



**Universidade do Minho**  
Escola de Engenharia

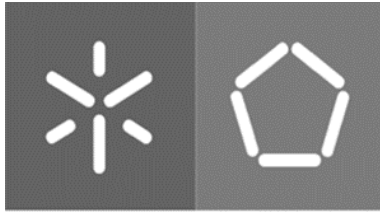
Paula Cristina Félix Vieira | Funcionalização de pós de magnésio para aplicações biomédicas

Paula Cristina Félix Vieira

Funcionalização de pós de magnésio para  
aplicações biomédicas







**Universidade do Minho**  
Escola de Engenharia

Paula Cristina Félix Vieira

**Funcionalização de pós de magnésio para  
aplicações biomédicas**

Dissertação de Mestrado  
Mestrado Integrado em Engenharia Mecânica

Trabalho efetuado sob a orientação de  
**Doutor Óscar Samuel Novais Carvalho**  
**Doutora Maria Georgina Macedo Miranda**

julho de 2021

## **DIREITOS DE AUTOR E CONDIÇÕES DE UTILIZAÇÃO DO TRABALHO POR TERCEIROS**

Este é um trabalho académico que pode ser utilizado por terceiros desde que respeitadas as regras e boas práticas internacionalmente aceites, no que concerne aos direitos de autor e direitos conexos.

Assim, o presente trabalho pode ser utilizado nos termos previstos na licença abaixo indicada.

Caso o utilizador necessite de permissão para poder fazer um uso do trabalho em condições não previstas no licenciamento indicado, deverá contactar o autor, através do RepositoriUM da Universidade do Minho.



**Atribuição-NãoComercial-SemDerivações  
CC BY-NC-ND**

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>

“It always seems impossible until it's done!” – Nelson Mandela

## **AGRADECIMENTOS**

Para que esta dissertação de mestrado acontecesse, muitas horas e muitos dias de trabalho foram necessários assim como muito esforço e dedicação para que este projeto chegasse ao final.

Agradeço ao meu orientador Doutor Óscar Carvalho, por todo o apoio e encorajamento que me deu ao longo da minha dissertação de mestrado. Estou grata pelas oportunidades que ele me deu, pelos ensinamentos, por todas as palavras motivacionais e por estar disponível. Gostaria também de agradecer à Doutora Georgina Miranda pelos conselhos e espírito crítico.

Gostaria de agradecer a todos os meus colegas do CMEMS, especialmente à Helena Pereira por toda ajuda, disponibilidade, prontidão, companhia, ânimo e principalmente pela paciência.

Aos meus pais, por todas as oportunidades que me proporcionaram ao longo da minha vida. Às minhas irmãs Sónia e Luísa, por me apoiarem, independentemente da distância.

A todos os meus amigos por tornarem esta caminhada mais fácil, por me divertirem, transmitirem boas energias, viverem comigo as tristezas e festejarem comigo as vitórias.

Este trabalho teve o apoio da FCT – Fundação para a Ciência e Tecnologia, através do projeto com a referência UID/EEA/04436/2019, e projeto FunImp, POCI-01-0145-FEDER-030498, pelos fundos FEDER através do programa COMPETE 2020 – Programa Operacional Competitividade e Internacionalização (POCI).

A todos, o meu sincero obrigada!

## **DECLARAÇÃO DE INTEGRIDADE**

Declaro ter atuado com integridade na elaboração do presente trabalho académico e confirmo que não recorri à prática de plágio nem a qualquer forma de utilização indevida ou falsificação de informações ou resultados em nenhuma das etapas conducente à sua elaboração.

Mais declaro que conheço e que respeitei o Código de Conduta Ética da Universidade do Minho.



## **RESUMO**

Atualmente, os defeitos ósseos consequência de fraturas ou doenças (osteoporose, periodontite) são um crescente problema de saúde. Como alternativa aos auto e hétero enxertos, novos biomateriais que potenciam a regeneração óssea têm vindo a ser desenvolvidos: biomateriais com capacidade de se degradarem ao longo do tempo no organismo como é o caso do magnésio (Mg). O Magnésio apresenta inúmeras vantagens como o módulo de elasticidade (semelhante ao do osso) e a biocompatibilidade. No entanto, existem vários desafios como a rápida degradação, e a taxa de libertação de hidrogénio, o que poderá causar a falha na integridade do implante e impedir a viabilidade celular dos novos tecidos. Atualmente algumas soluções permitem contornar estas desvantagens do Mg, como a adição de elementos de liga, funcionalização, tratamentos térmicos, entre outros.

O estudo aqui presente tem como principal objetivo a funcionalização do magnésio de forma a reduzir a taxa de dissolução no organismo humano. A solução apresentada consiste no revestimento de pós de magnésio com zinco utilizando a técnica da eletrodeposição. Nesta técnica foram controlados os parâmetros voltagem e tempo, de forma a controlar a espessura do revestimento. A caracterização consistiu na análise de imagens obtidas no microscópio eletrónico de varrimento. Foram analisados oito parâmetros com voltagens e tempos diferentes que originaram diferentes resultados quanto à camada formada.

O conjunto de parâmetros 12V, 120 segundos e com uma intensidade de corrente de 0,41A, apresentou resultados promissores, o revestimento apresenta maior uniformidade e maior percentagem de superfície totalmente revestida (83%). Foram utilizados pós de magnésio funcionalizados utilizando este conjunto de parâmetros para o fabrico de amostras maciças por sinterização assistida por pressão uniaxial (Hot-pressing) e concluiu-se que os parâmetros mais adequados são de 30 minutos sob a pressão de 20 bar a 350°C. O arrefecimento foi efetuado de forma controlada.

## **PALAVRAS-CHAVE**

Eletrodeposição, Magnésio, Zinco

## **ABSTRACT**

Nowadays, bone defects resulting from fractures or diseases (osteoporosis, periodontitis) are a growing health problem. As an alternative to auto and heterografts, new biomaterials that enhance bone regeneration have been developed: biomaterials with the ability to degrade over time. These allow degradation in the body without any toxicity, as is the case with magnesium (Mg). Magnesium has numerous advantages such as its modulus of elasticity (similar to bone) and biocompatibility. However, there are several challenges such as rapid degradation, and the rate of hydrogen release, which could cause failure of the implant integrity and prevent the cell viability of new tissues. Currently, some solutions allow to overcome these disadvantages of Mg, such as the addition of alloying elements, functionalization, heat treatments, among others.

The main objective of the present study is the functionalization of magnesium to reduce the dissolution rate in the human body. The solution presented consists of coating magnesium powders with zinc using the electrodeposition technique. In this technique, the voltage and time parameters were controlled to control the thickness of the coating. The characterization consisted of the analysis of images obtained in the scanning electron microscope. Eight parameters were analyzed with different voltages and times, which originate different results regarding the layer formed.

The set of parameters 12V, 120 seconds and with a current intensity of 0.41A, showed promising results, the coating has more uniformity and a higher percentage of completely coated powder (83%). Functionalized magnesium powders were used handling this set of parameters for the manufacture of massive samples by uniaxial pressure-assisted sintering (Hot-pressing) and it was concluded that the most suitable parameters are 30 minutes under a pressure of 20 bar at 350°C. The cooling was carried out in a controlled manner.

## **KEYWORDS**

Electrodeposition, Magnesium, Zinc

## ÍNDICE

Agradecimentos.....	iv
Resumo.....	vi
Abstract.....	vii
Índice.....	viii
Índice de Figuras.....	x
Índice de Tabelas .....	xiv
Lista de Abreviaturas, Siglas e Acrónimos .....	xvi
1. Enquadramento .....	1
1.1 Motivação .....	2
1.2 Objetivos.....	3
1.3 Estrutura da dissertação.....	4
2. Estado da Arte .....	5
2.1 Regeneração Óssea.....	6
2.2 Materiais Biocompatíveis e Biodegradáveis .....	8
2.2.1 Magnésio e as duas ligas.....	12
2.2.2 Ligas de magnésio mais usadas e as suas aplicações .....	14
2.2.3 Processo de biodegradação .....	19
2.3 Métodos para processar os pós .....	20
2.4 Funcionalização .....	25
3. Materiais e Métodos.....	31
3.1 Materiais.....	32
3.1.1 Pó de Magnésio.....	32
3.1.2 Placa de zinco .....	34
3.1.3 Eletrólito.....	35
3.2 Métodos.....	36
3.2.1 Construção do equipamento .....	36
3.2.2 Processo de eletrodeposição.....	40
3.2.3 Processamento dos pós funcionalizados - <i>Hot pressing</i> .....	43

3.3	Caracterização dos Materiais .....	46
3.3.1	SEM/EDS.....	47
4.	Resultados e Discussão .....	49
4.1	Eletrodeposição.....	50
4.1.1	Resultados para cada parâmetro.....	53
4.1.2	Análise Comparativa .....	77
4.1.3	Caracterização EDS .....	81
4.2	Hot-pressing.....	92
4.2.1	Caracterização EDS .....	95
5.	Resultados e Discussão .....	101
5.1	Conclusões .....	102
5.2	Trabalhos Futuros .....	104
	Referências Bibliográficas .....	105
	Anexo 1 – Resultados obtidos nas medições dos pós de magnésio e revestimento de zinco .....	114

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 – Estágios da Regeneração Óssea [15].	6
Figura 2 – Representação esquemática do osso cortical e trabecular [22].	7
Figura 3 – Imagem obtida por SEM – pós de magnésio puro (99% de grau de pureza) [33].	9
Figura 4 – Gráficos de tamanho do grão de zinco e módulo de elasticidade, por percentagem de zinco, respetivamente.	17
Figura 5 – Gráfico regeneração óssea, fases do processo e tempo correspondente [2], [3].	20
Figura 6 – Componente desenvolvido através da técnica de metalurgia dos pós [77].	21
Figura 7 – Etapas da metalurgia dos pós.	22
Figura 8 – Fases sequenciais do processo de Hot-pressing.	23
Figura 9 – Diagrama de fase magnésio-zinco.	24
Figura 10 – Diagrama com as diferentes técnicas de revestimento.	26
Figura 11 – Resumo esquemático das reações químicas mais importantes no processo de criação de filmes utilizando a técnica CVD. De notar que nem todas as reações químicas são utilizadas em toda as variações deste processo.	27
Figura 12 – Resumo esquemático do mecanismo para o processo de criação de filmes utilizando a técnica <i>sputtering</i> .	28
Figura 13 – Esquematização dos princípios básicos de eletrodeposição [98].	28
Figura 14 – Representação gráfica do fenómeno da eletrodeposição química.	29
Figura 15 – Esquema simplificado das escolhas efetuadas ao longo do projeto.	31
Figura 16 – Imagem do SEM dos pós de Magnésio utilizados.	33
Figura 17 – Histograma representativos do tamanho de pós de Mg.	33
Figura 18 – Fotografia da placa de Zn utilizada antes de passar pela fase de polimento.	35
Figura 19 – Conjunto recipiente-grafite para colocar o eletrólito.	37
Figura 20 – Representação do agitador utilizado.	38
Figura 21 – Conjunto agitador, recipiente, grafite e placa de zinco.	38
Figura 22 – Montagem do equipamento para eletrodeposição.	39
Figura 23 – Conjunto final: Dispositivo, aparelho de eletrodeposição, ligação elétrica e agitador.	39
Figura 24 – Esquema do processo de Eletrodeposição realizado.	40
Figura 25 – Representação da matriz e punção utilizados sem tinta e pintado respetivamente.	44
Figura 26 – Matriz e punções utilizados.	44

Figura 27 – <i>Hot-pressing</i> utilizado e representação descritiva dos componentes do <i>Hot-pressing</i> , respetivamente.....	45
Figura 28 – Curva obtida na tecnologia de <i>Hot-pressing</i> .....	46
Figura 29 – Equipamento SEM/EDS.....	47
Figura 30 – Montagem dos pós em resina.....	51
Figura 31 – Polideira Mecapol P251, utilizada para amostras em resina e <i>Hot-pressing</i> .....	52
Figura 32 – Montagem dos pós em resina, falhas encontradas.....	52
Figura 33 – Medição do perímetro do pó e segmentos com revestimento, respetivamente.....	53
Figura 34 – Segmentos para cálculo da espessura da camada revestida.....	53
Figura 35 – Imagem do SEM dos parâmetros 6V, 30s.....	54
Figura 36 - Histograma do tamanho da camada para os parâmetros a).....	55
Figura 37 – Gráficos relativos aos parâmetros a) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente.....	56
Figura 38 – Imagem do SEM da amostra 6V, 60s.....	57
Figura 39 - Histograma do tamanho do pó para a amostra b).....	58
Figura 40 - Gráficos relativos aos parâmetros b) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente.....	59
Figura 41 – Imagem do SEM dos parâmetros: 6V, 120s.....	60
Figura 42 - Histograma do tamanho do pó para a amostra c).....	61
Figura 43 - Gráficos relativos aos parâmetros c) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente.....	62
Figura 44 – Imagem do SEM da amostra 9V, 30s.....	63
Figura 45 - Histograma da média de espessuras de camada para os parâmetros de d).....	64
Figura 46 - Gráficos relativos aos parâmetros d) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente.....	65
Figura 47 – Imagem do SEM da amostra 9V, 60s.....	66
Figura 48 - Histograma do tamanho do pó para amostra e).....	67
Figura 49 - Gráficos relativos aos parâmetros e) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente.....	68
Figura 50 – Imagem do SEM da amostra 9V, 120s.....	69
Figura 51 - Histograma do tamanho do pó para amostra f).....	70

Figura 52 - Gráficos relativos aos parâmetros f) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente. ....	71
Figura 53 – Imagem do SEM da amostra 12V, 60s. ....	72
Figura 54 - Histograma do tamanho do pó para amostra g). ....	73
Figura 55 - Gráficos relativos aos parâmetros g) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente. ....	74
Figura 56 – Imagem do SEM da amostra 12V, 120s. ....	75
Figura 57 - Histograma do tamanho do pó para amostra h). ....	76
Figura 58 - Gráficos relativos aos parâmetros h) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente. ....	77
Figura 59 – Influência do tempo na formação de camada de zinco nos pós de magnésio. ....	78
Figura 60 - Influência da voltagem na formação de camada de zinco nos pós de magnésio. ....	78
Figura 61 – Gráfico resultante da análise da de superfície revestida, para os diferentes parâmetros...	79
Figura 62 – Gráfico comparativo das médias de camadas obtidas para os diferentes parâmetros. ....	80
Figura 63 – Gráfico comparativo das variações nas espessuras das camadas. ....	81
Figura 64 - Imagens EDS correspondentes aos parâmetros a) com representação de zonas (Z1, Z2, Z3 e Z4). ....	82
Figura 65 – Representação gráfica da presença do zinco nos parâmetros 6V30s. ....	83
Figura 66 – Representação gráfica da presença do Magnésio na parâmetros a). ....	84
Figura 67 – Imagem EDS correspondentes aos parâmetros b) com representação de zonas (Z1 e Z2). ....	85
Figura 68 – Representação gráfica da presença do zinco na parâmetros b). ....	86
Figura 69 – Representação gráfica da presença do magnésio nos parâmetros b). ....	87
Figura 70 - Imagens EDS correspondentes aos parâmetros h) com representação de zonas (Z1, Z2, Z3 e Z4). ....	88
Figura 71 – Representação gráfica da presença do zinco nos parâmetros h). ....	89
Figura 72 – Representação gráfica da presença do magnésio nos parâmetros h). ....	90
Figura 73 – Gráfico comparativo das zonas escuras do EDS. ....	91
Figura 74 - Gráfico comparativo das zonas claras do EDS. ....	92
Figura 75 – Imagens do SEM correspondentes às amostras 1, 2 e 3, respetivamente. ....	93
Figura 76 – Imagens do SEM correspondentes aos parâmetros apresentados em i). ....	94

