



A Aplicação do Conhecimento Científico nas Engenharias

Marcia Regina Werner Schneider Abdala
(Organizadora)

 **Atena**
Editora
Ano 2019

Marcia Regina Werner Schneider Abdala
(Organizadora)

A Aplicação do Conhecimento Científico nas Engenharias

Atena Editora
2019

2019 by Atena Editora

Copyright © da Atena Editora

Editora Chefe: Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Diagramação e Edição de Arte: Natália Sandrini e Lorena Prestes

Revisão: Os autores

Conselho Editorial

- Prof. Dr. Alan Mario Zuffo – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas
Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília
Profª Drª Cristina Gaio – Universidade de Lisboa
Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná
Prof. Dr. Darllan Collins da Cunha e Silva – Universidade Estadual Paulista
Profª Drª Deusilene Souza Vieira Dall’Acqua – Universidade Federal de Rondônia
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria
Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná
Profª Drª Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia
Profª Drª Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionele delle Figlie de Maria Ausiliatrice
Profª Drª Juliane Sant’Ana Bento – Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense
Prof. Dr. Jorge González Aguilera – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Profª Drª Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Profª Drª Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista
Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)

A642 A aplicação do conhecimento científico nas engenharias [recurso eletrônico] / Organizadora Marcia Regina Werner Schneider Abdala. – Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2019. – (A Aplicação do Conhecimento Científico nas Engenharias; v. 1)

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-85-7247-244-9

DOI 10.22533/at.ed.449190404

1. Engenharia – Pesquisa – Brasil. 2. Inovação. I. Abdala, Marcia Regina Werner Schneider. II. Série.

CDD 620.0072

Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores.

2019

Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

www.atenaeditora.com.br

APRESENTAÇÃO

O conhecimento científico é extremamente importante na vida do ser humano e da sociedade, pois possibilita entender como as coisas funcionam ao invés de apenas aceita-las passivamente. Mediante o conhecimento científico é possível provar muitas coisas, já que busca a veracidade através da comprovação.

Sendo produzido pela investigação científica através de seus procedimentos, surge da necessidade de encontrar soluções para problemas de ordem prática da vida diária e para fornecer explicações sistemáticas que possam ser testadas e criticadas através de provas. Por meio dessa investigação, obtêm-se enunciados, leis, teorias que explicam a ocorrência de fatos e fenômenos associados a um determinado problema, sendo possível assim encontrar soluções ou, até mesmo, construir novas leis e teorias.

Possibilitar o acesso ao conhecimento científico é de suma importância para a evolução da sociedade e do ser humano em si, pois através dele adquirem-se novos pontos de vista, conceitos, técnicas, procedimentos e ferramentas, proporcionando o avanço na construção do saber em uma área do conhecimento.

Na engenharia evidencia-se a relevância do conhecimento científico, pois o seu desenvolvimento está diretamente relacionado com o progresso e disseminação deste conhecimento.

Neste sentido, este E-book, composto por dois volumes, possibilita o acesso as mais recentes pesquisas desenvolvidas na área de Engenharia, demonstrando a importância do conhecimento científico para a transformação social e tecnológica da sociedade.

Boa leitura!

Marcia Regina Werner Schneider Abdala

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	1
DESENVOLVIMENTO DE ARCABOUÇOS DE PLGA E PLDLA COM POROS INTERCONECTADOS DIRECIONADOS PARA ENSAIOS DE CULTURA DE CÉLULAS ÓSSEAS	
Joelen Osmari Silva Anna Maria Gouvea Melero Juliana Almeida Domingues Adriana Motta de Menezes Moema de Alencar Hausen Daniel Komatsu Vagner Roberto Botaro Eliana Aparecida de Rezende Duek	
DOI 10.22533/at.ed.4491904041	
CAPÍTULO 2	12
ENSAIOS IN VITRO E IN VIVO DE <i>SCAFFOLDS</i> DE PLGA INCORPORADOS COM ÓLEO-RESINA DO GÊNERO COPAIFERA SSP. PARA REPARAÇÃO DE TECIDOS	
Ana Luiza Garcia Massaguer Millás João Vinícios Wirbitzki da Silveira Rodrigo Barbosa de Souza Maria Beatriz Puzzi Edison Bittencourt Ivan Hong Jun Koh	
DOI 10.22533/at.ed.4491904042	
CAPÍTULO 3	26
MEMBRANAS MICROFIBROSAS DE POLI (L-ÁCIDO LÁCTICO) (PLLA) PARA REPARO ÓSSEO	
Bárbara Etruri Ciocca	
DOI 10.22533/at.ed.4491904043	
CAPÍTULO 4	32
ESTUDO DO POTENCIAL MICROBIOLÓGICO DE NANOCRISTAIS HÍBRIDOS DE ZnO DOPADOS COM AgO	
Ellen Quirino de Sousa Lucas do Nascimento Tavares Caio César Dias Resende Lorraine Braga Ferreira Carlos José Soares Anielle Christine Almeida Silva Luís Ricardo Goulart Filho Letícia de Souza Castro Filice	
DOI 10.22533/at.ed.4491904044	
CAPÍTULO 5	42
PROCESSAMENTO DE LIGAS Mg-Zn-Ca PARA USO EM IMPLANTES CIRÚRGICOS UTILIZANDO A TÉCNICA DE METALURGIA DO PÓ	
Jorge Alberto de Medeiros Carvalho José Adilson Castro Alexandre Antunes Ribeiro	
DOI 10.22533/at.ed.4491904045	

CAPÍTULO 6 54

“VIABILIDADE DO USO DE CASCAS DE OVOS NA SÍNTESE DA HIDROXIAPATITA UTILIZANDO O MÉTODO SOL-GEL

Marilza Sampaio Aguilar
José Brant de Campos
Marcelo Vitor Ferreira Machado
Francisco José Moura
Suzana Bottega Peripolli
Vitor Santos Ramos
Adilson Claudio Quizunda
Marla Karolyne dos Santos Horta

DOI 10.22533/at.ed.4491904046

CAPÍTULO 7 63

ESTUDO DA VELOCIDADE DE ADIÇÃO DOS REAGENTES NA SÍNTESE DE HIDROXIAPATITA PELO MÉTODO SOL-GEL UTILIZANDO CASCAS DE OVOS DE GALINHA COMO PRECURSORES

Marilza Sampaio Aguilar
José Brant de Campos
Marcelo Vitor Ferreira Machado
Francisco José Moura
Suzana Bottega Peripolli
Vitor Santos Ramos
Adilson Claudio Quizunda
Marla Karolyne dos Santos Horta

DOI 10.22533/at.ed.4491904047

CAPÍTULO 8 70

MEDIDAS DE MICRODUREZA VICKERS EM HIDROXIAPATITA SINTETIZADA PELO MÉTODO SOL-GEL UTILIZANDO A CASCA DO OVO DE GALINHA COMO PRECURSOR

Marilza Sampaio Aguilar
José Brant de Campos
Marcelo Vitor Ferreira Machado
Francisco José Moura
Suzana Bottega Peripolli
Vitor Santos Ramos
Adilson Claudio Quizunda
Marla Karolyne dos Santos Horta

DOI 10.22533/at.ed.4491904048

CAPÍTULO 9 86

ESTUDO TEÓRICO E EXPERIMENTAL DE CORROSÃO DE ARMADURAS DE CONCRETO ARMADO SUBMETIDAS ÀS AÇÕES DE CLORETOS E DE CARBONATAÇÃO

Wanessa Souza de Lima
Marcelo Lima Silva
Fuad Carlos Zarzar Júnior
Romilde Almeida de Oliveira

