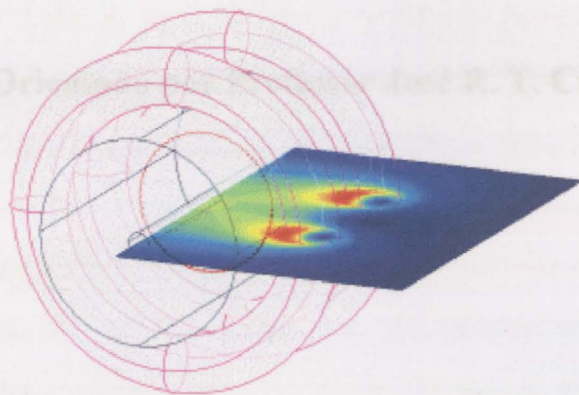




Universidade do Porto

FEUP Faculdade de Engenharia

Desenvolvimento de um Aplicador Magnético para Termoterapia de Tumores Sólidos



Jorge Alexandre Silva

669(047.3)
LEMM 2003/SILj



UNIÃO EUROPEIA
Fundo Social Europeu



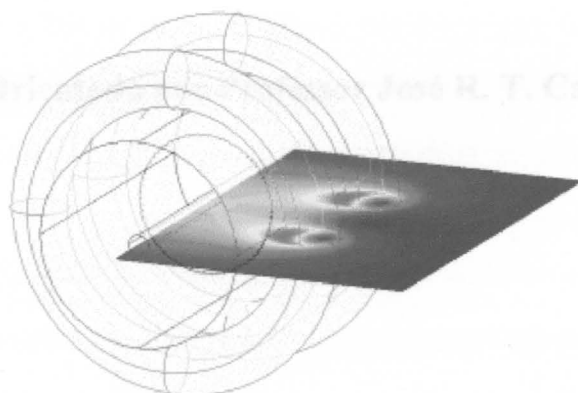
Mais Educação



Universidade do Porto

FEUP Faculdade de Engenharia

Desenvolvimento de um Aplicador Magnético para Termoterapia de Tumores Sólidos



Jorge Alexandre Silva



UNIÃO EUROPEIA
Fundo Social Europeu



Ministério da Educação

**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E
DE MATERIAIS**

Jorge A. S. Pinheiro da Silva

(Aluno 5º ano da Licenciatura em Eng.ª Metalúrgica e de Materiais)

**Relatório de estágio sobre o desenvolvimento de um aplicador
magnético para termoterapia de tumores sólidos.**

Orientado por Professor José R. T. Cavalheiro

FEUP, Porto, Julho de 2004

669 (047.3) / LEMM 2003 / silg .

Universidade do Porto	
Faculdade de Engenharia	
Biblioteca 1	
Nº	94334
CDU	621.314 (047.3)
Data	03/09/2007

In memoriam

Ao meu grande amigo Eng.º Rui Pinto, a quem dedico todo este trabalho.

Agradecimentos

Em primeiro lugar gostaria de agradecer ao meu orientador e mentor deste projecto, Prof. José Cavaleiro pelo seu apoio e cujas sugestões e críticas surgiram como uma "luz" num caminho nem sempre seguro e difícil de percorrer. Agradeço também à minha namorada por todo o seu apoio, confiança e paciência que tornaram este trabalho possível. Aos meus pais, irmão e cunhada que estiveram sempre do meu lado, ao longo deste estágio, de forma incondicional. À minha afilhada Beatriz por se ter tornado a minha musa inspiradora. Ao amigo Ricardo Ferreira, pela sua amizade, pelos seus valiosos comentários e pela sua companhia nas longas noites de estudo. À Patrícia e ao Paulo pela sua amizade. À D. Teresa e ao Sr. Manuel pela sua preocupação. Finalmente, não posso esquecer a atenção e disponibilidade do Prof. José Carlos Lopes e do Dr. Eduardo Araújo.

Índice

1. Resumo	Pág. 1
2. Evolução do Processo	Pág. 2
3. Estudos Realizados, conceitos teóricos	Pág. 6
4. Materiais e Métodos Utilizados	Pág. 11
4.1 Bobina de Helmholtz	Pág. 11
4.2 Cimento e a sua Preparação	Pág. 13
4.3 Tempo de Presa	Pág. 14
4.4 Potência Dissipada	Pág. 14
4.5 Imersão em Simulated Body Fluid (SBF)	Pág. 15
4.6 Ensaio Granulométrico	Pág. 16
4.7 Curva de Viscosidade	Pág. 18
5. Resultados e Discussão	Pág. 19
5.1 Bobina de Helmholtz	Pág. 19
5.2 Tempo de Presa	Pág. 22
5.3 Potência Dissipada	Pág. 23
5.4 Imersão em Simulated Body Fluid (SBF)	Pág. 25
5.5 Ensaio Granulométrico	Pág. 38
5.6 Curva de Viscosidade	Pág. 40
6. Conclusões	Pág. 42
7. Referências Bibliográficas e da Internet	Pág. 43

Resumo

No âmbito da continuidade do estudo iniciado na disciplina de seminário, desenvolveu-se um aplicador magnético, com a configuração de Helmholtz, de forma a tentar solucionar alguns problemas verificados na bobina anterior (solenóide), concretamente a sua não uniformidade de intensidade de campo magnético. Foram também realizados diversos estudos em relação às propriedades do cimento ferrimagnético (CM50), tais como determinação do tempo de presa, análise granulométrica, propriedades reológicas (curva de viscosidade), estudo sobre a potência dissipada dentro da bobina magnética e efeitos de precipitação em imersão de *Simulated Body Fluid* (SBF).

Evolução do processo

No estudo anterior, cujo tratamento consistiu numa série de testes com cobaias animais (ratos) submetidas, após implante de tumor e cimento com propriedades ferrimagnéticas, e sob anestesia, a um campo magnético inserido numa bobina com a configuração de um solenóide.



Figura 1. Condições da realização do aquecimento.

As cobaias foram inseridas de *per si* em dois recipientes de plástico, figura 1, de forma a evitar interferência na propagação dos raios infravermelhos, captados por uma câmera termográfica, que fazia o controlo e medição de temperatura (*vide* figura 2). Assim, apenas os tumores permaneciam expostos ao aquecimento.



Figura 2. Imagem termográfica obtida na última série de experiências.

Os testes foram realizados com quatro cobaias, das quais duas para efeitos de controlo. O cimento foi injectado em diferentes quantidades, sendo o seu volume arbitrado em 1/3 em relação ao do tumor. Este valor estimou-se como o necessário para garantir o aquecimento global de todo o tecido tumoral. (cf. tabela 1) É de referir que o valor de cimento, efectivamente injectado, na maioria dos ensaios, diferiu do calculado.

Tabela 1. Valores de CM50 calculados e efectivamente injectados.

Cobaia	Volume CM50 (μL) 1/3 Vol. Tumor	Volume de CM50 efectivamente injectado (μL)
1	120	80
2	60	60
3	250	160
Controlo 1	120 + 180	100 + 120
Controlo 2	800	160

A tabela que se segue representa a evolução da dimensão dos tumores ao longo dos testes.

Tabela 2. Evolução da dimensão dos tumores.

Cobaia	1º dia (mm²)	2º dia (mm²)	3º dia (mm²)	4º dia (mm²)	5º dia (mm²)	6º dia (mm²)
1	9 x 9 = 81	10 x 11 = 110	9 x 9 = 81	7 x 9 = 63	7 x 7 = 49	
2	7 x 8 = 56	7 x 7 = 49	7 x 7 = 49	6 x 7 = 42	6 x 6 = 36	8 x 9 = 72
3	11 x 13 = 143	13 x 14 = 182	14 x 16 = 224	19 x 19 = 361	20 x 21 = 420	24 x 27 = 648
Controlo1	9 x 9 = 81 e 10 x 11 = 110	12 x 12 = 144 e 13 x 13 = 169	12 x 25 = 300 (união dos tumores)	15 x 30 = 450		20 x 35 = 700
Controlo2	17 x 17 = 289	17 x 22 = 374	17 x 25 = 425	19 x 29 = 551		25 x 32 = 800

As cobaias 1, 2 e 3 foram submetidas a três sessões de aquecimento espaçadas de 48 horas. O ensaio foi realizado com uma frequência de 74,7 KHz, intensidade 1A e 3,5kV.

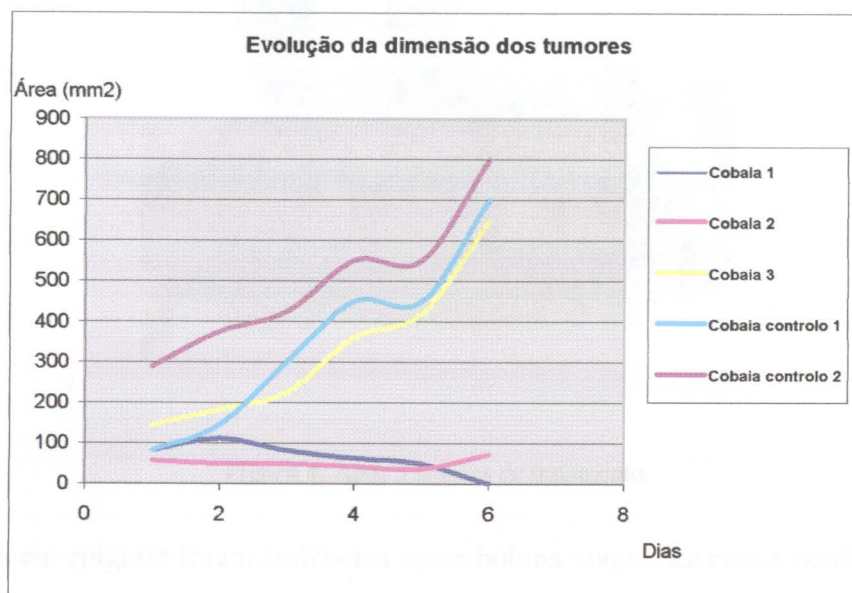


Gráfico 1. Evolução das dimensões dos tumores.

Dos resultados experimentais, constatou-se que na cobaia 1 o tumor diminuiu drasticamente, (*cf.* Figuras 3 e 4) , embora a histologia revelasse ainda a presença de células malignas que não haviam sido destruídas.



Figura 3. Controlo barra 10 mm crescimento rápido numa semana.



Figura 4. Após 3 sessões de tratamento.

Os ensaios em epígrafe foram realizados numa bobina magnética com a configuração de um solenóide e cuja intensidade de campo, apresentava uma grande variação. (cf. Gráfico 2)

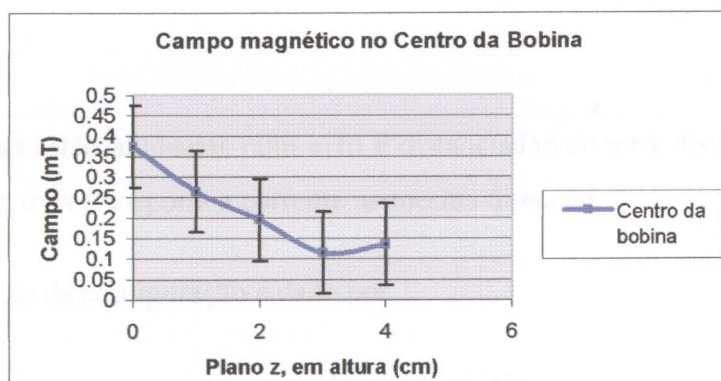


Gráfico 2. Variações do campo magnético, em altura, no centro da bobina.

Estudos Realizados, conceitos teóricos

Para o desenvolvimento de bobina magnética com uniformidade de campo, a configuração utilizada foi a de Helmholtz.

