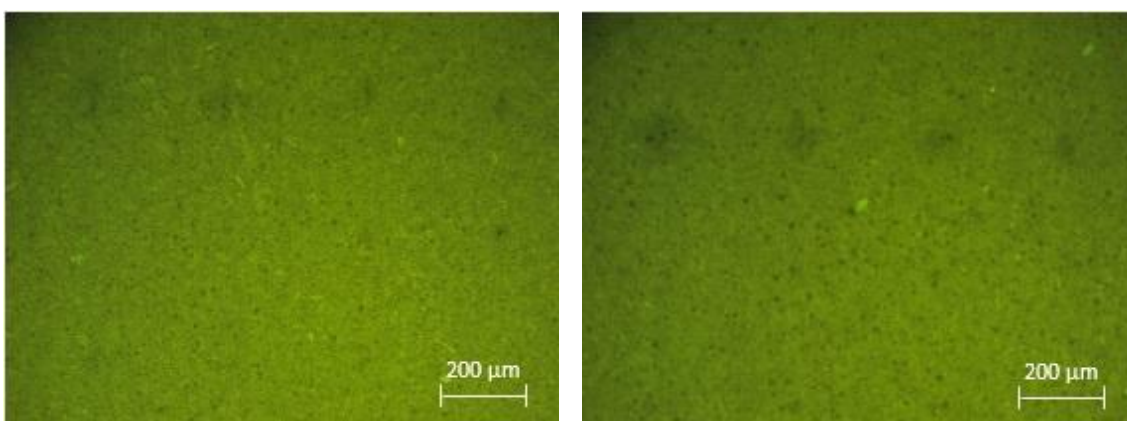
a)

b)

Figura 4.61 - Ensaio Experimental em provete de chip com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Na Figura 4.61 estão ilustrados os resultados para as duas matrizes de defeitos do ensaio experimental realizado. Neste ensaio não foi utilizado qualquer campo magnético para auxiliar as CB a movimentarem-se na superfície do provete.

Na Figura 4.61 é possível observar que as CB não penetraram em qualquer defeito, embora na Figura 4.61 b) se consiga observar que existem CB na superfície do provete que penetraram na real topografia da superfície do provete.



a)

b)

Figura 4.62 - Ensaio Experimental com campo magnético em provete de chip com CB *Rhodococcus erythropolis* positivas.

Neste ensaio, representado na Figura 4.62 foi utilizado o equipamento de campo magnético permanente triaxial com ímãs de neodímio durante 4 minutos para auxiliar as CB a movimentarem-se na superfície do provete. Na Figura 4.62

observa-se que, tal como no ensaio anterior, as CB não penetraram em qualquer micro defeito apesar de se encontrarem na superfície do provete.

Com estes resultados podemos concluir que as CB não são eficazes na deteção dos defeitos produzidos na superfície do provete mas que conseguem revelar a real topografia da superfície.

4.2.24 Placa *Printed Circuit Board* (PCB)

O provete ensaiado é uma placa produzida por *Print Circuit Board* de um componente do automóvel que foi cortado de forma a ser possível realizar o ensaio experimental.

