

LEIAUTE – A UTILIZAÇÃO DE ANTECÂMARAS EM SALAS LIMPAS – PARTE 2

Autor: Engº J. Fernando B. Britto, engenheiro mecânico, Sócio da Adriferco Engenharia, secretário do GEC-4.
Contato: adriferco@gmail.com

Por J. Fernando B. Britto

Associações de antecâmaras

Quando se deseja proteger áreas críticas como as áreas de processamento e envase asséptico ou em áreas que requerem contenção química, biológica ou radiológica, recomenda-se a utilização de antecâmaras com dois, três e até quatro compartimentos, associando-se (ou não) os tipos “Invertido”, “Bolha” e/ou “Cascata” para se conferir as necessárias contenções, tal como veremos a seguir:

Antecâmara tipo duplo compartimento (associação Bolha e Cascata)

São frequentemente utilizadas em áreas com requisitos de contenção química ou biológica, onde o meio-ambiente a comunidade local e todos os demais ambientes adjacentes precisam ser protegidos com relação ao particulado gerado na sala de processo. O que pode ou não ser exigido por marcos regulatórios, conforme a figura 5, a seguir:

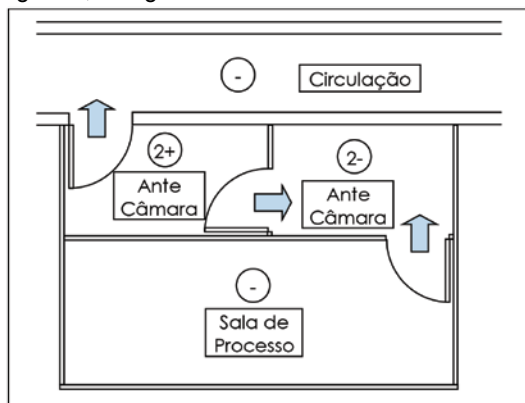


Figura 5 – Antecâmara tipo Duplo Compartimento

Devido à possibilidade de ocorrerem eventuais migrações de contaminações para a circulação em função de falhas na execução dos procedimentos de descontaminação ou dos sistemas de proteção, é recomendado proteger a circulação, bem como os ambientes de contenção complementares, por meio de suas próprias antecâmaras e vestiários.

Devem ser avaliados os EPIs e procedimentos de descontaminação adequados (e/ou exigidos) para cada processo.

Como ocorrerão infiltrações por quaisquer frestas existentes nas salas com pressão negativa, recomenda-se envolver estas salas com um envelope de ar limpo (incluindo entrepiso e entreferro), com filtragem igual ou melhor que a do ambiente, para prevenir contra a entrada de contaminantes, principalmente biológicos.

O ar de captado nos ambientes com contenção, deve ser tratado com filtragem de alta eficiência HEPA (ou duplo HEPA), instalada em gabinetes com níveis de contenção adequados e troca segura (sistemas do tipo “bag in / bag out”), podendo o ar tratado ser recirculado nos próprios ambientes, desde que estes já se encontram expostos ao mesmo risco ambiental ou serem exauridos para atmosfera.

Uma vez que não existe sistema com 100% de eficiência de filtragem ou descontaminação, atualmente se discute se é recomendado que o ar captado em tais ambientes realmente seja descarregado na atmosfera, pois, a penetração (ou ineficiência dos dispositivos), durante longos períodos de tempo, pode constituir em deposição gradual e consequentes danos ambientais na região circunvizinha ao ponto de descarga.

Adicionalmente, para pessoas sensibilizadas, quaisquer concentrações residuais às quais sejam expostas podem resultar em reações severas e, até mesmo, fatais.

Vestiário de Compartimento Triplo

São frequentemente utilizados para acesso / egresso de pessoal a áreas de processamento ou envase asséptico, seguindo uma recomendação indicada no item D.2.4 Vestiários da norma NBR/ISO 14644-1: 2004.

Visam fornecer rotas de acesso e egresso diferentes, de forma que as vestimentas utilizadas durante um determinado processo asséptico não sejam reutilizadas após a saída dos colaboradores, garantindo a integridade dos lotes subsequentes a serem processados, conforme apresentado na figura 6, a seguir:

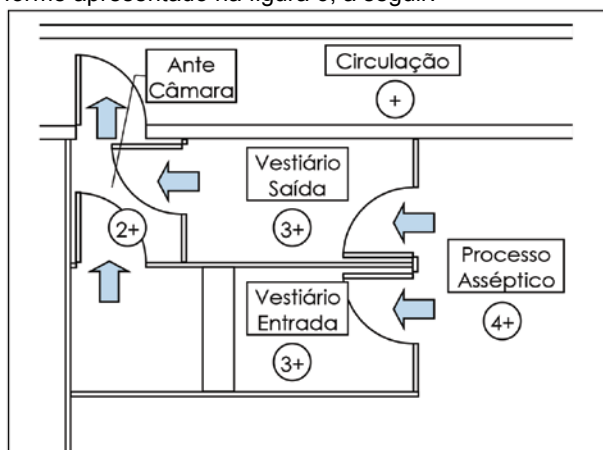


Figura 6 – Vestiários de Triplo Compartimento

Embora esta estratégia realmente alcance seus objetivos primários, simplesmente prover rotas independentes de entrada e saída ainda expõe as embalagens das vestimentas limpas no interior do vestiário de entrada ao particulado oriundo do processo asséptico e, como o lote seguinte pode sequer ser do mesmo produto, a vestimenta poderá estar igualmente contaminada.

Instalando-se a antecâmara no lado limpo, a abertura da porta do vestiário de entrada quebraria a proteção das vestimentas estéreis, impondo ainda mais risco ao processo.

Contudo, contrariando-se o que se é desejável com relação ao BPF, onde as portas deveriam se fechar no sentido do escoamento do ar (da maior pressão para a menor), os regulamentos do Corpo de Bombeiros e as recomendações de Segurança do Trabalho terão precedência e as portas SEMPRE deverão abrir no sentido da fuga, independentemente de quaisquer outras considerações.