Duas bobinas colocadas a uma distância específica podem ser usadas de forma a produzir um campo magnético uniforme (*vide* figura 5). [1.14]

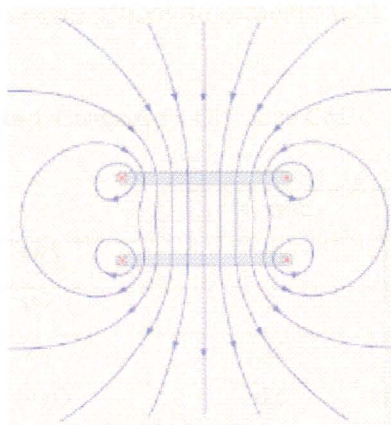


Figura 5. Representação esquemática de uma bobina de Helmholtz. [1.13]

As duas bobinas estão alinhadas num eixo e distanciadas de uma distância r (igual ao raio), onde cada uma transporta a corrente na mesma direcção.

O campo no meio da configuração é dado por

$$H = \left(\frac{8}{\sqrt{125}} \right) \times \left(\frac{nI}{r} \right) \quad (1)$$

onde, H é o campo em Amperes/metro, n é o número de espiras em cada bobina, I a intensidade de corrente, em amperes, e r o raio, em metros.

Para além do desenvolvimento de uma bobina com a configuração de Helmholtz, foi necessário estudar algumas propriedades do cimento ferrimagnético (CM50) e do cimento da matriz.

Nalguns materiais cerâmicos, os diferentes iões têm momentos magnéticos com valores diferentes, assim e quando os momentos se alinham numa forma antiparalela, há um momento magnético resultante numa dada direcção. Os materiais ferrimagnéticos são conhecidos como ferrites, havendo diversos tipos, sendo um dos mais conhecidos o que se baseia na magnetite, Fe_3O_4 , que é o íman natural do passado. [4]

Na tabela 4 apresenta-se a composição global do cimento CM50.

Tabela 4. Composição Global do CM50.

	% m/m
SiO_2	10
Al_2O_3	2
Fe_2O_3	52
MgO	0,6
CaO	33
Na_2O	Restante
SO_3	
K_2O	

Os estudos que foram realizados estão directamente ligados à caracterização do próprio CM50, bem com à reprodutibilidade dos métodos utilizados e resultados obtidos. Como tal, foi necessário conhecer o tempo de presa do CM50. Presa é o termo utilizado para descrever o endurecimento da pasta de cimento. O tempo de presa é um período que decorre desde o instante do contacto água/cimento, até um outro em que esta pasta suporta a penetração de uma determinada agulha, não apresentando nenhuma marca visível. Existem dois tipos de agulha, com peso diferente. A mais leve para a determinação do tempo de presa inicial e a mais pesada para o final.

Para a execução deste relatório revelou-se fundamental conhecer a potência dissipada por unidade de peso de cimento, em função das condições do gerador e do tipo de bobina utilizado. Quando dois corpos que tem diferentes temperaturas são colocados em contacto térmico, depois de um certo tempo atingem a condição de equilíbrio, onde

ambos estão à mesma temperatura. Quando um sistema que possui uma massa elevada é posto em contacto com outro de massa mais reduzida, a temperatura de equilíbrio resultante está próxima da do sistema de massa elevada. Por conseguinte, uma quantidade de calor ΔQ é transferida do sistema de maior temperatura para o de menor. [1.2]

- A quantidade de calor transferida é proporcional à variação da temperatura ΔT ;
- A constante de proporcionalidade c denomina-se capacidade calorífica do sistema.

$$\Delta Q = c \cdot \Delta T \quad (3)$$

Sendo dois corpos A e B os constituintes de um sistema isolado, o corpo que está a uma temperatura mais elevada transfere calor ao corpo que está a menor, até que ambas se igualem.

Se $T_A > T_B$ então, o corpo A cede calor

$$\Delta Q_A = c_A \cdot (T - T_A), \text{ como tal } \Delta Q_A < 0 \quad (3.1)$$

e o corpo B recebe calor

$$\Delta Q_B = c_B \cdot (T - T_B) \quad (3.2)$$

A equação de transferência de calor entre os corpos é expressa em termos de massa, de calor específico e transferência de calor.

$$\Delta Q = m \cdot c \cdot \Delta T \quad (3.3)$$

No que se refere ao ensaio “*in vitro*” para o estudo da precipitação em SBF, pretendeu-se simular as condições no interior do organismo procedendo à imersão de CM50 e cimento da matriz na solução. O principal objectivo foi conhecer possíveis alterações superficiais e de precipitação, no interior do organismo, resultantes da imersão. Esta solução, como o próprio nome indica, é semelhante ao plasma humano.

O mecanismo de formação da apatite pode ser interpretado da seguinte forma: O ião de cálcio dissolvido da amostra, aumenta o produto da actividade iónica da apatite no SBF e a sílica promove locais favoráveis à nucleação da apatite. (cf. Figura 6)

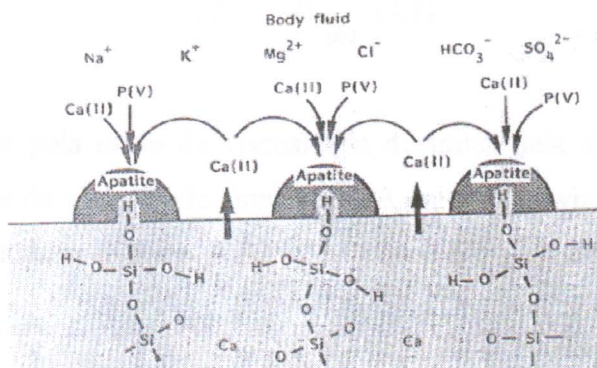


Figura6. Esquema da formação da apatite.

Assim, formam-se rapidamente núcleos de apatite na superfície das amostras. Após a formação dos núcleos o seu crescimento espontâneo deve-se ao consumo de iões de cálcio e fósforo do SBF. [3]

No atinente ao conhecimento da granulometria utilizada nos ensaios, procedeu-se a um estudo granulométrico, quer do cimento da matriz quer do CM50, estabelecendo-se um padrão de comparação.

No que concerne à obtenção de uma curva de viscosidade, esta surgiu, como requisito fundamental, para se ter noção do comportamento reológico do CM50.

Quando um fluido se encontra em movimento aparecem forças tangenciais que se opõem ao escorregamento relativo das camadas adjacentes e às quais se dá o nome de forças de viscosidade. Estas forças, dado o seu carácter de forças de atrito são responsáveis por dissipação de energia mecânica, originando, desta forma, o seu aquecimento.

Considere-se, então, uma superfície dS que separa duas porções de fluido que se encontram com uma velocidade relativa dv , então, a força de atrito entre essas duas porções de fluido será proporcional a dS e à variação da velocidade com a direcção normal, o que significa:

$$d\vec{F} \propto dS \frac{d\vec{v}}{dn} \quad (2)$$

À relação de proporcionalidade da força pelo produto da superfície pelo gradiente da velocidade dá-se o nome de coeficiente de viscosidade ou, também, chamada, viscosidade dinâmica do fluido — η :

$$d\vec{F} = \eta dS \frac{d\vec{v}}{dn} \quad (2.1)$$

À grandeza definida pela razão da viscosidade dinâmica pela densidade absoluta do fluido, dá-se o nome de viscosidade cinemática. A unidade de viscosidade dinâmica no Sistema Internacional tem unidades N.s.m^{-2} , enquanto que a viscosidade cinemática tem $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ [1.11]

Materiais e Métodos Utilizados

Bobina de Helmholtz

Para a construção da nova bobina, foram necessários efectuar alguns cálculos. Para isso, com base na equação 1 e considerando um campo de $23,04 \text{ [A/m]} \approx 0,29 \text{ mT}$, uma bobina de raio $0,075 \text{ m}$ e uma intensidade de corrente de $0,8\text{A}$, os cálculos efectuados foram

$$23,04 \approx \left(\frac{8}{\sqrt{125}} \right) \times \left(\frac{n \times 0,8}{0,075} \right) \quad (1.1)$$

O valor de n será ≈ 3 espiras. (*vide* figura 6.)

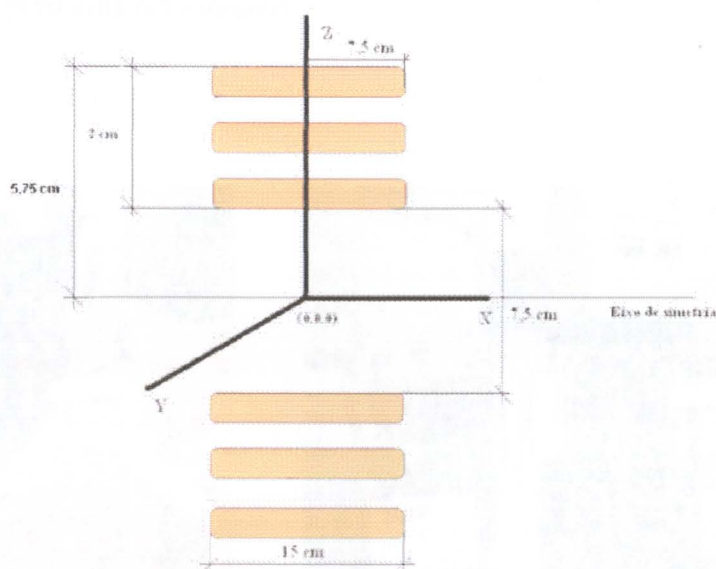


Figura 7. Esquema da Bobina de Helmholtz.

A construção da bobina foi efectuada com um tubo de cobre recozido com diâmetro de $0,5 \text{ cm}$ e espessura $0,08 \text{ cm}$. (*cf.* Figura 8)

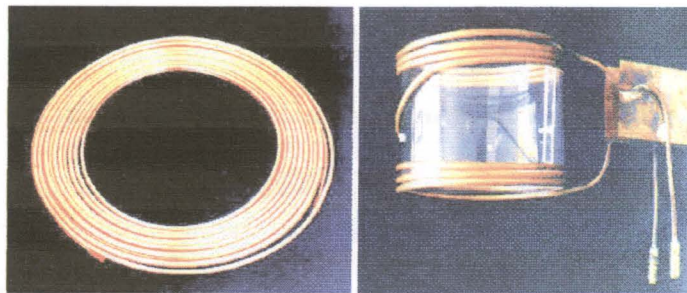


Figura 8. Tubo de cobre e bobina de Helmholtz.

Após a construção da bobina, foram efectuadas várias medições (cf. Figuras 10) com uma sonda de Hall (cf. Figura 9) de forma a tentar constatar a uniformidade de campo no centro da bobina. Por conseguinte, assumiu-se um eixo de simetria representado na figura 7, a partir do qual foram efectuadas as medições, relativas ao ponto (0,0,0).

As condições do gerador foram de 1 A, 3kV, 75 kHz. Não estando a ser utilizada a potência máxima permitida pelo mesmo.



Figura 9. Imagens da bobina de Helmholtz e da sonda de Hall.

Representação das Medições Efectuadas na Bobina de Helmholtz

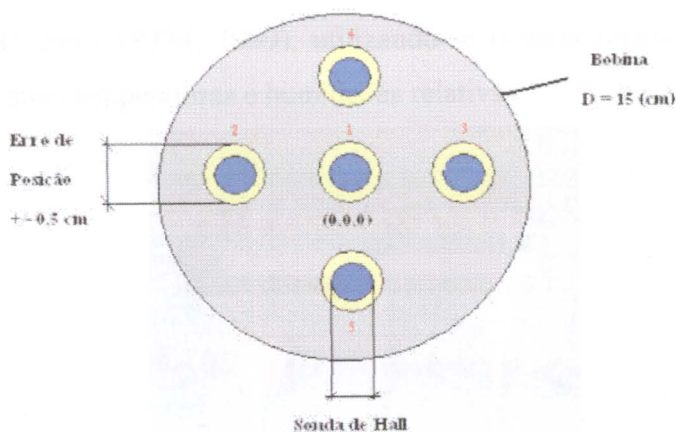


Figura 10. Representação Esquemática das Medições na Bobina de Helmholtz.