Figura 77 – Imagens do SEM correspondentes às amostras analisadas com os parâmetros relativos a ii). .....	94
Figura 78 – Imagens do SEM correspondentes aos parâmetros i) com representação de zonas (Z1, Z2, Z3 e Z4). .....	95
Figura 79 – Imagens do SEM correspondentes aos parâmetros ii) representação de zonas (Z1, Z2, Z3 e Z4). .....	97
Figura 80 - Gráfico comparativo das zonas Z1 dos EDS referentes aos dois parâmetros. ....	98
Figura 81- Gráfico comparativo das zonas Z3 dos EDS referentes aos dois parâmetros. ....	99
Figura 82 - Gráfico comparativo das zonas Z2 e Z4 dos EDS referentes aos dois parâmetros. ....	99



## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades mecânicas do osso humano [19], [20].....	7
Tabela 2 – Propriedades específicas do magnésio.....	10
Tabela 3 – Vantagens do Magnésio [51]. .....	12
Tabela 4 – Desvantagens do magnésio [51].....	12
Tabela 5 – Composição elementar de ligas de Magnésio selecionadas (% em massa) [52].....	13
Tabela 6 – Taxa de degradação de ligas de magnésio-zinco usualmente utilizadas [10]. .....	15
Tabela 7 – Ligas de magnésio-zinco para aplicações Biomédicas [52] .....	18
Tabela 8 – Testes de biodegradação no Magnésio puro [52] .....	19
Tabela 9 – Exemplos de parâmetros de HP em ligas Mg-Zn.....	24
Tabela 10 – Vantagens e Desvantagens de alguns exemplos práticos [62]. .....	25
Tabela 11 – Efeito do tempo de eletrodeposição na espessura da camada. ....	30
Tabela 12 – Características do pó de magnésio, ficha de dados e segurança <i>GoodFellow</i> . ....	32
Tabela 13 – Propriedades teóricas do zinco [109].....	34
Tabela 14 – Eletrólito de zinco ácido brilhante [110]. .....	35
Tabela 15 – Quantidades químicas do Eletrólito de zinco ácido brilhante [110]. .....	36
Tabela 16 – Parâmetros de voltagem e tempo utilizados. ....	41
Tabela 17 – Parâmetros utilizados para as diferentes amostras ao longo da fase de eletrodeposição. ....	43
Tabela 18 – Parâmetros utilizados na tecnologia de <i>Hot-pressing</i> . ....	46
Tabela 19 – Parâmetros utilizados para cada parâmetro e intensidade da corrente inerente. ....	50
Tabela 20 – Tabela explicativa dos parâmetros estudados: 6V, 30s. ....	54
Tabela 21 – Tabela explicativa dos resultados obtidos com os parâmetros 6V, 60s.....	57
Tabela 22 – Tabela explicativa dos resultados obtidos com os parâmetros 6V, 120s.....	60
Tabela 23 – Tabela explicativa dos resultados obtidos com os parâmetros 9V, 30s.....	63
Tabela 24 – Tabela explicativa dos resultados obtidos com os parâmetros 9V, 60s.....	66
Tabela 25 – Tabela explicativa dos resultados obtidos com os parâmetros 9V, 120s.....	69
Tabela 26 – Tabela explicativa dos resultados obtidos com os parâmetros 12V, 60s.....	72
Tabela 27 – Tabela explicativa dos resultados obtidos com os parâmetros 12V, 120s. ....	75
Tabela 28 – Elementos químicos obtidos através da análise EDS para os parâmetros a). ....	82
Tabela 29 – Resultado da análise EDS para as zonas Z1 e Z2 para os parâmetros a) .....	83
Tabela 30 – Elementos químicos obtidos através da análise EDS para a parâmetros a). ....	85

Tabela 31 – Resultado da análise EDS para a zona Z1 para a parâmetros b).	86
Tabela 32 – Resultado da análise EDS para a zona Z2 para os parâmetros b).	87
Tabela 33 – Elementos químicos obtidos através da análise EDS para os parâmetros h).	88
Tabela 34 – Resultado da análise EDS para as zonas Z1 e Z2 para os parâmetros h).	89
Tabela 35 – Resultado da análise EDS para as zonas Z3 e Z4 para os parâmetros h).	91
Tabela 36 – Parâmetros utilizados na tecnologia de <i>Hot-pressing</i> .	92
Tabela 37 – Representação das mostras com ou sem arrefecimento controlado.	93
Tabela 38 – Elementos químicos presentes na Z1, Z2, Z3 e Z4 da amostra 6.	96
Tabela 39 – Elementos químicos presentes na Z1, Z2, Z3 e Z4 dos parâmetros ii).	97
Tabela 40 – Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 6V 30s.	114
Tabela 41 – Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 6V30s.	117
Tabela 42 - Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 6V 60s.	118
Tabela 43 - Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 6V60s.	121
Tabela 44 - Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 6V 120s.	122
Tabela 45 - Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 6V120s.	128
Tabela 46 - Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 9V 30s.	129
Tabela 47 - Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 9V30s.	133
Tabela 48 - Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 9V 60s.	134
Tabela 49 – Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 9V60s.	138
Tabela 50 - Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 9V 120s.	139
Tabela 51 - Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 9V120s.	146
Tabela 52 - Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 12V 60s.	147
Tabela 53 - Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 12V60s.	152
Tabela 54 - Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 12V 120s. .....	153
Tabela 55 - Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 12V120s.	157

## **LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E ACRÓNIMOS**

Al – Alumínio

Ba – Bário

Be – Berílio

Ca – Cálcio

Cd – Cádmi

Ce – Cério

Co – Cobalto

Cr – Crómio

Cu – Cobre

EDS – Espectroscopia de raios-X por Dispersão em Energia

Fe - Ferro

H – Hidrogénio

Hap – Hidroxiapatite

La – Lantânio

M – Metal

Mg – Magnésio

MgO – Óxido de Magnésio

Mn – Manganês

MP- Metalurgia dos Pós

Ni – Níquel

Pb – Chumbo

Pr – Praseodímio

SEM – Microscópio Eletrónico de Varrimento

Sn – Estanho

Sr – Estrôncio

Th - Tório

Ti – Titânio

V – Vanádio

W – Tungsténio

Zn – Zinco

## **1. ENQUADRAMENTO**

---

O capítulo 1 tem como principal objetivo esclarecer a motivação e os principais objetivos a alcançar com esta dissertação. Assim, este capítulo está dividido em três subcapítulos: a motivação (1.1), objetivos (1.2) e estrutura da dissertação (1.3).

## 1.1 Motivação

O osso é um tecido dinâmico com uma incrível capacidade de se autorregenerar e com uma estrutura bem organizada, estando dividido em osso trabecular, mais poroso, e osso cortical mais compacto. É extremamente importante, quando se estuda biomateriais para aplicações ortopédicas, a compreensão das fases da regeneração do osso. São quatro as principais fases: inflamação, formação do calo mole, formação do calo duro e remodelação óssea. Cada uma destas fases apresenta tempos específicos de formação óssea que devem ser respeitados para uma regeneração eficaz [1–3].

Nas últimas décadas, foram feitos avanços no ramo dos biomateriais que promoveram um aumento significativo no desenvolvimento do mercado dos implantes e dos biomateriais necessários para a substituição/reparação óssea [4]. Os *scaffolds*, atualmente disponíveis para aplicações biomédicas, são na sua maioria porosos para que seja possível o crescimento ósseo no seu interior [5]. São produzidos sobretudo à base de materiais biocompatíveis. A maioria dos metais usados não são biodegradáveis e apresentam desvantagens como a libertação de iões tóxicos que levam muitas vezes a reações alérgicas e consequente remoção do implante [3].

Os materiais cerâmicos apresentam características de elevado interesse como a biocompatibilidade e o facto de não se degradarem, no entanto existem algumas desvantagens como a baixa resistência mecânica, quando porosos, e um módulo de elasticidade superior ao do osso [6-7]. Não obstante as desvantagens que possuem são muito requisitados para aplicações odontológicas, para preenchimento ósseo, entre outros [8-9].

Do mesmo modo, o magnésio tem vindo a ganhar interesse por parte dos investigadores desta área. Vantagens como a biocompatibilidade, biodegradabilidade, baixa densidade e boas propriedades mecânicas faz deste um dos potenciais metais para aplicações ortopédicas [10-9]. Ressalte-se que uma taxa de degradação controlada determina que não haja a necessidade de remoção ou substituição do implante pois o osso substituirá o implante [11]. A libertação de hidrogénio e consequente acumulação perto do local do implante poderá levar à falha do mesmo. Para além da perda de integridade mecânica, devido à biodegradação, esta elevada acumulação do hidrogénio inibe a formação de novo tecido ósseo. Nesse sentido, é crucial a otimização desta taxa de dissolução, por via do controlo da evolução de hidrogénio [10].

## 1.2 Objetivos

Perante uma lesão ou uma fratura em que o osso não seja capaz de se autorregenerar é necessário recorrer à utilização de implantes ou enxertos ósseos que podem ser de carácter permanente ou reabsorvível.

O magnésio pertence aos reabsorvíveis e comparativamente a outros materiais, como os poliméricos, apresenta a grande vantagem de possuir uma elevada resistência mecânica. Visando a solucionar a rápida taxa de degradação podemos recorrer à alteração do processo de fabrico, à adição de elementos de liga ou à funcionalização. Neste sentido, procurou-se um método de funcionalização destes pós para conferir uma redução na taxa de degradação.

Foi escolhido o processo de eletrodeposição por este ser acessível, ser vantajoso na produção de camadas finas e com parâmetros muito controláveis, tais como: composição química e microestrutura. Para além destas vantagens a eletrodeposição permite a cobertura de um elemento sem recorrer à sinterização ou um tratamento térmico.

De forma a alcançar o objetivo final vários objetivos foram estipulados:

O primeiro objetivo consiste no levantamento dos materiais com carácter biodegradável que possam ser aplicados no corpo humano, com o principal objetivo de criar uma liga à base de magnésio (Mg) com uma taxa de dissolução controlada. Para isto é necessário:

- ✓ Compreender a influência dos elementos químicos, como por exemplo o zinco (Zn), na redução da taxa de degradação tendo em conta as percentagens relativas de cada elemento, biocompatibilidade e vantagens destes quando associados ao magnésio (principal constituinte);
- ✓ Obter uma análise comparativa do magnésio com os restantes materiais utilizados na bioengenharia, de forma a perceber as vantagens e desvantagens que este elemento apresenta perante os demais;

O segundo objetivo foca-se na funcionalização de pós de magnésio para fins biomédicos. Primeiramente revestindo os pós de Mg através de eletrodeposição e posteriormente recorrendo à metalurgia dos pós para a obtenção de peças maciças.

- ✓ Otimização dos parâmetros de revestimento dos pós de Mg através de eletrodeposição, de forma a estudar a possibilidade de redução da taxa de degradação;
- ✓ Produção de provetes por metalurgia dos pós com os pós funcionalizados.

O terceiro objetivo diz respeito à caracterização dos pós e provetes através de microscopia eletrónica de varrimento (Scanning Eletron Microscopy – SEM) para análise dimensional dos pós e revestimento, espectroscopia de raios-X de energia dispersiva (EDS) para averiguar a composição química do revestimento.

### **1.3 Estrutura da dissertação**

A presente dissertação está presente em 5 capítulos.

O capítulo 1 apresenta a motivação, os objetivos e a estrutura da tese.

O capítulo 2 descreve em pormenor as principais características dos materiais que foram usados ao longo deste trabalho e os conceitos mais fundamentais dos métodos de fabrico.

O capítulo 3 consiste na apresentação dos diferentes resultados.

O capítulo 4 diz respeito à discussão dos resultados.

O capítulo 5 apresenta observações finais deste trabalho e sugestões feitas para trabalhos futuros.

## **2. ESTADO DA ARTE**

---

Este capítulo apresenta um enquadramento teórico com alguns conceitos fundamentais sobre eletrodeposição, metalurgia dos pós, materiais biodegradáveis, em particular o magnésio e as suas ligas.



## 2.1 Regeneração Óssea

O processo regeneração óssea divide-se em quatro fases principais e tem início aquando da fratura do osso. Esta fratura resulta numa resposta inflamatória devido à quebra de vasos sanguíneos e consequente formação de coágulos.

A ação dos osteoclastos reside na remoção do tecido morto e substâncias resultantes da fratura. De seguida dá-se a formação do calo mole pela atuação dos osteoblastos, primeiro para a reconstrução e formação de vasos sanguíneos e seguidamente para a formação de tecido ósseo [12]. O tempo desta fase varia consoante a fratura e a sua localização. Segue-se a formação do calo duro, calcificação do osso, que para além de conferir resistência promove a mineralização do osso.

Por fim temos a remodelação óssea, esta é a fase mais demorada e quando finalizada o osso deve ser idêntico ao anteriormente existente, com as mesmas funcionalidades e igualmente resistente [1], [13-14] (Ver Figura 1).