Produtos sempre poderão ser refeitos ou substituídos, vidas humanas não!

Adicionalmente, abrirem-se portas em direção à área de processo asséptico, significaria movimentar o ar e seu conteúdo em direção a este, podendo quebrar momentaneamente a integridade da área e introduzir contaminações ao processo.

Por estas razões, se recomenda atualmente a utilização de vestiários de câmara quádrupla, conforme veremos a seguir:

Vestiário de Compartimento Quádruplo

São uma versão mais moderna e segura de seu antecessor (de câmara tripla), e também destinam-se a prover acesso / egresso de pessoal a áreas de processamento ou envase asséptico, porém contam com antecâmaras de internas e externas, protegendo agora ambos os vestiários.

Visam fornecer rotas de acesso e egresso diferentes, de forma que as vestimentas utilizadas durante um determinado processo asséptico não sejam reutilizadas após a saída dos colaboradores, garantindo a integridade dos lotes subsequentes a serem processados.

A figura 7, a seguir, representa a inclusão de uma antecâmara adicional, no lado interno, junto à sala de processamento, geralmente designada como Antecâmara Limpa:

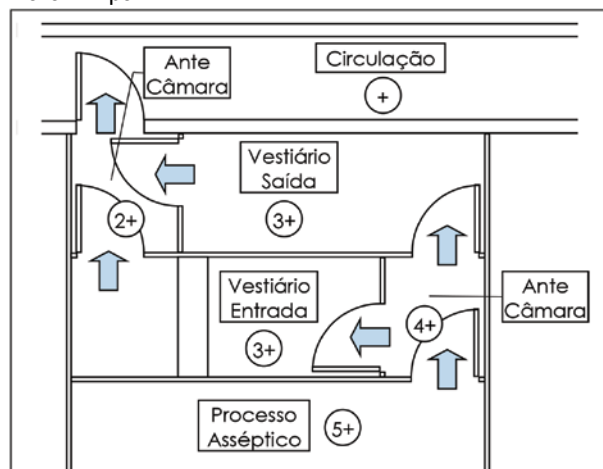


Figura 7 – Vestiários de Compartimento Quádruplo

Cabe observar agora que, seguindo-se o preceito de que o escoamento devido à casca de pressões, só pode ocorrer partindo do lado mais limpo (processo) para o menos limpo (circulação), ocorrerão uma série de problemas adicionais.

Mesmo que o processo realmente seja asséptico (ou muito próximo disso), um processo de envase jamais poderá ser considerado limpo, pois ocorre atomização de produto nos bicos de envase, adicionando particulado na área de envase.

Embora o particulado gerado durante o processo não constitua contaminante para si próprio, poderá ser contaminante para todas as demais salas adjacentes.

Deste modo, utilizando-se uma estratégia de contenção do tipo “Cascata”, certamente ocorrerá vazamento de produto para a circulação através dos vestiários e suas antecâmaras, não importando quantas existam, pois cada estágio transferirá parte de seu ar para o estágio seguinte.

Adicionalmente, considerando-se que ocorrerá uma mudança gradual de classes de limpeza em cada antecâmara e que as antecâmaras devem ter, em repouso, a mesma classe dos ambientes aos quais proverão acesso / egresso, então uma nova antecâmara aumentaria ainda mais a pressão estática relativa da sala de onde ocorre o processamento ou envase asséptico.

Considerando-se mudanças de classe nas antecâmaras interna (grau B) e externa (grau C) e classe intermediária nos vestiários (grau C) e adotando-se 5 Pa na circulação (grau D), diferença de 15 Pa a cada mudança de classe e 8 Pa para ambientes de mesma classe, teríamos pressões estáticas internas relativas, conforme as representadas na figura 8, a seguir:

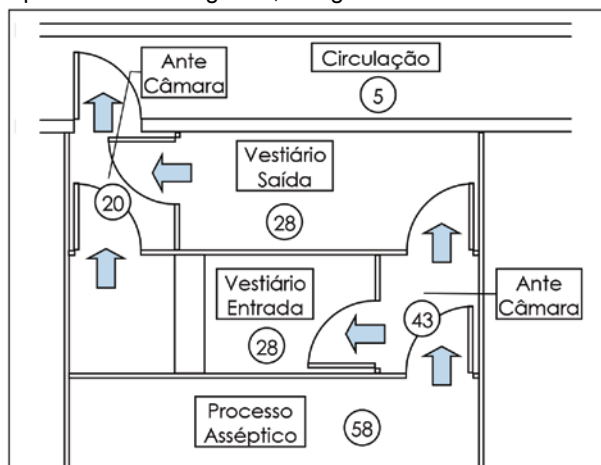


Figura 8 – Vestiários de Compartmento Quádruplo

se considerarmos uma área de envase asséptico onde a recravação ocorre no mesmo ambiente, haveria uma passagem de esteira para a área de embalagem e um túnel de despirogenização no lado da entrada de frascos (sala de lavagem).

Como na área de embalagem não se executa nenhum processo que requeira BPF, sua pressão relativa não seria controlada, devendo, no entanto, ser mantida próxima da atmosférica, para evitar afetar os demais processos da fábrica.

Isso significa que haverá um diferencial de pressão de 58 Pa sobre a abertura da esteira de passagem de frascos, contaminando-a continuamente com os produtos que estão sendo envasados.

A solução óbvia para contenção do problema está descrita no próximo item.

Vestiário de Compartmento Quádruplo com Cascata Modificada

Existem duas possibilidades de contenção que podem ser aplicadas:

Vestiário de compartmento quádruplo com antecâmara interna tipo Bolha

Nesta versão, a antecâmara interna possuirá pressão positiva tanto em relação ao processo quanto aos vestiários, promovendo contenção de particulado oriundo do processo e, ao mesmo tempo protegendo ambos os vestiários e a circulação.