DOI 10.22533/at.ed.4491904049

CAPÍTULO 10 105

ANÁLISE DA CORROSÃO DE BARRAS NO CONCRETO ARMADO E PREVISÃO DE VIDA ÚTIL POR MEIO DE MODELO COMPUTACIONAL

Wanessa Souza de Lima
Romilde Almeida de Oliveira

DOI 10.22533/at.ed.44919040410

CAPÍTULO 11	124
ARGAMASSAS DE REJUNTE EXPOSTAS AOS CICLOS DE MOLHAGEM E SECAGEM	
Valéria Costa de Oliveira Emílio Gabriel Freire dos Santos Rafael Alves de Oliveira Júlia Silva Maia	
DOI 10.22533/at.ed.44919040411	
CAPÍTULO 12	136
ANÁLISE DO COMPORTAMENTO DO CONCRETO DE ALTO DESEMPENHO (CAD) QUANDO SUBMETIDO A TEMPERATURAS ELEVADAS	
Klayne Kattiley dos Santos Silva Amâncio da Cruz Filgueira Filho Emerson Fernandes da Silva Alves Fernando Artur Nogueira Silva	
DOI 10.22533/at.ed.44919040413	
CAPÍTULO 13	151
COMPORTAMENTO DO CONCRETO EM RELAÇÃO AO ATAQUE QUÍMICO POR SULFATOS	
Amanda Gabriela Dias Maranhão Fuad Carlos Zarzar Júnior Romilde Almeida de Oliveira	
DOI 10.22533/at.ed.44919040414	
CAPÍTULO 14	162
DURABILIDADE DE ESTRUTURAS CIMENTÍCIAS SUBMETIDAS A ATAQUES DE ÍONS SULFATOS	
Artur Buarque Luna Silva Fuad Carlos Zarzar Júnior Romilde Almeida de Oliveira	
DOI 10.22533/at.ed.44919040415	
CAPÍTULO 15	170
SUGARCANE BAGASSE ASH INTO SILICON PRODUCTS	
Angel Fidel Vilche Pena Agda Eunice de Souza Silvio Rainho Teixeira	
DOI 10.22533/at.ed.44919040416	
CAPÍTULO 16	177
ENSAIO NÃO DESTRUTIVO BASEADO NA INTERAÇÃO DE LINHAS DE CAMPO MAGNÉTICO PARA O ACOMPANHAMENTO DA PERDA DE MASSA EM MATERIAIS METÁLICOS	
David Domingos Soares da Silva Franklin Lacerda de Araújo Fonseca Júnior Alysson Domingos Silvestre	
DOI 10.22533/at.ed.44919040417	
CAPÍTULO 17	183
ANÁLISE TÉCNICA DE IMPLANTAÇÃO DE UM SISTEMA DE ENERGIA SOLAR RESIDENCIAL OFF-GRID NA ZONA URBANA DE FORTALEZA-CE	
Francisco Jeandson Rodrigues da Silva Cauli Guray Melo Freitas Fellipe Souto Soares Douglas Aurélio Carvalho Costa	

Obed Leite Vieira

DOI 10.22533/at.ed.44919040418

CAPÍTULO 18 197

RECREIAÇÃO DO EXPERIMENTO DE HERTZ

Camila Alice Silva Santos

Cláudia Timóteo de Oliveira Rufino

Denikson Figueiredo de Vasconcelos

Ericveiber Lima Dias Clemente

Gustavo Henrique Mathias de Lima

DOI 10.22533/at.ed.44919040419

CAPÍTULO 19 205

UTILIZAÇÃO DA SEQUÊNCIA DE SOLDAGEM PARA CONTROLE DO NÍVEL DE PLANICIDADE DE UM ITEM SOLDADO UTILIZADO EM UM EQUIPAMENTO AGRÍCOLA

Alex Sandro Fausto dos Santos

Eduardo Carlos Mota

DOI 10.22533/at.ed.44919040420

SOBRE A ORGANIZADORA 219

MEDIDAS DE MICRODUREZA VICKERS EM HIDROXIAPATITA SINTETIZADA PELO MÉTODO SOL- GEL UTILIZANDO A CASCA DO OVO DE GALINHA COMO PRECURSOR

Marilza Sampaio Aguiar

Universidade Estácio de Sá, Departamento de
Engenharia.

Rio de Janeiro, RJ.

José Brant de Campos

Universidade do Rio de Janeiro, Departamento de
Engenharia Mecânica.

Rio de Janeiro, RJ.

Marcelo Vitor Ferreira Machado

Instituto Federal de Educação, Ciência e
Tecnologia Fluminense.

Rio de Janeiro, RJ.

Francisco José Moura

Pontifícia universidade Católica, Departamento de
Engenharia Química e de Materiais.

Rio de Janeiro, RJ.

Suzana Bottega Peripolli

Universidade do Rio de Janeiro, Departamento de
Engenharia Mecânica.

Rio de Janeiro, RJ.

Vitor Santos Ramos

Universidade do Rio de Janeiro, Departamento de
Engenharia Mecânica.

Rio de Janeiro, RJ.

Adilson Claudio Quizunda

Universidade do Rio de Janeiro, Departamento de
Engenharia Mecânica.

Rio de Janeiro, RJ.

Marla Karolyne dos Santos Horta

Pontifícia universidade Católica, Departamento de
Engenharia Química e de Materiais.

Rio de Janeiro, RJ.

RESUMO: A proposta deste trabalho é determinar uma das mais importantes propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos, a dureza. O material de trabalho é uma cerâmica hidroxiapatita (HAP), sintetizada usando cascas de ovos de galinha como precursor e uma HAP comercial. Determinaram-se valores de microdureza Vickers preliminares para corpos de prova produzidos com HAP de cascas de ovos de galinha, a fim de definir um importante parâmetro experimental para prosseguimento da pesquisa, a força de aplicação do indentador sobre a superfície dos corpos de prova. Outro parâmetro experimental, o tempo de aplicação do indentador, foi definido pela normalização pertinente. Uma vez considerando estes parâmetros experimentais, foram obtidas medidas de microdureza Vickers para novos corpos de prova, tanto para a HAP sintetizada a partir de cascas de ovos de galinha como para a hidroxiapatita comercial para fins comparação de resultados. A caracterização microestrutural dos materiais, bem como de seus corpos de prova, foi realizada pelos ensaios em microscópio eletrônico de varredura, onde obteve-se o tamanho médio das partículas das hidroxiapatitas (comercial e cascas de ovos de galinha), de difração de raioX em conjunto com as análises termogravimétricas feitas para os pós e as imagens de microscopia para determinar tamanhos de partículas.

Comparando-se os resultados de microdureza Vickers obtidos e os dados estatísticos calculados, percebe-se que os mesmos apresentaram uma razoável semelhança, com a média das medidas de dureza Vickers para os corpos de prova de HAP oriunda de cascas de ovos de galinha diferindo em cerca de 10% dos valores da HAP comercial. **PALAVRAS-CHAVE:** Hidroxiapatita, Cascas de Ovos de Galinha, Microdureza Vickers, Caracterização Mecânica e Microestrutura.

ABSTRACT: The proposal of this work is determine one of most important mechanical properties of brittle materials, the hardness. Our work brittle materials are hydroxyapatite (HAP) synthesized using chicken eggs shells as precursors and commercial hydroxyapatite. We have been determined some preliminary Vickers microhardness measurements of this HAP sample, which were used to define an important experimental parameter, that is the indenter application force upon the sample surface. Another important experimental parameter, time of force application, have been determined by pertinent standards. Once assuming this experimental parameters, we have measured the Vickers microhardness to HAP synthesized from chicken eggs shell samples and have compared them with Vickers microhardness measures obtained to commercial HAP samples. These microhardness measures are part of mechanical characterization proposal in this research to these two types of hydroxyapatites. Microstructural characterization to these materials and to the samples produced from them, have been achieved using a field emission scanning electron microscope and have obtained the mean size of these HAP particles, using X-ray diffraction and thermogravimetric analysis too. Comparing the Vickers microhardness results obtained and analyzing the statistical values calculated, could be noted that theses results have a reasonable similarity. The average to samples of hydroxyapatite using chicken eggs shells as precursor differing around 10% of the average to commercial hydroxyapatite samples.