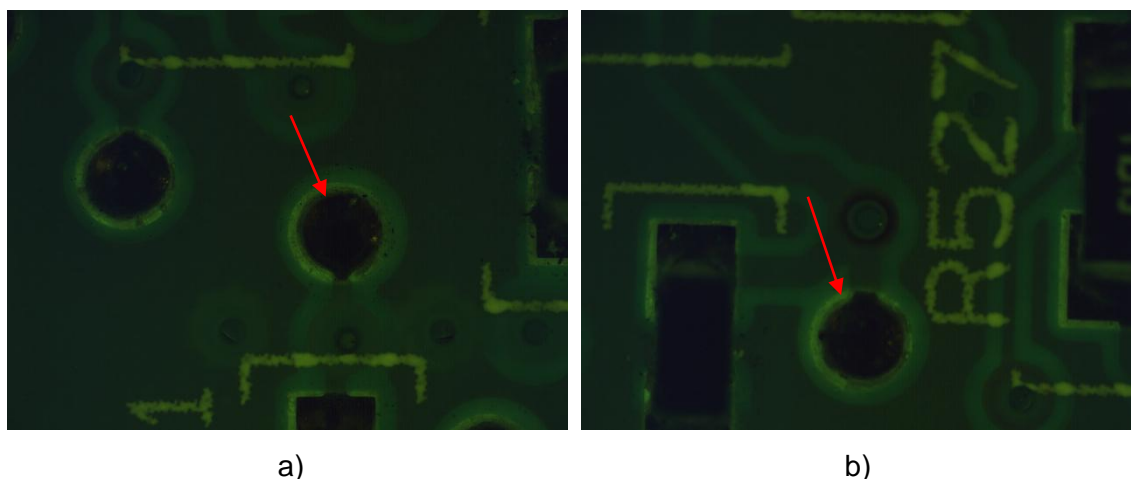


Figura 4.63 – Placa Visteon sem bactérias.

Na Figura 4.63 estão representados dois pormenores onde foram executados os ensaios com as CB. Os locais, na placa, onde os ensaios foram realizados (assinalados com as setas vermelhas) foram escolhidos devido à facilidade de localização no provete, uma vez que se encontram junto a uma sequência de letras e números.