Cimento e a sua Preparação

A preparação do CM50 requer alguns cuidados. Em primeiro lugar a utilização do cimento da matriz necessitou de uma moagem prévia. Como tal, antes de ser utilizado foi moído num Moinho de Água com três esferas grandes e seis pequenas a 300 RPM durante 60 minutos. Para a utilização do moinho foi necessário saber o contrapeso certo a aplicar. Para isso recorreu-se à equação 4

$$X = \frac{(m - 500)}{122} \quad (4)$$

Onde X é o valor do contrapeso e m a massa do conjunto a utilizar.

Para a preparação do CM50, a adição de água deve obedecer à relação Pó/líquido de 0,42g de H₂O por cada g de cimento.

Tempo de presa

O comportamento das amostras em relação ao tempo de presa foi avaliado segundo a norma ASTM C 266 (ASTM, 1999), utilizando-se o equipamento de Gilmore (*vide* Figura 11) com duas temperaturas e humidades relativas.

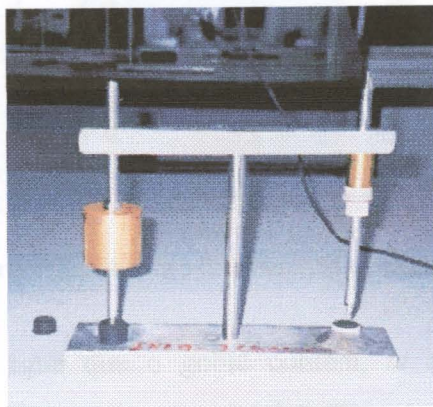


Figura 11. Equipamento de Gilmore.

O equipamento consta de duas agulhas, uma para determinação do tempo de início de presa, com massa de $(113,4 \pm 0,5)\text{g}$ e diâmetro de $2,12 \pm 0,05\text{ mm}$ e outra para determinação do tempo de fim de presa, com massa de $(453,6 \pm 0,5)\text{g}$ e diâmetro de $1,06 \pm 0,05\text{ mm}$. As amostras foram colocadas num molde cilíndrico, com espessura de 13 mm e o tempo de presa foi determinado no momento em que não se percebeu marca visível de penetração das agulhas na sua superfície.

Potência Dissipada

De forma a estudar a potência dissipada pelo cimento dentro da bobina, construindo-se um calorímetro adaptado ao efeito e de acordo com a geometria desta. (*vide* figura 12)



Figura 12. Calorímetro de esferovite.

O conjunto incluiu um recipiente de vidro com água destilada e um sistema de isolamento térmico (esferovite) (cf. Figura 13).

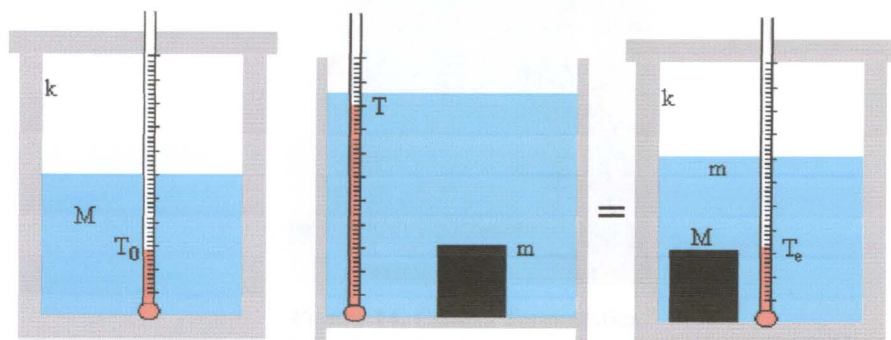


Figura 13. Esquema utilizado para a determinação da constante do calorímetro.

Onde, M é a massa de água que o goblé contém, m a massa da amostra, T_e a temperatura de equilíbrio, T_0 a temperatura inicial, T igual a 100°C , c o calor específico e k a capacidade calorífica.

Para a utilização desta montagem foi necessário saber a constante do calorímetro, que é a sua capacidade calorífica. Para isso utilizou-se uma massa de cobre de $1,8508\text{ g}$, que foi colocada a 100°C dentro do calorímetro. Tendo sido medida a temperatura após agitação. Depois de conhecida a constante do calorímetro, que é a sua capacidade calorífica, determinou-se a potência dissipada pela amostra CM50 de massa $0,9085\text{ g}$, colocando-a no interior da bobina e medindo a elevação da temperatura ao fim de 20 minutos.

Imersão em Simulated Body Fluid (SBF)

Para este ensaio “*in vitro*”, foram preparadas oito amostras, três de CM50, três de cimento da matriz e duas de controlo (cf. Tabela 7 e 8). De seguida, preparou-se a solução de SBF (cf. Tabela 6) e procedeu-se à imersão das amostras. Estas foram efectuadas numa câmara termostática (cf. Figura 14) a uma temperatura de 37°C .



Figura 14. Câmara Termostática.

Foram realizados ensaios com tempos de dois, quatro e oito dias de imersão. Efectuaram-se medições de pH antes e depois do ensaio com o objectivo de detectar, caso este variasse muito, possíveis agressões nos tecidos envolventes.

É de referir que as amostras estavam em suspensão e não colocadas no fundo dos recipientes. O que poderia induzir os resultados em erro.

Tabela 6. Composição do SBF.

Reagentes	SBF, Massa (g)
NaCl	8,003
NaHCO ₃	0,353
KCl	0,224
K ₂ HPO ₄ 3H ₂ O	0,228
MgCl2.6H ₂ O	0,305
Na ₂ SO ₄	0,071
CaCl ₂	0,278 + H ₂ O = 0,323
TRIS HCl, 1M	Necessário

PARA 1 LITRO DE SOLUÇÃO

pH = 7,25

Tabela 7. Características das amostras padrão.

	Cimento (g)	Magnetite (g)	Água Adicionada (g)
CM50	1,0038	1,0009	0,8404
Cimento da matriz	1,0007	---	0,4220

Tabela 8. Condições dos Ensaios de imersão em SBF.

Amostra	Cimento da matriz (g)	Magnetite (g)	Água Adicionada(g)	pH (antes)	pH (depois)	Tempo (dias)
1	1,0006	---	0,4209	7,5	9	2
2	1,0027	---	0,4211	7,5	9	4
3	1,0034	---	0,4205	7,5	9	8
4	1,0066	1,0007	0,8409	7,5	8,5	2
5	1,0085	1,0053	0,8405	7,5	8,5	4
6	1,0041	1,0009	0,8406	7,5	8,5	8

Na tabela 8, apresentam-se os valores mássicos para as amostras preparadas. Sendo de salientar que as amostras 4 a 6 são de aproximadamente 2g, o que implica uma adição de água de 0,84 g, de acordo com a relação sólido/líquido pré-estabelecida. (*cf.* Cimento e a sua preparação)

Ensaio Granulométrico

Este ensaio consiste em colocar a amostra num equipamento composto por duas partes: um sistema de dispersão e um sistema focal. A amostra é dispersa, um raio laser emitido sofre difracção que varia conforme o tamanho das partículas. Existindo para cada banda dimensional um detector (sistema mulicanal) que permite obter de uma só vez a distribuição. Este resultado é interpretado, dando, em poucos segundos, a granulometria. O Granulómetro laser utilizado para o ensaio foi Coulter Counter LS230. (*cf.* Figura 15)

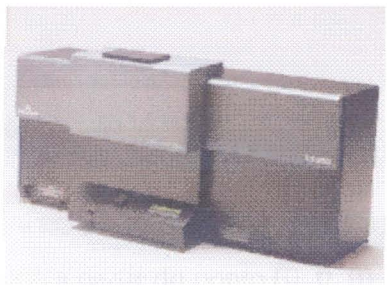


Figura 15. Exemplo de Granulómetro laser Coulter Counter LS230.

Curva de Viscosidade

A determinação das curvas de viscosidade para o CM50, constituiu uma referência de grande importância para a sua caracterização. Em virtude dos resultados, pode-se definir de uma forma mais explícita o seu comportamento nas condições actuais, i.e. proporção água/cimento utilizada, volume da seringa, diâmetro e velocidade de injeção da agulha.(agulha 14G 2”; 2,2 . 50mm). Em prol do pressuposto, e nestas condições pretendeu-se caracterizar a injectabilidade do material.

Resultados e Discussão

Bobina de Helmholtz

A Tabela 3 apresenta os valores, da intensidade de campo, obtidos das medições no interior da bobina de Helmholtz, a partir do ponto (0, 0, 0).

Tabela 3. Medições Efectuadas na Bobina de Helmholtz.

Coordenada (cm)	Medição	Intensidade de Campo Magnético (mT)
(-3,0,0)	2	0,25
(-3,0,1)		0,25
(-3,0,2)		0,22
(-3,0,3)		0,17
(-3,0,4)		0,12
(0,0,0)	1	0,27
(0,0,1)		0,25
(0,0,2)		0,21
(0,0,3)		0,16
(0,0,4)		0,11
(3,0,0)	3	0,31
(3,0,1)		0,31
(3,0,2)		0,22
(3,0,3)		0,17
(3,0,4)		0,12
(0,-3,0)	4	0,24
(0,-3,1)		0,23
(0,-3,2)		0,17
(0,-3,3)		0,22
(0,-3,4)		0,14
(0,3,0)	5	0,24
(0,3,1)		0,29
(0,3,2)		0,26
(0,3,3)		0,18
(0,3,4)		0,11

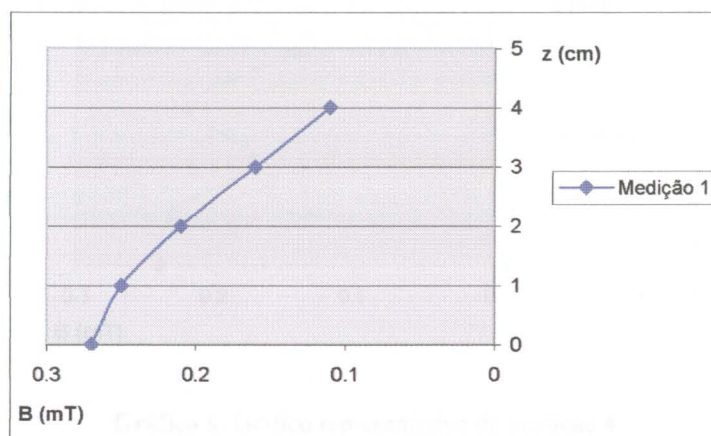


Gráfico 3. Gráfico representativo da medição 1.

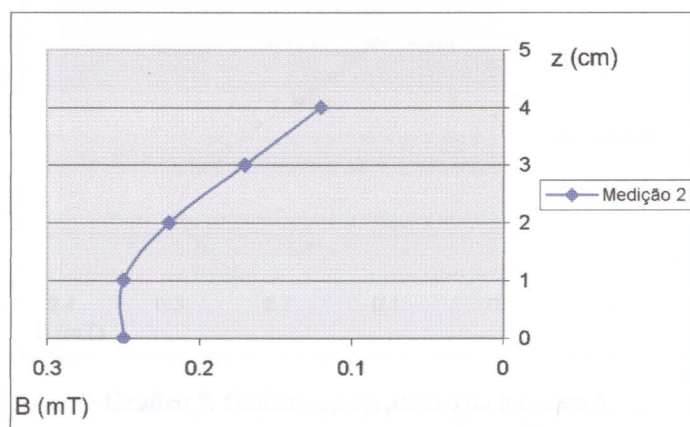


Gráfico 4. Gráfico representativo da medição 2.