KEYWORDS: Hydroxyapatite, Chicken Eggs Shell, Vickers Microhardness, Mechanical and Microstructural Characterization

1 | INTRODUÇÃO

Com o avanço das pesquisas voltadas ao desenvolvimento de novos materiais biocompatíveis, isto é, materiais que não apresentam rejeições (reações adversas do sistema imunológico à tecidos implantados), os estudos com HAP (hidroxiapatita) tem recebido grande destaque nas últimas décadas, haja vista a similaridade que este material tem com a fase inorgânica dos tecidos ósseos e sua propriedade osteocondutora. Tais características biológicas conferem a mesma, uma qualidade diferenciada como biocerâmica bioativa capaz de ser amplamente utilizada em implantes ósseos [1].

Desde que os implantes ósseos começaram a ser utilizados na medicina e odontologia, não havia tido a possibilidade das Engenharias Mecânica e de Materiais, em conjunto com as Ciências Médicas, de terem em mãos um material

cerâmico que pudesse ser sintetizado para fins de pesquisas e aplicações de tão boa biocompatibilidade óssea quanto este, o que ressalta o caráter interdisciplinar das pesquisas envolvendo HAP, a qual passou a ser estudada e trabalhada apenas nas últimas décadas do século XX, como veremos a adiante. Os primeiros relatos de implantes/enxertos ósseos que obtiveram sucesso são do ano de 1820, quando Walker, apud Shena (1985) [2], realizou o transplante de um osso autógeno (tecido pertencente ao próprio indivíduo) em um homem. No início do século XX, os transplantes ósseos obtiveram grande popularidade na medicina, porém com sucessos questionáveis [2]. Durante a segunda guerra mundial, estimularam-se os enxertos autógenos (aqueles em que o doador é o próprio receptor), alógenos (aqueles em que os doadores e receptores são da mesma espécie) e xenógenos (nos quais doadores e receptores são de espécies distintas). Desde as publicações dos primeiros sucessos com enxertos ósseos alógenos em humanos, no fim da década de 60, êxitos e também equívocos aconteceram na escolha de biomateriais nas técnicas de cirurgia e reabilitação protética, na análise mecânica de problemas e materiais e na terapia periodontal [2].

As pesquisas na área de biomateriais têm visado a obtenção de materiais que satisfaçam os requisitos biomecânicos necessários a um implante e ao mesmo tempo, que sejam compatíveis com o meio bioquímico celular circundante. Devido a semelhança de composição química entre a hidroxiapatita (HAP) e os ossos e dentes dos vertebrados, ela tem sido o principal material pesquisado como biomaterial para implantes ósseos [2]. Quando a hidroxiapatita (HAP) é colocada em contato com o osso, atua inicialmente como uma prótese e, em seguida, como um suporte para regeneração dos tecidos [2]. Hidroxiapatitas (HAP) obtidas por diversos métodos e usando diferentes precursores (elementos a partir dos quais ocorre a síntese) têm sido avaliadas em animais e humanos. E em todos os casos documentados, esse material cerâmico a base de fosfato de cálcio tem demonstrado apresentar um alto grau de biocompatibilidade com tecidos duro e mole [2]. A hidroxiapatita é indicada para recuperação de perdas ósseas, em geral, deformidades ósseas, preenchimentos de alvéolos após extração, regularização de rebordo alveolar, como protetor do complexo dentino/pulpar direto, dentre outras aplicações clínicas na medicina humana e veterinária (inclusive em cirurgias de correção estática e funcional) e na odontologia, na qual é mais usada para evitar perda óssea após restauração ou extração de dentes. Pinos de titânio revestidos com hidroxiapatita são utilizados no implante para substituição da raiz [3]. Outras aplicações deste composto bioquímico têm sido no tratamento de tumores, ainda dentro da área de ciências da saúde, e no setor ambiental. Em tratamentos oncológicos, a hidroxiapatita é usada como suporte para ação prolongada de drogas anticancerígenas. Esses medicamentos são introduzidos no paciente em blocos de HAP porosa, o que permite um tratamento com liberação gradual da droga no organismo (Fulmer et al, 1992) [3]. Na linha de controle ambiental, o composto tem sido trabalhado como catalizador na decomposição de compostos orgânicos clorados poluentes provenientes da indústria metalúrgica e da incineração

do lixo industrial (Nishikawa et al, 1992) [3]. Dentro deste ramo, a hidroxiapatita ainda se revela um catalizador efetivo para desidratação e desidrogenação de álcoois primários para aldeídos e cetonas, a altas temperaturas (Parris e Armor, 1991) [3]. E por fim, a área ambiental contempla mais uma aplicação da hidroxiapatita, pois este composto possui uma elevada capacidade de remover metais pesados, não só da água e solos contaminados, mas também de dejetos industriais (Ma et al, 1993) [3]. Por todas as características descritas anteriormente, que derivam de anos de pesquisas específicas com esse tipo de material, conclui-se que a HAP é um material cerâmico bioativo e que apresenta uma extraordinária biocompatibilidade [4]. Ou seja, todo o conhecimento gerado durante essas últimas décadas de trabalhos científicos com essa biocerâmica, vem sendo voltado para aplicações de interesse das ciências médicas e conseqüentemente, para nós seres humanos. Tendo em vista a importância de suas aplicações, a síntese, a caracterização de sua microestrutura e a determinação das propriedades mecânicas de diferentes tipos de hidroxiapatita, de origens natural e sintética, têm sido determinadas ao longo dos últimos anos de pesquisas, para que uma completa caracterização e um domínio sobre o conhecimento de determinados comportamentos mecânicos deste material biocompatível seja alcançado. Dentro de todo esse vasto contexto, o presente trabalho tem por finalidade imediata a determinação da microdureza Vickers (caracterização mecânica) em conjunto com a caracterização microestrutural (determinação das fases presentes) de uma hidroxiapatita produzida através do método sol-gel [4] e que utiliza a cascas de ovos brancos de galinha como precursor. Fica evidente que, por ser um trabalho pioneiro com o precursor utilizado em conjunto com o próprio método de síntese, esta pesquisa é bastante relevante visando também a continuidade do processo de aquisição conhecimento sobre o material em questão, o que proporcionará uma completa caracterização do mesmo. O conhecimento de algumas propriedades mecânicas desta biocerâmica, pode ser obtido a partir da determinação experimental de microdureza Vickers (HV), por exemplo, o coeficiente de tenacidade a fratura (KIC) e o módulo de elasticidade (E) são outras propriedades que teoricamente podem ser determinadas partindo-se de medições de microdureza. Sendo assim, medidas de microdureza em materiais, além de fornecer-nos a capacidade que o material terá de resistir a uma impressão mecânica, podem contribuir diretamente para a determinação de outras propriedades mecânicas dos mesmos, além dos efeitos do encruamento devido às deformações plásticas causadas no material [5]. Tendo sido exposto esse conteúdo introdutório, tem-se em seqüência, uma revisão bibliográfica onde colocam-se pesquisas importantes e sintonizadas com este presente trabalho, as quais foram realizadas tanto com hidroxiapatitas de origem sintética, como hidroxiapatitas que foram sintetizadas a partir de sistemas biológicos (naturais), tal como é o caso do material em estudo.

2 | METODOLOGIA

Como descrito por Marilza Sampaio et al em [4], devido à grande aplicabilidade que possui, nosso material de estudo, tem sido objeto de várias pesquisas, tanto no campo de desenvolvimento de novos materiais, quanto na área de suas tecnologias de fabricação. Sendo assim, diversos métodos de síntese de hidroxiapatita têm sido investigadas, dentre alguns podemos citar: a precipitação, método de fluxo, pirólise, técnica hidrotérmica, eletrocristalização, liofilização, irradiação por micro-ondas e o método sol-gel [17]. Na pesquisa citada acima, os autores aplicam o método sol-gel à síntese de hidroxiapatita, já que segundos os mesmos [4], este método apresenta algumas vantagens em relação aos outros métodos, como por exemplo: condições reacionais de baixas temperaturas sem utilização de vácuo e alta pureza dos produtos obtidos. Além disso, os produtos obtidos via a utilização do método sol-gel possuem uma granulometria de cristais cujo tamanho varia do submícron ao nanometro, o que favorece sua utilização como biomaterial e também como catalizador. Os pesquisadores utilizaram uma reação sol-gel (com controle de pH, temperatura, tempo de envelhecimento das soluções, etc.), junto com o tratamento térmico dos produtos precipitados no meio aquoso.

