



# 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](http://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

<b>CAPÍTULO 1</b> .....	<b>1</b>
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	
<b>DOI 10.22533/at.ed.4491904041</b>	
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	<b>12</b>
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	
<b>DOI 10.22533/at.ed.4491904042</b>	
<b>CAPÍTULO 3</b> .....	<b>26</b>
MEMBRANAS MICROFIBROSAS DE POLI (L-ÁCIDO LÁCTICO) (PLLA) PARA REPARO ÓSSEO	
Bárbara Etruri Ciocca	
<b>DOI 10.22533/at.ed.4491904043</b>	
<b>CAPÍTULO 4</b> .....	<b>32</b>
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	
<b>DOI 10.22533/at.ed.4491904044</b>	
<b>CAPÍTULO 5</b> .....	<b>42</b>
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	
<b>DOI 10.22533/at.ed.4491904045</b>	

**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**

<b>CAPÍTULO 11</b> .....	<b>124</b>
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	
<b>DOI 10.22533/at.ed.44919040411</b>	
<b>CAPÍTULO 12</b> .....	<b>136</b>
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	
<b>DOI 10.22533/at.ed.44919040413</b>	
<b>CAPÍTULO 13</b> .....	<b>151</b>
COMPORTAMENTO DO CONCRETO EM RELAÇÃO AO ATAQUE QUÍMICO POR SULFATOS	
Amanda Gabriela Dias Maranhão	
Fuad Carlos Zarzar Júnior	
Romilde Almeida de Oliveira	
<b>DOI 10.22533/at.ed.44919040414</b>	
<b>CAPÍTULO 14</b> .....	<b>162</b>
DURABILIDADE DE ESTRUTURAS CIMENTÍCIAS SUBMETIDAS A ATAQUES DE ÍONS SULFATOS	
Artur Buarque Luna Silva	
Fuad Carlos Zarzar Júnior	
Romilde Almeida de Oliveira	
<b>DOI 10.22533/at.ed.44919040415</b>	
<b>CAPÍTULO 15</b> .....	<b>170</b>
SUGARCANE BAGASSE ASH INTO SILICON PRODUCTS	
Angel Fidel Vilche Pena	
Agda Eunice de Souza	
Silvio Rainho Teixeira	
<b>DOI 10.22533/at.ed.44919040416</b>	
<b>CAPÍTULO 16</b> .....	<b>177</b>
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	
<b>DOI 10.22533/at.ed.44919040417</b>	
<b>CAPÍTULO 17</b> .....	<b>183</b>
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**

## 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 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 hidroxiapatita (HAP) tem sido objeto de muitas pesquisas em diversas áreas, principalmente na sua utilização como implante ósseo. O método de obtenção por sol-gel foi escolhido para ser utilizado neste trabalho. Durante a execução da reação, o tempo de gotejamento dos reagentes influencia as características morfológicas e cristalográficas da hidroxiapatita obtida. Neste trabalho, os pós de hidroxiapatita foram sintetizados pelo método sol-gel, com o uso de ovos de galinha como precursores do carbonato de cálcio. Primeiramente as cascas dos ovos foram lavadas e calcinadas a  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$  para obtenção de óxido de cálcio (CaO) que foi reagido com água para conversão em  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . A adição de ácido fosfórico a  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  foi então realizada sob aquecimento e controle de pH entre 9 e 11 por adição de  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Neste ponto, várias taxas de adição de reagentes foram estudadas, como adição direta e adição por gotejamento. O gel foi filtrado e lavado com água deionizada com a finalidade de remover qualquer coproduto de reação. A hidroxiapatita verde foi seca em forno por 12h a  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ . O último estágio da síntese consistiu na calcinação do material obtido após secagem a uma temperatura de  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ . As amostras foram caracterizadas por difração de raios X, que foi realizada para obter a caracterização cristalográfica de sólidos e por Espectrometria de Energia Dispersiva de

Raios X, para identificar os elementos químicos presentes. A análise dos espectros de DRX dos pós obtidos mostrou que a taxa de adição dos reagentes influenciou na composição e no grau de transformação de fase dos pós obtidos. Dependendo da adição dos reagentes, obteve-se a hidroxiapatita como fase pura ou como fase amorfa com uma mistura de vários óxidos de cálcio. Na amostra 100% HAP, as medidas de EDS indicaram a presença de Ca, O e P, sem qualquer contaminação.