Considerando-se as mesmas classificações e diferenciais do exemplo anterior, teríamos pressões estáticas internas relativas, conforme representadas na figura 9, a seguir:

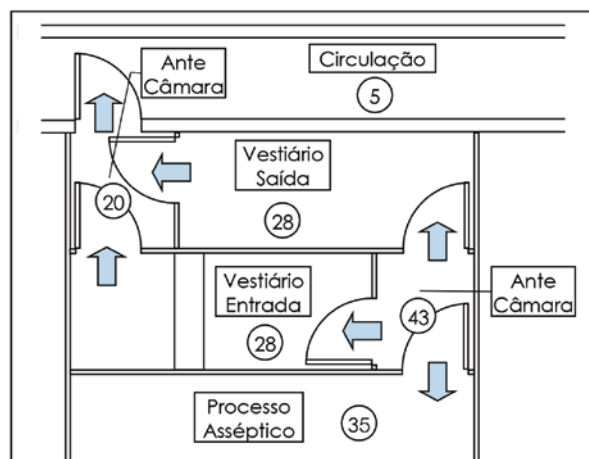


Figura 9 – Vestiários de Compartmento Quádruplo com antecâmara interna do tipo “Bolha”



Cabe observar que agora a antecâmara interna deve possuir o mesmo grau de limpeza do processo, para que não se torne uma fonte de contaminação para este.

Como os processos assépticos devem ocorrer em ambiente grau A (fluxo unidirecional) cercado por ambiente grau B, a antecâmara interna também deverá ter grau de limpeza B.

Do ponto de vista da concentração por partículas totais não existiriam grandes problemas. Usualmente um acréscimo no número de recirculações já satisfaz esta condição.

O problema geralmente ocorre do ponto de vista microbiológico, que requer ao menos uma redução logarítmica para ser minimamente eficaz, ou seja aumento mínimo de dez vezes no número de recirculações, o que conduzirá à utilização de vazões equivalentes à de um fluxo unidirecional na antecâmara (≥ 300 recirculações por hora), porém não sendo requerida unidirecionalidade ou quaisquer perfis de velocidades.

Como esta antecâmara será muito pequena, isto não será um problema significativo.

Ainda se deve levar em consideração a contaminação carregada nas vestimentas do colaborador, que irão passar pela antecâmara interna e ficarão no vestiário de saída, que requer menor classe de limpeza e estará ainda mais suscetível à contaminação dos trajes durante o processamento asséptico.

Adicionalmente, como a paramentação é feita em um vestiário de classe inferior à da sala asséptica, procedimentos ou paramentações adicionais podem ser necessárias na antecâmara interna, as quais poderiam ser afetadas pela passagem de pessoal paramentado oriundo da sala de processamento asséptico, porém, não havendo simultaneidade de operações, isto costuma ser rapidamente diluído pela grande vazão de ar insuflada na antecâmara interna.

Cabe notar a significativa redução na pressão interna da sala asséptica o que facilita sua manutenção e diminui o tamanho de seus vazamentos através das demais frestas do ambiente, bem como a contaminação na sala de embalagem.



HÁ UMA DÉCADA A SWELL CRIA SOLUÇÕES E ABRE PORTAS INOVADORAS PARA SEUS CLIENTES.



Novo projeto do batente e contramarco

Reforço do alojamento da fechadura

Neste ano, mais uma solução chega até você. Conheça a nova porta da Swell.

Um produto elaborado com reforço do alojamento da fechadura, a fim de evitar deformação do painel, e um novo batente, que melhora a instalação e fixação nas divisórias e/ou alvenaria.

Mais durabilidade e redução no tempo de manutenção.



Entre em contato e garanta soluções integradas para seus projetos.



Rua Caravelas, 225 – Galpão A
São José dos Campos-SP
CEP: 12238-170

Tel.: (12) 3939-5854
www.swell.eng.br



✉ comercial@swell.eng.br
f [swellengenharia](https://www.facebook.com/swellengenharia)
in [swell-engenharia-ltda](https://www.linkedin.com/company/swell-engenharia-ltda)

Vestiário de Compartimento Quádruplo com antecâmara interna tipo “Ralo”

Nesta versão, a antecâmara interna possuirá pressão inferior às dos vestiários e do processo, promovendo contenção de particulado oriundo do processo e, ao mesmo tempo protegendo ambos os vestiários e a circulação.

Considerando-se as mesmas classificações e diferenciais do exemplo anterior, teríamos pressões estáticas internas relativas, conforme representadas na figura 10, a seguir:

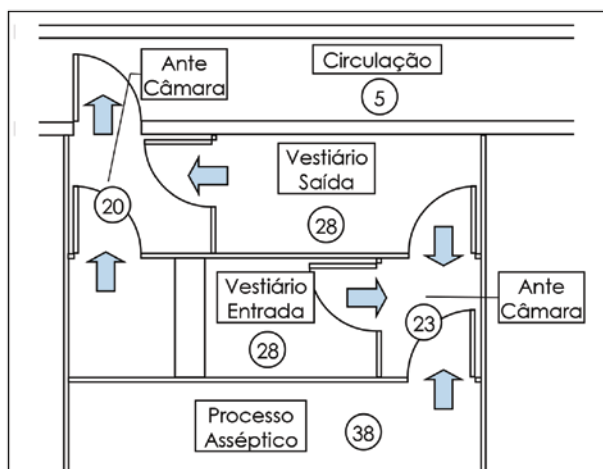


Figura 10 – Vestiários de Compartimento Quádruplo com antecâmara interna do tipo “Ralo”

Considerando-se que a antecâmara interna deve, em repouso, possuir o mesmo grau de limpeza do processo e que agora recebe ar de ambos os vestiários, cuidados adicionais devem ser tomados de forma que os vestiários não forneçam contaminação significativa para a antecâmara interna, uma vez que possuem grau de limpeza inferior.