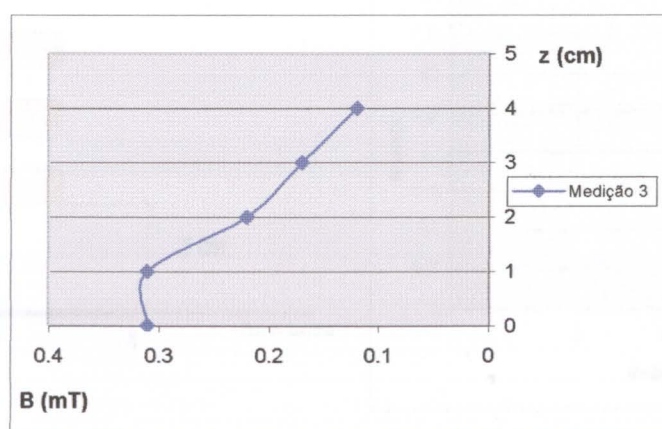


Gráfico 5. Gráfico representativo da medição 3

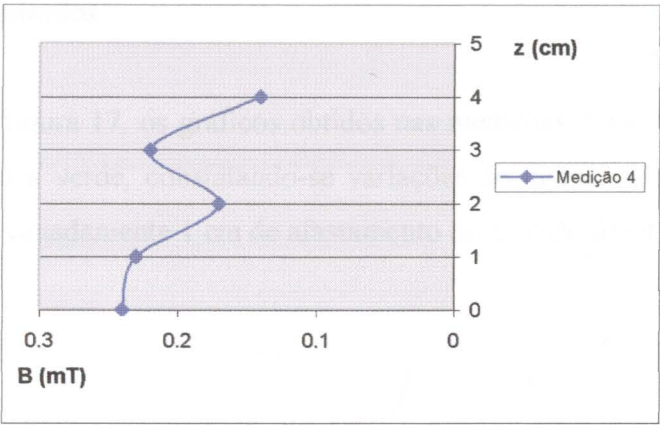


Gráfico 6. Gráfico representativo da medição 4.

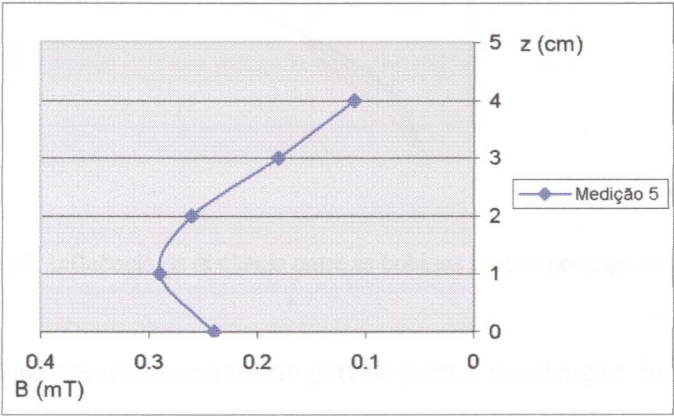


Gráfico 7. Gráfico representativo da medição 5.

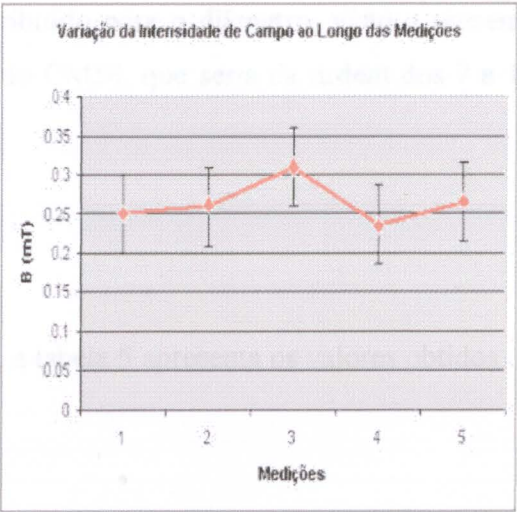
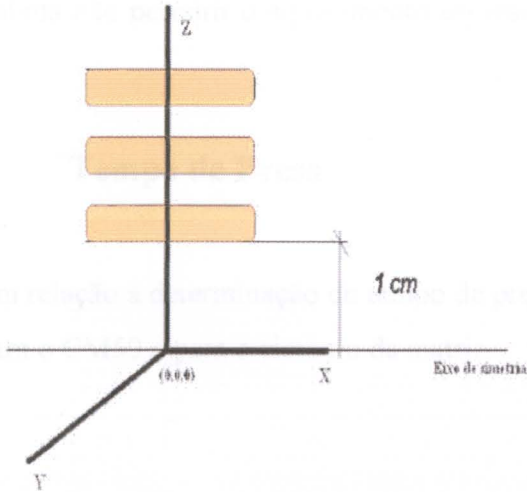


Figura 16. Variação da intensidade de campo (mT), ao longo das medições, a uma distância de 1 cm, no eixo ZZ, do centro da bobina.

Discussão de Resultados

De acordo com a figura 17, os gráficos obtidos nas medições 1,2 e 3 assemelham-se à curva representada a verde, constatando-se variações de intensidade de campo muito reduzidas até aproximadamente 1 cm de afastamento do eixo de simetria. (cf. Figura 16)

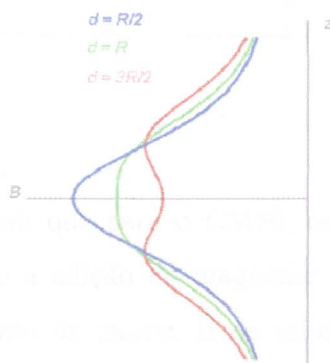


Figura 17. Influência da distância entre as bobinas no campo originado. [1.9]

Esta configuração apresenta um ponto de partida para a construção de uma outra bobina, agora na posição horizontal, de forma a permitir uma uniformidade de campo ao longo do eixo dos x por se tornar mais simples a distribuição das cobaias no seu interior. Precisa também de ser rectificado o valor atribuído para o diâmetro, visto a presente bobina não permitir o aquecimento esperado do CM50, que seria da ordem dos 7 a 10 °C.

Tempo de Presa

Em relação à determinação do tempo de presa, a tabela 5 apresenta os valores obtidos para o CM50 e para o cimento da matriz.

Tabela 5. Valores de tempo de presa para o CM 50 e Cimento da matriz.

Amostra	24°C – 56% Humidade Relativa		37°C – 42% Humidade Relativa	
	Início (min.)	Fim (min.)	Início (min.)	Fim (min.)
CM 50	450	649	230	369
Cimento da matriz	295	522	200	310

Discussão de Resultados

Os valores obtidos demonstram que para o CM50, os tempos de presa são bastante superiores. Este facto deve-se à adição de magnetite na proporção 1:1, o que retira capacidade de presa ao cimento da matriz. É de salientar que em algumas amostras destes ensaios, o CM50 apresentava fissuras provenientes da falta de adesão.

Os ensaios poderiam ter sido realizados em atmosfera saturada de humidade, por forma a eliminar a hipótese de se tratar de um processo de secagem em vez de uma reacção de presa.

Potência Dissipada

Para o cálculo da potência dissipada, os dados utilizados foram:

Massa de cobre: 1,8508 g;

Massa CM50: 0,9085 g;

Massa montagem: 25,1702 g;

Massa água: 23,6415 g ;

Temp. inicial da água: 24,2 °C;

Temp. final da água 25,1 °C;

Capacidade térmica molar do cobre 24,47 (J mol⁻¹ K⁻¹)

Calor específico cobre 390 J/kg.K

k, capacidade calorífica (J/K)

Calor específico c:

$$c = \frac{(M + k) \times (T_e - T_0)}{m(T - T_e)} \quad (3)$$

$$390 = \frac{(0,02364 + k) \times (298,1 - 297,2)}{(0,00185) \times (373 - 298,1)} \quad (3.1)$$

$$k = 60,036 \text{ J K}^{-1} \text{ Constante do calorímetro}$$

Com o aquecimento do cimento, na bobina magnética sabendo que as condições do ensaio foram de 1A, 3kV, 75 kHz e 0,29mT. O tempo de aquecimento, de uma massa de 0,9085g de cimento, foi de 20 minutos e a temperatura passou de 25,2°C a 33,1°C

$$W = m(\text{cimento}) \times c \times \Delta T_{\text{mont}} \quad (4)$$

$$W = 0,0009085 \times 60,036 \times [(33,2 + 273) - (25,1 + 273)] \quad (4.1)$$

$$W = 0,4418 \text{ kJ Dissipado.}$$

Como,

$$P = \frac{W}{t} \quad (5)$$

$$P = \frac{0,4418}{1200} \quad (5.1)$$

$$P = 3,682 \text{ kJ / s Dissipado}$$

Em massa, a potência dissipada por grama de cimento é

$$P = 4,053 \text{ kJ/s.g}$$

Discussão de Resultados

Neste cálculo é de referir que as perdas são significativas, visto não se tratar de um sistema adiabático. Existe também um erro associado à determinação da capacidade calorífica do calorímetro que inclui o calor absorvido pelo cobre dentro da montagem. No entanto, obteve-se um valor aproximado da potência dissipada por grama de cimento de $4,053 \text{ kJ/s.g}$

Imersão em Simulated Body Fluid (SBF)

Após a conclusão do ensaio anterior e a posterior visualização à lupa das amostras (*cf.* Figura 18), procedeu-se a uma análise mais detalhada recorrendo, para isso, à microscopia SEM e microanálise Raio X. O que para além da obtenção de imagens permitiu avaliar a evolução de vários elementos presentes nas amostras, tais como o Si, P, Al e Ca.



Figura 18. Fotografias dos precipitados, das amostras, vistas à lupa.

Resultados SEM e Microanálise Raio X

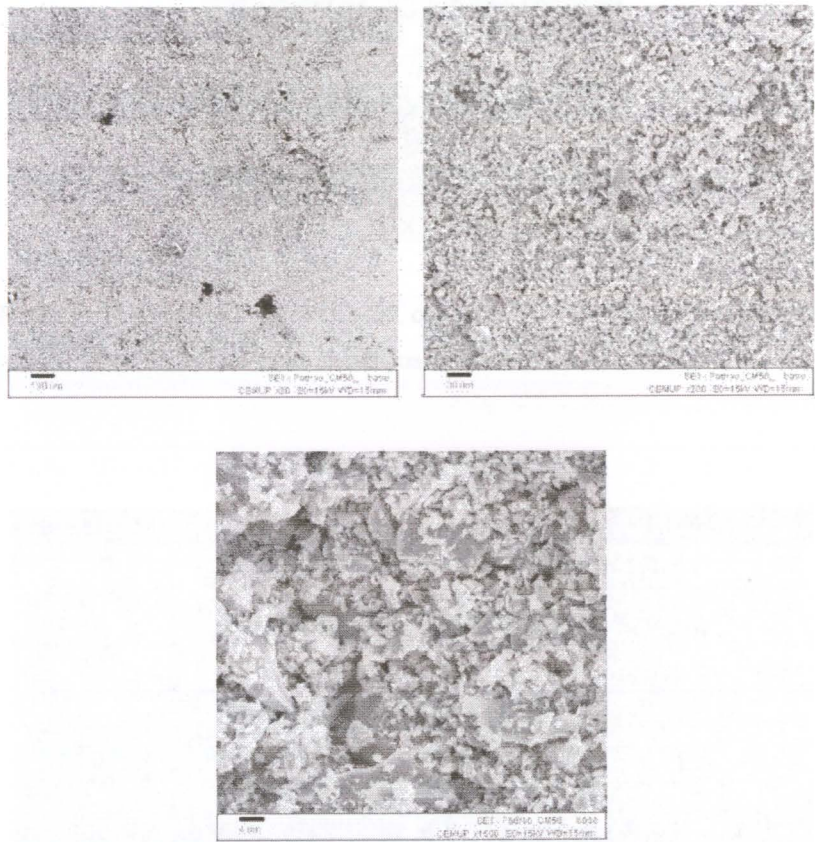


Figura 19. Micrografia da amostra padrão de CM 50, com ampliação de 30, 200 e 1500 X.