**PALAVRAS-CHAVE:** Hidroxiapatita, Cascas de Ovos de Galinha, Velocidade de adição de reagentes.

**ABSTRACT:** A hidroxiapatita (HAP) tem sido objeto de muitas pesquisas em diversas áreas, principalmente na sua utilização como implante ósseo. O método de obtenção por sol-gel foi escolhido para ser utilizado neste trabalho. Durante a execução da reação, o tempo de gotejamento dos reagentes influencia as características morfológicas e cristalográficas da hidroxiapatita obtida. Neste trabalho, os pós de hidroxiapatita foram sintetizados pelo método sol-gel, com o uso de ovos de galinha como precursores do carbonato de cálcio. Primeiramente as cascas dos ovos foram lavadas e calcinadas a 1000 ° C para obtenção de óxido de cálcio (CaO) que foi reagido com água para conversão em Ca (OH) 2. A adição de ácido fosfórico a Ca (OH) 2 foi então realizada sob aquecimento e controle de pH entre 9 e 11 por adição de NH<sub>4</sub>OH. Neste ponto, várias taxas de adição de reagentes foram estudadas, como adição direta e adição por gotejamento. O gel foi filtrado e lavado com água desionizada com a finalidade de remover qualquer co-produto de reação. A hidroxiapatita verde foi seca em forno por 12h a 300 ° C. O último estágio da síntese consistiu na calcinação do material obtido após secagem a uma temperatura de 1000 ° C. As amostras foram caracterizadas por difração de raios X, que foi realizada para obter a caracterização cristalográfica de sólidos e por Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios X, para identificar os elementos químicos presentes. A análise dos espectros de DRX dos pós obtidos mostrou que a taxa de adição dos reagentes influenciou na composição e no grau de transformação de fase dos pós obtidos. Dependendo da adição dos reagentes, obteve-se a hidroxiapatita como fase pura ou como fase amorfa com uma mistura de vários óxidos de cálcio. Na amostra 100% HAP, as medidas de EDS indicaram a presença de Ca, O e P, sem qualquer contaminação.

**KEYWORDS:** Hydroxyapatite, Chicken Hulls, Reagent Addition Rate.

## 1 | INTRODUÇÃO

A hidroxiapatita (HA) é um dos compostos da família de fosfatos de cálcio ( $\text{HA} - \text{Ca}(\text{P04})_6(\text{OH})_2$ ) e é um dos materiais mais atrativos para uso comercial devido à sua vasta aplicação em vários campos, tal como: investigações como material de implante, como sistema de cobertura para superfícies de estruturas metálicas, como catalisador, suporte para catalisadores, fertilizantes, e no tratamento de efluentes. Em função deste fato, ela tem sido largamente estudada nos campos da pesquisa teórica e aplicada.

Recentemente, o interesse principal na síntese de hidroxiapatitas não é somente controlar sua estequiometria, mas também controlar a características de forma, tamanho e aglomeração das suas partículas, pois foi demonstrado que muitas das suas aplicações dependem, principalmente, destas características texturais. O controle sobre a microestrutura dos pós é um grande desafio dos métodos de síntese, pois se sabe que com o controle da nucleação e do crescimento do cristal, é possível obter produtos com uniformidade de tamanho e forma de partículas.

A hidroxiapatita pode ser sintetizada de várias formas, sendo o método mais comum a precipitação, com os quais quantidades apreciáveis de material são obtidas e economicamente facilmente reproduzível. No entanto, deve controlar o pH, a temperatura da reação, o tempo de reação, a atmosfera de tratamento e relação Ca / P de os reagentes, para evitar o aparecimento de outras fases tais como  $\beta$ -TCP, que não apresentam as mesmas aplicabilidades da hidroxiapatita.

