



X Congresso Brasileiro de Engenharia Química Iniciação Científica

“Influência da pesquisa em Engenharia Química no desenvolvimento tecnológico e industrial brasileiro”

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Universidade Severino Sombra
Vassouras – RJ – Brasil

EFEITO DA ADIÇÃO DE PVA NA CINÉTICA DE PERDA DE ÁGUA E NA CRISTALIZAÇÃO DO GESSO – PARTE I

**PORTELLA, L.T.¹, SILVA, G.S., COSTA, D.A.,²,
MANCINI, M.C.², MENDONÇA, R.H.^{2*}**

¹Aluno do DEQ/UFRRJ, ²Professor do DEQ/UFRRJ
Departamento de Engenharia Química - Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Endereço – UFRRJ, BR 465, km 07, Seropédica, CEP. 23.890-000, RJ,
email: robertahmendonca@ufrj.br

RESUMO – O gesso é um material branco fino que em contato com a água se hidrata, em um processo exotérmico dando origem a um produto rijo. O gesso é comumente utilizado no tratamento de lesões ortopédicas. O PVA é um polímero hidrofílico e biocompatível. No presente trabalho a influência da concentração de poliacetato de vinila (PVA) na cinética de perda de água do gesso foi avaliada. O tempo de pega das pastas gesso/PVA foi determinado. Foi observado que a adição de PVA aumentou o tempo de pega das pastas de gesso e que a perda de água sofre influência da concentração de PVA. Os materiais compósitos de gesso e PVA foram analisados por difração de raio X (DRX). Com base nas análises de DRX, foi observado que o processo de cristalização e o tamanho aparente dos cristalitos também são afetados pela presença do PVA.

Palavras chave: biomateriais, revestimento, ortopedia

INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de novos biomateriais tem atraído interesse de diversos grupos de pesquisa. Tais materiais são desenvolvidos visando buscar soluções alternativas para prevenir e /ou tratar problemas relacionados à saúde. O uso de revestimentos no tratamento de lesões, por exemplo, requer o designer de materiais de acordo com a aplicação pretendida. No caso de lesões relacionadas à área ortopédica, é comum a utilização de talas gessadas (Esmanhoto & Esmanhoto, 2013). No entanto, embora o uso dessas talas já seja consolidado, há uma preocupação com o peso e com a

redução de custo destas. No trabalho desenvolvido Esmanhoto & Esmanhoto (2013), foi avaliado o efeito da configuração dessas talas (a forma como estas são aplicadas ao paciente) no peso específico e na resistência do material.

O presente trabalho faz parte de um projeto de pesquisa que visa avaliar o efeito de aditivos e do modo de secagem do gesso visando a aplicação deste em ortopedia.

O gesso é um produto obtido a partir da calcinação da gipsita ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (dihidrato)). Durante o processo de calcinação, a gipsita perde a água de cristalização e forma o gesso ($\text{CaSO}_4 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ (hemidrato)) (Chandara *et al.*, 2009). Na presença de água,

*Bolsista PROIC/UFRRJ

o gesso se reidrata, cristaliza e solidifica, adquirindo resistência mecânica (Rashad, *et al.*, 2003).

De acordo com a literatura é possível alterar a as propriedades das pastas de gesso utilizando pequenas quantidades de aditivos (geralmente em concentrações menores do que 1% (m/m)). Esses aditivos podem acelerar ou retardar o tempo de pega da pasta que é modificado alterando-se a solubilidade do hemidrato (Baltar, 2009).

No presente trabalho foi estudada a influência da adição de poliacetato de vinila PVA na cinética de secagem do gesso por um período de 45 min a temperatura constante.

O PVA é um polímero hidrofílico e biocompatível produzido através da polimerização via radicais livres do acetato de vinila que resulta no PVA que é um polímero amorfo, de cor branca, usado na formulação de adesivos como colas brancas ou colas para madeira, como base para tintas látex usadas na construção civil para revestimento externo ou interno e como matéria prima na produção de álcool polivinílico (Mark, 1976).

O PVA foi selecionado por ser um produto orgânico de elevada massa molecular com potencial para melhorar a trabalhabilidade do gesso.

MATERIAIS E MÉTODOS

Preparo da mistura Gesso/PVA

Foram preparadas misturas de gesso e PVA (Ai onde i corresponde à composição da amostra em base seca de acordo com a Tabela 1). O gesso previamente hidratado foi adicionado a uma suspensão de PVA. As misturas foram submetidas à agitação manual por 1 minuto e na sequencia foram adicionadas a moldes com diâmetro igual a 5 cm.