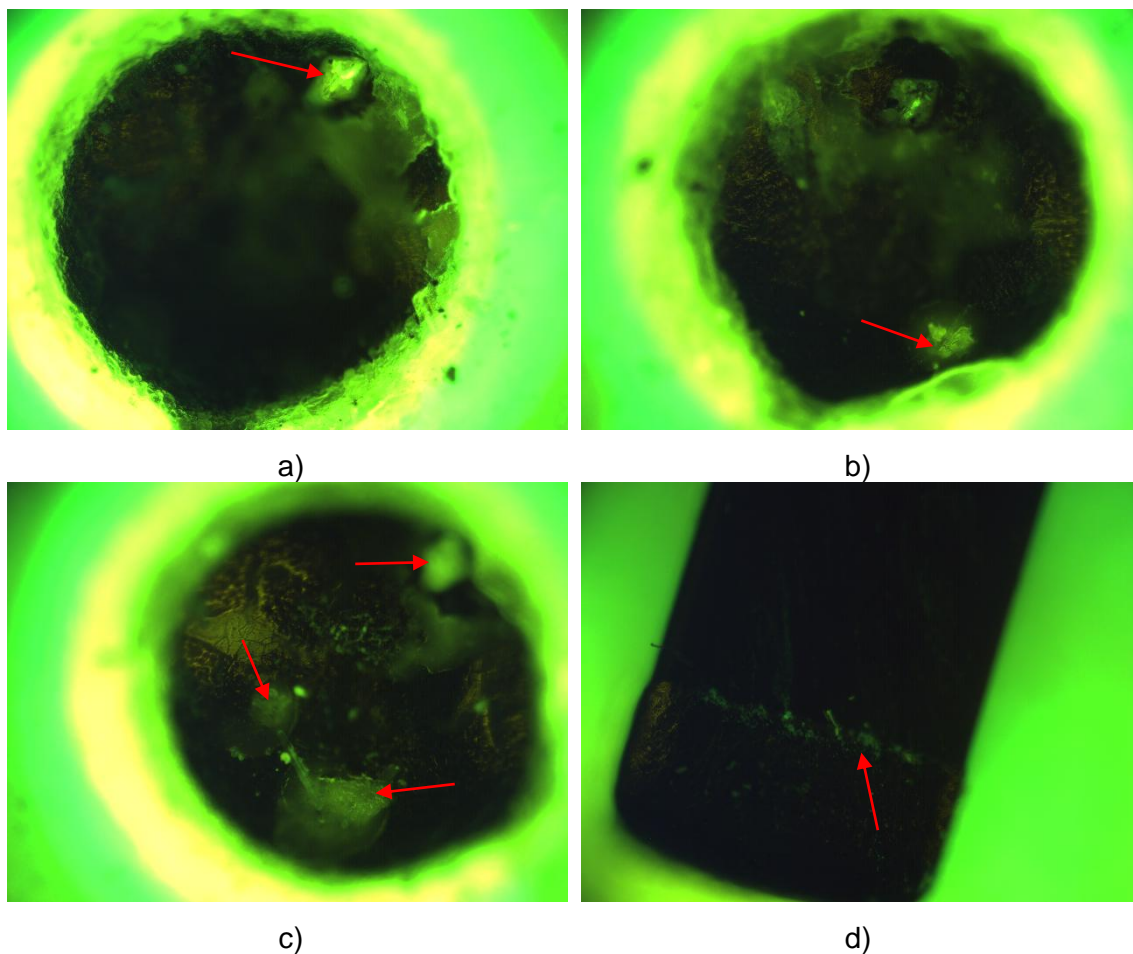


Figura 4.64 - Ensaio Experimental em provete da placa Visteon com CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial positiva.

Na Figura 4.64 encontram-se os resultados do ensaio experimental realizado ao provete. Neste ensaio não foi utilizado qualquer campo magnético apenas foram depositadas as CB *Rhodococcus erythropolis* com carga superficial positiva sobre a superfície do provete.

É possível observar, nos pormenores apresentados, que as CB penetraram e que se alojaram em alguns defeitos existentes dentro dos pormenores (indicados com as setas vermelhas).

Com os resultados apresentados é possível concluir que as CB são eficazes na deteção de defeitos em placas de PCB.

4.3 Síntese do Capítulo

Neste capítulo foi apresentado o procedimento experimental e foram apresentados e discutidos os ensaios experimentais realizados com a técnica de END com CB.

Com todos resultados apresentados e discutidos é possível chegar a algumas conclusões. A primeira conclusão é o fato da utilização dos campos magnéticos favorecem a penetração das CB nos defeitos produzidos, uma vez que os limiares de detetabilidade alcançados foram na sua maioria com a utilização de campos magnéticos. É possível concluir também que as CB que melhor detetam os micro defeitos são as CB com carga superficial positiva, com exceção do ouro em que os melhores resultados foram obtidos com as CB com carga superficial negativa.

Na Tabela 4.2 estão resumidos os resultados obtidos para os provetes com revestimentos superficiais sendo o menor defeito detetado, sem o auxílio de campos magnéticos, pelo provete com material base alumínio e com o revestimento superficial de ouro ($L = 7,65 \mu\text{m}$ / $P = 1,54 \mu\text{m}$).

Na Tabela 4.3 estão os resultados dos menores defeitos detetados em todos os ensaios realizados com a técnica de END com CB. O menor defeito detetado nos ensaios realizados foi conseguido com o auxílio de campos magnéticos. pelo material INCONEL ($L = 2,93 \mu\text{m}$ / $P = 0,59 \mu\text{m}$).

Menor defeito detetado L [μm] / P [μm]			Material do revestimento		
			Ouro	Cobre	Níquel
Material da Matriz	Aço	sem Campo Magnético	21,94 /4,43	16,30 /3,29	27,47 /5,55
		com Campo Magnético	8,95 /1,81	8,95 /1,81	9,23 /1,87
	Alumínio	sem Campo Magnético	7,65 /1,54	19,49 /3,94	-
		com Campo Magnético	27,21 /5,50	19,49 /3,94	-
	Cobre	sem Campo Magnético	16,45 /3,32	30,26 /6,12	-
		com Campo Magnético	16,45 /3,32	16,45 /3,32	-

Tabela 4.2 – Menor defeito detetado nos provetes com revestimentos.

Material	Tipo de defeito	Bactéria	Menor defeito detetado L [μm] / P [μm]	Ensaio com Campo Magnético	Defeito
AA1100	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	14,20 / 2,87	Não	G
AA1100 Anodizado	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	14,20 / 2,87	Não	G
Perfil Bosch	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	25,55 / 5,17	Não	D
Perfil Bosch sem anodização	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	16,93 / 3,42	Não	G
Alumínio Anodizado e Pintado	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	35,61 / 7,19	Não	C
Estanho	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +/-	88,94 / 17,97	Não	H