Dependendo do método de síntese (síntese em fase sólida, através do processo sol-gel, por tratamento Hidrotérmico com irradiação de micro-ondas, ou de fusão precursores sólidos a altas temperaturas, etc.) utilizado para a produção de Hidroxiapatita, diferentes tipos de material serão obtidos.

O método sol-gel aplicado à síntese de hidroxiapatita tem apresentado inúmeras vantagens sobre as outras metodologias de síntese, tais como: condições reacionais de baixas temperaturas, sem utilização de vácuo e com alta pureza dos produtos obtidos. Neste método, a avaliação dos parâmetros de síntese utilizados é muito importante, pois variações no tipo de percussor usado, na temperatura, agitação, pH e tempo de envelhecimento da solução, temperatura e tempo de secagem e de calcinação, dentre outros parâmetros reacionais, fazem com que diferentes fases da hidroxiapatita sejam obtidas, sendo possível obter pós nanométricos, de natureza dispersa e alta estabilidade. A necessidade de obter HA nanométrica com características específicas tem levado pesquisadores a avaliar o uso da técnica sol-gel na síntese dos pós. Esta técnica exerce influência na cristalinidade, na morfologia e na quantidade de fase do material obtido.

A obtenção de hidroxiapatita com uma granulometria de cristais com tamanho de submícron a nano favorece a sua utilização, tanto como biomaterial, quanto como catalisador.

Este projeto sugere a utilização de casca de ovos de galinha como fontes fornecedoras de cálcio para a síntese de hidroxiapatita pelo método sol-gel (com controle de pH, temperatura, tempo de envelhecimento das soluções, etc.), conjugada ao tratamento térmico dos produtos precipitados no meio aquoso.

O objetivo será verificar a influência da velocidade de adição do ácido fosfórico, já que este parâmetro é um fator importante na formação da Hidroxiapatita, por ser responsável pela mudança do pH da fase sol.

## 2 | METODOLOGIA

Os pós de hidroxiapatita serão sintetizados com a utilização de cascas de ovos de galinha como percussores de carbonato de cálcio. Primeiramente todos os resíduos das cascas de ovos serão lavados em água corrente para a retirada das impurezas. O tratamento físico-químico consiste na calcinação realizada em forno mufla com temperatura de 1000 °C por 2h e tem como objetivo a queima e volatilização de qualquer material orgânico agregado ao material biológico. Através da etapa de calcinação obteremos como produto o óxido de cálcio (CaO) que será reagido com água deionizada em excesso, sob agitação constante, com o objetivo de sua total conversão em  $\text{Ca(OH)}_2$ . Com a presença da espécie  $\text{Ca(OH)}_2$  proveniente da conversão dos restos biológicos no meio aquoso, será realizada a adição de ácido fosfórico em diversas velocidades, mantendo-se o pH controlado entre 9,0 e 11,0, através da adição em paralelo de  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Neste ponto duas velocidades de adição dos reagentes foram estudadas, 5 mL/min (rápida) e 20 mL/min (lenta), já que a velocidade de gotejamento está diretamente relacionada à cinética da reação. O meio foi mantido com agitação constante e aquecimento. Ao final do processo o gel foi obtido.

O gel foi deixado em repouso para decantar e, posteriormente foi filtrado e lavado com água deionizada com o objetivo da retirada de qualquer coproduto reacional. A hidroxiapatita verde foi seca em estufa durante 12h. A última etapa da síntese consistiu na calcinação do material obtido após a secagem na temperatura de 1000 °C. As amostras foram caracterizadas por três métodos de análise: Difração de Raios X (DRX), que foi realizada para obter a caracterização cristalográfica de sólidos; Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), que objetivou a caracterização da morfologia das partículas e análises de Espectrometria de Energia Dispersiva de Raios-X (EDS), para identificar os elementos químicos presentes e, conseqüentemente, o mineral obtido.

## 3 | RESULTADOS

Para caracterização da fase semiquantitativa em todas as amostras, medidas de difração de raios X foram realizadas em um Panalytical X'Pert Pro, utilizando a radiação Cu, 40 kV e 40 mA, um período de varredura de 10° a 100°, com passos de 0,05° e tempo de contagem de 300 s por etapa. A quantificação de fases utilizou o método Rietveld, juntamente com a abordagem dos parâmetros fundamentais.