Tabela 1 - Composição das amostras em base seca

Gesso (%)	PVA (%)	Identificação da amostra
76	24	A1
73	27	A2
70	30	A3
68	32	A4
100	0	G1

Secagem por convecção natural

Cada uma das amostras, codificadas na Tabela 1, após terem sido adicionadas aos moldes, foram imediatamente pesadas e dispostas na unidade de secagem por convecção natural. Foi utilizada uma estufa com as dimensões 100 cm de altura, 52 cm largura e 97 cm de comprimento. A avaliação da redução de massa de água das amostras, em um período de 45 minutos, foi feita com a realização de pesagens a cada 5 minutos. O experimento foi conduzido a 39°C. As reduções de massa do gesso (G) puro e do PVA puro (P) também foram avaliadas nas mesmas condições operacionais. Com os dados de secagem, foi possível determinar a Redução de massa (Rm), Equação (1), para cada amostra, em cada instante do experimento.

$$Rm = \frac{M(t)}{M_o} \quad (1)$$

Onde: Rm – Redução de massa; M_o – Massa inicial da amostra e M(t) – Massa da amostra no instante t.

Tempo de pega

Para determinação do tempo de pega, as amostras foram moldadas com aproximadamente 5 mm de espessura e 100 mm de diâmetro. O tempo final da pega é definido quando, ao pressionar o dedo sobre a mesma, não mais fique a marca de impressões digitais. Este método é simples e segue a norma alemã DIN 1168 (1975).

Difração de Raios -X

Visando avaliar o efeito da adição de PVA na cristalização e na secagem do gesso as amostra G1 e Aj foram analisadas por difração de raio-X. A análise foi conduzida em difratômetro de raios X (Mini Flex II, Rigaku) operado com a fonte CuKα (λ = 15,2 nm), sob as seguintes condições de análise: velocidade igual a 2° min.; passo igual a 0,02 grau; tempo presente igual a 1 segundo; faixa de varredura de 2 – 60°.

Com base nos difratogramas obteve-se tamanho dos cristalitos pela Equação (2).

$$t = \frac{0,9\lambda}{B \cos(\theta)} \quad (2)$$

Onde t é o tamanho do cristalito, λ é o comprimento de onda dos raios-X; e B é a largura a meia altura dos picos, θ é o ângulo (em radianos) onde a intensidade do pico é máxima.

O espaçamento entre as lamelas dos cristais utilizando como referência o plano (220) foi obtido pela lei de Bragg (Equação 3)

$$2d\sin(\theta) = n\lambda \quad (3)$$

Onde d é a distância entre os planos, n é um número inteiro (no presente trabalho foi adotado $n = 1$) e λ é o comprimento de onda do raio - X.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na Figura 1 são apresentadas as curvas de redução de massa do PVA, do gesso e das misturas Ai. Todas as amostras apresentaram curvas características da perda de massa na secagem de material contendo elevados teores de água livre. Desta forma, a perda de massa das amostras Ai é associada tanto ao gesso quanto ao PVA.

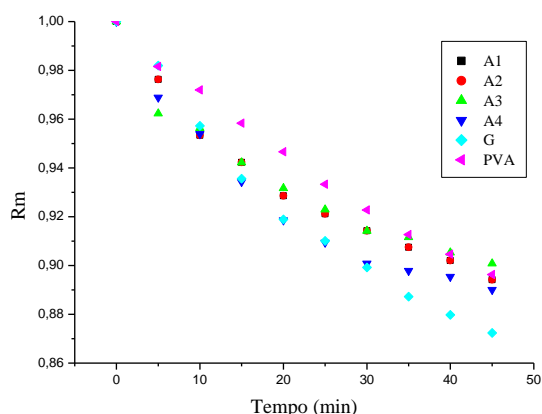


Figura 1 - Cinética de perda de massa por convecção natural a 39° C da mistura Ai onde i indica a composição da amostra em base seca (i = 1 corresponde a 76% (m/m) de gesso e 24 % (m/m) de PVA; i = 2 corresponde a 73% (m/m) de gesso e 27 % (m/m) de PVA; i = 3 corresponde a 70% (m/m) de gesso e 30 % (m/m) de PVA e i =4 corresponde a 68% (m/m) de gesso e 32 % (m/m) de PVA), gesso (G1) e do PVA (P1).

As misturas Ai apresentam comportamento intermediário entre o do gesso e do PVA sugerindo a formação de um material com resistências à transferência de massa diferente das dos materiais constituintes separados.

Na Tabela 2 são apresentados os valores de tempo de pega obtidos para as amostras Ai e para o gesso.

Tabela 2 - Tempo de pega obtidos para as amostras Ai e para o gesso.

Amostra	Tempo de pega (min)
Gesso	5
A1	10
A2	10
A3	15
A4	25

De acordo com a Tabela 2, o PVA retardou o tempo de pega da pasta de gesso. Essa propriedade da pasta está relacionada com o processo de cristalização através da formação de núcleos que se expandem com o passar do tempo (Chandara *et al.* 2009). Todavia, nem toda a água adicionada ao gesso é incorporada, sendo necessária a eliminação da água excedente para que se tenha, ao final do processo, um composto efetivamente endurecido (Rashad, *et al.*, 2003).