Neste sentido, deve se lançar mão de boas práticas de engenharia (BPE) tais como:

- Instalação do retorno dos vestiários próximos à antecâmara externa, de forma que o particulado acrescentado ao ar insuflado (ar limpo) seja carregado para longe da porta da antecâmara interna.
- Instalação de filtros terminais muito próximos à porta da antecâmara interna, os quais devem promover escoamento vertical simples, sem quaisquer elementos de difusão que causem aumento significativo da turbulência, facilitando a decantação das partículas maiores e funcionando como se houvesse um fluxo

unidirecional instalado na face da porta voltada para o vestiário.

- Captação do retorno da antecâmara interna (limpa) próximo às portas dos vestiários, de forma que quaisquer contaminantes oriundos destas sejam rapidamente removidos, minimizando seu efeito no ambiente mais limpo.

Da mesma forma que no caso anterior, a manutenção do grau de limpeza, tanto do ponto de vista de partículas totais como de viáveis, irá requerer a adoção de vazões bastante elevadas, semelhantes à de um fluxo unidirecional, porém não sendo requerida unidirecionalidade ou quaisquer perfis de velocidades.

De forma semelhante, cuidados precisam ser tomados com relação à necessidade de paramentações adicionais na antecâmara interna, uma vez que esta volta a receber particulado oriundo do processo.

Os Procedimentos Operacionais Padrão (POPs) devem, por exemplo, prever a armazenagem das paramentações finais em armário localizado no lado limpo do vestiário de entrada, seu ingresso na antecâmara interna juntamente com o colaborador e a abertura de suas embalagens após aspersão com saneantes ou álcool somente dentro da antecâmara interna, além de impedir o egresso antes do tempo de recuperação da antecâmara interna determinado no ensaio de recuperação.

Vestiário de Compartimento Quádruplo para contenção biológica / química

Nesta versão, a circulação possui a maior pressão estática relativa do sistema e funcionará como “air lock” positivo do sistema.

A antecâmara externa possui pressão inferior à da circulação e superior à de ambos os vestiários (casca invertida), protegendo a circulação.

A antecâmara interna possuirá pressão inferior às do vestiário de entrada e do processo e superior à do vestiário de saída, promovendo contenção de particulado oriundo do processo e, ao mesmo tempo protegendo o vestiário de entrada.

O vestiário de saída será o “air lock” negativo do sistema e promoverá a captação tanto dos contaminantes carregados pelas vestimentas, quanto a contenção final dos contaminantes oriundo do processo.

Isso evitará tornar a pressão relativa do processo

excessivamente negativa, minimizando a entrada de contaminantes pelas diversas frestas, ao mesmo tempo que protege a circulação comum e as vestimentas limpas.

Considerando-se a antecâmara interna e o processo como grau B, e os vestiários, a antecâmara externa e a circulação como grau C, além dos diferenciais de pressão indicados anteriormente, teríamos uma cascata de pressões, conforme o exemplo da figura 11, a seguir:

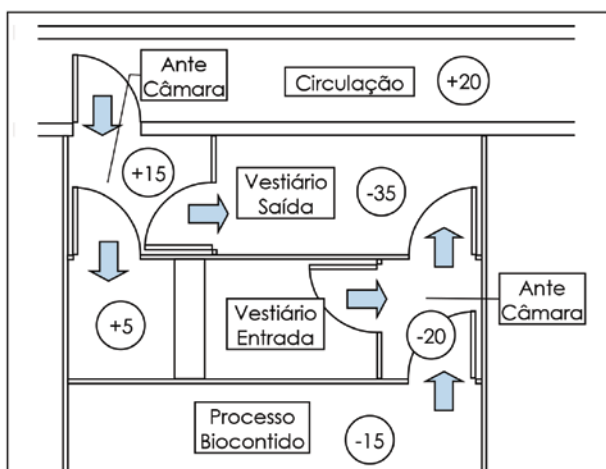


Figura 11 – Vestiários de Compartimento Quádruplo com antecâmara interna e vestiário de saída do tipo Ralo

As mesmas considerações relativas às BPE e aos POPs do exemplo anterior, devem ser levadas em consideração.

Adicionalmente, como o ar da circulação infiltrará as áreas contidas através de quaisquer frestas entre os ambientes, a circulação deverá ter classificação melhorada, de forma a não se constituir em fonte de contaminação para os demais processos.

Cabe observar que este formato de contenção produzirá um grande diferencial de pressão entre o vestiário de saída e antecâmara externa, devendo-se certificar de que este não exceda os limites recomendados pelos regulamentos do Corpo de Bombeiros ou pelas recomendações de Segurança do Trabalho. Se necessário, deve ser considerada uma 5ª antecâmara para minimizar os diferenciais.

Além da antecâmara interna, também deve ser prevista exaustão do vestiário de saída e da área de processo, dotada das mesmas contenções e dispositivos de troca segura requeridas na sala de processo.

Considerações finais

Embora isso tenha se tornado controverso atualmente, pois nem os regulamentos específicos, nem as normas (nacionais e internacionais) são claras a este respeito, as antecâmaras, incluindo os vestiários, são áreas de transição e servem para tornar gradual o acesso e egresso de pessoal e material das salas limpas de processamento.

Isso significa que os diferenciais de pressão que realmente precisam ser mantidos, independentemente das transições das classes ao longo da(s) antecâmara(s), é aquele entre a sala de processamento e a circulação comum.

Tal como indicado na nota do exemplo de antecâmara tipo “Cascata” da figura 19, da WHO – TRS 961, Annex 5, item 4.7.11:

“Na maioria dos casos, a pressão interna do “air lock” (no caso, da antecâmara) não é crítico. A diferença de pressão entre seus dois lados externos (no caso, circulação e processo) é o critério importante”.