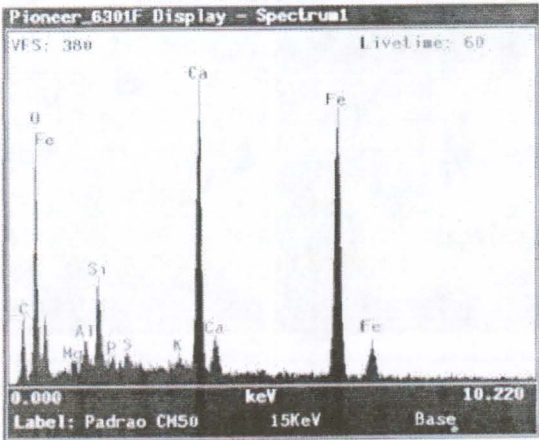


Figura 20. Microanálise raio X amostra padrão CM50.

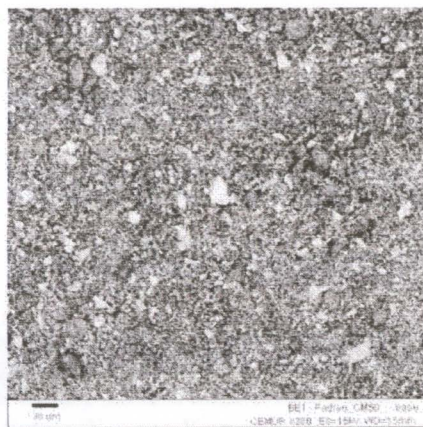


Figura 21. Micrografia da amostra padrão CM50, com ampliação de 200x. Electrões retrodifundidos.
Zonas mais claras, maior número atómico.

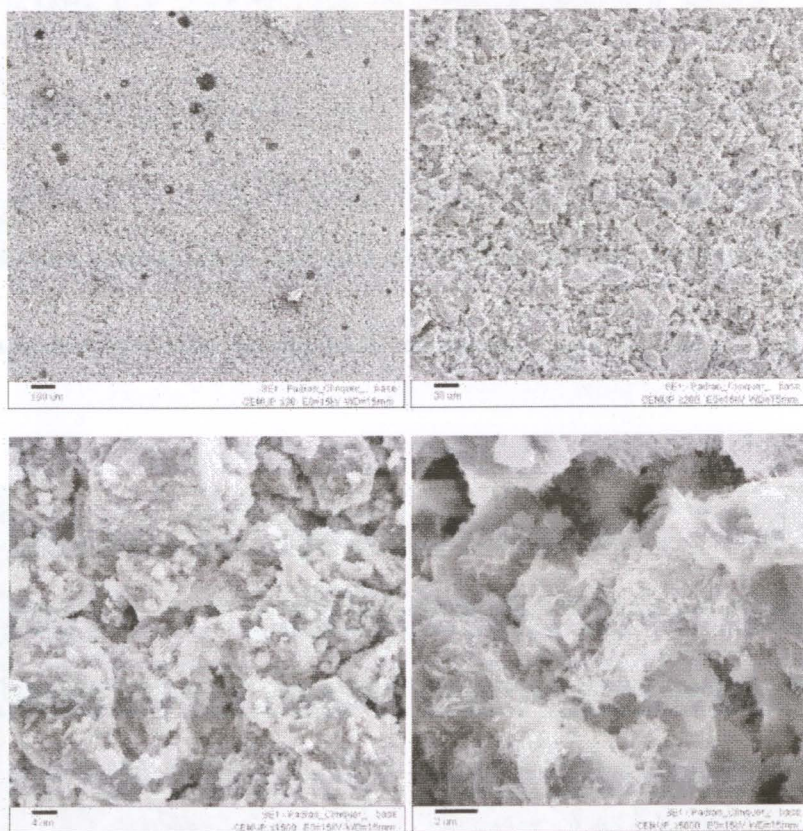


Figura 22. Micrografias da amostra padrão Cimento da matriz, com ampliação de 30, 200, 1500 e 5000 X.

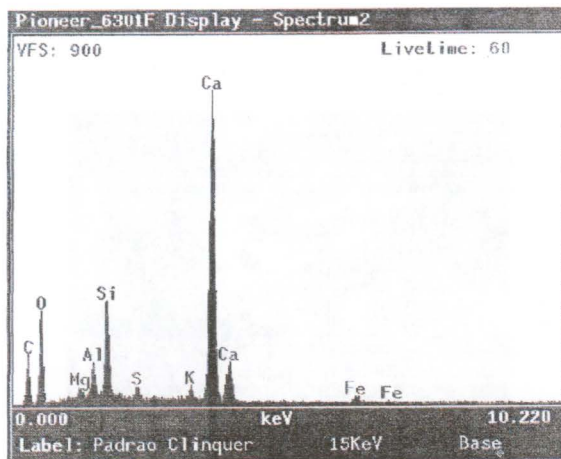


Figura 23. Microanálise raio X amostra padrão cimento da matriz.

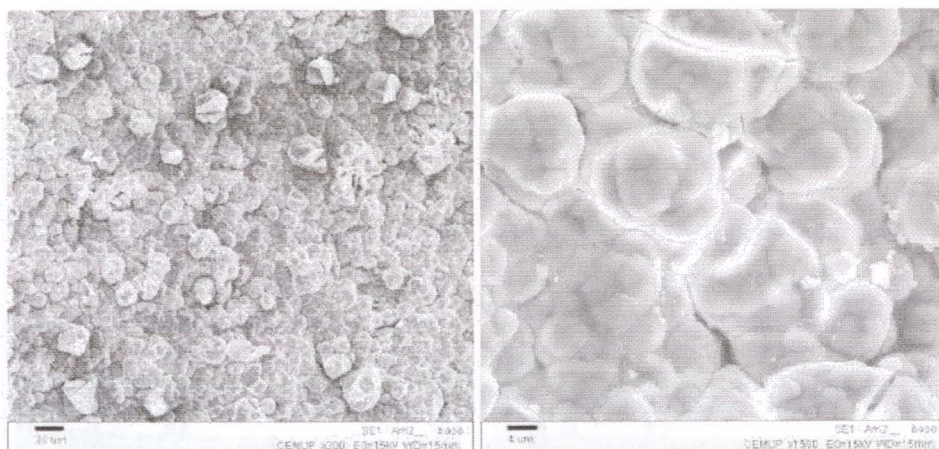


Figura 24. Micrografia da amostra 2 (4 dias de imersão), com ampliação de 200 e 1500 X.

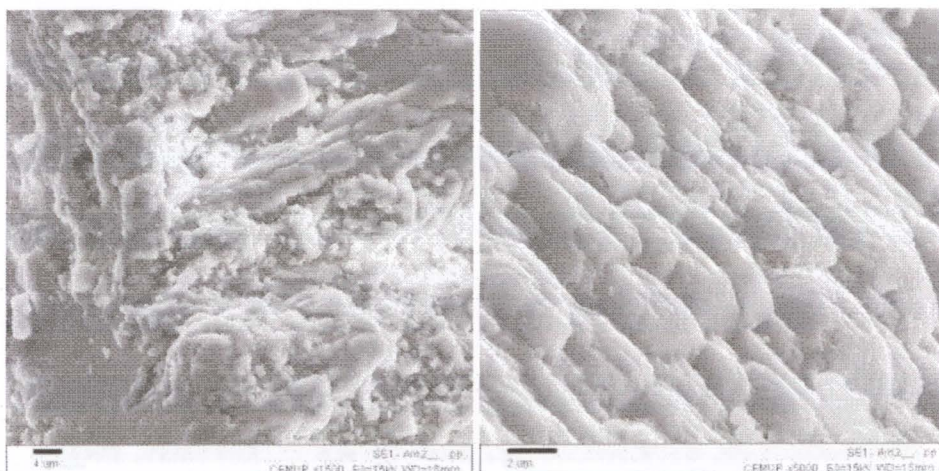


Figura 25. Micrografia do precipitado da amostra 2 (4 dias de imersão), com ampliação de 1500 e 5000 X.

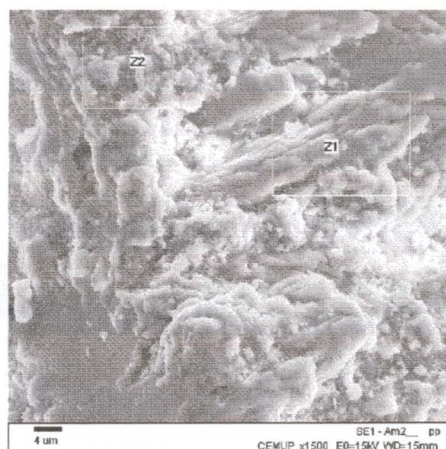


Figura 26. Micrografia do precipitado da amostra 2 (4 dias de imersão), com ampliação de 1500x. Pontos Z1 e Z2.

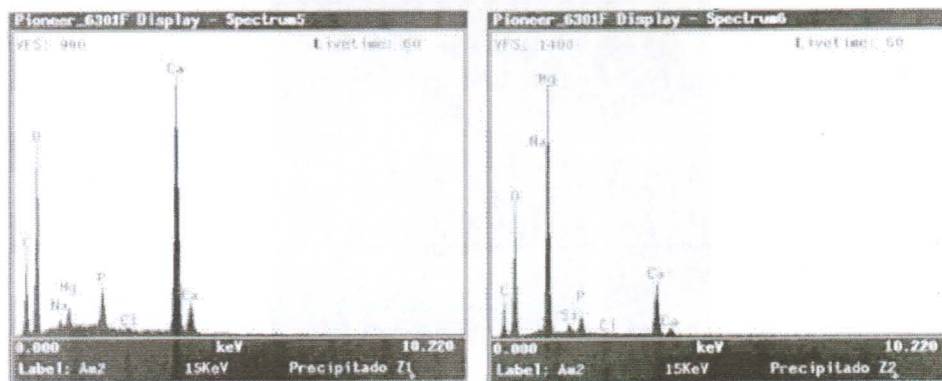


Figura 27. Microanálise raio X amostra 2, zona Z1 e Z2.



Figura 28. Micrografia da amostra 3 (8 dias de imersão), com ampliação de 30 e 200 X.

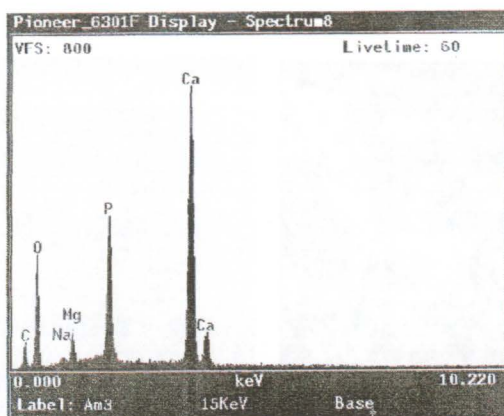


Figura 29. Microanálise raio X amostra 3.

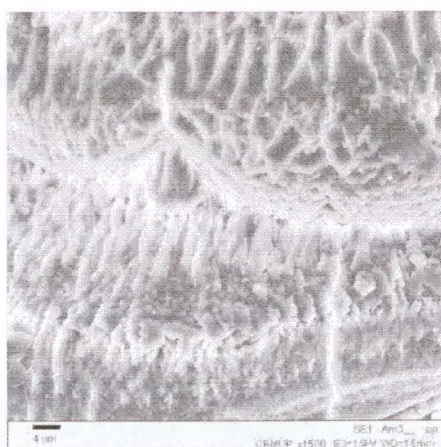


Figura 30. Micrografia do precipitado da amostra 3 (8 dias de imersão), com ampliação de 1500x.