A Figura 2 apresenta os difratogramas de raios X das amostras Ai e do gesso. Para o gesso puro foram observados os picos característicos do dihidrato em 2θ igual a 11,8; 20,8; 23,56; 29,54 e picos referentes ao hemidrato em 2θ igual 14,94; 25,6 e 29,9.

Fazendo uma comparação entre os picos cristalinos do gesso puro e dos picos após a adição de PVA nota-se que a presença de PVA afetou o processo de cristalização do material uma vez que o pico em 2θ igual 11,8 (Figura 3 a) relativo ao plano (220) (característico da gipsita (Rashad *et al.*, 2003) apresentou menor intensidade para todas as Ai. Comportamento similar foi observado também em 2θ igual a 20,8 (Figura 3 b).

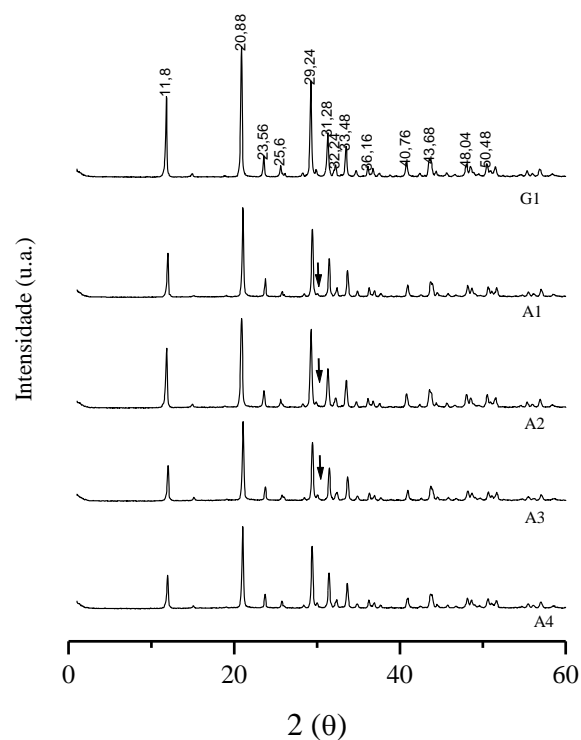


Figura 2 – Difratoograma de Raio -X das amostras Ai onde i indica a composição da amostra em base seca (i = 1 corresponde a 76% (m/m) de gesso e 24 % (m/m) de PVA; i = 2 corresponde a 73% (m/m) de gesso e 27 % (m/m) de PVA; i = 3 corresponde a 70% (m/m) de gesso e 30 % (m/m) de PVA e i=4 corresponde a 68% (m/m) de gesso e 32 % (m/m) de PVA), gesso (G1) e do PVA (P1).