Ouro 24kt	Nano indentações	Rhodococcus erythropolis +	-	Não	-
Cobalto – Crômio	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +/-	9,71 / 1,96	Não	F
INCONEL	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis -	2,93 / 0,59	Não	H
Estanho - Chumbo	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	80,85 / 16,33	Não	H
Disco Rígido	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	6,50 / 1,32	Não	G
Ouro 9kt	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +/-	5,11 / 1,03	Não	H
Prata	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis -	6,40 / 2,59	Não	G
Bloco Padrão ISO	Risco	Rhodococcus erythropolis +		Não	-
Aço revestido Níquel	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	9,23 / 1,87	Sim	G
Aço revestido Zinco	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	-	Sim/Não	-
Cobre revestido Cobre	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	16,45 / 3,32	Sim	G
Aço revestido Cobre	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	8,95 / 1,81	Sim	G
Alumínio revestido Cobre	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	19,49 / 3,94	Sim	F
Alumínio revestido Ouro	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	7,65 / 1,54	Não	H
Aço revestido Ouro	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	8,95 / 1,81	Sim	G
Cobre revestido Ouro	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	16,45 / 3,32	Sim/Não	G
Polímero com nano tubos de carbono	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	45,92 / 9,28	Sim	E
Chip	Micro indentações	Rhodococcus erythropolis +	-	Sim/Não	-

Tabela 4.3 - Tabela dos menores defeitos detetados nos ensaios realizados.

5. Conclusões e Proposta de Desenvolvidmentos Futuros

5.1 Conclusões

No decorrer deste trabalho, foram produzidos vários provetes para ensaios com a técnica de END com CB. Os provetes produzidos são constituídos por diferentes materiais, o que permitiu alargar o leque de propriedades com interesse para o estudo e a validação da nova técnica. Foram também produzidos provetes com revestimentos superficiais diferentes e com materiais bases iguais.

Relativamente aos ensaios experimentais, os micro defeitos superficiais produzidos foram detetados em todos os materiais ensaiados com exceção do aço revestido superficialmente com zinco, e do chip onde não foi detetado qualquer micro defeito. Com os resultados obtidos é possível concluir que as CB com carga superficial positiva são mais eficazes na deteção dos micro defeitos, uma vez que apresentaram os melhores resultados nos materiais ensaiados, com exceção do ouro de 24kt e do bloco padrão ISO 3452-2:2006.

Os ensaios experimentais permitiram apresentar limiares de detetabilidade para novos materiais que não tinham sido ensaiados em trabalhos anteriores. Os limiares

de detetabilidade no AA1100 anodizado (L= 14,20 μm / P= 2,87 μm), na liga de cobalto-crómio (L= 9,71 μm / P= 1,96 μm), no INCONEL 9095 (L= 2,93 μm / P=0,59 μm), no disco do disco rígido (L= 6,50 μm / P= 1,32 μm), no ouro de 9kt (L =5,11 μm / P=1,03 μm), na prata (L= 6,40 μm / P= 2,59 μm), no aço revestido com níquel (L= 9,23 μm / P= 1,87 μm), no aço revestido com cobre (L= 8,95 μm / P= 1,81 μm), no alumínio revestido com ouro (L= 7,65 μm / P= 1,54 μm) e no aço revestido com ouro (L= 8,95 μm / P= 1,81 μm) foram os mais baixos nos ensaios realizados.

Os limiares de detetabilidade mais altos foram no Perfil Bosch anodizado (L= 25,55 μm / P= 5,17 μm), no Perfil Bosch sem anodização (L= 16,93 μm / P= 3,42 μm), no alumínio anodizado e pintado (L= 35,61 μm / P= 7,19 μm), na liga e estanho-chumbo (L= 80,85 μm / P= 16,33 μm), no cobre revestido com cobre (L= 16,45 μm / P= 3,32 μm), no alumínio revestido com cobre (L= 19,49 μm / P= 3,94 μm), no cobre revestido a ouro (L= 16,45 μm / P= 3,32 μm) e no polímero com nano tubos de carbono (L= 45,92 μm / P= 9,28 μm).