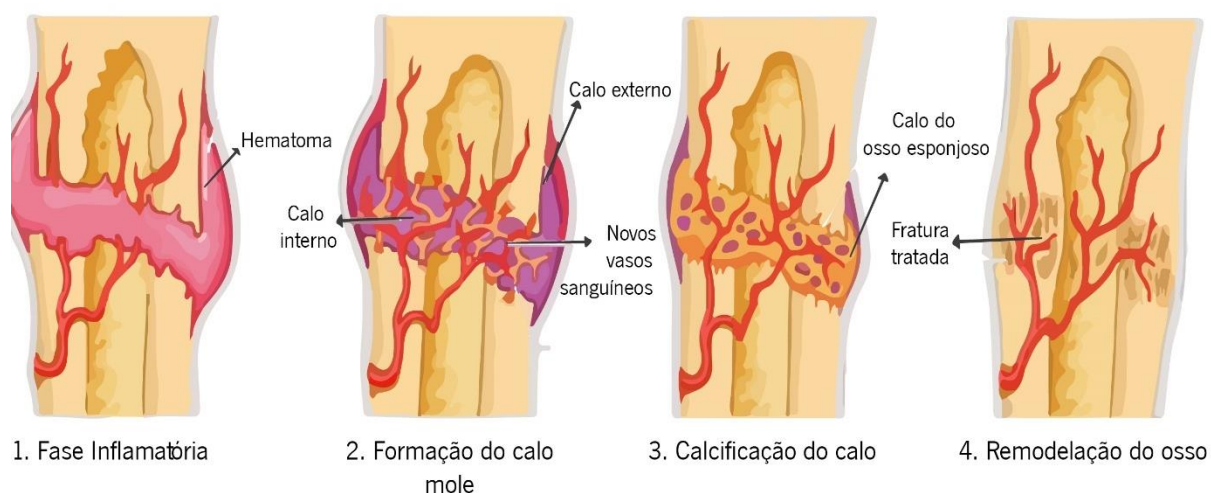


Figura 1 – Estágios da Regeneração Óssea [15].

O implante ideal deve degradar-se e ser absorvido à medida que regeneração óssea vai ocorrendo [5], [16]. Para que seja possível a total regeneração do osso, é imprescindível que o implante mantenha toda a sua integridade e propriedades mecânicas, como por exemplo suporte das cargas aplicadas ao longo de, pelo menos, três a quatro meses [17-18].

Tabela 1 - Propriedades mecânicas do osso humano [19], [20].

<b>Material</b>	<b>Resistência à compressão (MPa)</b>	<b>Resistência à tração (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade (MPa)</b>	<b>Tensão de Ruptura (MPa)</b>
Osso Trabecular	0,1-16	10-20	0,05-0,5	-
Osso cortical	130-200	50-151	7-30	2-12

O osso não é completamente compacto, tendo uma estrutura interna com alguns espaços para vasos sanguíneos e medula óssea, cerca de 50-90% deste é poroso e atribui elasticidade ao osso. Esta área porosa corresponde ao osso trabecular e para além de atribuir uma menor densidade, tem extrema importância na parte estrutural e nutritiva do mesmo. À superfície temos o osso cortical, que funciona como um revestimento desta estrutura [21] como visível na Figura 2, possuindo propriedades mecânicas bastante superiores às do osso trabecular, ou osso esponjoso, como visível na Tabela 1.

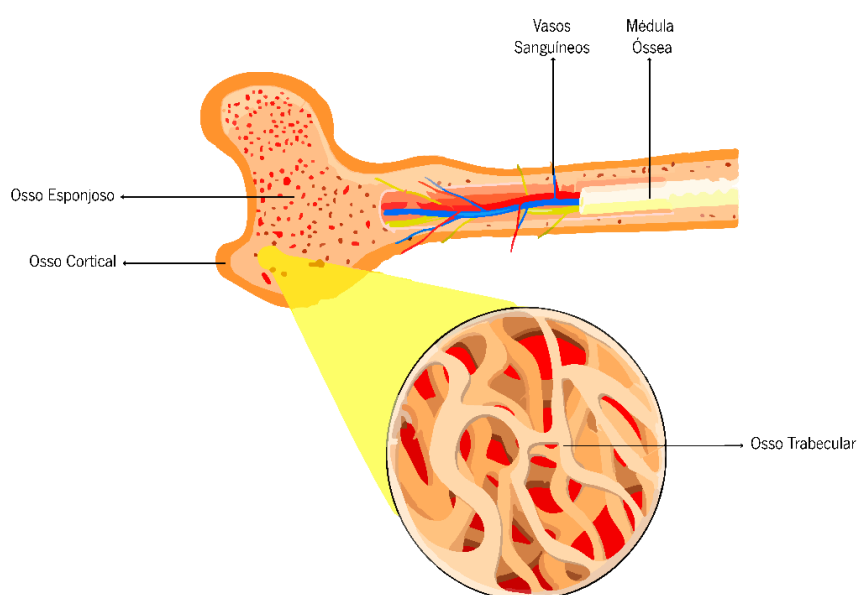


Figura 2 – Representação esquemática do osso cortical e trabecular [22].

A densidade do osso trabecular é muito menor (por exemplo tibia é de aproximadamente  $0,30 \text{ g/cm}^3$ ) do que no osso cortical (por exemplo fémur cuja densidade é de aproximadamente  $1,85 \text{ g/cm}^3$ ) [21].

De forma a responder às fraturas existem várias soluções a serem estudadas, tais como: estruturas tridimensionais – *scaffolds*, implantes ou enxertos ósseos, estes métodos são maioritariamente utilizados para a resolução de fraturas e falhas [23].

O implante apesar de ser uma solução para substituição artificial do osso e melhorar a qualidade de vida do portador pode apresentar a libertação de elementos tóxicos e consequente resposta inflamatória por parte do organismo ou necrose dos tecidos circundantes [24].

Com o avanço na área biomédica há um interesse crescente na criação de estruturas tridimensionais que sirvam de suporte e reproduzam as características do osso (otimizadas e eficazes) para que desta forma este seja repostado sem que haja uma segunda intervenção no organismo [21]. Com a necessidade de recriar esta morfologia foram desenvolvidas estruturas denominadas *scaffolds*, utilizadas para aplicações biomédicas que podem ser constituídas por biomateriais, entre as opções temos os cerâmicos, poliméricos (naturais ou artificiais), bioativos, metais ou compósitos [12], [21]. Inúmeras estruturas têm vindo a ser testadas no âmbito ortopédico para comprovar a viabilidade, adesão, vascularização e integração celular [19].

Os principais requisitos de *scaffold* adequado para a regeneração óssea são: resposta biológica, características estruturais e composição biodegradável, de modo a replicar o mais fielmente possível o osso natural [25].

A evolução no âmbito da ciência tem provado que os implantes ósseos porosos são benéficos no que toca à implantação e adesão do tecido ósseo circundante [12]. A densidade, arquitetura e tamanho do poro, são relevantes para o fenómeno de osteointegração, sendo habitualmente alvo de estudos avançados [12].

## 2.2 Materiais Biocompatíveis e Biodegradáveis

A biocompatibilidade é definida como a aptidão que um material possui para gerar uma resposta biológica adequada sem qualquer risco patológico, toxicidade no sistema imunitário ou efeitos secundários indesejáveis [26-27].

Ao longo dos anos, e com o avançar das tecnologias e ciências nos diversos ramos da indústria médica, existiu a necessidade de assegurar que os materiais utilizados nos pacientes cumprem com todos os regulamentos e normas impostas, são seguros e eficazes, de forma a evitar preocupações alérgicas e legais. De forma a prevenir complicações posteriores à utilização de um material no corpo

humano são realizados testes de controlo que podem ser *in vitro*, em animais (*in vivo*) ou ensaios clínicos [27].

Os biomateriais são de elevado interesse pelos extensos ramos de aplicação, são materiais artificiais ou naturais capazes de serem usados em sistemas biológicos e podem ser: metais, cerâmicos ou poliméricos. Os polímeros podem ser divididos em artificiais e naturais, sendo que os primeiros são materiais como silicones, etileno e os segundos materiais como o colagénio, gelatina e seda [28].

Aquando da utilização de materiais metálicos é imprescindível assegurar que não se atingem níveis de toxicidade insuportáveis, causadas pela libertação de iões [29]. A maioria dos metais ou ligas metálicas utilizadas para a criação de implantes são: o ferro (Fe), cobalto (Co), níquel (Ni), titânio (Ti), ligas de Co-Cr, ligas de titânio e de aço inoxidável [28], [30-31].

Contudo os implantes metálicos apresentam algumas limitações. O uso prolongado destas ligas pode resultar em reações alérgicas, falha no implante e complicações relacionadas com a substituição do mesmo. Algumas das complicações podem ser Alzheimer, ou outras doenças neurológicas, dor, morte do tecido circundante, entre outros. Este entrave evidenciou a necessidade de existirem avanços na área de engenharia de tecido estimulando a criação de implantes com massa e tamanho reduzidos de modo a reproduzir o comportamento do osso e diminuir o tempo de reabilitação do paciente [4], [30].

O Magnésio apresenta uma predisposição a oxidar em contacto com ar ou temperatura e adquire uma coloração mais acinzentada. Esta deve-se à formação de uma camada de óxido (MgO) que resguarda de uma posterior degradação [32] (ver Figura 3).

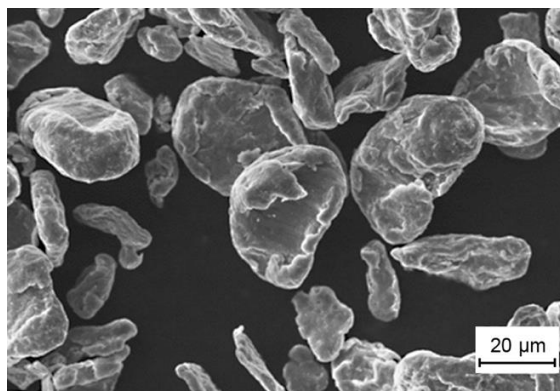


Figura 3 – Imagem obtida por SEM – pós de magnésio puro (99% de grau de pureza) [33].

Na Tabela 2 que se segue é possível observar algumas das propriedades físicas do magnésio.

Tabela 2 – Propriedades específicas do magnésio.

Densidade a 20°C (g/cm <sup>3</sup> )	1,74	[17], [34]
Módulo de Elasticidade (GPa)	45	[35]
Tensão de cedência (Mg Puro) (MPa)	21	[36]
Tensão de cedência (Mg extrudido) (MPa)	90-105	
Ponto de fusão (°C)	650	[37]
Potencial E/V (M <sup>2+</sup> /M)	-2,36	[38]
Massa atômica (g.mol <sup>-1</sup> )	24,31	[39]

Relativamente às propriedades mecânicas o magnésio apresenta boa resistência mecânica (apesar de nos metais ser das mais baixas), baixa densidade e biodegradabilidade [10], o módulo de elasticidade do magnésio puro é de aproximadamente 41-45 GPa [17], e a resistência à compressão de 65-100 MPa [10]. A densidade do magnésio é de aproximadamente 1,7 g/cm<sup>3</sup> [17], [35] [34], estas características revelam interesse por se assemelharem à do osso humano.

A estrutura do magnésio e ligas de magnésio é geralmente hexagonal compacta (HC). Temos que a microestrutura geralmente tem influência nas propriedades mecânicas, no grão e taxa de degradação das ligas de magnésio [40]–[42]. Através de estudos previamente realizados sabe-se que estas podem ser melhoradas através do método de produção, a título de exemplo temos que a extrusão a quente promove um refinamento do grão o que leva a um melhoramento da liga [40]. Podem também ser melhoradas através da modificação da superfície de contacto, uma adaptação das características da superfície tem provado melhorias na biocompatibilidade e resistência à corrosão do material [43-44].

O magnésio para além de apresentar biocompatibilidade, revela propriedades mecânicas de grande interesse tendo em conta a constituição do osso (Tabela 1). Por sua vez, o elemento zinco, apesar de diferir das propriedades mecânicas do osso revela ser vantajoso no combate à degradação.

O magnésio é também o quarto elemento mais abundante no corpo humano, e essencial na composição dos dentes e ossos. É principalmente conhecido pela sua função fundamental no metabolismo ósseo, e a excreção deste elemento é via urinária ou suor [45]. Um adulto possui cerca de 25 a 30 grama de magnésio no corpo [17], [18], [35], especialmente nos ossos e músculos.

Concentrações superiores a 1,74-2,61 mol/L podem implicar sintomas de toxicidade, tais como: hipotensão, náusea, depressão, entre outros [46].

Os *scaffolds* de magnésio puro são promissores biologicamente, considerando o seu potencial de degradação sem comprometer de forma tóxica o organismo, no entanto ainda apresentam preocupações relativamente à libertação de elementos tóxicos [36], [47]. Apesar das vantagens o uso deste material está limitado por alguns obstáculos, especialmente a elevada taxa de degradação *in vivo*.

Como referido, o magnésio é um elemento essencial para o metabolismo do ser humano e está envolvido na síntese proteica, ativação de diversas enzimas, regulação das atividades no sistema nervoso neuromuscular e central. Além disso, implantes ortopédicos de magnésio não permanecem, de modo permanente no corpo, não sendo necessário um segundo procedimento cirúrgico para remoção após a formação do novo tecido [48]. O atraso no crescimento ósseo está relacionado diretamente com a quantidade de magnésio presente no mesmo [45].

Os fluidos corporais são considerados um ambiente altamente corrosivo e agressivo para elementos, especialmente como o magnésio, cuja taxa de degradação é elevada. Estes fluidos compostos por água, oxigénio, proteínas e iões eletrolíticos, como cloretos e hidróxidos, tornam o magnésio (potencial eletroquímico negativo de -2,37V) suscetível à degradação, com a migração dos iões da superfície metálica para o fluido circundante [17].

A libertação de  $Mg^{2+}$  é inofensiva para o organismo e pode acelerar o processo de reconstrução do tecido ósseo [49]. Além disso o magnésio tem também elevada resistência mecânica relativamente a materiais poliméricos, tidos como excelentes opções para fins biomédicos, tendo em conta a biocompatibilidade e degradação, no entanto, o magnésio e ligas de magnésio garantem maior resistência mecânica para suportar carregamento, tornando-o um material ideal para implantes reabsorvíveis para substituição óssea [41], [50].

Desta forma existem vantagens claras destas ligas que permitem a remodelação sem restringir a capacidade de revascularização, devido à adaptação deste elemento ao crescimento do tecido.

Na Tabela 3 é possível avaliar qualitativamente as propriedades do magnésio.

Tabela 3 – Vantagens do Magnésio [51].

<b>Vantagens</b>	<b>Observações</b>
Baixa densidade	A baixa densidade do magnésio é semelhante à densidade do osso.
Elevada resistência específica	A relação resistência específica peso é elevada.
Alta capacidade de absorção de energia	Pode ser utilizado para aplicações de suporte de cargas.
Fácil maquinabilidade e rigor dimensional	É o metal mais fácil de maquinar. É também fácil obter dimensões com baixas tolerâncias.
Biocompatibilidade	É um material biocompatível e promove a formação de novo tecido ósseo.
Degradação	Completa degradação e absorção.

Para além das vantagens algumas das dificuldades na utilização deste material prendem-se com o risco de falha prematura do implante devido à sua rápida degradação. Desta forma para que este fosse considerado um implante biodegradável eficaz seria necessário controlar o seu comportamento mecânico ao longo do processo de degradação no ambiente fluido corporal [11]. As desvantagens deste elemento estão apresentadas de forma qualitativa na Tabela 4.

Tabela 4 – Desvantagens do magnésio [51].