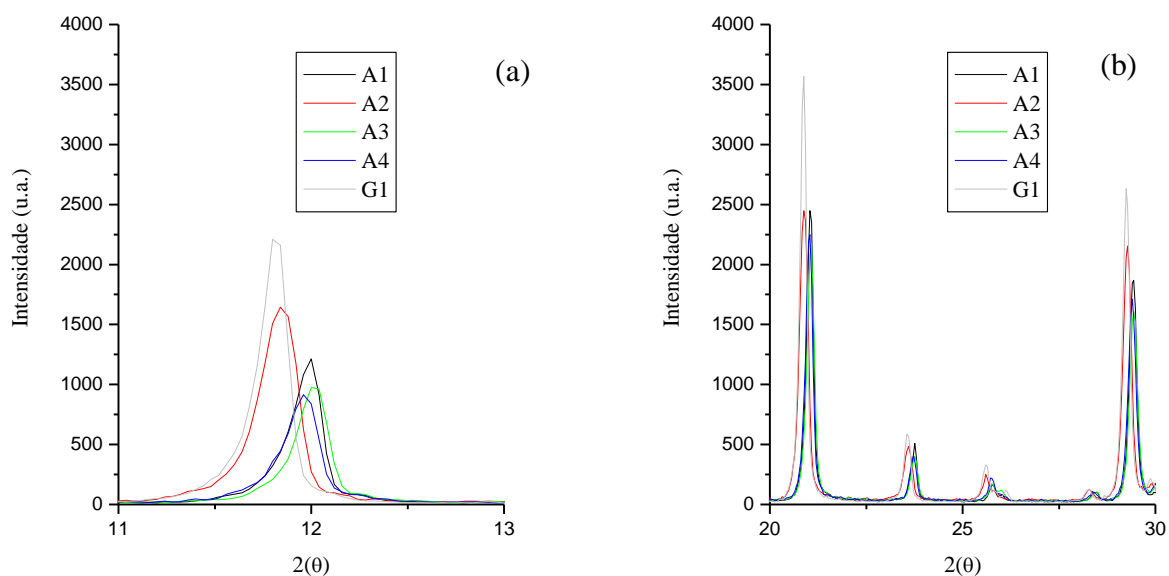


Figura 3: Difratoograma de Raio -X das amostras Ai onde i indica a composição da amostra em base seca (i = 1 corresponde a 76% (m/m) de gesso e 24 % (m/m) de PVA; i = 2 corresponde a 73% (m/m) de gesso e 27 % (m/m) de PVA; i = 3 corresponde a 70% (m/m) de gesso e 30 % (m/m) de PVA e i=4 corresponde a 68% (m/m) de gesso e 32 % (m/m) de PVA), gesso (G1) e do PVA (P1).

O tamanho aparente dos cristalitos (t), obtido pela equação de Sherrer, das amostras G1 e A1 é apresentado na Tabela 3.

Tabela 3: Tamanho aparente dos cristalitos obtidos pela equação de Sherrer.

Amostra	t (Å)	Área dos picos relacionados ao plano (220)
G1	413	523
A1	388	298
A2	314	478
A3	367	259
A4	367	257

De acordo com os dados apresentados na Tabela 3, a presença do PVA promove uma redução no tamanho dos cristalitos. Tal fato está de acordo com o observado na literatura para materiais que reduzem o tempo de pega, pois estes tendem a se colocar ao redor dos grãos de hemidrato, atrasando o contato dos grãos com a água (Baltar, 2009).

Das amostras contendo PVA, a A2 foi a que mais perdeu água até 5min. Além disso, a área do pico (220) para a amostra A2 foi maior do que para as demais A1 o que, possivelmente, indica a formação de mais cristais. De acordo com (HENAO, 1997) pode haver dois tipos de composição cristalina: cristais formados a partir de poucos núcleos, onde os cristais possuem tamanho grande, ou a partir de numerosos núcleos, sendo o tamanho dos cristais formados muito pequeno (HENAO, 1997).

De acordo com a literatura (HENAO, 1997), uma vez que as moléculas de água fazem parte da estrutura do cristal, a remoção desta impede o crescimento continuado do cristal. A amostra A2 perdeu mais água antes do tempo de pega observado para a A2 (Figura 1; Tabela 2). Porém, vale ressaltar que o tamanho aparente dos cristalitos aumenta nas amostras A3 e A4 as quais apresentaram valores de área bem próximos e menores do que os valores observados para as amostras G1, A1 e A2. Nas amostras A3 e A4 foi possível observar a presença de um pico em 2θ igual a 29,9 (indicado por setas na Figura 2) característico do hemidrato.

A lei de Bragg foi utilizada para estimar o espaço entre as lamelas dos cristais utilizando com referência o plano (220). Porém, não foram observadas diferenças significativas entre os valores de d .

CONCLUSÕES

A cinética de perda de água é afetada pelo teor de PVA na amostra. A água faz parte do processo de cristalização que está diretamente associado ao endurecimento do gesso. Com base nos dados de DRX pode-se concluir que o PVA afetou o processo de cristalização e reduziu o tamanho dos cristalitos. Tal fato é corroborado pelo aumento do tempo de pega.

REFERÊNCIAS

- BALTAR, LEILA MAGALHÃES. 2009. INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE POLISSACARÍDEOS NAS PROPRIEDADES FÍSICAS DO GESSO ALFA. *Dissertação de Mestrado Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mineral - PPGEMinas da*. 2009.
- CHANDARA, CHEA, *et al.* 2009. Use of waste gypsum to replace natural gypsum as set retarders in portland cement. *Waste Management*. 2009, Vol. 29, pp. 1675–1679.
- ESMANHOTO, ANDRÉ & ESMANHOTO, GUILHERME. 2013. Uma ideia simples para diminuir custo e peso das talas gessadas. *Revista Brasileira de Ortopedia*. 1, 2013, Vol. 48, pp. 17-21.
- HENAO, A H. 1997. Influência dos aditivos retardadores de pega na hidratação do. *Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica, Universidade*. 1997.
- MARK, H K. 1976. Encyclopedia of Polymer Science and technology: plastics, resins, rubber and fibers. 1976, Vol. 15, pp. 607-617.
- RASHAD, M M, BAILOUMY, H M E ABDEL-AAL, E A. 2003. Structural and spectral studies on gypsum crystals under simulated conditions of phosphoric acid production with and without organic and inorganic additives. *Crystal Research*

Technology. 2003, Vol. 28, pp. 433 – 439.

Agradecimentos: Os Autores agradecem ao PROIC-UFRRJ pela bolsa de iniciação científica e ao Laboratório de Catálise da UFRRJ pela realização das análises de DRX.