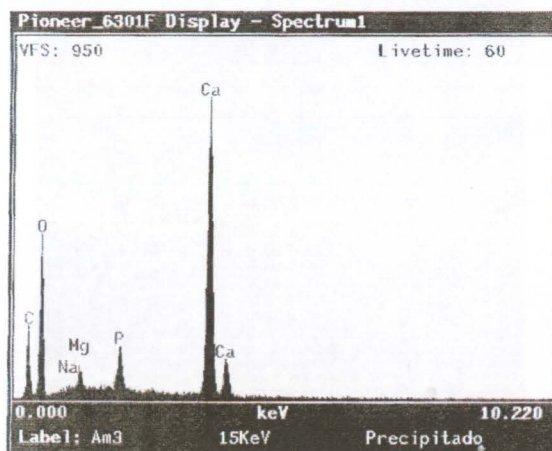


Figura 31. Microanálise raio X precipitado amostra 3.

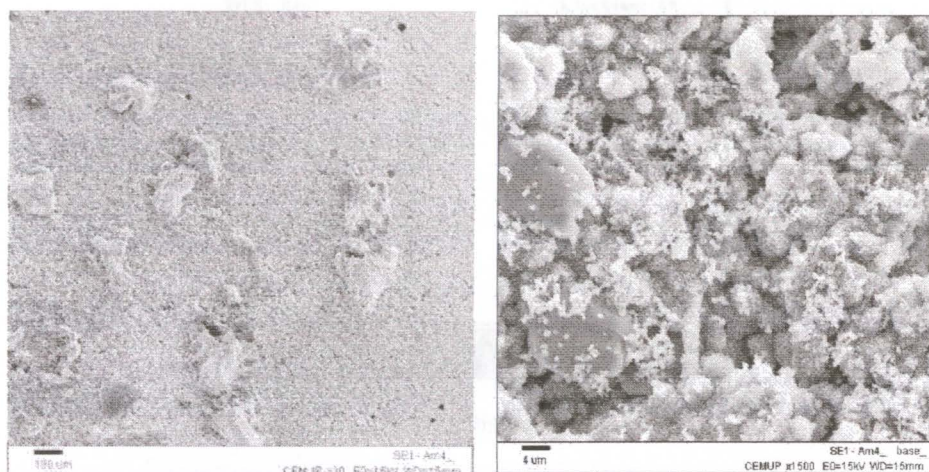


Figura 32. Micrografia Amostra 4 (2 dias de imersão), com ampliação de 30 e 1500 X.

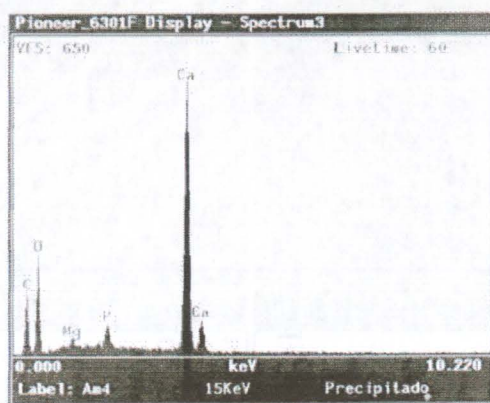


Figura 33. Microanálise raio X amostra 4, precipitado.

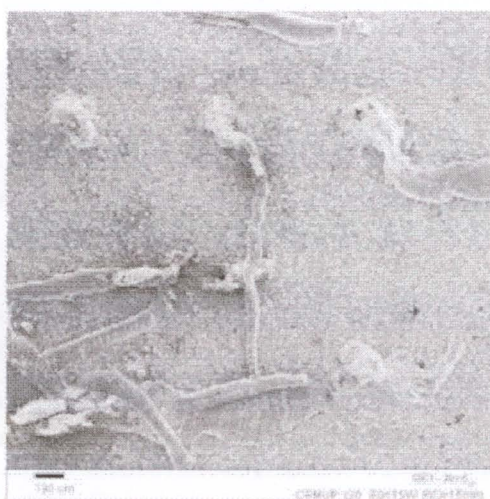


Figura 34. Micrografia Amostra 5 (4 dias de imersão), com ampliação de 30 X.

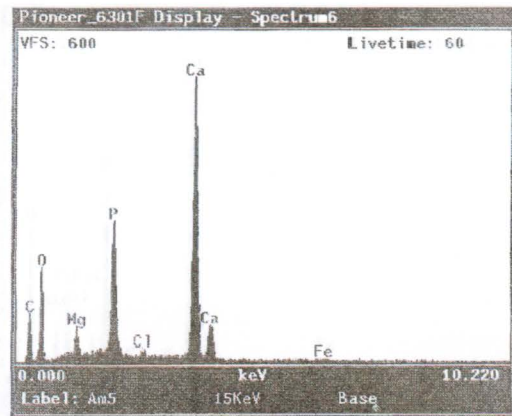


Figura 35. Microanálise raio X amostra 5.

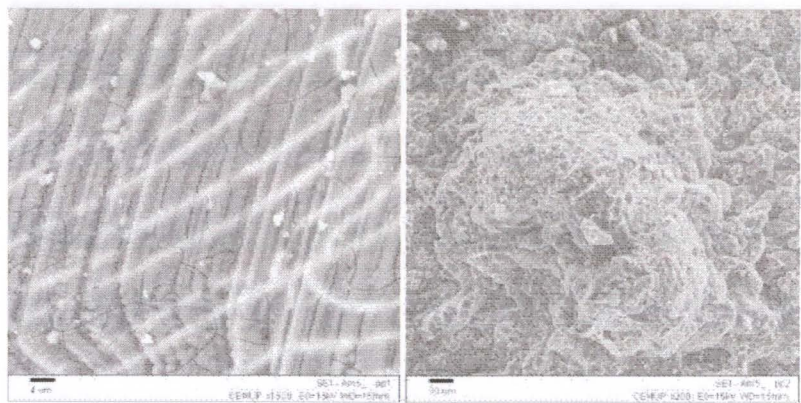


Figura 36. Micrografia dos precipitados da amostra 5 (4 dias de imersão), com ampliação de 5000 e 200 X.

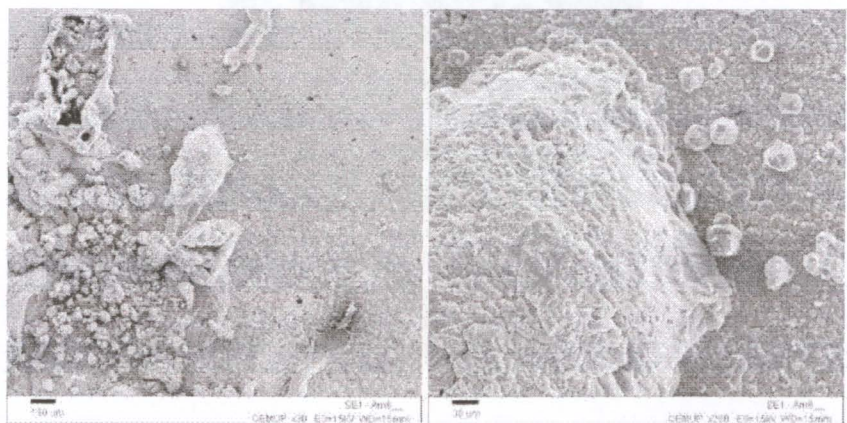


Figura 37. Micrografia da amostra 6 (8 dias de imersão), com ampliação de 30 e 200 X.

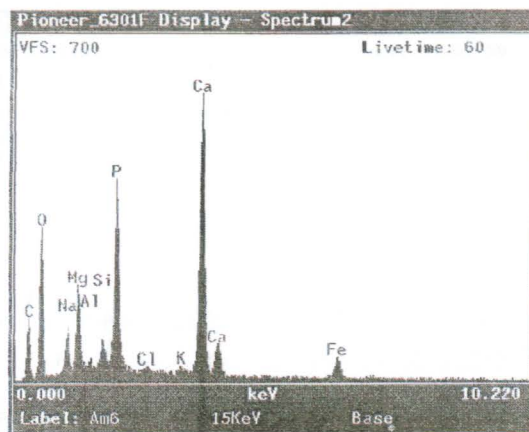


Figura 38. Microanálise raio X amostra 6.

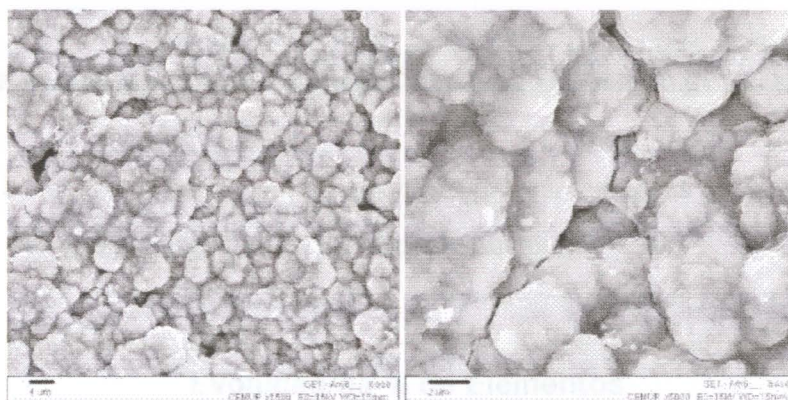


Figura 39. Micrografia da amostra 6 (8 dias de imersão), com ampliação de 1500 e 5000 X.

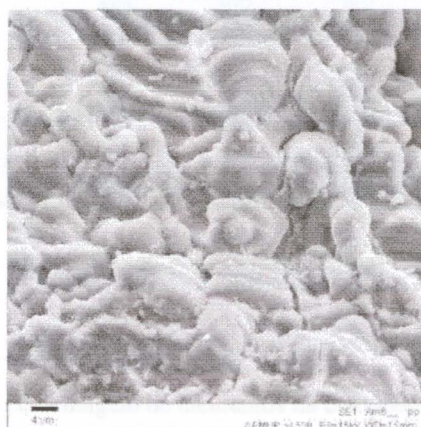


Figura 40. Micrografia do precipitado da amostra 6 (8 dias de imersão), com ampliação de 1500x.

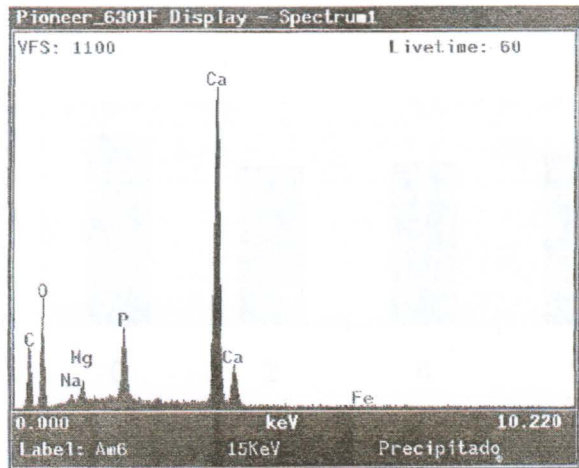


Figura 41. Microanálise raio X precipitado amostra 6.

Evolução da percentagem de Si, P, Al e Ca ao longo do tempo de imersão em SBF

Os gráficos 8, 9, 10 e 11 apresentam a evolução das percentagens de Si, P, Al e Ca nas amostras de cimento da matriz e CM50, respectivamente.