A utilização de provetes com revestimentos superficiais diferentes mantendo o mesmo material base permitiu observar a reação das CB quando a química da superfície do material mudava mantendo a topografia e quando foi mudada a topografia mantendo a química da superfície constante. Com os ensaios dos provetes com os revestimentos superficiais foi possível observar que os menores limiares de detetabilidade foram encontrados nos provetes, aço com revestimento superficial de ouro (L= 8,95 μm / P= 1,81 μm) com utilização de campo magnético, alumínio revestido com ouro (L= 7,65 μm / P= 1,54 μm) sem utilização de campo magnético, aço revestido com cobre (L= 8,95 μm / P= 1,81 μm) com utilização de campo magnético e aço níquel (L= 9,23 μm / P= 1,87 μm) com utilização de campo magnético. Os maiores limiares de detetabilidade foram apresentados pelos provetes, alumínio revestido com ouro (L= 27,21 μm / P= 5,50 μm) com a utilização de campo magnético, alumínio revestido com cobre (L= 19,49 μm / P= 3,94 μm) com e sem a utilização de campo magnético, aço revestido com níquel (L= 27,45 μm / P= 5,55 μm) sem a utilização de campo magnético e cobre revestido com ouro (L= 16,45 μm / P= 3,32 μm) com e sem a utilização de campo magnético.

Relativamente à utilização de campos magnéticos nos ensaios experimentais com a técnica de END com CB, foi possível observar que os materiais utilizados nos ensaios beneficiaram da utilização de campos magnéticos em comparação com

apenas a deposição das CB, uma vez que com exceção do alumínio revestido com ouro superficialmente e do cobre revestido com ouro, todos os outros materiais alcançaram o seu menor defeito detetado com a utilização do campo magnético.

A simulação numérica dos campos elétricos e magnéticos através dos modelos das bobinas e das placas permitiu observar o efeito causado aos campos por um provete no seu centro durante um ensaio com os respetivos equipamentos.

Os resultados obtidos nos ensaios experimentais realizados mostram que a técnica de END com CB é uma técnica promissora na deteção de micro e nano defeitos superficiais apesar de se encontrar ainda numa fase de desenvolvimento.

5.2 Proposta de Desenvolvimento Futuro

Um aspeto que precisa de ser desenvolvido no futuro é a etapa da resolução da técnica de END com CB e em específico, o método de revelação dos micro defeitos superficiais sem o auxílio do microscópio ótico.

Outro assunto que precisa de ser explorado é a importância da geometria e da fase dos materiais nesta técnica de END com CB e a sua relação com os resultados obtidos nos ensaios realizados.

A simulação numérica dos restantes equipamentos já desenvolvidos para esta técnica também é um assunto a necessitar de desenvolvimento por forma a comparar as simulações numéricas às simulações analíticas.

A pesquisa de aplicações industriais assim como a pesquisa de novos materiais a ensaiar são também assuntos a ser desenvolvidos no futuro.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1]. João P. dos S. Borges, “Desenvolvimento de Técnicas Baseadas em Filmes de Células Bacterianas para Aplicação em Ensaios Não Destrutivos de Materiais de Engenharia”, Faculdade de Ciências e Tecnologia – UNL, Almada, Portugal 2011.
- [2]. Bruno S. Mateus, “Desenvolvimento e Aplicação de Equipamento Para Detecção de Defeitos Através de Suspensão de Células Bacterianas em Componentes Microfabricados”, Faculdade de Ciências e Tecnologia –UNL, Almada, Portugal 2012.
- [3]. Diogo Carvalho, “Desenvolvimento e Aplicação de Técnicas Inovadoras de Ensaios Não Destrutivos com Células Bacterianas”, Faculdade de Ciências e Tecnologia – UNL, Almada, Portugal 2012.
- [4]. Patrick L. Inácio, “Inspeção de Componentes Microfabricados com Células Bacterianas: Simulação, Instrumentação e Validação Experimental”, Faculdade de Ciências e Tecnologia – UNL, Almada, Portugal 2014
- [5]. Alexandre M. A. Costa, “Simulação, Desenvolvimento de Equipamento e Validação Experimental de Ensaios Não Destrutivos com Células Bacterianas”, Faculdade de Ciências e Tecnologia –UNL, Almada, Portugal 2014.
- [6]. The American Society for Nondestructive Testing, Inc – ASNT – disponível em: <https://www.asnt.org/en/MinorSiteSections/AboutASNT/Intro-to-NDT>, Acesso em Abril 2015.
- [7]. Horst Czichos, “Hanbook of Tecnical Diagnostics, Fundamental Application to Structures and Systems”, Springer
- [8]. Telmo G. Santos, “Aula – PAFEND, Líquidos Penetrantes (LP)” Faculdade de Ciências e Tecnologia –UNL, Almada, Portugal 2012.
- [9]. NDT Resource Center, disponível em: <https://www.nde-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/PenetrantTest/Principles/liquidpi.htm>, Acesso em Abril 2015.
- [10]. Telmo G. Santos, Patrick Inácio, Alexandre A.Costa, Pedro Vilaça, R. M. Miranda, Carla C. C. R. de Carvalho, “Micro Surface Defects Detection by Bacterial Cell Suspension”, Ndt & E International, vol. 63, pp. 43-49, Apr 2014.