<b>Desvantagens</b>	<b>Observações</b>
Degradação	A rápida degradação do magnésio não permite a correta formação do novo tecido ósseo.
Evolução do Hidrogénio	A libertação de $H_2$ , acelera o processo de degradação e pode ser tóxico.

### 2.2.1 Magnésio e as duas ligas

As ligas de magnésio como material degradável têm recebido especial atenção nos últimos anos devido a possuir propriedades tais como biocompatibilidade e bioatividade [14]. Para além disto o módulo de elasticidade e a resistência à compressão são semelhantes às do osso natural do que a de outros materiais frequentemente utilizados para construção de implantes, tais como, o aço inoxidável, ligas de Co-Cr e de titânio [11].

No sentido de combater a elevada degradação do magnésio diversos materiais têm sido estudados, tais como, o manganésio, o cobre, o alumínio, o cálcio, a zircónia e o zinco, como aditivos

de liga [41]. Infelizmente as ligas convencionais de magnésio com taxas de degradação aceitáveis para aplicações biomédicas foram produzidas para fins industriais. Desta forma quando em contacto com os fluidos corporais podem libertar elementos tóxicos ou pouco benéficos para o corpo humano, isto acontece especialmente nas ligas de magnésio e alumínio, manganésio ou elementos terra [38]. As ligas mais utilizadas industrialmente de magnésio são: AZ31, AZ91, LAE442 e WE43 [40] (Ver Tabela 5).

Tabela 5 – Composição elemental de ligas de Magnésio seleccionadas (% em massa) [52].

<b>Ligas de Magnésio</b>	<b>Ca (%)</b>	<b>Al (%)</b>	<b>Mn (%)</b>	<b>Zn (%)</b>	<b>Li (%)</b>	<b>Nd (%)</b>	<b>Zr (%)</b>	<b>Y (%)</b>	<b>Mg (%)</b>	<b>Outros elementos (%)</b>
AZ31	-	2,4	0,4	0,8	-	-	-	-	96,7	Cu-0.008 Fe-0.003 Be-0.005
AZ91	-	9,0	0,13	0,5	-	-	-	-	90,37	Cu-0.003 Fe-0.014 Be-0.002
LAE422	-	2,2	0,2	0,2	3,9	2,0	-	-	91,5	-
WE43	-	-	-	-	-	2,4-3,2	0,4	3,7- 4,3	92,1- 93,5	-
MgCa0.8	0,8	-	-	-	-	-	-	-	99,2	-
Mg6Zn	-	-	-	6	-	-	-	-	94	-

A utilização de magnésio puro para aplicações biomédicas não é viável e por esta razão uma das estratégias utilizadas para controlar a taxa de degradação é o revestimento da superfície com materiais como o fosfato de cálcio, poliméricos, etc.

O magnésio e as suas ligas podem ser designados segundo a nomenclatura do sistema ASTM (*American Society for Testing and Materials*). No sistema de designação da liga as primeiras duas letras dizem respeito aos elementos de liga com maior percentagem relativa, de seguida os números referem a quantidade. A quinta letra refere a existência de elementos minoritários. Os dados introduzidos após a quinta letra são separados por um hífen e indicam o tratamento da liga, térmico ou termomecânico [53].



Analisando um caso mais prático no sentido de entender o funcionamento desta nomenclatura, temos como forma de exemplo, a codificação AZ91E-T6. As siglas AZ correspondem aos principais elementos da liga, neste caso alumínio (A) e zinco (Z). Os valores presentes na segunda parte, 9 e 1, correspondem à percentagem em massa dos elementos de liga, o 9 corresponde aos 9% de alumínio presentes na liga e o 1 corresponde a 1% de magnésio. A terceira parte, letra E, corresponde a um fator diferencial, este é utilizado por existirem diversas ligas com iguais percentagens dos elementos principais (AZ). Por fim, temos o T6 que corresponde ao tratamento térmico utilizado, neste caso tratado termicamente e envelhecido artificialmente [53].

### 2.2.2 Ligas de magnésio mais usadas e as suas aplicações

A adição do magnésio é normalmente feita para que se obtenha uma redução na densidade de um material, que pode ser até 70% [37]. Para aplicações industriais em que o desafio apresentado implique a necessidade de utilizar um material menos denso são utilizados materiais como alumínio, entre outros, no entanto, a baixa densidade do magnésio e o baixo custo de obtenção tornam este elemento um potencial substituto ou aditivo para ligas mais densas. Para além da densidade a utilização do magnésio é vantajosa pois este possui uma boa ductilidade, excelente propensão à fundição e uma boa absorção de vibrações [37].

Elementos de liga como o cálcio, estrôncio e o silício são biocompatíveis e por essa razão mais apropriados ao uso no corpo humano [55-56]. Nestas ligas grãos mais refinados revelam melhorias nas propriedades mecânicas tais como: resistência à deformação e resistência à degradação [56].

As ligas comerciais, com o magnésio como elemento base, mais habituais são:

- (i) **Ligas Mg-Al:** Inúmeras ligas de magnésio e alumínio são produzidas para aplicações industriais, tais como as ligas do sistema AZ e AM, nestas ligas a adição do segundo elemento (alumínio) provoca a criação de uma camada de  $Al_2O_3$  capaz de reduzir a taxa de degradação na mesma [10]. A solubilidade do alumínio no magnésio é de 12,7% e o aumento percentual, até os 6%, atribui melhorias à liga de magnésio, nomeadamente na sua resistência mecânica e resistência à degradação, valores superiores podem comprometer a ductilidade da liga [57]. Estas ligas não são aconselhadas para o uso no corpo humano tendo em conta as propriedades tóxicas do alumínio, tornando o organismo suscetível a problemas neurológicos [36].

- (ii) **Ligas Mg-Zn:** A adição de zinco nas ligas de magnésio determinam uma maior resistência à degradação, através de uma menor libertação de hidrogénio sob a forma de gás, bem como uma melhoria nas propriedades mecânicas [29]. A solubilidade máxima deste elemento no magnésio é de 6,2% [29], [51]. Percentagens de zinco superiores a 3% potenciam a criação de uma fase intermetálica, por esta razão, a adição de zinco apesar de combater a elevada taxa de degradação pode tornar-se menos eficaz com valores percentuais relativos superiores a 3% [10]. Valores acima dos 4% podem piorar também as propriedades mecânicas da liga [36]. Ligas de Mg-Zn têm sido amplamente procuradas para desenvolvimento e ligas Mg-Zn com inclusão de elementos como o cálcio, alumínio, zircónia, em quantidades menores demonstram ser adequadas para aplicações no corpo humano, sem que apresentem graus de toxicidade no mesmo [58] (Ver Tabela 6).

Tabela 6 – Taxa de degradação de ligas de magnésio-zinco usualmente utilizadas [10].

	<b>Liga</b>	<b>Solução</b>	<b>Taxa de corrosão (mm.a<sup>-1</sup>)</b>
Mg – Zn	Mg-1,5Zn	SBF	1,67
	Mg-3Zn		
	Mg-9Zn		

- (iii) **Ligas Mg-Ca:** A introdução de íões de cálcio induz a osteogénese. A nível celular elementos que contêm estrôncio, influenciam também na atividade dos osteoblastos, provocando a proliferação celular.

Resultados apresentados relativamente à adição dos dois elementos mostram que a degradação dos produtos não é tóxica, e tem influência na proliferação celular, induzindo a osteogénese [59].

Ligas como Mg-Sn e Mg-Sr revelam também ser vantajosas no combate à degradação das ligas de magnésio. Dito isto, alguns estudos têm vindo a focar-se na melhoria do processamento do magnésio, desenvolvimento das ligas, tratamento de superfície, resistência à degradação e melhoria das propriedades mecânicas [37].

As ligas utilizadas para fins biomédicos devem ser biocompatíveis e preferencialmente biodegradáveis. É necessário também perceber se estas ligas têm propriedades mecânicas adequadas à utilização, no caso dos implantes, estas devem ser capazes de manter a sua integridade o tempo necessário para a remodelação óssea assim como as propriedades mecânicas pretendidas [18], [51].

Propriedades como um módulo de elasticidade semelhante ao do osso, peso reduzido, boa resistência ao desgaste e capacidade de promover a osteointegração, determinam num material ideal para o implante. As ligas de magnésio, ao contrário de outras também biocompatíveis, apresentam a vantagem de se degradarem *in vivo*, sem comprometerem o organismo ou a formação do novo osso [10].

As áreas de aplicação do magnésio, no campo da biologia e biomédica, são ortopédicas e/ou de revascularização, no entanto, existe ainda a necessidade de reformular as ligas de magnésio existentes para realizar estas possibilidades [11]. Tendo em conta o carácter biodegradável mais utilizadas e de maior interesse para investigação são as de Mg-Zn, Mg-Ca e Mg-Sr [4], no entanto, todos os elementos de liga podem ser classificados como tóxicos, alergénicos ou nutritivos [51].

- i. Elementos Tóxicos: Cd, Be, Pb, Ba, Th
- ii. Elementos alergénicos: Al, Co, V, Cr, Ni, Ce, La, Cu, Pr
- iii. Elementos Nutritivos: Ca, Mn, Zn, Sn, Sr

No magnésio é possível encontrar algumas impurezas como o Fe, Cu e Ni e a taxa de degradação deste elemento é altamente dependente da proporção de impurezas que possui [4]. Para além disso, definir a composição de uma liga e superfície da mesma é de carácter vital pois pode implicar uma melhoria no processo de osteogénese e/ou provocar lesões no organismo hospedeiro [61-62]. Desta forma os elementos de liga adicionados não podem ser tóxicos, devem ser absorvidos pelos tecidos circundantes, suportar a atividade celular dita normal e facilmente excretados [4], [11]

Com foco nos elementos de carácter nutritivo podemos aprofundar as propriedades mecânicas, sítio de armazenamento, e possíveis toxicidades quando em excesso no corpo humano [51].

O **cálcio** (Ca) é fundamental no corpo humano está principalmente presente nos ossos e dentes. Para além de essencial este elemento não regularizado poderá provocar problemas no funcionamento do organismo [51], [52]. Este é o mineral mais abundante na constituição dos ossos e juntamente com fosfato formam uma matriz complexa denominada hidroxiapatite, responsável pela atribuição de estrutura ao osso [51], [62], [63].

Segundo a literatura [64], sabe-se que o iões de cálcio libertados impactam na bioatividade de um modo incógnito. A presença da fase intermetálica do cálcio com magnésio aumenta a probabilidade de fraturas e acelera a taxa de degradação da liga [51]. Relativamente ao cálcio associado ao elemento

magnésio sabe-se que apresenta uma solubilidade de 1.34% e percentagens relativas superiores a 1% podem comprometer a biocompatibilidade [51].

O elemento **zinco** (Zn) é vestigial no corpo humano e encontra-se maioritariamente nos ossos e músculos [51]. Para além disso promove a formação de osteoblastos e inibe a atividade dos osteoclastos. É crucial no funcionamento enzimático e segundo alguns estudos possui influência direta na osteogénese *in vitro*, e na inibição da resorção óssea [66-67]. A solubilidade do zinco no magnésio é de 6,2% em condições de equilíbrio e este elemento traduz uma redução da evolução do hidrogénio durante a degradação [51], [52]. De acordo com a Figura 4 o aumento percentual do zinco traduz uma diminuição do tamanho de grão, aumento do módulo de elasticidade.

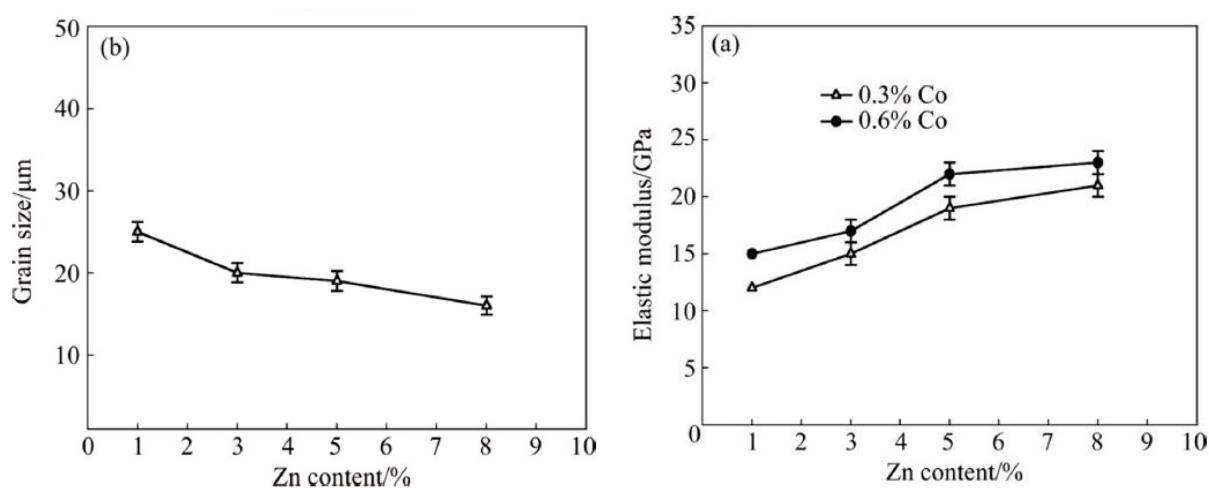


Figura 4 – Gráficos de tamanho do grão de zinco e módulo de elasticidade, por percentagem de zinco, respetivamente

O zinco é também conhecido pela sua qualidade antibacteriana, no entanto, possui um módulo de elasticidade e densidade superior à do magnésio o que pode, ou não, afetar negativamente o processo de recuperação do osso [51], [52].

O elemento **manganésio** (Mn), com solubilidade de 2,2 % no magnésio é também essencial para o corpo humano, especialmente no funcionamento do sistema imunitário e enzimas. Valores superiores aos suportados podem representar problemas de natureza neurológica. O Mn pode ser encontrado em quantidades entre 10 – 15 mg, sendo que a maior parte desta quantidade está presente

nos ossos. [51]. Este quando adicionada a uma liga de magnésio proporciona o crescimento ósseo, o refinamento do grão e consequente redução na taxa de degradação [51], [52].

O **estrôncio** (Sr) é elemento vestigial no corpo humano maioritariamente encontrado em tecidos calcificados, é conhecido pela função de mineralização do tecido ósseo e cáries, e por promover o crescimento de osteoblastos [66]. O corpo pode possuir aproximadamente 320 - 400 mg de Sr nos ossos e tecidos ligantes [51]. Melhora a capacidade de proliferação e atividade dos osteoblastos, a resistência à corrosão e o traduz um refinamento do grão [66]–[68].

O **estanho** (Sn) pode estimular a síntese proteica essencial para o crescimento do osso. O papel deste elemento no funcionamento biológico ainda não é conhecido e/ou concretamente definido. A solubilidade de Sn em Mg é de 14,5%, melhora a resistência à corrosão e força no entanto pode ter efeitos cancerígeno [51].