LINTER
FILTROS INDUSTRIAIS
A solução ideal para sistemas de filtragem

Filtros de Ar e Equipamentos

Filtro Absoluto CR

- Aplicados em caixas terminais de insuflamento de ar para salas limpas

Filtro Absoluto N

- Apresenta como característica principal o elemento filtrante em microfibras de vidro plissado, com separador de cordão

Filtro Fino FP

- São aplicados para retenção de particulados finos como pó, fuligem, pólen e outros.

Tel.: (11) 5643-4477 | Email: linter@linterfiltros.com.br
www.linterfiltros.com.br

Em outras palavras, não é necessário controlar o diferencial de pressão de cada estágio, quando se utilizam câmaras de múltiplo compartimento. Nem mesmo é necessário controlar a diferença de pressão com relação à própria antecâmara, bastando garantir que o sentido de fluxo determinado pelos diferenciais de pressão do projeto estejam corretos.

Portanto, é possível nestes casos, se desconsiderar as modificações de classe na escolha dos diferenciais, pois tratam-se apenas de uma metodologia para tornar a transição gradual e, mesmo assim, se obter um diferencial grande o suficiente para proteger as salas de processamento asséptico com relação aos ambientes adjacentes, desde que esta ainda mantenha o diferencial necessário com relação à sala adjacente de maior (ou menor, em caso de contenção) pressão relativa.

Antecâmaras e vestiários não são ambientes destinados à ocupação permanente, sendo seu estado ocupacional normal a condição “em repouso” e, portanto, geralmente não constituem problemas aos processos.

Associado ao fato de sua ocupação não ser permanente, com os devidos cuidados, podem-se utilizar lâmpadas germicidas nas antecâmaras internas, acionadas diretamente pelos usuários, durante os períodos de processamento ou nas paradas do processo, para auxiliar na manutenção da concentração de viáveis. Recomenda-se a utilização de sensores de presença e temporizadores após abertura das portas, para impedir seu acionamento inadvertido durante a ocupação do ambiente.

Cabe indicar que deve ser considerada a radiação UVc na escolha dos materiais de construção empregados no interior destas antecâmaras, uma vez que este poderá causar rápida degradação aos acabamentos superficiais que não estiverem adequadamente protegidos, podendo acarretar em trincas, mudanças de coloração, desgaste prematuro, dentre outros efeitos indesejáveis.

Adicionalmente, devido a seu tamanho geralmente diminuto, o simples ingresso do qualificador nas antecâmaras (ou vestiários), para realizar amostragens de ar para contagem de partículas totais ou viáveis, já pode ser suficiente para alterar o resultado destas medições.

Recomenda-se que os técnicos introduzam seus instrumentos nas salas, programem um retardo em seu instrumento, suficiente para a recuperação da classe e

efetuem as coletas das amostras com a presença somente dos instrumentos.

A grande maioria dos vestiários de acesso / egresso das salas de envase asséptico mal permitem a realização de amostragens no estado ocupacional “em operação”, pois não haveria como posicionar corretamente as sondas.

Por outro lado, a própria existência nos regulamentos nacionais e internacionais de antecâmaras do tipo “bolha”, já indicam que nem sempre é possível que o escoamento do ar se dê no sentido das áreas mais limpas para as menos limpas.

Normalmente negligenciada, devido aos altos diferenciais de pressão entre as salas de envase / recravação asséptica e salas de embalagem, deveria ser prevista uma antecâmara ou caixa de passagem (pass through), pressurizada de forma a minimizar os vazamentos (infiltrações no caso de necessidade de contenção) entre estes ambientes, evitando riscos para o processo ou contaminação da área de embalagem pelo particulado oriundo do processo.

Difícilmente existirá um problema totalmente sem solução por parte da boa engenharia. Mas sempre caberá aos times de engenharia, qualificação e garantia da qualidade avaliar os riscos inerentes ao seu tipo de processo e encontrar as soluções mais adequadas aos seus processos, utilizando-se de BPEs tais como as anteriormente citadas ou outras oriundas de sua própria expertise, sempre associando estas à POPs adequadas para cada situação e em acordo com as regulamentações específicas às quais se submete.

Fontes de consulta

- WHO – TRS 937, Annex 2
- WHO – TRS 961, Annex 5
- EudraLex – EC GMP, Annex 1
- FDA - *Guidance for Industry - Sterile Drug Products Produced by Aseptic Processing Current Good Manufacturing Practice*
- NBR / ISO – 14644 – Parte 4
- ANVISA RDC 17: 2010
- Artigo “Projeto básico de salas limpas – Parte 1”, publicado na edição nº 54 da Revista SBCC, em Set/2011

Descontaminação de componentes ópticos antes do estudo de contaminação orgânica e o impacto sobre o desempenho dos mesmos

Tradução: Heloisa Meirelles Costa

Revisão: Miguel Ferreirós

Contato: isabelle.tovena-pecault@cea.fr

**Por I. Tovena-Pecault,
B. Mangote, J. Néauport**

Resumo

A vida útil dos componentes ópticos, submetidos a altas fluências de laser é diminuída em ambiente com contaminação biológica. Para evitar a presença de moléculas críticas no ambiente Megajoule Laser (LMJ), um novo programa mais abrangente começa usando um extrator térmico de Microcâmara qualificado (M-CTE250 *Markes International*) para controle de contaminação de componentes ópticos. A principal dificuldade no desenvolvimento de um processo de contaminação é a não reprodutibilidade dos níveis iniciais de limpeza dos componentes ópticos. Para reduzir este problema, uma técnica específica de limpeza foi testada em revestimento sol-gel antirreflexo. Os primeiros resultados mostram que a dessorção térmica pode ser usada para criar um estado limpo de referência.

Palavras-chave: descontaminação, contaminação biológica, componentes ópticos.