Após o estudo detalhado das reações, verificou-se que a rota mais adequada é a que utiliza o $\text{Ca}(\text{OH})_2$ em presença de ácido fosfórico em meio amoniacal (ilustrada na equação VII). Foi observado que a reação em pH entre 10 e 11 e com relação $\text{Ca/P} = 1,67$ produziu os melhores resultados, com a identificação da fase hidroxiapatita pura no produto reacional. Os pós produzidos pelos diferentes métodos foram tratados termicamente nas temperaturas de 600 oC, 800 oC, 1000 0C. Após o tratamento térmico, os pós foram analisados por técnica de difração de raios-X (DR-X), caracterizando a hidroxiapatita produzida. A partir da melhor rota estabelecida, foi adotada, em 2014, a seguinte metodologia para a obtenção e posterior caracterização de hidroxiapatita oriunda da casca do ovo da galinha [4]:

- Síntese do composto hidroxiapatita pelo método sol-gel;
- Separação e secagem do precipitado do meio reacional;
- Tratamentos térmicos do precipitado a diferentes temperaturas, entre 600 °C e 1000 °C;
- Caracterização dos pós obtidos a partir de DR-X, MEV, B.E.T. e medição de tamanho de partícula;
- Análise do efeito da mudança da metodologia de síntese por precipitação, feita no estudo anterior, para a metodologia sol-gel, sobre a morfologia, cristalinidade e tamanho de partícula do produto.

Uma vez tendo obtido os pós provenientes da pesquisa acima, buscou-se produzir corpos de prova com esse material particulado de hidroxiapatita, afim de realizar-se as medições de microdureza Vickers sobre a superfície dos mesmos.

Com a finalidade de produzir os primeiros corpos de prova de hidroxiapatita

sintetizada a partir de cascas de ovo de galinha, os quais foram destinados a testes preliminares (que serão expostos e discutidos no próximo capítulo) para determinação dos parâmetros experimentais que seriam usados na pesquisa, utilizou-se uma prensa hidráulica uniaxial modelo Contenco Pavitest. Nesta, foi aplicada uma força média de compressão de 4000 kgf durante 20 minutos, afim de formar os corpos de prova de hidroxiapatita que seriam utilizados na definição dos parâmetros experimentais. Como o diâmetro da matriz cilíndrica de aço temperado 4340, era de 24 mm, pôde-se obter uma tensão média durante a prensagem de aproximadamente 86,8 MPa.

Ainda durante essa fase inicial, os corpos de prova foram sinterizados durante duas horas à temperatura de 1000°C, tendo sido aquecidos a partir da temperatura ambiente a uma taxa média de 10,7°C por minuto, aproximadamente.

Um destes dois corpos de prova produzidos (o que estava completamente íntegro após a sinterização) foi testado no microdurômetro da marca Panambra, modelo Pantec HDX-1000TM (figura 13), afim de definir o melhor (quanto à definição da impressão resultante deixada sobre a superfície do corpo) parâmetro de força a ser usado no penetrador/indentador.

O parâmetro de tempo de atuação do penetrador Vickers do microdurômetro foi de 15 segundos, já que a norma ASTM C1327 – 08 [28] indica que deve ser usado um intervalo de tempo de 10 a 15 segundos de atuação. Neste caso, decidimos por usar o tempo máximo de atuação do penetrador, a fim de termos impressões definidas o máximo que pudéssemos, haja vista a falta de contraste que o material (hidroxiapatita) apresenta.

Antes de serem realizadas as medições de microdureza Vickers preliminares, a superfície do corpo de prova a ser testada, foi devidamente lixada com uma lixa Norton T223 granulometria 400.

Tendo sido definido o parâmetro de 200 gf para a força aplicada pelo indentador, visto que foi o parâmetro que ocasionou uma impressão resultante mais bem definida dentre os testados (50 gf, 100 gf e 200 gf), e o tempo de aplicação da força tendo sido fixado em 15 segundos (com auxílio da norma já mencionada), novos corpos de prova de hidroxiapatita derivada de cascas de ovos de galinha e de hidroxiapatita comercial foram produzidos, afim de se ter dados para confrontação das medidas tomadas para o material produzido pelo grupo de pesquisa.

Dando continuidade à pesquisa com os parâmetros experimentais já definidos, produziu-se 6 (seis) corpos de prova de hidroxiapatita sintetizada a partir de cascas de ovos de galinha e 3 (três) corpos de prova de hidroxiapatita comercial. Para tanto, utilizou a prensa hidráulica uniaxial da fabricante M. Moutinho – Máquinas Operatrizes, Ferramentas em Geral e Abrasivos, modelo EVA 6052.

Para a conformação dos corpos de prova, utilizou-se uma matriz de aço 4340 com 15,20 mm de diâmetro e uma força de 4000 kgf durante 20 minutos, totalizando uma tensão média aplicada de aproximadamente 216,25 MPa.

Medidas das dimensões dos corpos de prova foram realizadas antes e depois do

processo de sinterização dos mesmos, sendo utilizado para tanto, um paquímetro digital da marca LEE TOOLS, modelo 684132 e duas balanças conferiram as respectivas massas dos corpos de prova antes e pós-sinterização.

A preparação dos corpos de prova envolveu novamente duas etapas: o procedimento de sinterização, o qual foi repetido, ou seja, realizado durante duas horas a temperatura de 1000 °C para todos os novos corpos de prova produzidos, com a mesma taxa média de aquecimento que o anterior, utilizando o mesmo forno Mufla já descrito e os lixamentos das superfícies dos corpos de prova antes dos ensaios de microdureza Vickers, que foram realizados com o mesmo modelo de lixa também mencionado anteriormente.

Foram utilizados para os ensaios de microdureza Vickers que podem proporcionar trincamento nas superfícies dos corpos de prova, dois corpos de prova. Um de cada tipo de hidroxiapatita (casca de ovo e comercial). Realizaram-se três indentações Vickers em cada um destes corpos de prova utilizando o microdurômetro do LACAM, já mencionado anteriormente. As indentações que buscaram causar trincas nas superfícies dos corpos de prova foram feitas com cargas de 300 gf, 500 gf e 1000 gf durante 30 s de aplicação do indentador em cada uma das superfícies [8]. As imagens de algumas destas indentações serão exibidas no próximo tópico.

Três procedimentos foram realizados a fim de caracterizar estruturalmente os materiais e corpos de prova produzidos com os mesmos, foram realizadas as análises microscópicas com os pós das duas hidroxiapatitas utilizadas nesta pesquisa, difração de raio-X em corpos de prova e pós e a análise termogravimétricas de ambos os pós.

3 | RESULTADOS

Sendo assim, após ensaios de microdureza Vickers realizados nos corpos de prova preliminares, definiu-se que o parâmetro de força a ser utilizado na pesquisa seria o de 200 gf, pois garantiria melhor nitidez, haja vista a falta de contraste que os corpos de prova de hidroxiapatita possuem, dentre os testados (50 gf, 100 gf, 200 gf). Valores mais elevados, 300 gf, 500 gf, 1000 gf não foram testados devido a propensão que eles já oferecem a formação de possíveis trincas, o que descartaria as indentações. O parâmetro de tempo definido foi de 15 s, já que é o tempo mínimo estabelecido em norma para os testes de microdureza Vickers no tipo de material que temos.

Ponto	Força (gf)	Microdureza Vickers (HV)
A	100	52,25
B	100	49,07
C	200	38,46
D	50	95,10

Tabela 1 – Valores preliminares de microdureza Vickers medidos em função das forças aplicadas.