À semelhança do Magnésio os elementos de liga referidos em estudo apresentam um limite de absorção no hospedeiro, presente na tabela que se segue, Tabela 7.

Tabela 7 – Ligas de magnésio-zinco para aplicações Biomédicas [52]

<b>Tecido/Implante</b>	<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Limite Elástico (MPa)</b>	<b>Resistência à tração (MPa)</b>	<b>Módulo de Elasticidade (GPa)</b>	
<b>Osso</b>	1.8 – 2.1	104 – 121	110 -130	15 - 25	
<b>Mg Puro</b>	1.74 – 2.0	56 - 100	90 – 190	41 – 45	
<b>Magnésio e Ligas de Magnésio</b>	<b>AZ31</b>	1.78	185	263	45
	<b>AZ91</b>	1.81	160	150	45
	<b>WE43</b>	1.84	170	220	44.2

Para que seja possível o entendimento melhorado do funcionamento da liga de magnésio é necessário denotar, com base em estudos prévios presentes na Tabela 8, o efeito da degradação no contexto de engenharia. Para este fim é essencial determinar a taxa de degradação relacionando-a com outros parâmetros, como a composição, microestrutura [41].

Tabela 8 – Testes de biodegradação no Magnésio puro [52]

Material/Liga	Duração (dias)	Degradação in vitro		Degradação in vivo	
		Taxa de degradação (mm/ano) *	Teste	Taxa de degradação (mm/ano) *	Teste
<b>Mg Puro</b>	7	0.572	Perda de peso (meio EBSS)	-	-
	14	0.468		0.39	Redução do volume
	21	0.382		0.21	Perda de peso
	21	0.382		0.351	

### 2.2.3 Processo de biodegradação

Apesar da degradação aparecer na tabela anterior como uma desvantagem, é possível observar que também é tida como uma vantagem deste elemento. Estudos provam que é possível controlar esta desvantagem através de alterações nas ligas de magnésio através da adição de elementos de liga ou processos de fabrico diferenciados [31].

A degradação do magnésio é fortemente influenciada e acelerada pela libertação do hidrogénio quando em contacto com os sais presentes no fluido corporal. Existe a necessidade de promover uma funcionalização deste material, de forma a criar uma barreira protetora que atrase este processo e para que a sua integridade seja mantida numa fase inicial [51-52]. Idealmente, o comportamento do implante biodegradável tem que acompanhar o tempo de regeneração do osso como podemos verificar no gráfico da Figura 5.

A libertação deste elemento pode gerar a criação de bolsas de gás junto ao implante e levar a complicações de integridade do mesmo, atraso no processo de cura (criando a necrose dos tecidos) e também problemas no organismo, tornando-se então perigosa a utilização do magnésio [51-52]. Num caso extremo as bolhas de hidrogénio libertadas no sistema circulatório podem impedir a circulação do sangue, levando à morte do hospedeiro [31].

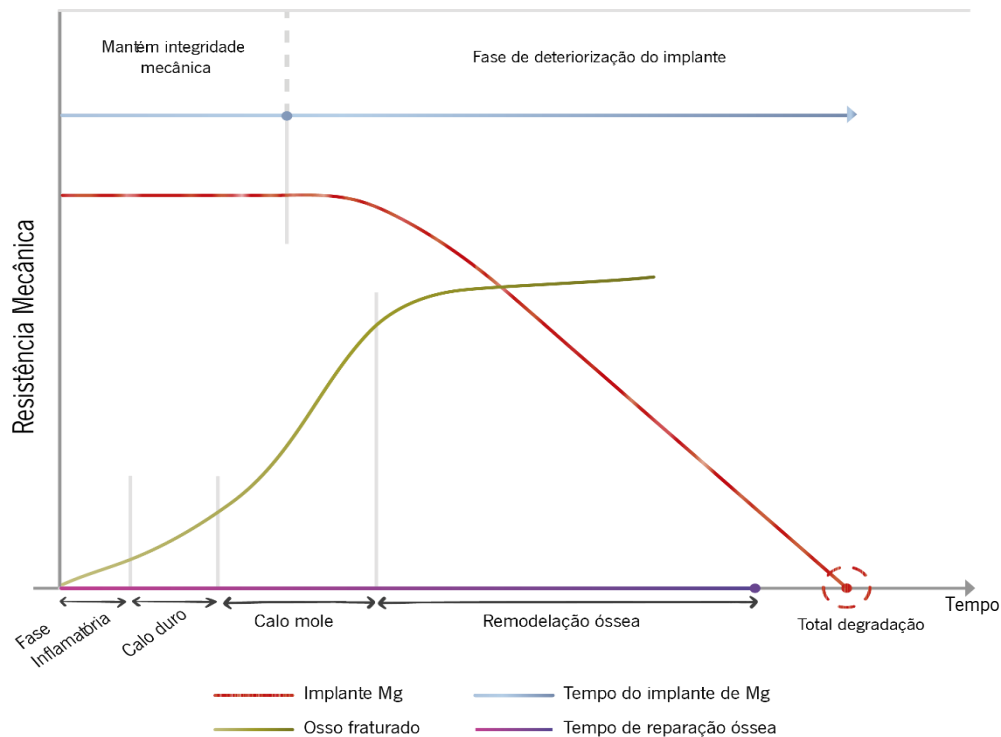


Figura 5 – Gráfico regeneração óssea, fases do processo e tempo correspondente [2], [3].

### 2.3 Métodos para processar os pós

A obtenção de metais depende de vários fatores como a matéria-prima e temperatura de produção. O método de obtenção do magnésio comparativamente a outros metais requer maior gasto de energia, no entanto a baixa densidade do magnésio faz com que o volume obtido seja superior e por essa razão mais rentável economicamente, ao contrário de metais como o alumínio e o zinco [70]. O processo de obtenção de magnésio pode ser dividido em duas etapas, a eletrólise do cloreto de magnésio e a redução térmica do magnésio:

1. Eletrólise do cloreto de magnésio
2. Redução térmica do óxido de magnésio [70-71].

De notar que magnésio é um material facilmente reciclável o que se torna numa enorme vantagem uma vez que possibilita grandes reduções de custos na extração, como minimiza os resíduos.

A metalurgia do pós é uma abordagem promissora para a preparação de ligas à base de Mg com propriedades mecânicas superiores e um refinamento de grão notável, extensão de solubilidade sólida e uniforme fases de fortalecimento [72].

A técnica de metalurgia dos pós (MP) consiste na transformação de um material na forma de pó (metálico ou não metálico) num produto compacto, envolvendo diversos processos de fabrico. O processo consiste na mistura de diversos elementos que posteriormente passam por uma fase de compactação para que seja produzida a amostra ou componente pretendido [73].

Atualmente a metalurgia dos pós é especialmente usada por obter propriedades necessárias nas indústrias produtoras de componentes mais sofisticados, pois apresenta vantagens no processamento de materiais para as indústrias como a nuclear, eletrónica e aeroespacial, cuja matéria prima são pós que possuem normalmente tamanho inferior a 10  $\mu\text{m}$  [73-74].

A utilização desta técnica é frequente por duas razões distintas: a de trabalhar com materiais que, por outros métodos, são difíceis ou impossíveis de produzir, e a de competir diretamente com outros processos como maquinagem, fundição e forjamento a quente [75]. Os parâmetros utilizados nesta técnica devem ser previamente estudados, pois determinam as propriedades mecânicas do material resultante [76]. Na Figura 6 temos alguns exemplos de aplicação da metalurgia dos pós como componentes automóveis.

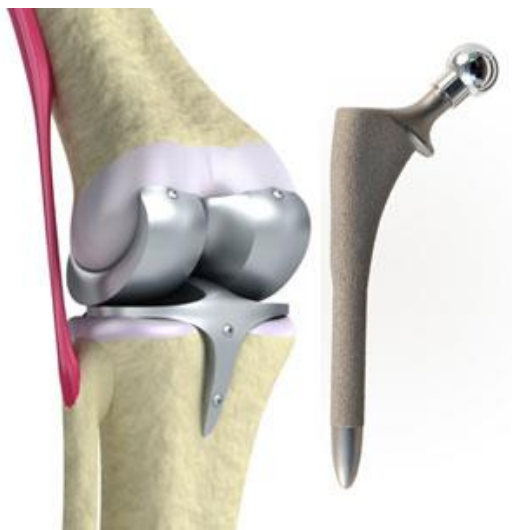


Figura 6 – Componente desenvolvido através da técnica de metalurgia dos pós [77].

Por ser um processo que minimiza os desperdícios denotam-se vantagens económicas: custo, precisão e produtividade, eficiência e a capacidade de trabalhar com ligas, microestruturas e compósitos [73-74], [78]. No contexto dos pós de magnésio sabemos que esta tecnologia é dos métodos mais eficientes para a obtenção de materiais com excelentes propriedades tendo em conta a possibilidade de refinamento do grão, aumento da homogeneidade e aumento da solubilidade sólida dos elementos de



liga na matriz de magnésio, permitindo o melhoramento das propriedades mecânicas e reduzindo a taxa de degradação [52], [79].

De forma a explicar com maior detalhe o processo de metalurgia dos pós, numa primeira instância, existe a necessidade de produção dos pós. Existe vários métodos para a produção do processo já referido. Destacam-se alguns como mecânico, químico e físico [73]. Após a produção dos pós passamos por uma mistura dos mesmos que poderá, ou não, ser manual [76]. Este processo divide-se em três etapas. A primeira etapa consiste na compactação dos pós e existem três formas diferentes de se efetuar: compactação por pressão (ideal para produção em volume sendo que o possui um baixo custo); sinterização por densificação (essencialmente para materiais isotrópicos); e densificação híbrida (tal como Hot-pressing). Seguidamente, temos a etapa de processamento. Esta consiste na aplicação simultânea de pressão e temperatura. Finalmente, como a última etapa baseia-se em operações de acabamento de forma a melhorar o acabamento externo [73].

Na Figura 7 representada abaixo é possível ver de forma sucinta o procedimento para o processamento de um material por esta técnica.

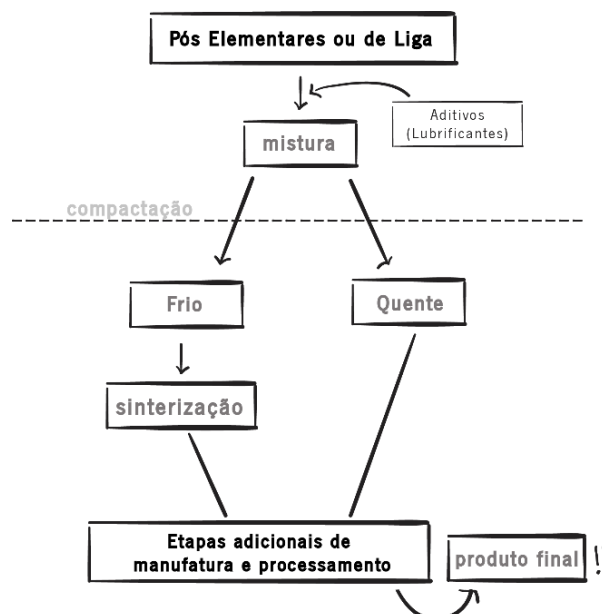


Figura 7 – Etapas da metalurgia dos pós.

De forma a sintetizar o processo de *Hot-pressing*, a sua explicação divide-se em diversas etapas e a Figura 8:

- 1º Pesagem e preparação dos pós;
- 2º Mistura de pós pré-preparados, onde posteriormente serão inseridos num molde;

3º Disposição dos pós, localizados no interior do molde, de forma correta, de forma a serem colocados, numa câmara com as condições atmosféricas pretendidas. Para este tipo de trabalho é normalmente utilizado o vácuo;

4º Aplicação de pressão inicial, permitindo a compactação dos pós a frio;

5º Aplicar as condições necessárias – pressão tempo e temperaturas desejadas;

6º Manter as condições do ponto 5, pelo um período de tempo pré-determinado para que o pó alcance um estado de densificação total, também denominado como o estágio de sinterização;

7º Remover as condições aplicadas no ponto 5, de forma que o material volte à temperatura ambiente.

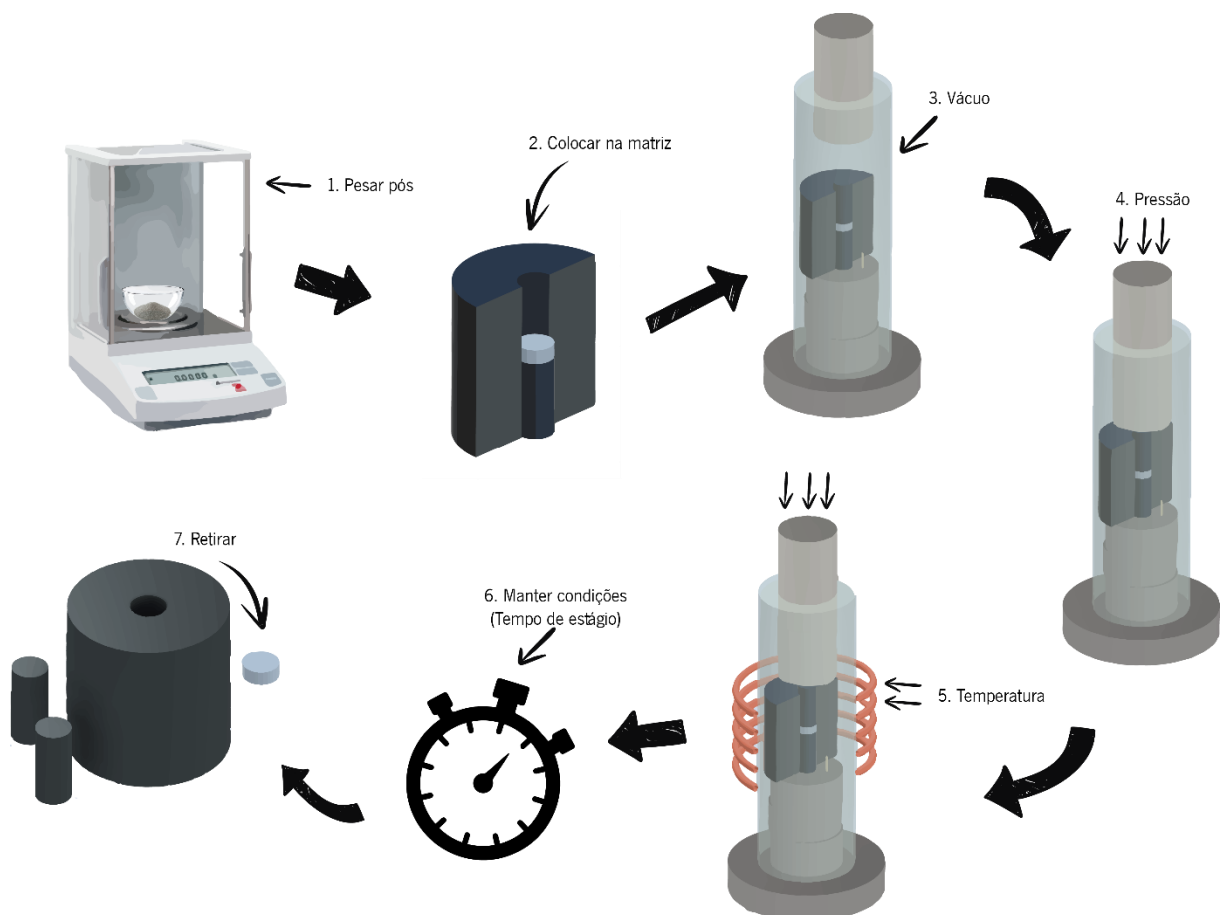


Figura 8 – Fases sequenciais do processo de Hot-pressing.