1. Introdução

O “Commissariat à l’Energie Atomique et aux Energies Alternatives” (CEA) atualmente está construindo a MegaJoule Laser (LMJ) [1], um equipamento de fusão a feixe de raios laser. Este equipamento de

fusão a laser de alta potência, similar ao *National Ignition Facility* nos Estados Unidos [2], vai entregar uma energia total de mais de um MJ no comprimento de onda de 351nm. O “Ligne d’Intégration Laser” (LIL) [3], um protótipo do futuro LMJ, destina-se a validar as escolhas tecnológicas para o futuro LMJ e é nosso objeto de trabalho.

Quando submetidos a altas fluências, os diferentes componentes ópticos usados para transmitir o feixe após a conversão de frequência, podem apresentar danos localizados que limitam drasticamente seu tempo de vida útil [4]. A contaminação molecular pode ser responsável pelos danos de laser UV destes elementos. De fato, muitos estudos provaram uma degradação das performances de componentes ópticos devido a contaminações biológicas, como a redução da transmissão [5, 6] ou em algumas condições críticas a autodestruição dos componentes ópticos. [7, 8, 9].

É possível reduzir os efeitos negativos de tais contaminações, identificando e controlando suas fontes: poluição atmosférica, fuga de ar de plásticos ou selos ou materiais de embalagem durante o armazenamento de componentes ópticos, por exemplo. Nossas últimas investigações sobre contaminação biológica no LIL determinaram dois ambientes críticos: o armazenamento de componentes ópticos e o próprio ambiente do laser. O polipropileno usado atualmente

para a embalagem dos componentes ópticos parece limitar a performance de vida útil de componentes ópticos [10]. Quanto ao ambiente de laser em operação, os resultados da análise atmosférica revelaram uma grande escala de compostos orgânicos críticos como aromáticos, derivados de siloxano e ftalatos [11].

Com o objetivo de evitar a presença de tais moléculas no ambiente LMJ, um novo programa mais abrangente foi iniciado usando um extrator térmico de microcâmara qualificada (M-CTE250 *Markes International*) para contaminações de controlados de componentes ópticos.

O componente óptico e um contaminante potencial são colocados dentro de uma micro-câmara então aquecida até 50°C. Depois disso, a transmissão ou a reflexão e o dano limiar causado pelo laser no componente óptico contaminado é investigado. O objetivo é a identificação da relação entre a natureza do contaminante, as quantidades e a diminuição do desempenho óptico.

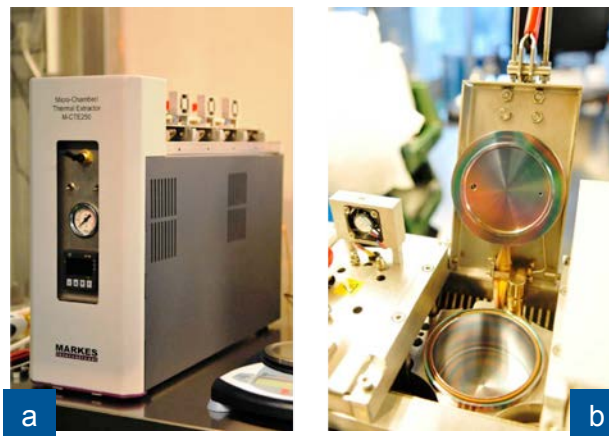


Figura 1: Micro-câmara/Extrator Térmico (a) e exemplo de frasco de amostragem da micro-câmara (b)

Para fazer isso, a quantidade de compostos adsorvidos na superfície óptica pode ser determinada por comparação nas mesmas condições entre as quantidades de compostos gasosos liberados somente pelo revestimento do componente óptico, pelo contaminante sozinho e para ambos.

A principal dificuldade no desenvolvimento de um procedimento consistente de qualificação é a não reprodutibilidade dos níveis iniciais de limpeza dos componentes ópticos. Esta variabilidade pode surgir de diferentes condições de produção ou embalagem, do período de tempo entre testes e pode levar a resultados inconsistentes.

Propomos aqui reduzir este problema através de uma sistemática otimizada de limpeza de amostras de componentes ópticos antes do estudo do controle de contaminação a fim de obter o mesmo estado de referência. Um procedimento de limpeza específico foi desenvolvido em revestimentos sol-gel antirreflexo com esse objetivo

2. Materiais e método

O método consiste na realização de uma dessorção térmica do revestimento do componente óptico. A alta temperatura permite a dessorção dos diferentes compostos presos à superfície ou no corpo dos revestimentos antirreflexivos, como os ftalatos, siloxanos ou espécies aromáticas que são potencialmente críticas para a resistência contra os danos do laser.

Depois disso, um estado de limpeza é esperado. A dessorção térmica é realizada em um extrator térmico qualificado de microcâmara (M-CTE250 *Markes International*).



NEU LUFT
AR CONDICIONADO

www.neuluft.com.br

INDOOR AIR QUALITY
a neu vision

rua américo brasiliense, 2171 - cj. 1010
04715-005 - são paulo, sp
tel.: (55 11) 5182-6375 / 3384-5869
e-mail: hb@neuluft.com.br

SERVIÇOS

- Assessoria técnica e Projeto
- Instalação e gerenciamento
- TAB e comissionamento e Qualificação
- Manutenção e melhorias
- Análise microbiológica
- Teste de estanqueidade em dutos

PRODUTOS - MESH®

- Células unidirecionais MESH® ISO 5 e ISO 8 sob medida
- Fluxos unidirecionais customizados para cada aplicação
- Cabine de segurança biológica
- Equalizador de fluxo unidirecional MESH®

PÚBLICO ALVO

- Indústria farmacêutica
- Indústria alimentícia
- Indústria microeletrônica
- Hospitais e laboratórios
- Engenharias e Clínicas
- Universidades

NORMAS APLICÁVEIS

- NBR-ISO 14.644
- NBR 13.971
- NEB compliance
- RNs da SBCC
- RDC's e Novo Guia ANVISA