As figuras a seguir ilustram dois histogramas das medidas de microdureza Vickers nos corpos de prova de hidroxiapatita sintetizada usando cascas de ovos de galinha como precursor e o histograma plotado para as medidas feitas nos corpos de prova de hidroxiapatita comercial, mostram no eixo das ordenadas o número de medidas e no eixo das abscissas o intervalo dentro do qual a referente quantidade de medidas foi observada.

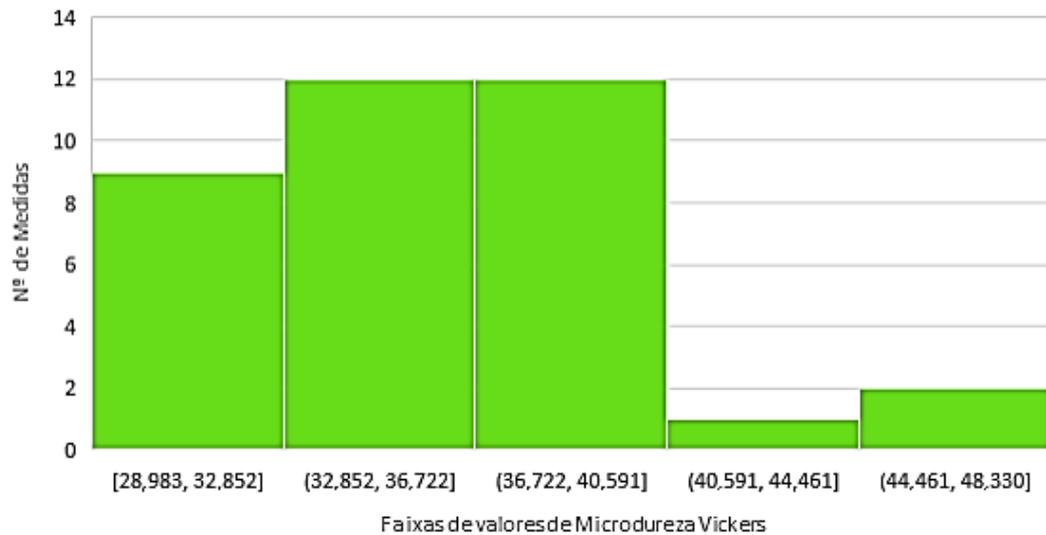


Figura 1: Histograma de Microdureza Vickers dos Corpos de prova de HAP de Cascas de Ovos de Galinha

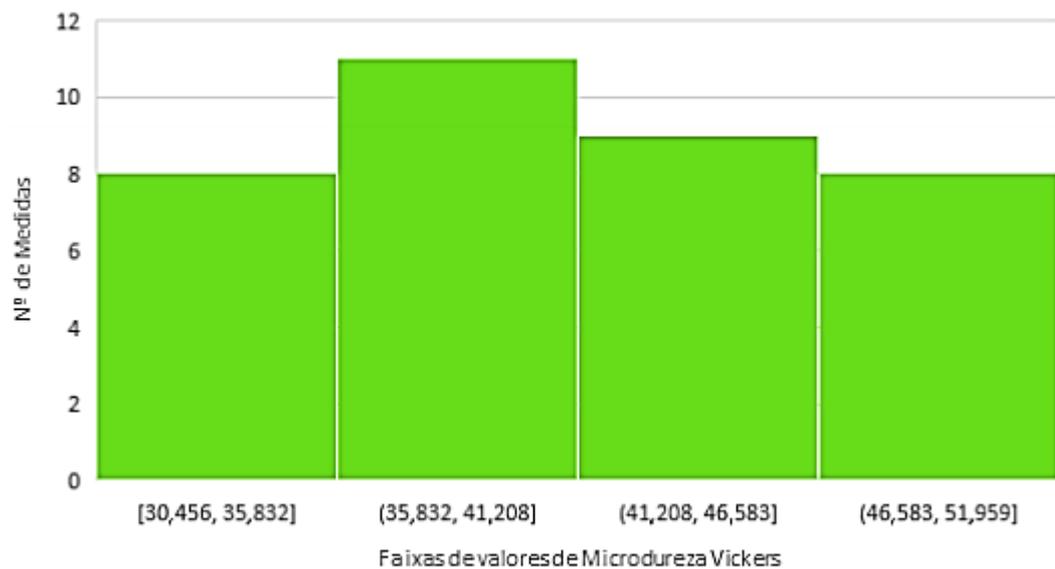


Figura 2: Histograma de Microdureza Vickers dos Corpos de prova de HAP Comercial

Estatística das Medições

- Média = 40,860 HV

- Desvio Padrão = 5,952
- Amplitude = 21,503 HV

Apenas para efeitos de comparação, se ambas as distribuições de medidas de microdureza Vickers fossem assumidas como sendo distribuições normais, a gaussiana considerando média e desvio padrão das medidas feitas nos corpos de prova de hidroxiapatita sintetizada usando cascas de ovos de galinha como precursor e a gaussiana para a média e desvio padrão das medidas realizadas nos corpos de prova de hidroxiapatita comercial, se apresentariam com ilustra a figura 30. Pode-se notar, que devido a dispersão dos valores em torno da média das medidas realizadas nos corpos de prova de hidroxiapatita comercial conter a média dos valores mensurados para os corpos de prova de hidroxiapatita de cascas de ovos de galinha, temse uma significativa interseção entre as duas gaussianas, deixando claro uma razoável congruência entre as medidas de microdureza Vickers para os dois tipos de corpos de prova. O gráfico da figura 30, que considera as distribuições como sendo normais, foi plotado on line http://www.walterzorn.de/en/grapher/grapher_e.htm.

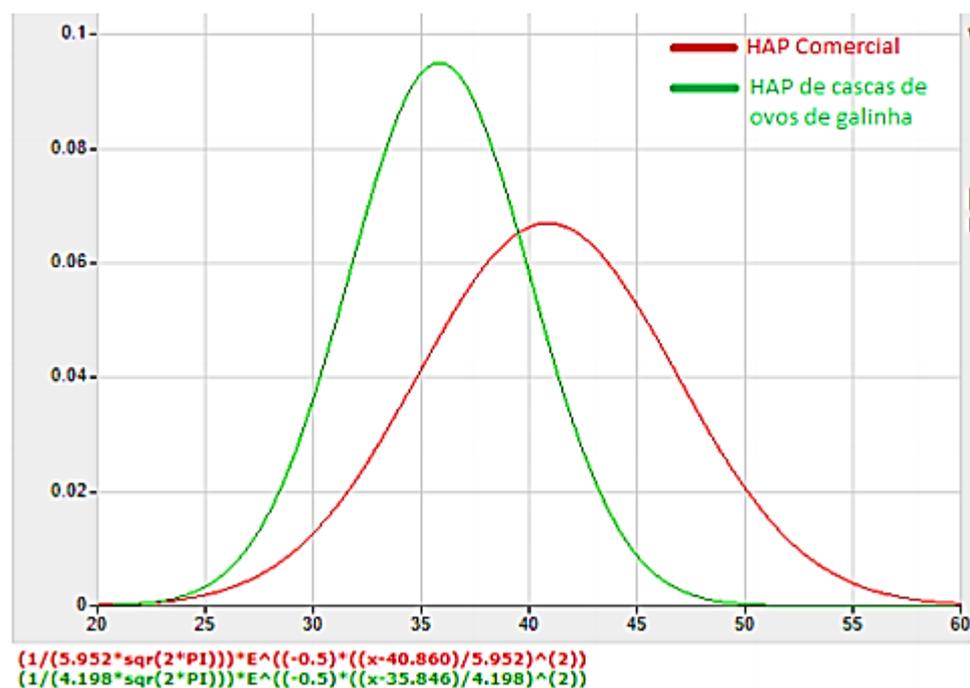


Figura 3: Gaussianas considerando as estatísticas das medidas de Microdureza Vickers.