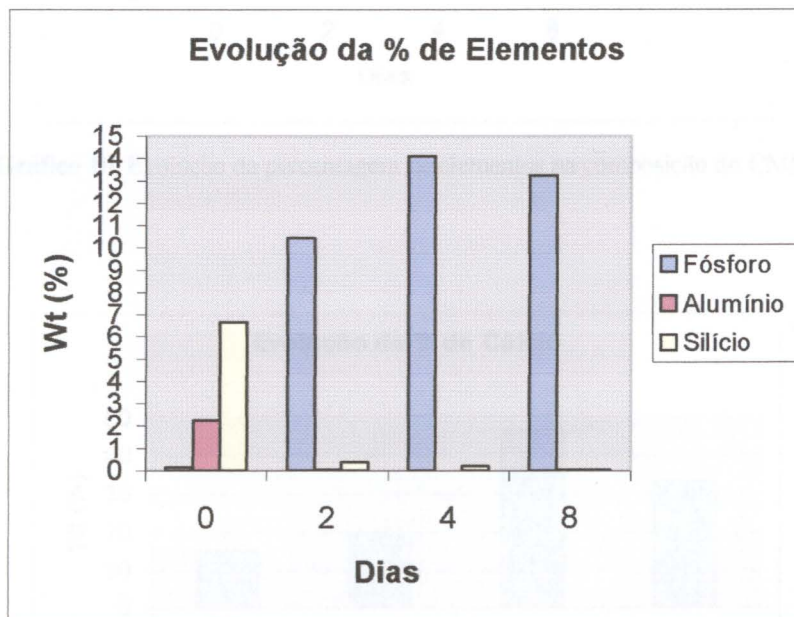


Gráfico 8. Evolução da percentagem de elementos na composição do Cimento da matriz.

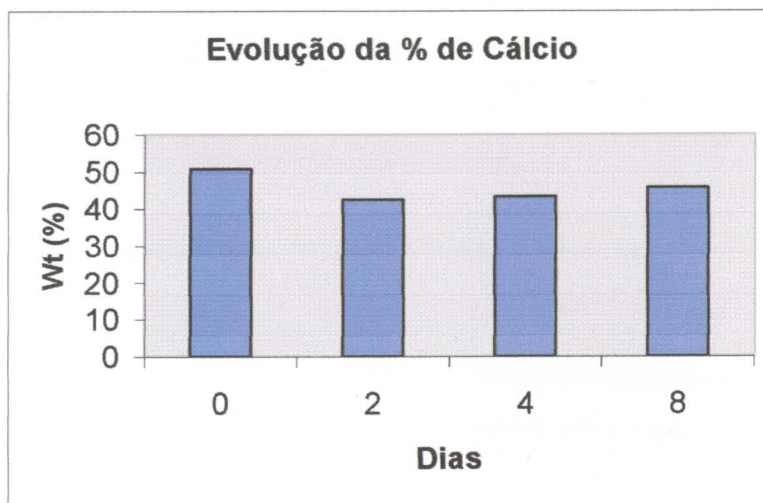


Gráfico 9. Evolução da percentagem de Cálcio na composição do Cimento da matriz.

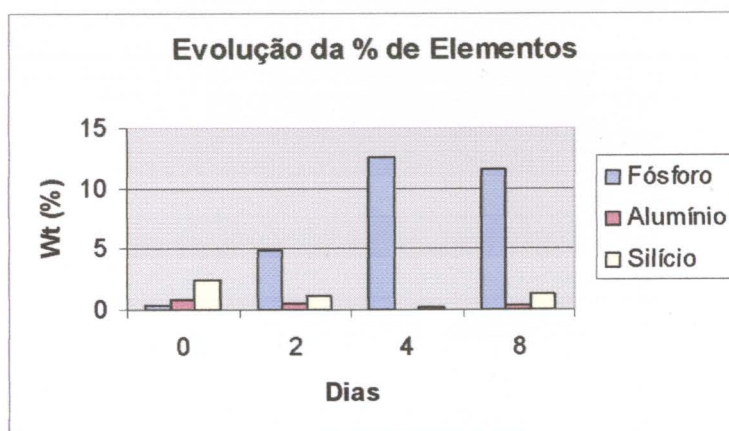


Gráfico 10. Evolução da percentagem de elementos na composição do CM50.

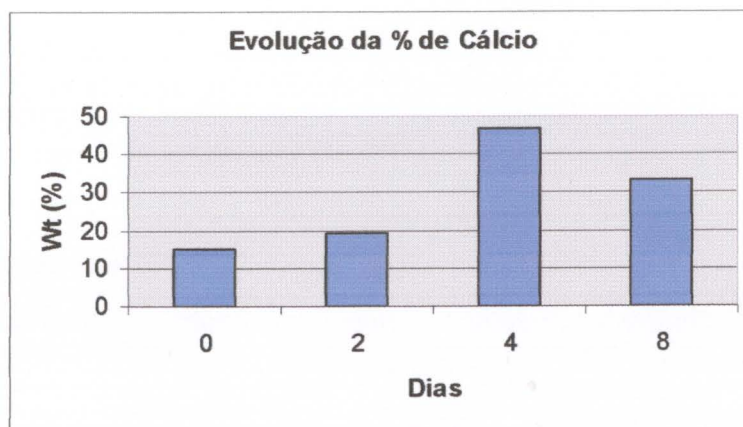


Gráfico 11. Evolução da percentagem de Cálcio na composição do CM50.

A título comparativo, as imagens 42 e 43, demonstram a evolução da microestrutura das amostras ao fim dos 8 dias de imersão em SBF.

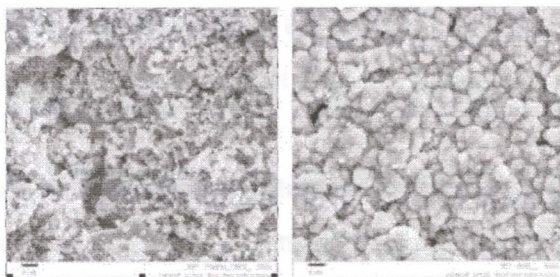


Figura 42. Evolução da estrutura superficial do CM50. Micrografias da amostra padrão e amostra submetida a 8 dias de imersão, respectivamente. Ampliação 1500X.

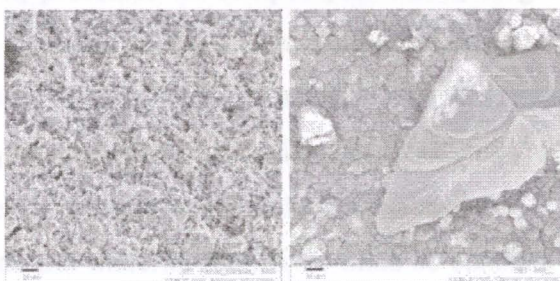


Figura 43. Evolução da estrutura superficial do cimento da matriz. Micrografias da amostra padrão e amostra submetida a 8 dias de imersão, respectivamente. Ampliação 200X.

Discussão de Resultados

É perfeitamente evidenciada uma estrutura porosa e de aspecto cristalino nas amostras padrão. (cf. Figuras 19 e 22) Obviamente confirmada pelo facto de se tratar de cimentos. Nas figuras 24 e 25, verifica-se uma estrutura sem poros, realçando-se a diferença da forma esférica do material base em relação à dos precipitados. Pela análise da figura 27, constata-se uma diferença nos picos de Ca, presente nos precipitados.

À medida que o tempo de imersão aumenta, verifica-se a evolução dos precipitados. (cf. Figura 32). Na figura 33, constata-se um aumento do pico de cálcio. Aquando do final do tempo de imersão proposto, demonstra-se uma alteração na morfologia das amostras relativamente às iniciais. (cf. Figuras 28 e 39) Salienta-se também a diferença entre os precipitados presentes nas amostras 3 e 6, ao fim de 8 dias de imersão. Apresentando esta última uma morfologia muito mais esférica. (cf. Figuras 29 e 40)

O carbono não se encontra quantificado, pelo facto deste ter sido utilizado para o revestimento das amostras, podendo constituir um artefacto depois de algum tempo de observação. No entanto, é visível na microanálise raio X, o aumento da sua percentagem à medida que avançamos no tempo de imersão. (cf. Gráficos 9 e 11) Face ao exposto, pode-se deduzir, de forma empírica, que se dá uma evolução dos precipitados do ponto de vista da sua composição, havendo, possivelmente, formação de carbonatos.

Os valores de Si e Al, presentes na composição inicial, surgem, no final do ensaio, como residuais. (cf. Gráficos 8 e 10) Esta diminuição pode ser resultante da sua dissolução na solução. A hipótese em epígrafe, não se apresenta muito viável pelo facto dos silicatos serem praticamente insolúveis. Contudo, esta afirmação não pode ser devidamente fundamentada pois a solução não foi analisada.

Trata-se obviamente de um material bioactivo, onde se constata pelas figuras 30 e 40, que existe formação de uma película que cobre a superfície do material, levando a uma mudança da estrutura visível. Por conseguinte, no final, a composição da amostra assemelha-se a outros constituintes presentes no organismo. O que permite concluir que o CM50 poderá, eventualmente, permanecer no seu interior sem causar reacções inflamatórias.

Ensaio Granulométrico

Os gráficos que se seguem representam as medições da distribuição granulométrica em volume (gráficos 12 e 13) e em número (gráficos 14 e 15).

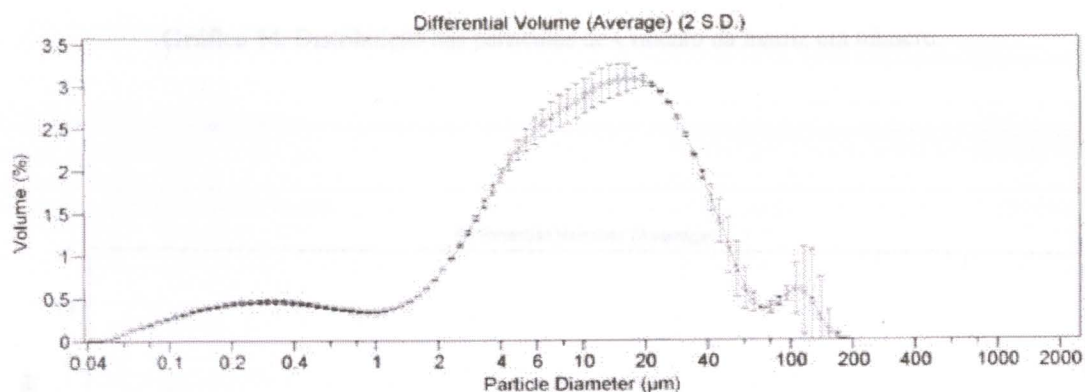


Gráfico 12. Distribuição das partículas de cimento da matriz em volume.

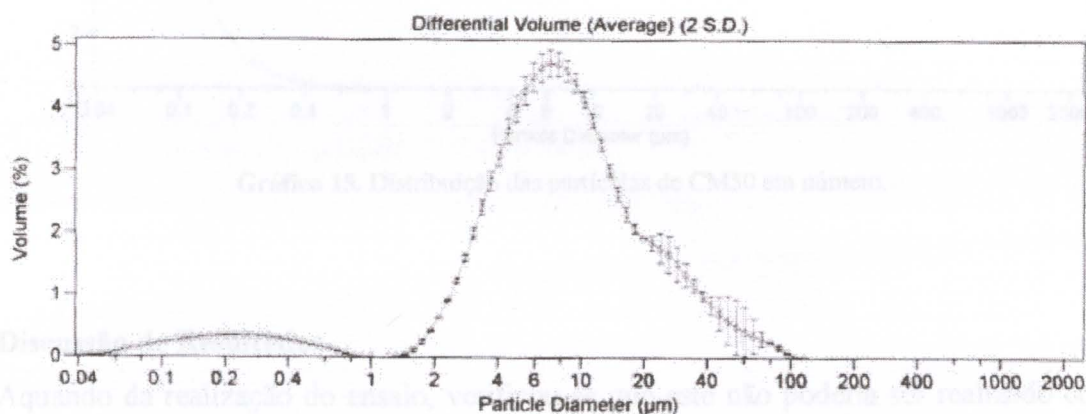


Gráfico 13. Distribuição das partículas de CM50 em volume.