A análise dos espectros de DRX dos pós de Hidroxiapatita obtidos, adotando-se diferentes velocidades de adição de ácido, demonstrou que a velocidade de adição de ácido apresentou influência na composição e na cristalinidade dos pós-obtidos, como pode ser visto na figura a seguir:

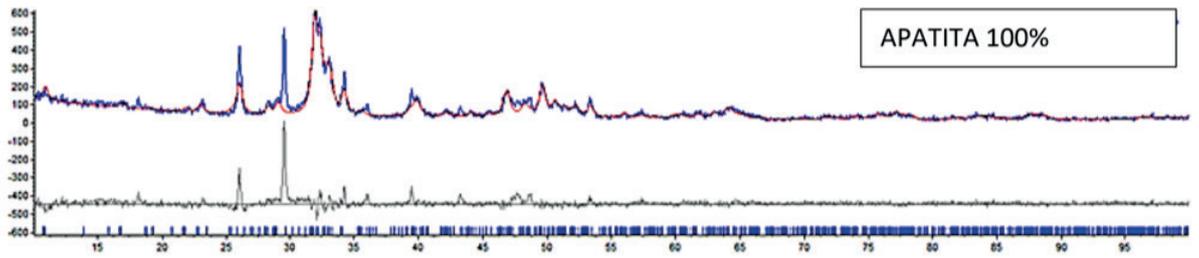


Figura 1: ADIÇÃO DE  $H_3PO_4$  NA VELOCIDADE DE 20 mL/min – LENTA

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 raios-X e a linha cinza, representa a diferença entre as linhas azul e vermelha respectivamente.

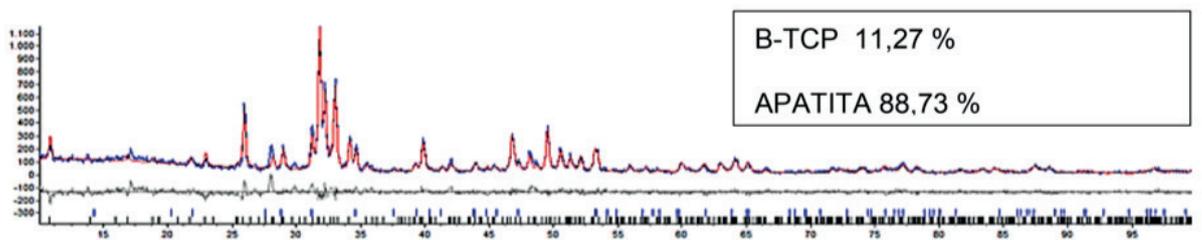


Figura 2: ADIÇÃO DE  $H_3PO_4$  NA VELOCIDADE DE 5 mL/min – RÁPIDA

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) com espectrometria de energia dispersiva de raios X (EDS) foi realizada utilizando FEG-SEM Jeol 7100FT com 15kV.