As indentações realizadas na tentativa de trincar os corpos de prova, tanto da HAP comercial quanto da HAP sintetizada a partir de cascas de ovos de galinha, não foram eficientes nesse sentido, haja vista que estas indentações apenas produziram impressões nos corpos de prova sem trincar-los.

Através da MEV foi possível realizar a determinação dos tamanhos de partículas dos pós das hidroxiapatitas comercial e oriunda de cascas de ovos de galinha. Nas figuras abaixo, nota-se que as partículas do pó de HAP de cascas de ovos de galinha

são maiores do que as partículas do pó comercial, o que explica um maior grau de compactação alcançado na produção dos corpos de prova de hidroxiapatita comercial, ou seja, ajuda a entender as maiores densidades, no geral, observadas para os corpos de prova deste material.

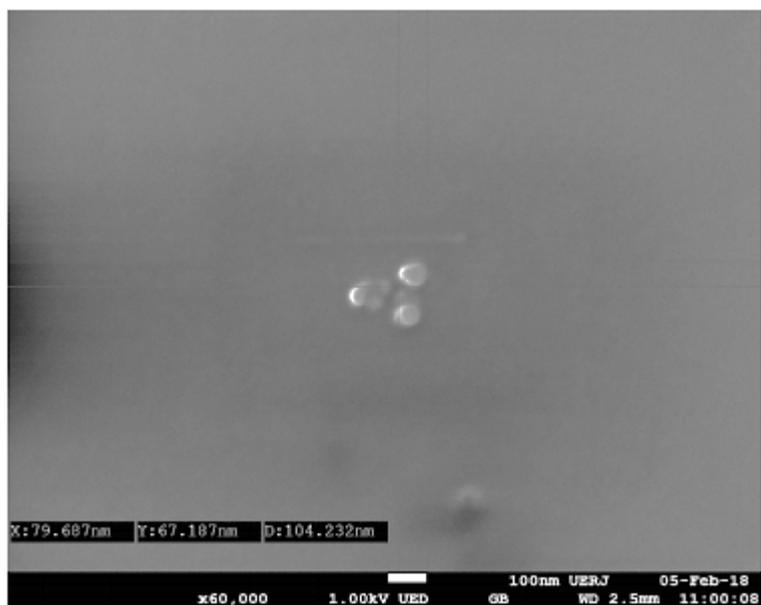


Figura 4: Tamanho de partícula do pó de HAP comercial

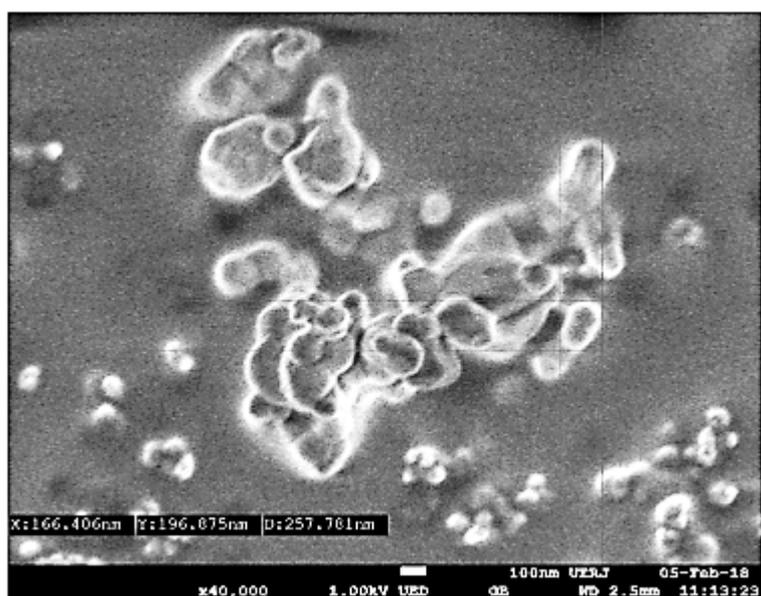


Figura 5: Tamanho de partícula do pó de HAP de cascas de ovos

Os refinamentos obtidos a partir das difrações de raio-X para os pós das hidroxiapatitas utilizadas nesta pesquisa, para os corpos de provas produzidos com os dois materiais, bem como comparações executadas entre os refinamentos dos pós e dos corpos de prova, encontram-se ilustrados nas figuras a seguir:

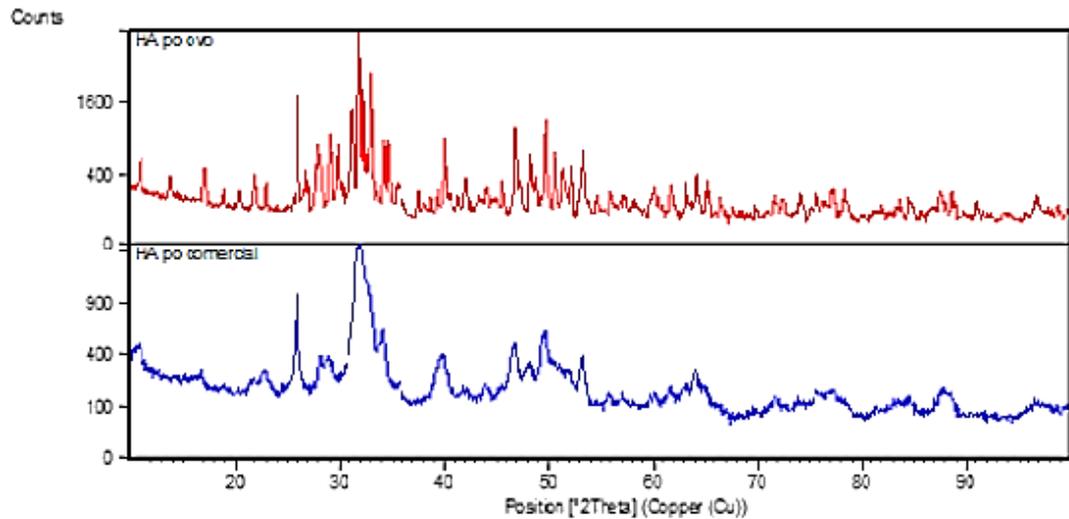


Figura 6: Comparação dos Difratomogramas dos pós das HAP usadas no trabalho.

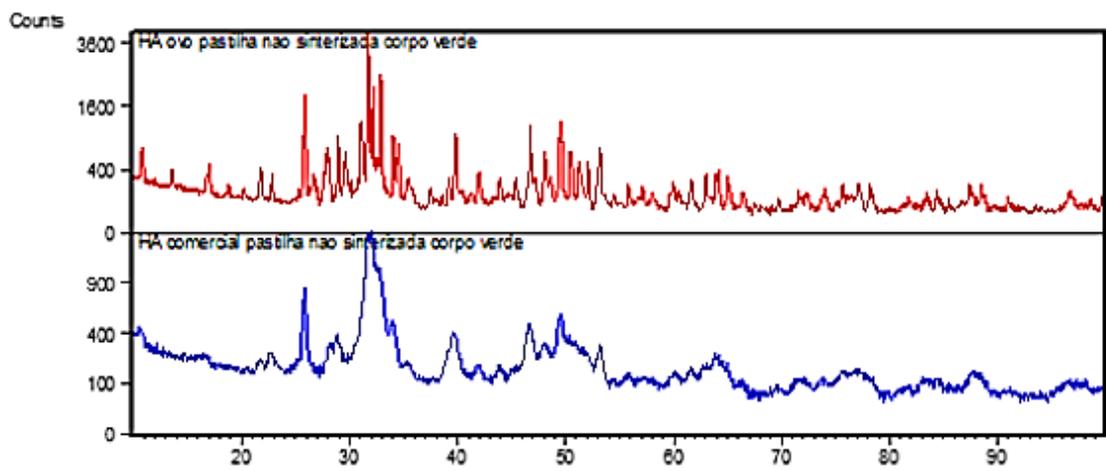


Figura 7: Comparação entre os difratogramas de um corpo de prova de HAP de casca de ovo e um de HAP comercial, ambos não sinterizados.