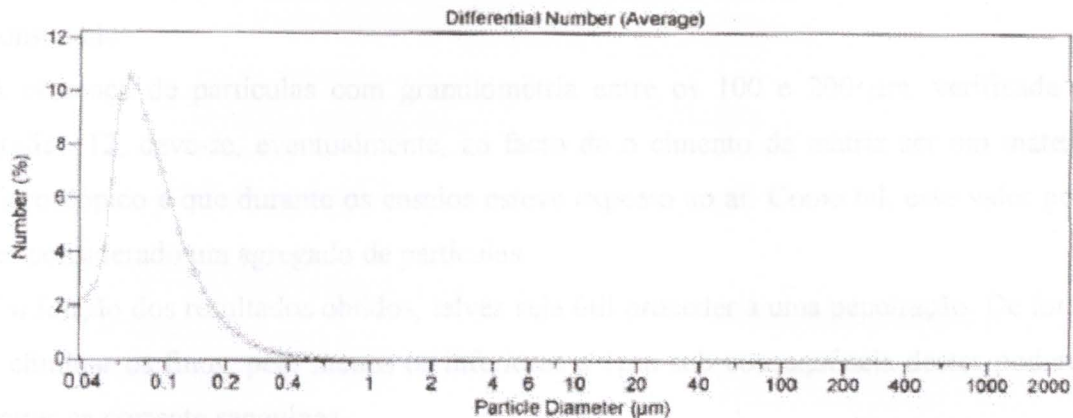


Gráfico 14. Distribuição das partículas de Cimento da matriz em número.

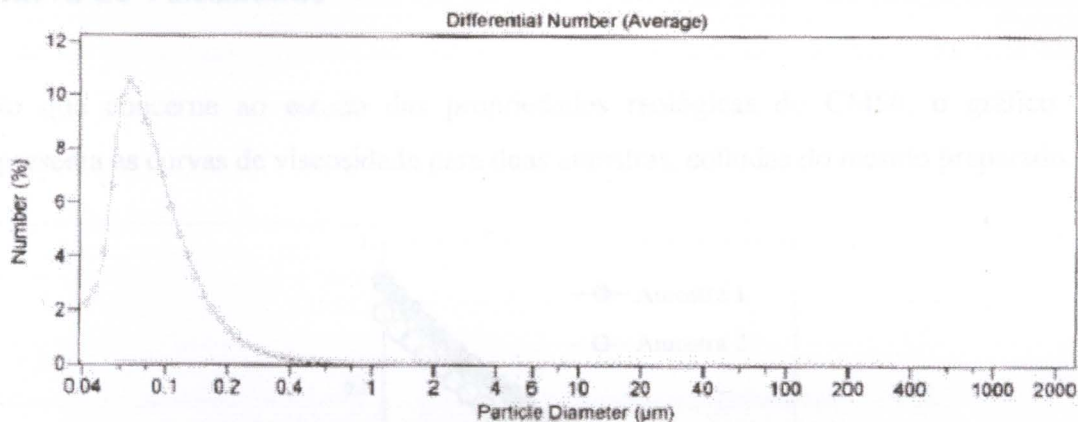


Gráfico 15. Distribuição das partículas de CM50 em número.

Discussão de Resultados

Aquando da realização do ensaio, verificou-se que este não poderia ser realizado com água, pelo facto de as partículas se aglomerarem, podendo deturpar os resultados. Por conseguinte, os ensaios foram realizados com etanol.

Pela análise gráfica, verificou-se que a distribuição, em número, é semelhante para as duas amostras. Isto no caso dos finos, valores entre 0,04 e 0,4 μm . Assim, procedeu-se a uma análise de distribuição por volume, a qual demonstra que o cimento da matriz possui, em média, partículas de maior dimensão (cerca de 15 μm) em relação ao CM50 (6 μm). É de referir que a dimensão das partículas de magnetite, vem referenciada, na

embalagem, como sendo $< 5 \mu\text{m}$. Como tal, este factor é justificativo da variação constatada.

A presença de partículas com granulometria entre os 100 e 200 μm , verificada no gráfico 12, deve-se, eventualmente, ao facto de o cimento da matriz ser um material higroscópico e que durante os ensaios esteve exposto ao ar. Como tal, esse valor pode ser considerado um agregado de partículas.

Em função dos resultados obtidos, talvez seja útil proceder a uma peneiração. De forma a eliminar os finos, pelo menos os inferiores a $1\mu\text{m}$ sob consequência destes poderem entrar na corrente sanguínea.

Curva de Viscosidade

No que concerne ao estudo das propriedades reológicas do CM50, o gráfico 16 apresenta as curvas de viscosidade para duas amostras, colhidas do mesmo preparado.

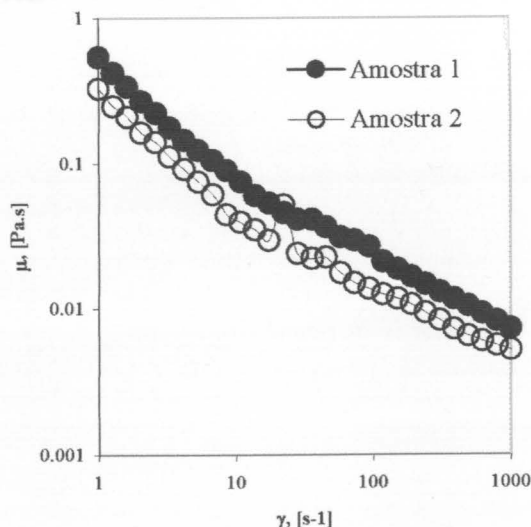


Gráfico 16. Curvas de viscosidade das amostras de CM50.

Discussão de Resultados

Com a realização deste ensaio constatou-se o aumento da viscosidade em função do tempo. Para a amostra 1 verificaram-se valores de viscosidade muito superiores comparativamente à amostra 2. É de salientar que estes estão representados em escala logarítmica (eixo do y).

A determinação da curva de viscosidade, revelou uma grande instabilidade de dispersão das partículas presentes. Visto que as amostras 1 e 2 foram colhidas do mesmo preparado, apresentando valores de viscosidade muito diferentes. Esta dispersão em termos práticos implica que as partículas grossas se depositam no fundo, deixando as mais finas em suspensão.

É de salientar que se o intervalo de tempo, para a aplicação do CM50 nas cobaias, é de aproximadamente 10 minutos, a sua viscosidade no final pode levar a dificuldades na injeção do volume pretendido, tal como se verificou nos tratamentos realizados inicialmente. De forma a solucionar o problema, sugere-se a adição de um dispersante biocompatível, permitindo injectar um volume de CM50 mais próximo do pretendido e com uma dispersão estável.

Conclusão

Com a nova configuração da bobina, constatou-se que, efectivamente, no interior desta existem variações de campo muito menores comparativamente ao solenóide utilizado anteriormente. Contudo, o aquecimento do CM50 não foi o esperado devido ao excessivo diâmetro da bobina.

No que concerne à determinação do tempo de presa, este aumenta no CM50, pelo facto de se adicionar magnetite na proporção de 1:1. Como tal, talvez seja de considerar a hipótese de diminuir a percentagem de magnetite, presente na sua composição, de modo a que este ganhe presa num intervalo de tempo mais reduzido e de forma mais eficaz. Contudo, porém, continuando a permitir um aquecimento adequado ao tratamento de termoterapia altamente focalizada.

Em relação ao estudo da potência dissipada, tornou-se possível obter um valor de 4,053 kJ/s.g.

No ensaio granulométrico, salienta-se a curva referente ao CM50 que apresenta uma diminuição da dimensão das partículas comparativamente ao cimento da matriz.

A determinação da curva de viscosidade, revelou uma grande instabilidade de dispersão das partículas presentes. Assim, sugere-se a adição de um dispersante biocompatível.

Os ensaios de imersão em SBF mostram, de forma inequívoca, o aparecimento de um precipitado na superfície das amostras ao fim de 8 dias de imersão. A composição da película de precipitado é bioactiva face aos constituintes verificados na microanálise raio X. Podendo ser especulado, em prol desses resultados que o cimento tende a ser “inertizado” no interior do organismo, podendo ai permanecer sem causar reacções adversas.

Este trabalho representa um pequeno contributo para o longo caminho a percorrer. De qualquer forma, com perseverança e determinação estou certo que se chegará a bom porto.

Referências Bibliográficas

- [1] Coutinho, A. De Sousa, *Fabrico e Propriedades do Betão*, volume 1; LNEC; Lisboa 1997;
- [2] Coutinho, A. De Sousa, *Fabrico e Propriedades do Betão*, volume 2; LNEC; Lisboa 1988; 2ª Edição;
- [3] Hench, Larry L.; Wilson, June; *An Introduction to Bioceramics*, World Scientific, 1993;
- [4] Smith, William F.; *Principles of Materials Science and Engineering*, McGraw-Hill, 1990; 2nd Edition;
- [5] Lorrain, P, Corson, D. R., *Electromagnetism: Principles and Applications*, Segunda Edição, W. H. Freeman and Company, New York, 1990;
- [6] Mendiratta, Sushil K., *Introdução ao Electromagnetismo*, Segunda edição, Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, 1995;
- [7] Dias de Deus, Jorge; Pimenta, Mário; Noronha, Ana; Peña, Teresa; Brogueira, Pedro; *Introdução à Física*, McGraw-Hill, 1992;
- [8] Halliday, David; Resnick, Robert; *Fundamentos de Física, Electromagnetismo*, Terceira edição, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 1994;
- [9] Alonso M.; Finn, E.; *Física*; Addison – Wesley, 1995 ;
- [10] Silva, Cláudio Oliveira; *Análise Crítica dos Requisitos e Critérios de Qualidade da Argamassa Colante*; São Paulo, Brasil, 2003;
- [11] Coutinho, Joana de Sousa; *Materiais de Construção 2*; F.E.U.P., 2002;
- [12] Kaefer, Luís F. ; *Considerações sobre a Microestrutura do Cimento*;

[13] Gaskell, David R.; *Introduction to Metallurgical Thermodynamics*, McGraw-Hill, 1973;

[14] Reis, Maria Olinda; *Os Cimentos. Panorama Actual e Perspectivas de Evolução*; Ciência e Tecnologia dos Materiais;

Referência Internet

[1.1] <http://www.ets-lindgren.com>

[1.2] <http://www.sc.ehu.es>

[1.3] <http://galilei.iespana.es/galilei/qui/elemenos/cu.hm>

[1.4] <http://myspace.eng.br/fis/eletr/eletr4.asp>

[1.5] <http://geocities.yahoo.com.br/py2ngn/Bemvindo/jaule.htm>

[1.6] <http://www.hibisco-da-ilha.com/curso/2-PrimLeiTermo/2-6.Termoquimica.htm>

[1.7] <http://www.fisicanet.com.ar>

[1.8] <http://members.tripod.com/~netopedia/quimic/termoquimica.htm>

[1.9] <http://www.ndt-ed.org>

[1.10] <http://br.geocities.com/saladefisica>

[1.11] <http://w3.ualg.pt/~jarod/a2000/mecanica/praticas/guias/viscosidade-liquidos.pdf>

[1.12] <http://webphysics.davidson.edu/faculty/dmb/Helmholtz/HelmholtzCoils.html>

[1.13] <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbase/magnetic/helmholtz.html>

[1.14] <http://www.conformity.com>



FACULDADE DE ENGENHARIA
UNIVERSIDADE DO PORTO

BIBLIOTECA



0000091334