VISITE NOSSO NOVO SITE

O M-CTE250 é uma ferramenta de controle de qualidade para a seleção dos níveis de compostos orgânicos voláteis e semivoláteis (VOCs e SVOCs) saindo de produtos e matérias-primas. O sistema consiste em quatro microcâmaras operando entre a temperatura ambiente e um máximo de 250°C (conforme figura 1(a)). Tubos adsorventes condicionados estão ligados a cada micro-câmara e um fluxo de ar é passado ao longo de todas as quatro câmaras simultaneamente. Componentes ópticos para testes de emissões em massa são colocados diretamente em recipientes de amostra para microcâmara (conforme figura 1 (b)). Durante os testes de emissão em massa, o ar limpo passa ao redor de toda a amostra com produtos químicos orgânicos sendo varridos da câmara e coletado em tubos de adsorvente acoplados. O protocolo de limpeza consiste em realizar sucessivamente três dessorções térmicas de 2 horas cada uma a 150, 200 e 250°C. Após a coleta da amostra, vapores capturados são termicamente desadsorvidos e analisados por cromatografia em fase gasosa (GC) juntamente com espectrometria de massa (MS) Turbomass-Clarus 500, Perkin Elmer. A quantificação é expressa em ng.cm^{-2} , dependendo do tamanho característico da amostra. O conjunto TD-GC-MS é calibrado pelo método de calibração externa contra um composto de referência chamado hexadecano ($\text{C}_{16}\text{H}_{34}$, número de registro do CAS: 544-76-3), o que significa que as massas e as concentrações dos compostos gasosos liberados são expressas em equivalentes de hexadecano. A partir do cromatograma, é possível determinar a quantidade total de gases liberados pelo componente através da área total dos picos acima da linha de base.

3. Resultados

Os resultados da análise de TD/GC-MS estão resumidos na tabela 1. As moléculas analisadas foram reunidas em 4 famílias de compostos: compostos oxigenados, alcanos e alcenos, ftalatos e siloxanos. As concentrações reportadas na tabela correspondem à soma da massa gasosa gerada durante as três dessorções térmicas para cada espécie. A análise gasosa de dois revestimentos de sol-gel coloca em evidência disparidades importantes, apesar da mesma origem.

Assim as duas amostras apresentam estados iniciais diferentes. Estes resultados confirmam a necessidade de realizar a melhor limpeza do componente óptico antes de teste de contaminação.

A figura 2 representa a evolução da porcentagem relativa do total de massa gasosa do composto quantificado para as três temperaturas. A porcentagem relativa é determinada pela relação entre a massa gasosa liberada à temperatura T (150, 200 e 250°C) para cada espécie e a soma dos compostos quantificados após as três dessorções térmicas. Como podemos ver a porcentagem relativa é inferior a 5% após a terceira dessorção térmica. A maior parte dos contaminantes superficiais é liberada da superfície por esse procedimento, assim o estado de limpeza da amostra é obtido.

Para confirmar a eficiência do método de limpeza por dessorção térmica, uma análise do componente residual presente no componente óptico é realizada pelo *Secondary Ion Mass Spectrometry* junto com um analisador de massa *Time of Flight* (TOF-SIMS). Íons primários (Bi_3^+) com energia de 25keV são produzidas por uma fonte pulsada e enviados a uma superfície de revestimento óptico que são focalizados e acelerados dentro do tempo de voo da massa.

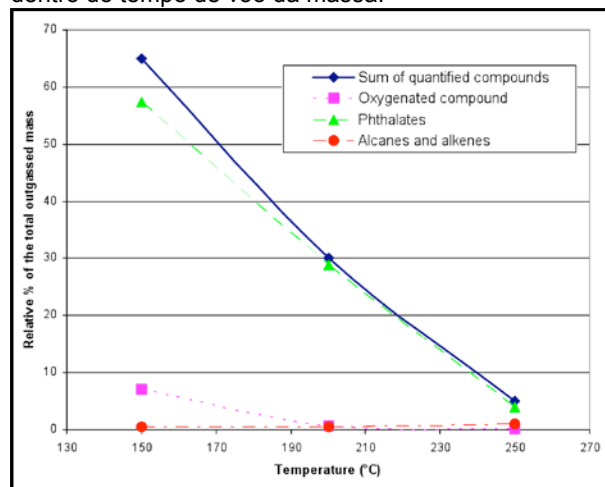


Figura 2: Evolução dos percentuais relativos do total de massa desgaseificada do composto quantificado em função da temperatura para a amostra 2.

Os espectros de massas obtidos representam a intensidade de íons secundários em função de suas massas. Três áreas de $200 \times 200 \mu\text{m}^2$ são utilizadas para a aquisição de cada tipo de íon (íons positivos e negativos). Três áreas de análise por polaridade foram realizadas (três es-

Tabela 1: Quantidade desgaseificada de 2 revestimentos sol-gel antirreflexo após 3 dessorções térmicas				
	Revestimento Sol-gel antirreflexo Amostra 1		Revestimento Sol-gel antirreflexo Amostra 2	
Famílias de Compostos	Concentração em ng/cm²	% relativa do total de massa desgaseificada	Concentração em ng/cm²	% relativa do total de massa desgaseificada
Oxigenados	146,048	45,3%	53,28	7,2%
Alcanos e Alcenos	1,777	0,6%	13,85	1,9%
Ftalatos	67,338	20,9%	610,07	81,9%
Silanos / siloxanos	0,267	0,1%	0,00	0,0%
Soma das quantidades de compostos	215,429	66,8%	677,21	90,9%
Total desgaseificação da amostra	322,509		744,72	

pectros íons positivos e íons negativos). As intensidades dos picos mais significativos foram resumidas na tabela 2.

Esses valores correspondem às intensidades médias, normalizadas pela emissão total de íons secundários, obtidos sobre os três pontos de análises (três espectros para íons positivos e para íons negativos). O desvio padrão permite avaliar a dispersão das análises dentro de cada amostra. Somente a avaliação de resultados sobre o mesmo íon pode ser comparado e representa uma tendência porque TOF SIMS é um método semiquantitativo.