Neste tipo de método é usual utilizar a grafite: proporciona que sejam aplicados um conjunto de parâmetros extremos, nomeadamente o aumento da temperatura até 2500°C, sem que ocorra qualquer tipo de reação adversa nas propriedades estruturais (sempre que sob condições de vácuo).

Recorrendo à análise da Figura 9 temos que a temperatura de fusão em função da quantidade de zinco. Para que seja possível efetuar o processo, é imprescindível selecionar o melhor material para o molde e o mais adequado.

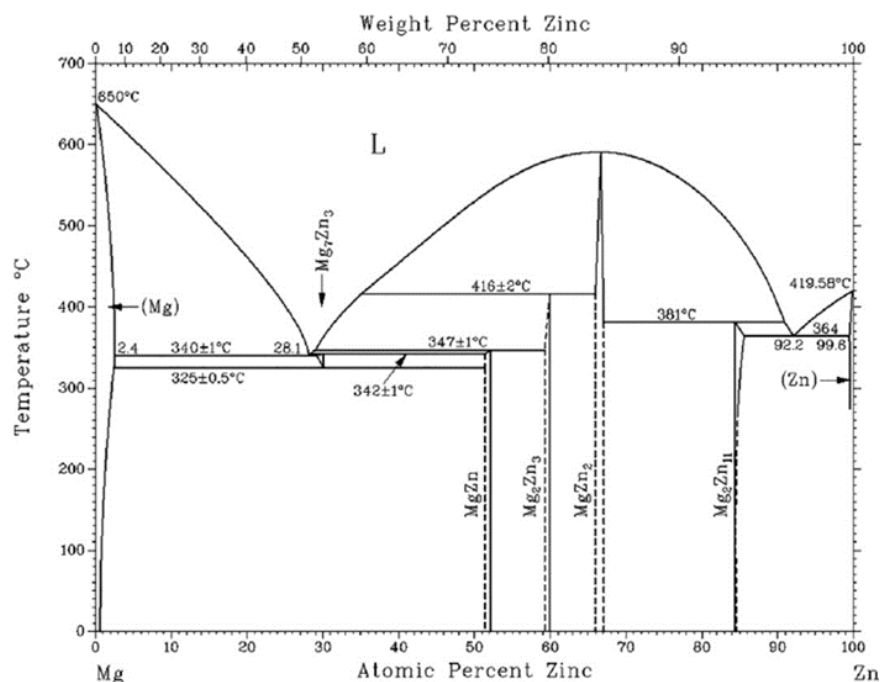


Figura 9 – Diagrama de fase magnésio-zinco.

Após uma triagem da literatura existente é possível observar diversos parâmetros de processamento de ligas de magnésio algumas com adição de zinco. De forma sucinta é possível verificar na tabela que se segue, Tabela 9, as diversas variáveis consideradas.

Tabela 9 – Exemplos de parâmetros de HP em ligas Mg-Zn.

Liga/Material	Temperatura (°C)	Pressão (MPa)	Tempo (min)	Ref.
<b>Zn (80%) + Mg (20%)</b> <b>Tamanho do grão: 63µm</b>	410	30	30	[80]
<b>Mg (100-88,25%) + Zn (0-11,75%)</b> <b>Tamanho do grão: 150 µm</b>	420	30	15	[55]

## 2.4 Funcionalização

Ao longo dos anos, ficou estabelecido que o material de superfície do implante desempenha um papel crucial na determinação do sucesso a longo prazo do mesmo. A funcionalização de superfícies para implantes cria uma barreira protetora dos elementos metálicos atribuindo maior estabilidade e eficiência à aplicação pretendida [81-82].

Teoricamente, a funcionalização consiste na formação de uma camada exterior de forma a melhorar ou prevenir a degradação de um material. Os materiais mais utilizados são aço inoxidável, ligas de cobalto e também ligas de titânio [30], [82]. O magnésio apresenta propriedades apropriadas que o torna uma aposta para aplicações biomédicas. Contudo, a rápida degradação deste material requer uma alteração da sua superfície o que promove uma alteração benéfica do material [43], [82] (Ver Tabela 10).

A bio funcionalização pode ser uma alteração morfológica, físico-química, inorgânica, entre outros [62].

Tabela 10 – Vantagens e Desvantagens de alguns exemplos práticos [62].

<b>Tipo</b>	<b>Vantagens</b>	<b>Desvantagens</b>
<b>Morfológico</b>	Conservação das propriedades mecânicas	Eliminação de partículas
<b>Físico-químico</b>	Evita contaminação da superfície	Menor aquisição proteica
<b>Inorgânica</b>	Facilita a formação do osso	Degradação

Sempre que as superfícies não são adequadas ao campo biomédico, estas devem ser sujeitas a alterações necessárias adequadas à aplicação [83]. Para além da estrutura, a integridade da superfície deve ser ajustada à taxa de degradação necessária para corresponder à taxa de crescimento ósseo [84]. Vários estudos comprovam que a modificação da superfície, tendo em conta a microestruturas e elementos químicos, foram realizadas no sentido de criar superfícies mais rugosa com vista a melhorar o processo de osteointegração [30][85].

Na literatura é possível observar que inúmeros métodos foram utilizados na tentativa de revestir um determinado material nos mais diversos campos, de acordo com os seus estados: gasoso, em solução e liquefeitos ou semi-liquefeitos, Figura 10 [86].



Figura 10 – Diagrama com as diferentes técnicas de revestimento.

Alguns destes processos são mais usados na produção de filmes finos tais como: anodização, revestimento *sol-gel*, eletrodeposição, deposição química de vapor (CVD), deposição física de vapor (PVD), entre outros [43], [87]–[90]. Contudo a pulverização e anodização, podem levar à contaminação da superfície tornando a rugosidade não uniforme ao longo da mesma [85]. A seleção do processo de deposição deve ter em conta alguns fatores como: material a ser depositado; taxa de deposição; limitações pelo substrato; propriedades desejadas; custos; considerações ecológicas [91].

O método de deposição química do vapor, CVD, permite a criação de revestimentos mais complexos [92]. Este processo pode ser caracterizado pela deposição de um material sólido numa superfície previamente aquecida através de reações químicas provenientes da fase de vapor [18], [93] (Ver Figura 11).

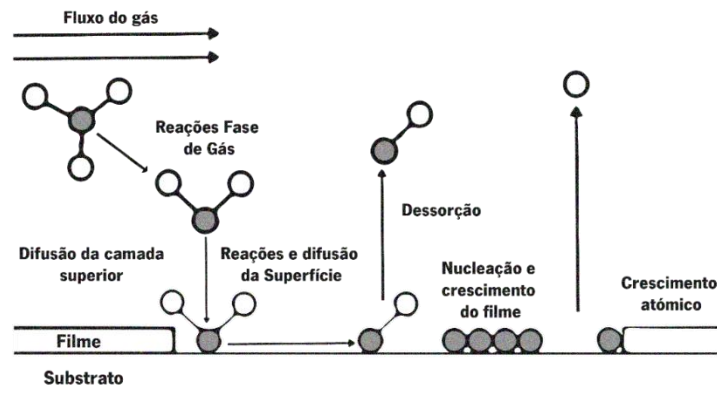


Figura 11 – Resumo esquemático das reações químicas mais importantes no processo de criação de filmes utilizando a técnica CVD. De notar que nem todas as reações químicas são utilizadas em toda as variações deste processo.

Este processo é muitas vezes utilizado na indústria para produzir filmes orgânicos e inorgânicos em metais, produção de semicondutores entre outros [81]. As principais vantagens são: deposição de material abaixo do ponto de fusão, produto final com densidade idêntica à teórica, controlo sobre o tamanho de grão e orientação e boa aderência [43], [93]. Este é um processo para idealmente para materiais termicamente estáveis a temperaturas de 600°C [93]. Os principais parâmetros deste método são: temperatura de deposição, pressão e fluxo. A deposição física no estado de vapor, PVD, envolve a deposição de átomos ou moléculas de um metal na fase de vapor, na superfície do substrato, formando um filme fino [18], [94]. Estes dois métodos, CVD e PVD, são utilizados na melhoria da resistência à degradação de ligas de magnésio [18].

O *sputtering*, pulverização catódica, é uma técnica de PVD que permite a produção de filmes finos em diversos materiais [95]. É efetuado numa câmara de deposição a vácuo com atmosfera inerte (geralmente Argon) e consiste no bombardeamento de um material específico com iões através de uma diferença de potencial entre o cátodo e o ânodo, levando à erosão da superfície do alvo e conseqüente remoção de átomos da superfície [96]. Esta é uma técnica extremamente versátil com um número elevado de parâmetros o que permite controlar as propriedades do produto final consoante o pretendido [97] (Ver Figura 12).

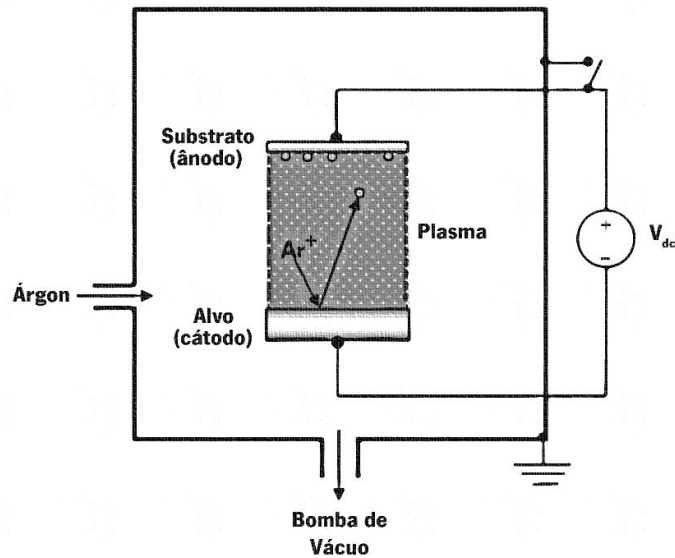


Figura 12 – Resumo esquemático do mecanismo para o processo de criação de filmes utilizando a técnica *sputtering*.

O problema dos revestimentos de um modo geral, é a fraca aderência ao substrato. Este mau desempenho revela-se crucial para o sucesso do produto final.

A eletrodeposição é uma técnica cuja categorização baseia-se na fonte de energia, elétrodos e configuração dos mesmos. A Figura 13 representa uma esquematização dos princípios básicos desta técnica.

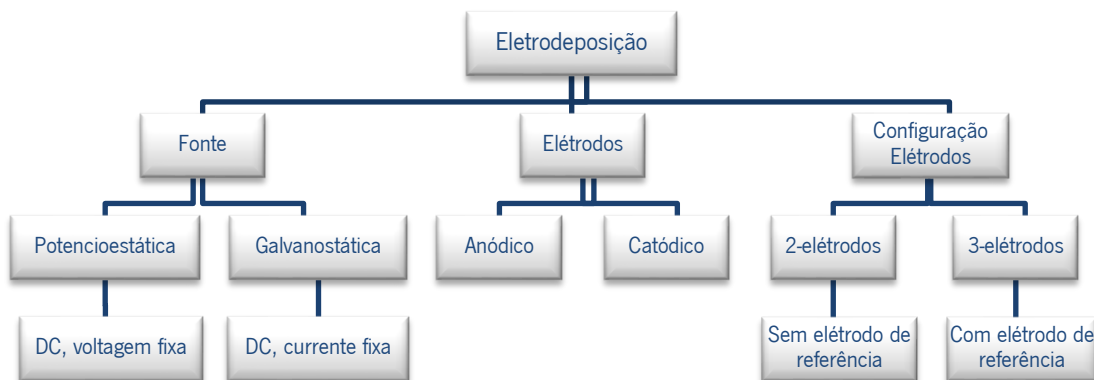


Figura 13 – Esquematização dos princípios básicos de eletrodeposição [98].

O processo esquematizado na Figura 13 é considerado simples de maneira a permitir a deposição de metais ou ligas metálicas numa superfície. Este é um processo de oxidação-redução que ocorre quando o há imersão de um determinado material num banho eletrolítico, por meio de uma

diferença de potencial. Este é um processo vantajoso, com um bom crescimento do filme e baixos custos de operação [99].

A constituição do sistema de deposição baseia-se em dois eletrodos:

- 1- **Ânodo** – eletrodo positivo onde se dá a oxidação do material utilizado para o revestimento;
- 2- **Cátodo** – eletrodo negativo onde dá-se o processo de redução do material que será revestido.

Para tal, é necessário interligar o polo positivo (ânodo) ao polo negativo (cátodo) [86], [100-101]. É através de uma corrente elétrica que acontece esta ligação por meio de um eletrólito (solução química), promovendo a dissolução do material do polo positivo até ao polo negativo, verificando-se a criação do filme desejado [102].

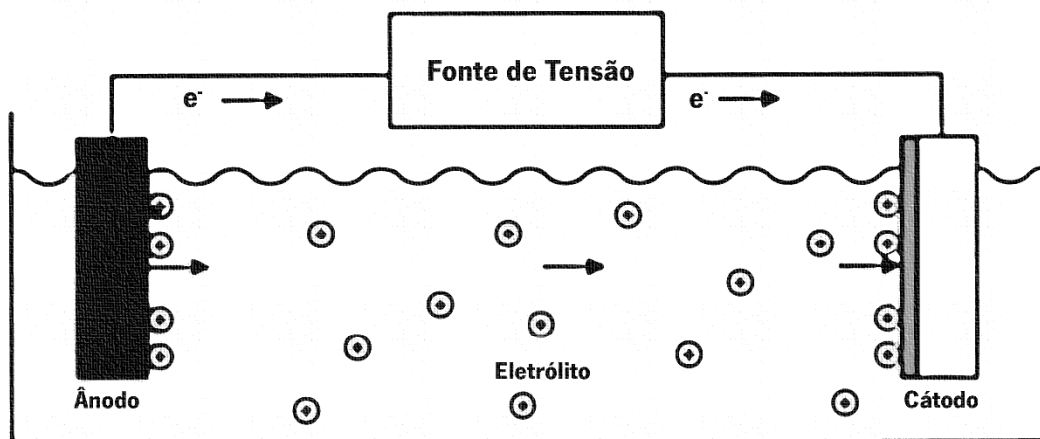


Figura 14 – Representação gráfica do fenômeno da eletrodeposição química

A Figura 14 acima, que retrata a reação de oxidação-redução acima explicada, dispõe de algumas reações gerais, independentemente de qualquer que seja o tipo de metal.