LENTA

RÁPIDA

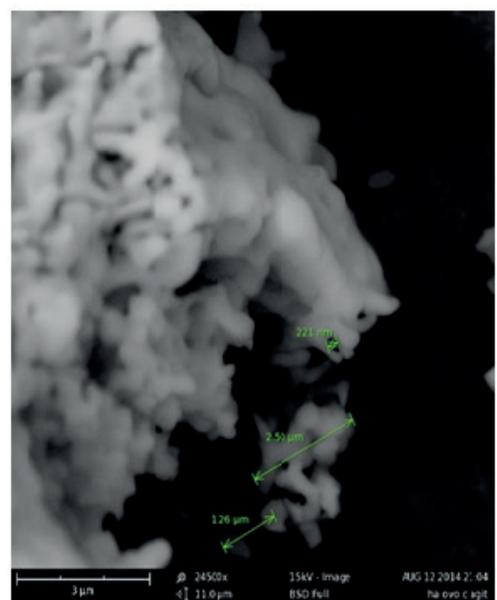
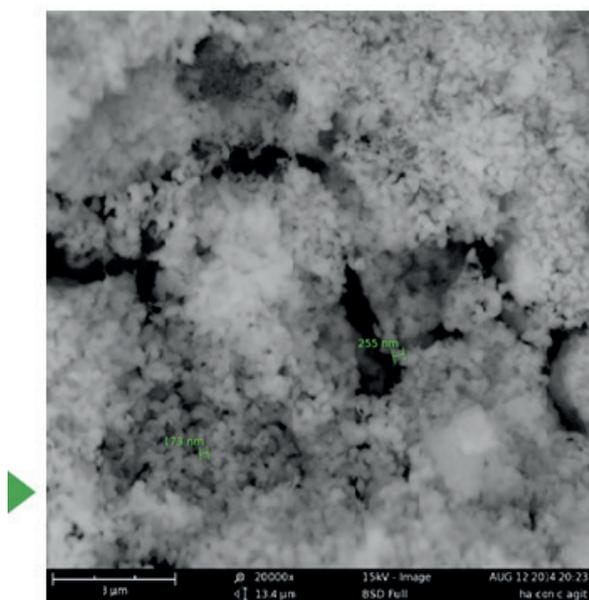


Figura 3: Imagens de microscopia eletrônica de varredura com um aumento de 20000 vezes, das amostras que utilizaram a adição de  $H_3PO_4$  na vazão de 5 mL/min (rápida) e 20 mL/min (lenta).

Esses resultados demonstraram que a morfologia dos pós indica que os aglomerados são formados por partículas que apresentam ampla distribuição de tamanho e que a velocidade de adição de ácido não apresentou influência significativa no diâmetro dos aglomerados.

O mapeamento EDS revelou a presença de Ca, P, O e H nas duas amostra, indicando que somente a hidroxiapatita foi obtida.

Element Number	Element Symbol	Element Name	Confidence	Concentration	Error
6	C	Carbon	100.0	22.2	1.2
8	O	Oxygen	100.0	62.3	2.1
15	P	Phosphorus	100.0	8.4	1.9

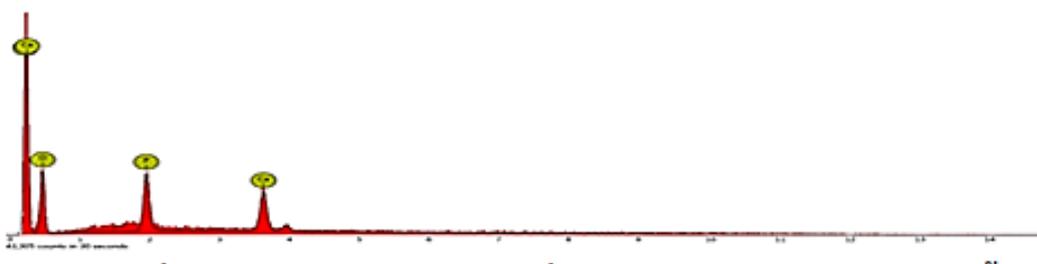
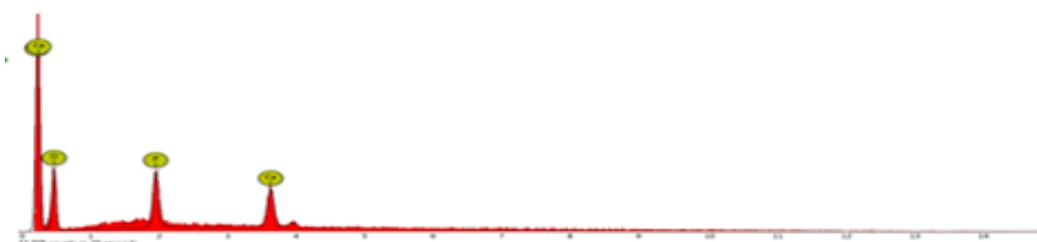


Figura 4: Resultados de EDS para a mostra sintetizada com o uso de H3PO4 na vazão de 5 mL/min.