- [11]. M. Sc. Eric Lawrence, Dr. Ian Freeman, " Scanning for nano defects," Polytec LLC, 2008
- [12]. Komkrit Chomsuwan, Sotoshi Yamada and Masayoshi Iwahara, —Bare PCB Inspection System With SV-GMR Sensor Eddy-Current Testing Probell, IEEE SENSORS JOURNAL, VOL. 7, NO. 5, MAY 2007
- [13]. Sotoshi Yamada, Komkrit Chomsuwan and Masayoshi Iwahara, —Application od Giant Magnetoresistive Sensor for Nondestructive Evaluation,2006.
- [14]. Mario Pacheco and Deepak Goyal, —Detection and Characterization of Defects in Microelectronic Packages and Boards by Means of High-Resolution X-Ray Computed Tomography (CT)II, 2011 IEEE 61st Electronic Components and Technology Conference, May 2011, pp.1263-1268.
- [15]. J V Zhitluhina, D V Perov, A B Rinkevich, Y G Smorodinsky, M Kröning and V S Permikin, —Characterisation of steels with microdefects using a laser interferometry techniquell Insight Vol 49 No 5 May 2007.
- [16]. ASM Handbook Committee, —Nondestructive Evaluation and Quality Controlll, Volume 17, ASM Handbook, 1992.
- [17]. V. Mahendran and J. Philip, "Naked eye visualization of defects in ferromagnetic materials and components," Ndt & E International, vol. 60, pp. 100-109, Dec 2013.
- [18]. Telmo G. Santos, "Aula – PAFEND, Radiologia" Faculdade de Ciências e Tecnologia –UNL, Almada, Portugal 2012.
- [19]. Telmo G. Santos, "Aula – PAFEND, Ultra-Sons" Faculdade de Ciências e Tecnologia –UNL, Almada, Portugal 2012.
- [20]. Telmo G. Santos, "Aula – PAFEND, Partículas Magnéticas" Faculdade de Ciências e Tecnologia –UNL, Almada, Portugal 2012.
- [21]. Ioan-Costin Stan, "Electrical charge of a single living cell measured by optical trap technique", ICFO – Institut de Ciències Fotòniques, Optical Tweezers Group, Mediterranean Technology Park, Castelldefels (Barcelona), Spain.
- [22]. Carla C.C.R. de Carvalho, Lukas Y. Wick, Hermann J. Heipieper, "Cell wall adaptations of planktonic and biofilm Rhodococcus erythropolis cells to growth on C5 to C16 n-alkane hydrocarbons", Appl Microbiol Biotechnol (2009) 82:311-320

- [23]. MatWeb, disponível em : <http://www.matweb.com/index.aspx>, Acesso em Abril 2015
- [24]. J H Meng, N H Loh, G Fu, S B Tor and B Y Tay, "Replication and characterization of 316L stainless steel micro-mixer by micro powder injection molding", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol 496, No 1-2, pp 293-299, April 2010.
- [25]. Telmo G. Santos, R. M. Miranda, M. Teresa. Vieira, A. Rita Farinha, Telma J. Ferreira, Luísa Quintino, Pedro Vilaça, Carla C. C. R. de Carvalho, "Developments in micro and nano defects detection using bacterial cells", *NDT & E International*, 01.Set.2015.