Distinguem-se três grupos de eletrólitos, categorizados pelo valor do seu pH: ácidos, neutros e alcalinos [92]. Apesar das inúmeras vantagens do processo de deposição, é através dos diferentes parâmetros que se determina a estrutura e propriedades físicas do revestimento. São considerados parâmetros como: temperatura do banho, diferença de potencial, estado inicial do substrato, tempo de deposição, velocidade de agitação [75], [94], [99], [103].

De acordo com a literatura [99], a diferença de potencial e o tempo de deposição são considerados os parâmetros que mais interferem na espessura e uniformidade da camada. É também essencial ter em consideração a composição e o pH do banho [104].



Para uma boa realização da técnica de eletrodeposição é imprescindível compreender a dimensão da influência da variação dos parâmetros mencionados. No que diz respeito à intensidade da corrente utilizada, esta encontra-se diretamente interligada com o tamanho dos grãos formados e conseqüentemente com o processo de nucleação. Entende-se então que quanto maior for a intensidade da corrente, maior a taxa de nucleação e menor é o tamanho do grão formado [107]. Sabe-se também que o parâmetro correspondente ao pH tem influência no tamanho do filme depositado sendo que o aumento do valor do pH resulta na diminuição do tamanho das partículas [98], [106].

O parâmetro de temperatura do banho também influencia as partículas a serem depositadas. Um aumento deste aumenta o transporte de partículas, no entanto, o aumento excessivo traduz-se de forma negativa [107], [98]. Com o aumento do tempo, a intensidade da corrente pode ser menor para a obtenção da mesma espessura de camada. Esta evidência encontra-se representada na Tabela 11 [106-107].

Tabela 11 – Efeito do tempo de eletrodeposição na espessura da camada.

<b>Revestimento</b>	<b>Intensidade de corrente (A/dm<sup>3</sup>)</b>	<b>Tempo (min)</b>	<b>Camada (µm)</b>
<b>Zinco</b>	2	14	8.0
	2.5	11	
	3.5	8	
	4	7	

As baixas taxas de deposição e a necessidade de um substrato com condutividade, constituem uma das principais desvantagens do processo de eletrodeposição [98].

O zinco é um elemento frequentemente utilizado em aplicações biomédicas, atendendo a sua presença do mesmo no corpo humano. Em concordância com o referido anteriormente, surge a necessidade de especificar os parâmetros que interferem na eletrodeposição do zinco.

Antes de iniciar o processo de deposição, é imprescindível polir e limpar as amostras [108]. As temperaturas da eletrodeposição do zinco tendem a variar entre 20°C e 50°C [94], [108]. Este possui, geralmente, um potencial reversível de -0.76V [94].

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

---

O Capítulo 3 consiste na exposição dos materiais usados e das técnicas aplicadas. É possível verificar de forma simplificada todo o processo através da imagem que se segue (Figura 15).

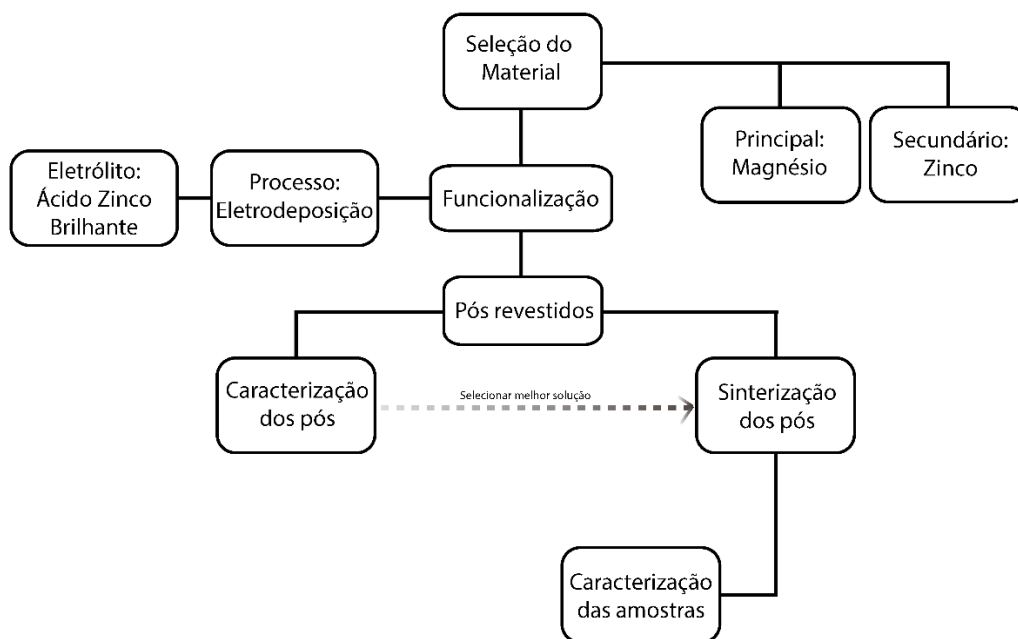


Figura 15 – Esquema simplificado das escolhas efetuadas ao longo do projeto.

### 3.1 Materiais

Neste subcapítulo apresenta-se a descrição detalhada de todos os materiais utilizados ao longo da realização deste trabalho.

#### 3.1.1 Pó de Magnésio

Como elemento base deste projeto foi definido o magnésio por ser um elemento biodegradável e reabsorvível. O pó de magnésio puro usado, segundo o fornecedor, possui 50  $\mu\text{m}$  (sem informações adicionais se corresponde a uma quantidade relativa ou diâmetro médio) e é constituído por magnésio em pó estabilizado, com um grau de pureza 99,8% e foi fornecido pela *GoodFellow*.

Na

Tabela 12 que se segue estão apresentadas algumas das características atribuídas pelo fornecedor.

Tabela 12 – Características do pó de magnésio, ficha de dados e segurança *GoodFellow*.

#### Pó de Magnésio (estabilizado)

<b>Estado físico</b>	Sólido
<b>Cor</b>	Prateado/Cinza
<b>Pureza</b>	$\geq 99\%$
<b>Ponto de fusão</b>	651°C
<b>Densidade Relativa</b>	1,74 g/cm <sup>3</sup>
<b>Peso Molecular</b>	24,31 g/mole
<b>Autoignição</b>	473°C
<b>Materiais incompatíveis</b>	Materiais oxidantes
	Água

A morfologia e tamanho dos pós de Mg foi analisada com o auxílio de imagens por microscopia eletrónica de varrimento (SEM) e através do *software ImagePro* foi feita a sua medição, como podemos observar nas Figura 16 e Figura 17. Pela análise obtida é possível aferir que as partículas são irregulares e com diâmetros compreendidos entre os 10 e os 45  $\mu\text{m}$ .

Funcionalização de pós de magnésio para aplicações biomédicas

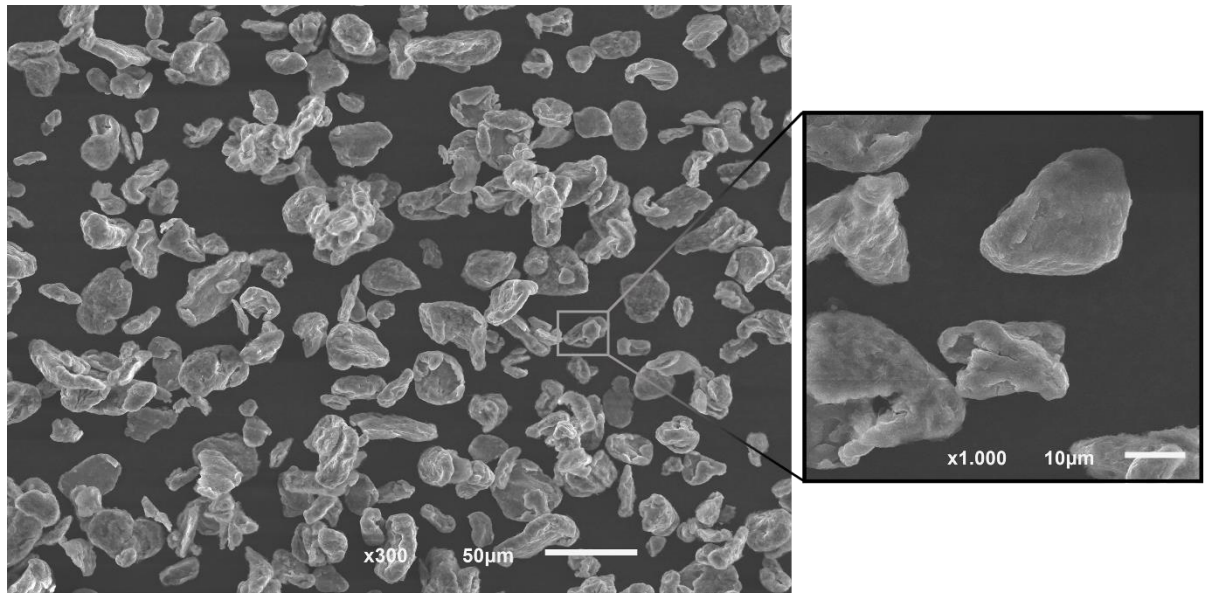


Figura 16 – Imagem do SEM dos pós de Magnésio utilizados.

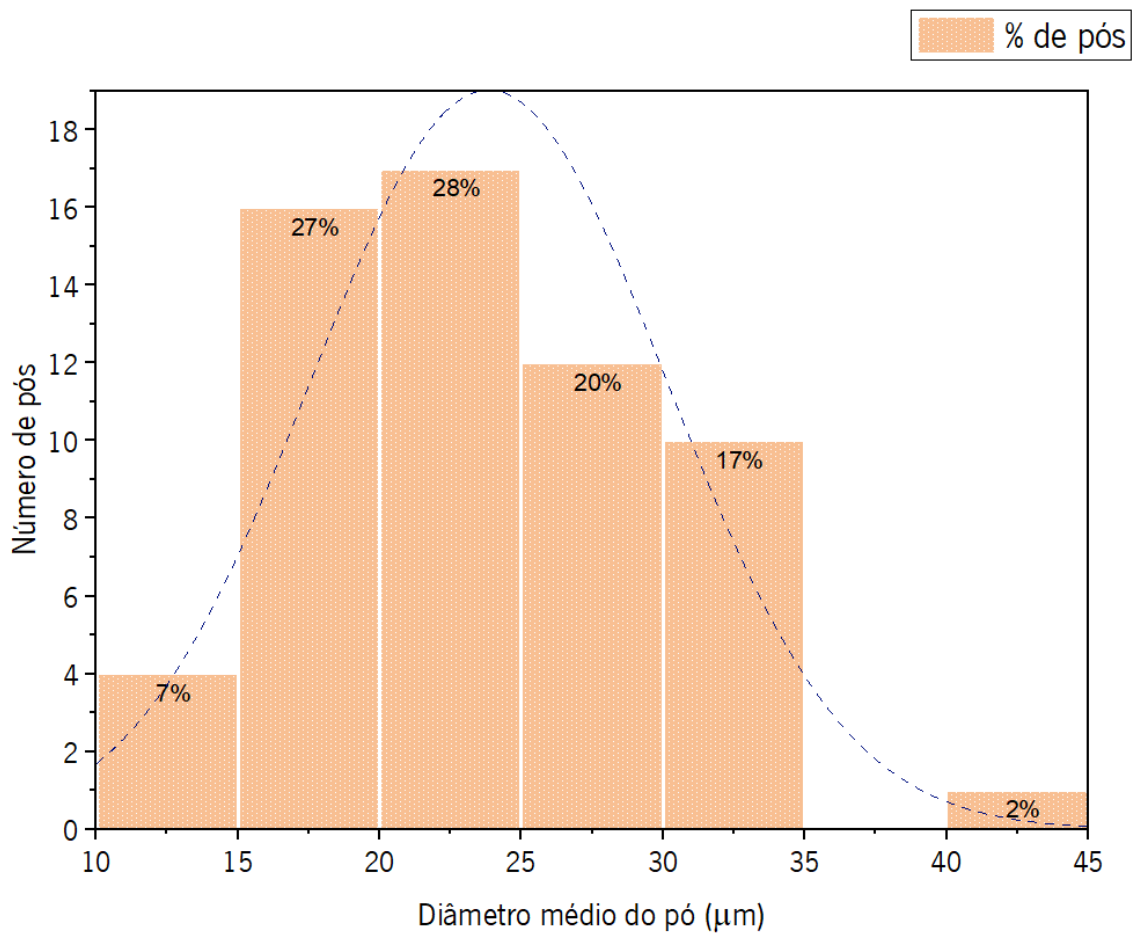


Figura 17 – Histograma representativos do tamanho de pós de Mg.

As medições efetuadas no software foram conseguidas através da medição da área de superfície do pó, por este possuir formato irregular houve a necessidade de encontrar o diâmetro médio para cada pó (função semiautomática do *ImagePro*). Através do gráfico conseguimos denotar que a maioria dos pós estão compreendidos entre os 15-25  $\mu\text{m}$ , cerca de 55%, e que apesar deste ser um valor bastante inferior ao do fornecedor é possível encontrar pós com diâmetro mais aproximado, cerca de 43  $\mu\text{m}$ , não sendo este o tamanho maioritário.

### 3.1.2 Placa de zinco

Como elemento complementar para a funcionalização dos pós e com uma taxa de biodegradação inferior à do magnésio puro, foi escolhido o zinco. Este elemento exerce a função de ânodo no processo de eletrodeposição, com o propósito de revestir as partículas de magnésio. É um elemento de carácter biodegradável e o grau de pureza da placa utilizada é de 99%, de forma a possibilitar um maior controlo na quantidade de deposição do elemento sem o risco de uma adição de outros elementos, que não são bem aceites pelo hospedeiro. Desta forma é também mais fácil determinar as quantidades percentuais relativas face ao conjunto magnésio-zinco.

O zinco, como referido, foi utilizado com o objetivo de retardar a biodegradação do elemento principal (Magnésio). Na Tabela 13 que se segue estão apresentadas algumas das características atribuídas pelo fornecedor da matéria-prima, com grau de pureza superior a 99%.

Tabela 13 – Propriedades teóricas do zinco [109].