Element Number	Element Symbol	Element Name	Confidence	Concentration	Error
20	Ca	Calcium	100.0	30.7	0.7
15	P	Phosphorus	100.0	11.0	1.2
8	O	Oxygen	100.0	58.3	1.7

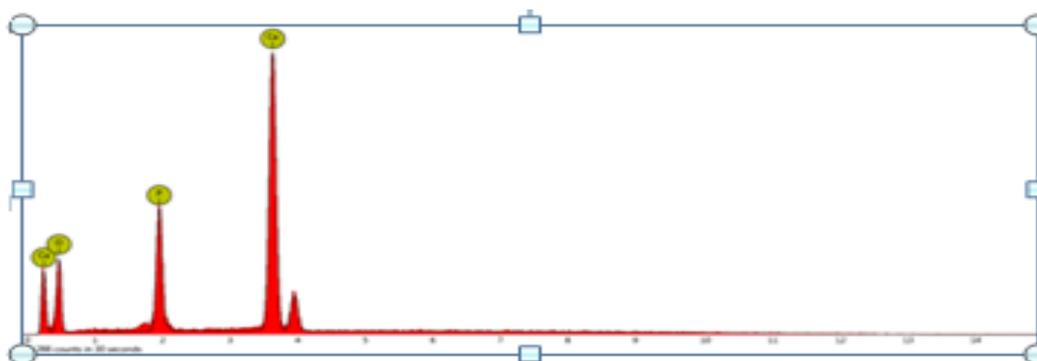


Figura 5: Resultados de EDS para a mostra sintetizada com o uso de H3PO4 na vazão de 20 mL/min.

## 4 | CONCLUSÃO

A obtenção de pós-estequiométricos de hidroxiapatita depende da velocidade de adição do ácido fosfórico durante a síntese. A rápida adição do ácido fosfórico interfere na formação das fases uma vez que o pH do meio reacional é alterado, ocasionando a formação de uma segunda fase de  $\beta$ -TCP.

## REFERÊNCIAS

- A. C. F. M. Costa; M. G. Lima; L. H. M. A. Lima; V. V. Cordeiro; K. M. S. Viana; C.V. Souza; H. L. Lira; **Hidroxiapatita: Obtenção, caracterização e aplicações**; Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v.4.3, pag. 29-38; 2009.
- Volkmer, T. M.; **Obtenção e caracterização de hidroxiapatita porosa pelo método gel casting de espuma para uso como implantes**. 2006. 139 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.
- Mavropoulos, E.; **Hidroxiapatita como removedora de chumbo**. 1999. 126 p. Dissertação (Mestrado em Saúde Pública) – Escola Nacional de Saúde Pública - Fundação Oswaldo Cruz; Rio de Janeiro.
- 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.
- Guastaldi, A.C., Aparecida, A.H., **Fosfatos de cálcio de interesse biológico: importância como biomateriais, propriedades e métodos de obtenção de recobrimentos**; Química Nova, 33, 6, 1352-1358, (2010).
- Natarajan, U. V.; Rajeswari, S. **Influence of calcium precursors on the morphology and crystallinity of sol-gel-derived hydroxyapatite nanoparticles**. Journal of Crystal Growth, v. 310, p.4601–4611. 2008.
- Duarte, J. M.; Balestra, R. M.; Moreira, A. C. C., Nascimento, S. F., Oliveira, M. V.; Monteiro, M. M.; **Comparison of sol-gel routes for synthesis of calcium phosphates**.; Anais 20º CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Joinville, SC, 2012.
- Hwang, K., Y. Lim, **Preparation and characterization of sol-gel hydroxyapatite and its electrochemical evaluation for biomedical applications**; Surf. & Coat. Techn.. 115 (2-3) (1999) 172.
- K. Hwang, J. Song, B. Kang, Y. Park, **Surf. & Coat. Tech.** 123 (2-3) (2000) 252.
- A. Bezzi, G. Celotti, E. Landi, T.M.G. Torreta, I. Sopyan, A Tampieri, **Mat. Chem. and Phys.** 78 (3) (2003) 816.
- Aparecida, A. H.; Silva, A. C.; Braga, F. J. C.; 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECiMat, 21 a 25 de novembro de 2010, Campos do Jordão, SP, Brasil.

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