Em todas as figuras, a linha vermelha é o difratograma ajustado pelo método de Rietveld segundo o software TOPAS, a azul representa o difratograma experimental dado pelo teste de difração de raio-X e a linha cinza, representa a diferença entre as linhas azul e vermelha respectivamente.

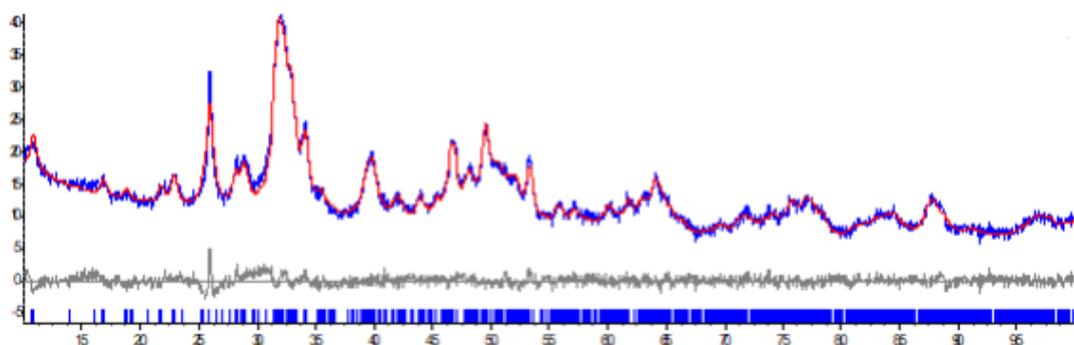


Figura 8: refinamento do difratograma do pó

A tabela 2, a seguir, mostra as fases presentes em cada amostra testada na difração de raio-X e com isso, favorece a uma análise comparativa melhor entre cada uma destas amostras cujos difratogramas pode-se observar acima.

Refinamento	HAP	β -TCP	Whitiloquita
Difratograma do pó de HAP comercial	100%	—	—
Difratograma de corpo de prova de HAP comercial não sinterizado	100%	—	—
Difratograma do pó de HAP de casca de ovo de galinha	61,10%	1,29%	37,61%
Difratograma de corpo de prova de HAP de casca de ovo de galinha não sinterizado	64,86%	0,25%	34,89%
Difratograma de corpo de prova sinterizado de HAP de casca de ovo de galinha	11,38%	5,15%	83,47%
Difratograma de corpo de prova sinterizado e ensaiado de HAP de casca de ovo de galinha	8,59%	5,61%	85,80%
Difratograma de corpo de prova sinterizado de HAP comercial	45,11%	3,12%	51,77%
Difratograma de corpo de prova sinterizado e ensaiado de HAP comercial	39,32%	9,64%	51,04%

Tabela 2 – Fases presentes nas amostras de HAP testadas na difração de raios-X.

A etapa de calcinação, a qual ocorre no processo de sintetização da hidroxiapatita oriunda de cascas de ovos de galinha, e de sinterização dos corpos de prova, diminuem a concentração da fase HAP com o aumento da concentração da fase Whitiloquita. Além disso, o efeito da temperatura sobre os pós (comercial e sintetizado) transformam a característica da organização cristalina da fase HAP. Os pós como recebidos apresentam os picos característicos da fase HAP, entre os ângulos de 31 e 34 graus sem separação, indicando uma fase de pouca organização atômica, conforme mostrado nas figuras 37 e 38. Com o efeito da temperatura, os átomos na estrutura cristalina da fase HAP termalizam e ocupam as posições esperadas na estrutura (monoclínica). Nesta situação, os planos referentes a Hidroxiapatita ficam definidos, entre os ângulos de 31 e 34 graus.

As figuras 9 e 10 abaixo exibem os gráficos obtidos a partir dos resultados das análises termogravimétricas dos pós das duas hidroxiapatitas trabalhadas.

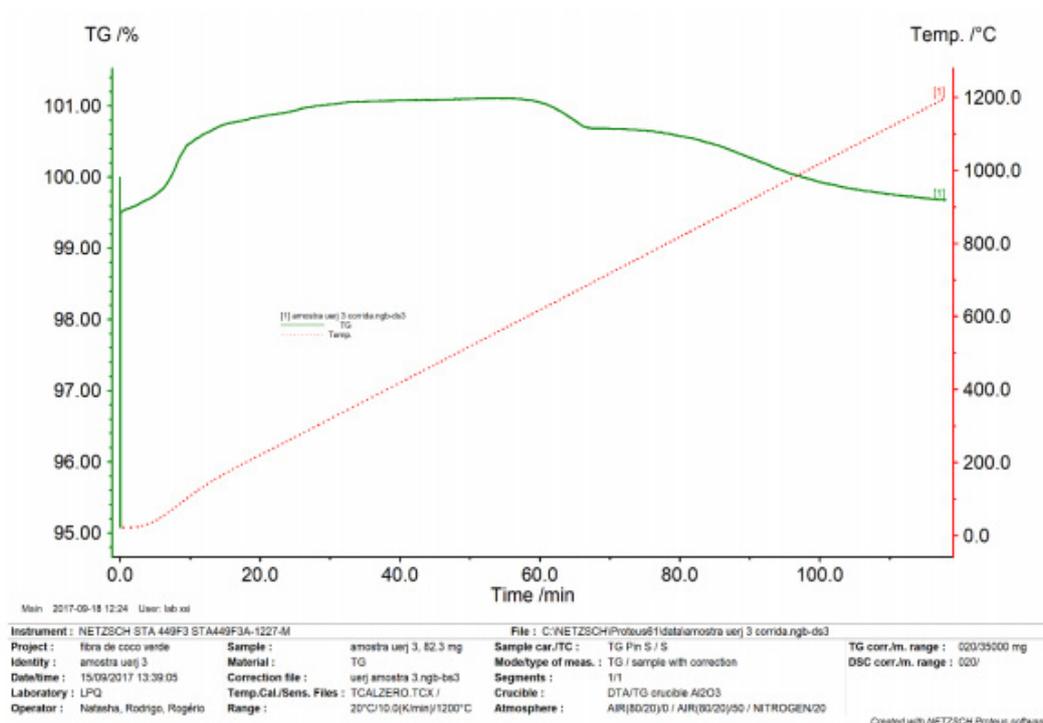


Figura 9: Análise Termogravimétrica do pó de HAP da casca do ovo.

Nota-se na figura 9, um significativo ganho de massa na amostra do pó de hidroxiapatita sintetizada a partir de cascas de ovos de galinha próxima a 100 °C, referente ao processo de vaporização de água que estava presente no material, ou seja, ocorre uma desidratação do material nesta etapa. Posteriormente, observa-se uma perda de massa em torno de 1000 °C, possivelmente associado a adsorção de gases durante essa etapa do teste, levantando a suspeita de que este material seja microporoso. Como há uma acentuada adsorção, a suspeita de microporosidade da hidroxiapatita sintetizada a partir de cascas de ovos de galinha pode vir a ser confirmada por uma análise de BET em um trabalho futuro.