Para as duas amostras, a análise molecular de íons positivos e negativos coloca em evidência a fragmentação do substrato ($\text{Si}_w\text{H}_y\text{O}_z^+$). Igualmente, notamos a presença de ftalatos, compostos orgânicos oxigenados ou nitrogenados e de espécies inorgânicas (alcanos, sulfatos, fosfatos, flúor e cloro), como confirmado pela análise TD/GC-MS. Se compararmos a amostra 1 e 2 após as três termo-dessorções, as intensidades de amostras de cada

íon têm a mesma magnitude. Um estado de referência é obtido apesar de diferentes estados iniciais de contaminação. Consequentemente a dessorção térmica pode ser considerada como uma boa técnica de descontaminação pelo revestimento do sol-gel. Uma parte importante da contaminação é removida. No entanto, é necessário estudar o impacto desse método de limpeza sobre os desempenhos dos componentes ópticos tais como o dano limiar do laser.

4. Conclusão

Para evitar o risco de contaminação biológica de componentes ópticos LMJ, um novo programa, usando um Micro-câmara/Extrator Térmico qualificado, é iniciado. A não reprodutibilidade de níveis iniciais de limpeza de componentes ópticos, confirmado pela análise de TD/GC-MS, mostra a necessária descontaminação dos componentes

Tabela 2: Resultados da Análise de TOF/SIMS no Revestimento de Sol-gel antirreflexo

	Sample 1 after TD/GC-MS		Sample 2 after TD/GC-MS	
	Mean	SD	Mean	SD
C_xH_y^+	20740	31	23530	143
Aromatic	1783	8	1411	13
$\text{C}_x\text{H}_y\text{O}^+$	4776	32	4675	20
$\text{C}_x\text{H}_y\text{N}^+$	296	3	396	4
Fatty acids	0	0	1	0
$\text{Si}_w\text{H}_y\text{O}_z^-$	15984	25	14806	16

ópticos antes do teste de contaminação intencional. Com este objetivo em vista, um método específico de limpeza é testado em revestimentos antirreflexivo sol-gel. A técnica de termo dessorção é eficiente para obter um estado inicial de referência, como indicado pela análise de TOF-SIMS. Teste de danos por laser e medições de transmissão são necessárias para confirmar o interesse deste método para preparação de amostras.

References

- [1] M. L. André (1996), Proc. SPIE 3047, 38–42
- [2] B. M. Van Wonterghem, S. C. Burkhart, C. A. Haynam, K. R. Manes, C. D. Marshall, J. E. Murray, M. L. Spaeth, D. R. Speck, S. B. Sutton, and P. J. Wegner (2004), Proc. SPIE 5341, 55–65.
- [3] N. A. Fleurot, A. Adolf, M. Andre, J. L. Bruneau, C. Cavailler, M. Novaro, P. Philippe, F. Kovacs, B. Le Garrec, J. M. Di Nicola, and J. P. Leidingner (2003), Proc. SPIE 4948, 418–424.

[4] H. Bercegol, A. Boscheron, J.-M. Di-Nicola, E. Journot, L. Laignère, J. Néauport, and G. Razé (2008), 112, 032013.

[5] R. R. Kunk, V. Libermann, (2000) J. Vac. Sci. Technol B18, 1306-1313.

[6] A. E. Duisterwinkel, A. T. G. M. Bastein, (2003) Microelectronic engineering 67-68, 3-9.

[7] Floyd E. Hovis, Bart A. Shepherd, Christopher T. Radcliffe, Henry A. Maliborski, (1996) Proc. SPIE 2714, 707-716.

[8] A. Pereira, J.-G. Coutard, S. Becker, I. Tovená, P. Bouchut, G. Ravel, (2006) Proc of SPIE, 6403

[9] K. Bien-Aimé, J. Néauport, I. Tovená-Pecault, E. Fargin, C. Labrugère, C. Belin, and M. Couzi (2009) Applied Optics, Vol. 48, No. 12

[10] K. Bien-Aimé, C. Belin, L. Gallais, P. Grua, E. Fargin, J. Néauport, I. Tovená-Pecault, (2009) Optics Express, Vol. 17, No. 21, 18703

[11] G. Guehenneux, M. Veillerot, I. Tovená, (2006) Nucl. Instrum. Meth. A557 (2), 676-683

**Mais uma vez,
inovação tem um único dono.**

**Vencedora do Prêmio
Inovação AHR 2014**



Válvula
de Controle
tipo Esfera

+

Medidor de
Vazão
Ultrassônico

+

Balanceamento
Dinâmico

+

Medição de
Energia

=

**Energy
Valve**

BELIMO

Belimo Brasil
55 11 3643 5656
www.belimo.com.br



> Saiba Mais
www.energyvalve.com

**PROPÊ
MÁGICO**

APLICADOR DE SAPATILHA
DESCARTÁVEL AUTOMÁTICO

Higiene e conveniência

1. Fácil de usar
2. Seguro e rápido
3. Higiénico e prático
4. Dispensa eletricidade
5. Conforto na aplicação
6. Dispensa o uso das mãos



O Propê Mágico foi desenvolvido com o objetivo de facilitar a aplicação de sapatilhas descartáveis de forma prática e higiénica.

Ideal para

Clinicas
Fábricas
Hospitais
Escritórios
Residências
Laboratórios
Ind. Eletrônicas
Ind. Alimentícias

Veja vídeo
demonstrativo
em nosso site:
www.raskalo.com.br

Marca Registrada | Patente Requerida | Avisa nº L7M4L3H67X98 (8.08177.0)



RASKALO
produtos que embellezam
Caxias do Sul | RS | Brasil
Fone | Fax: 54 3222.7778
www.raskalo.com.br
vendasprope@raskalo.com.br