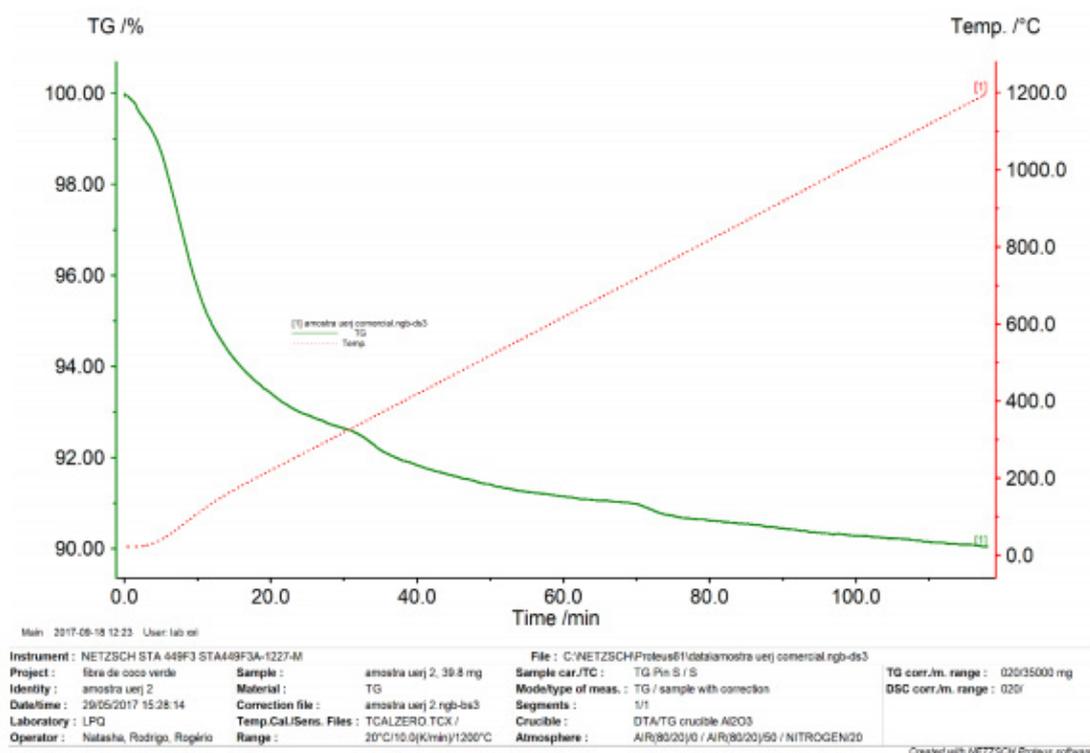


Figura 10: Análise Termogravimétrica do pó de HAP comercial.

Os resultados das análises de ATG/ATD mostram que a amostra de hidroxiapatita comercial também apresenta uma diminuição da massa inicial próxima de 100 °C, que está relacionada à perda da água fisicamente adsorvida na superfície da matriz cerâmica. Observa-se também uma perda de massa contínua durante o processo, diferentemente do teste de termogravimetria realizado com o pó sintetizado a partir de cascas de ovos de galinha.

4 | CONCLUSÃO

Tendo em vista as medidas de microdureza Vickers realizadas com os corpos de prova de hidroxiapatita sintetizada pelo método sol-gel utilizando cascas de ovos brancos de galinha como precursor e com os corpos de prova de HAP comercial, nota-se, por uma simples análise dos dados estatísticos calculados a partir das medições, que a média dos valores mensurados para os corpos de prova do pó comercial é maior que a média calculada a partir dos valores medidos nos corpos de prova do pó de cascas de ovos. E que, a dispersão em torno da média das medidas feitas nos corpos de prova de hidroxiapatita comercial é também maior do que a dispersão das medições realizadas nos corpos de prova de HAP que usa cascas de ovos de galinha como precursor. A observação dos dados estatísticos obtidos, ainda nos permite verificar que a média calculada para os valores de microdureza Vickers nos corpos de prova do material sintetizado a partir de cascas de ovos, está contida dentro da dispersão em torno da média obtida para os corpos de hidroxiapatita comercial, ou

seja, o desvio padrão observado nas medições para a HAP comercial engloba a média obtida para os valores verificados nos corpos de prova de hidroxiapatita de cascas de ovos de galinha. A maior densidade dos corpos de prova de hidroxiapatita comercial em relação aos de cascas de ovos de galinha, ajuda a entender a média mais elevada de valores medidos de microdureza Vickers para este material em relação à média calculada para as medidas realizadas nos corpos de prova de HAP de cascas de ovos de galinha. Com isso, tem-se uma grande interseção entre as curvas gaussianas plotadas para ambas as medições, como pode ser visto na figura 30, o que mostra uma razoável congruência entre os valores de microdureza Vickers medidos para ambos os materiais, com as médias das medidas diferindo em apenas 12,27%. Não houve a possibilidade de determinação do coeficiente de tenacidade à fratura devido a não formação de trincas nas bordas das indentações visualizadas no MEV, ou seja, os corpos de prova das duas hidroxiapatitas não estavam frágeis o suficiente para trincarem com as cargas aplicadas para esta finalidade. O que sugere uma elevação nas cargas a serem aplicadas ou em uma maior compactação dos corpos de prova. 61 Com relação a análise de MEV, observou-se que o tamanho médio das partículas de HAP comercial são, em geral, menores do que as de HAP de cascas de ovos de galinha, o que ajuda a entender a maior compactação/densidade dos corpos de prova de HAP comercial e por consequência direta, a maior média de microdureza Vickers observada nos mesmos. Baseando-se nos difratogramas obtidos das análises de difração de raio-X, vale ressaltar que a congruência razoável observada, para as medidas de microdureza Vickers a partir dos dados estatísticos calculados, poderia ser ainda maior caso não houvesse as discrepâncias entre as fases presentes (hidroxiapatita, β -TCP e whitiloquita) nos corpos de provas sinterizados e ensaiados no microdurômetro para os dois tipos de materiais. Ou seja, devido as diferenças existentes nas porcentagens das fases observadas nas amostras utilizadas para medição de microdureza, as medidas não puderam ter dados estatísticos com maior congruência do que a observada. Para a análise termogravimétrica observa-se para a hidroxiapatita comercial uma gradual perda de massa a partir de 100 °C (pó de HAP comercial mostra uma única fase presente) e para a HAP de casca de ovo, um significativo ganho de massa em torno desse mesmo patamar de temperatura com consequente perda de massa a cerca de 1000 °C. Este comportamento distinto está relacionado às três fases presentes no pó de HAP oriunda de cascas de ovos de galinha. Além disso, suspeita-se que este último material citado seja microporoso devido à acentuada adsorção de gases em torno de 1000 °C.

REFERÊNCIAS

Prado da Silva, M. H., Fernandes, T. J., de Oliveira, F. M., Tudeb, E. M. O., **Caracterização Físico-Química da Associação da Hidroxiapatita Nanométrica à Albumina Bovina (BSA)**, 2012.

Andrade, A. L., **Síntese, Caracterização, Testes e Uso da HAP-91 Obtida a Partir da Calcita**, Dissertação de Mestrado - UFMG, 1998.

Mavropoulos, E., **A Hidroxiapatita como Absorvedor de Metais**, Dissertação de Mestrado – Fundação Oswaldo Cruz – Escola Nacional de Saúde Pública, 1999.

Sampaio, M. A., Di Lello, B. C., de Campos, J. B., **Síntese de Hidroxiapatita Nanométrica pelo Método Sol-Gel a Partir de Materiais Biológicos**, 21º CBECIMAT, Cuiabá, MT, Brasil 2014.

Zisis, T., Giannakopoulos, A. E., **Analysis of Knoop Indentation Strain Hardening Effects**, International Journal of Solids and Structures 48 3217 – 3231, 2011.

Campos, J. B., Gomes L. C., Di Lello, B. C., Sampaio, M. A., **Síntese e Caracterização de Fosfato de Cálcio a Partir da Casca de Ovo de Galinha**, Cerâmica vol. 58 nº. 348, 2012.

D. A. Oliveira, P. Benelli, E. R. Amante, **Síntese e caracterização de fosfatos de cálcio a partir da casca de ovo de galinha**, 2nd Int. Workshop Adv. Cleaner Prod., S.Paulo, SP, Brasil, 1-11, 2009.

Ximenes, Matheus Costa. **Análise da Tenacidade à Fratura para o Carbetto de Boro a Partir dos Ensaios de Dureza Vickers e Knoop.**, Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica – (Mecânica dos Sólidos) – Programa de Pós-graduação em engenharia mecânica, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016.

Agência Brasileira do ISBN
ISBN 978-85-7247-244-9