<b>Zinco (Bloco)</b>	
<b>Estado físico</b>	Sólido/Maciço
<b>Cor</b>	Prateado
<b>Pureza</b>	$\geq 99\%$
<b>Ponto de fusão</b>	420°C
<b>Densidade Relativa</b>	7,14 g/cm <sup>3</sup>
<b>Peso Molecular</b>	65,38 g/mol

Na Figura 18 encontra-se representada, um esboço da placa de zinco utilizada cujo diâmetro é 40 mm e espessura 15 mm.

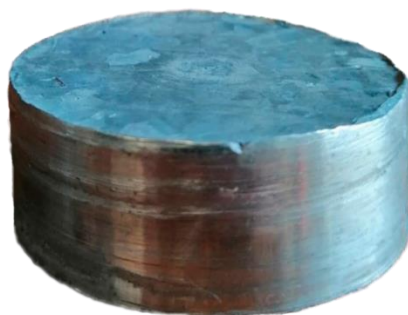


Figura 18 – Fotografia da placa de Zn utilizada antes de passar pela fase de polimento.

### 3.1.3 Eletrólito

No decorrer deste trabalho utilizou-se um eletrólito denominado ácido de zinco brilhante (Tabela 14 e 15). Esta escolha deveu-se a uma seleção na literatura estudada, no que diz respeito à eletrodeposição do zinco. Em todos os processos de eletrodeposição o volume do eletrólito foi de aproximadamente 100 mL, volume útil do dispositivo.

Tabela 14 – Eletrólito de zinco ácido brilhante [110].

<b>Banho Zinco Brilhante</b>			
<b>Densidade de Corrente</b>	Catódica	Suspensão	1,5 A/dm <sup>3</sup>
		Tambor	
	Anódica	1 – 2 A/dm <sup>3</sup>	
<b>Eficiência catódica</b>	Zinco 99,99%		
<b>Temperatura</b>	25-30°C		
<b>pH</b>	5		
<b>Velocidade de Deposição</b>	0,4 µm/min		

Tabela 15 – Quantidades químicas do Eletrólito de zinco ácido brilhante [110].

<b>Ideal</b>	
<b>Zinco</b>	3,0 g/l
<b>Cloreto</b>	80 g/L
<b>Ácido Bórico</b>	25 g/L
<b>HSO Zinc HT Eco Part A</b>	2 ml/L
<b>HSO Zinc HT Eco Part B</b>	30 ml/L
<b>Temperatura</b>	25-30°C
<b>pH</b>	5
<b>Velocidade de Deposição</b>	0,4 µm/min

Nas Tabela 14 e Tabela 15 anteriores é possível verificar os dados atribuídos pelo fornecedor do banho de ácido de zinco brilhante.

## 3.2 Métodos

Esta secção tem como objetivo explicar os métodos utilizados para funcionalização dos pós de Mg. Neste sentido as etapas de processamento da liga utilizados será apresentado de forma detalhada. A funcionalização dos pós de magnésio foi efetuada em duas fases sequenciais, sendo que a primeira passou pela construção de um mecanismo capaz de promover a cobertura dos pós, permitindo então que fosse possível avançar para uma segunda fase, a eletrodeposição.

### 3.2.1 Construção do equipamento

Sendo esta uma técnica adaptada ao pó de magnésio e visando um objetivo de melhorias de liga, houve a necessidade de criar alguns dos componentes necessários à eletrodeposição dos pós de zinco sob pós elementares de magnésio.

Nesta fase de funcionalização, e sendo que pela literatura este processo revela-se inovador, houve a necessidade de desenvolver um equipamento ajustado e capaz de realizar esta técnica. Para este efeito foi necessário definir os materiais a serem utilizados como o ânodo (zinco) e o cátodo (magnésio), a composição da solução eletrolítica (ácido zinco brilhante) e fonte de alimentação.

Inicialmente, para criar um dispositivo onde fosse possível realizar o processo de eletrodeposição, recorreu-se à construção de um recipiente em plástico. Após finalizada a construção da parte exterior, representação tridimensional presente na Figura 19, foi possível concluir que existe um volume interno de aproximadamente 150 mL. No entanto, foram ainda adicionadas duas argolas maquinadas de grafite cuja dimensão do diâmetro interno é 54,70 mm o diâmetro externo 65 mm e a altura total (das duas) de 41,30 mm.

Foi necessária a utilização do material grafite, de forma a garantir a diferença de potencial no eletrólito. Tendo em conta a impossibilidade de conectar cada um dos pós de magnésio ao polo negativo do sistema, foi criado um mecanismo (com o auxílio de um agitador). Com a força centrífuga gerada pelo agitador os pós de magnésio seriam afastados para as extremidades laterais do dispositivo. Desta forma é promovido o embate destes pós na parede do dispositivo (grafite), que por sua vez está diretamente ligada à corrente. Só através do contacto direto entre magnésio-grafite é possível a criação de uma camada sob cada uma das partículas.

Com a adição do elemento grafite o volume útil para o eletrólito seria de 100 mL, considerando que o volume útil é o representado pelo interior do conjunto, garrafa e argolas.

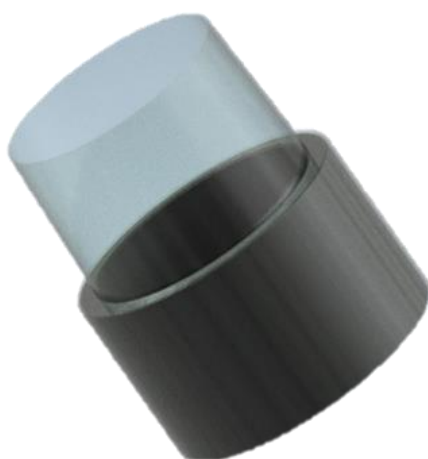


Figura 19 – Conjunto recipiente-grafite para colocar o eletrólito.

Na tampa do recipiente, um orifício para se colocar o agitador que é essencial para agitar o eletrólito e conseqüentemente as partículas de magnésio facilitando assim a deposição do zinco nos pós do Mg (Figura 20).





Figura 20 – Representação do agitador utilizado.

Um dos elétrodos foi colado no interior da garrafa, Figura 21, de forma a estar em contacto, por intermédio do eletrólito, com as partículas para que ocorra a eletrodeposição.

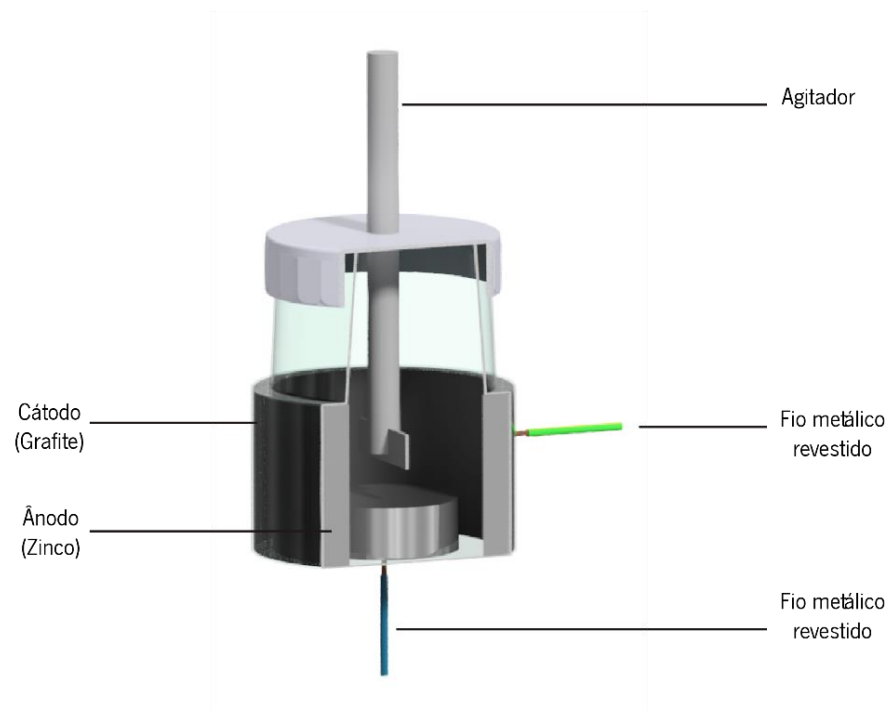


Figura 21 – Conjunto agitador, recipiente, grafite e placa de zinco.

A grafite fica então conectada ao polo negativo da corrente para que se aplique a diferença de potencial no banho, todos os elementos foram perfeitamente isolados. Na Figura 22 que se segue é possível observar os componentes montados devidamente para utilização.



Figura 22 – Montagem do equipamento para eletrodeposição.

Para melhor compreensão do sistema, o desenho de conjunto dos elementos encontra-se representado na figura que se segue, Figura 23.

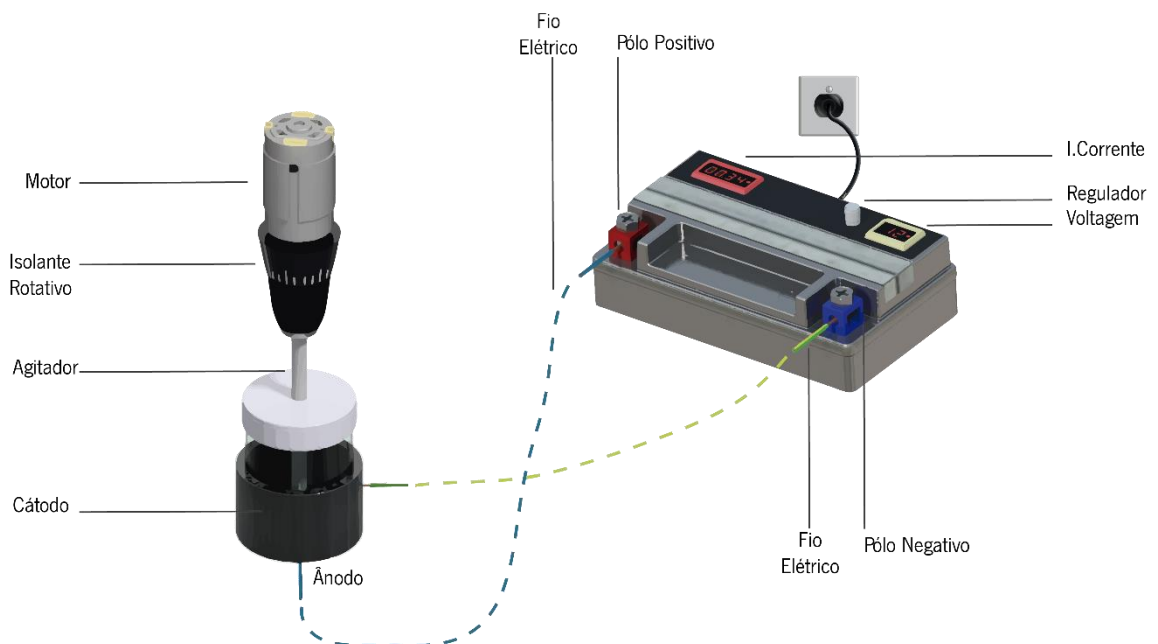


Figura 23 – Conjunto final: Dispositivo, aparelho de eletrodeposição, ligação elétrica e agitador.

Na realização experimental do processo de eletrodeposição, houve a necessidade de recorrer a uma análise do estado de arte anteriormente apresentado, de forma a encontrar a melhor estratégia para esta técnica, tendo em conta os parâmetros inerentes à eletrodeposição.

### 3.2.2 Processo de eletrodeposição

Nesta secção serão apresentadas as etapas efetuadas para que fossem atingidas as condições ideais de eletrodeposição para a funcionalização dos pós de magnésio, na Figura 24 que se segue é apresentado um esquema explicativo do processo.

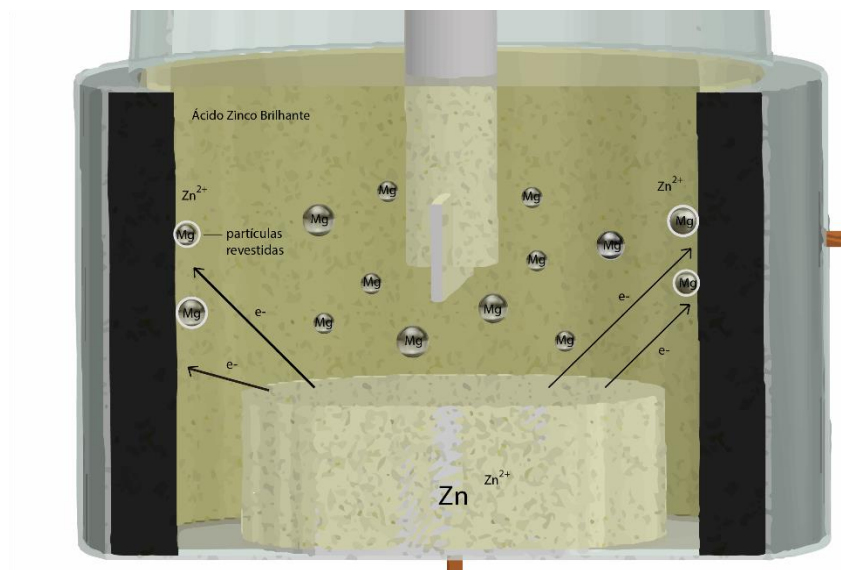


Figura 24 – Esquema do processo de Eletrodeposição realizado.

Ao longo do processo foram efetuadas diversas etapas, descritas nos pontos que se seguem:

1. Fez-se a pesagem do pó de magnésio, que deve ser feita num recipiente de vidro ou plástico para evitar reações adversas, como é o caso do alumínio. O valor estipulado de pó de magnésio é de 0,41 grama;
2. O eletrólito é colocado num gobelé até perfazer os 100 mL (volume útil do dispositivo) e de seguida procede-se à colocação do pó (previamente pesado) no eletrólito;
3. Recorre-se à agitação do conjunto pó-eletrólito, para evitar aglomerados na mistura;
4. Coloca-se a mistura no dispositivo previamente conectado ao aparelho que irá atribuir a diferença de potencial;
5. O processo de eletrodeposição ocorre, segundo os parâmetros estipulados;

6. Segue-se um processo de limpeza dos pós com isopropanol e secagem, com o auxílio de um funil de Buchner;
7. A etapa 6 é repetida de forma a evitar a presença de banho residual nos pós revestidos.

Na deposição dos pós de zinco sobre o magnésio foi necessário recorrer a um estudo com base nos valores encontrados na literatura e seguida de uma otimização de parâmetros, os valores correspondentes às voltagens foram obtidos tendo em conta estudos prévios, as restantes foram obtidas de forma empírica.

#### PARÂMETRO TEMPERATURA

Relativamente à temperatura escolhida foram consideradas duas temperaturas para a eletrodeposição, temperatura ambiente (cerca de 25°C) [93] e uma outra em que o banho é sujeito ao aquecimento até perfazer os 40°C [87], esta segunda foi imediatamente excluída tendo em consideração que após a colocação dos pós de magnésio em contacto com o banho de ácido de zinco brilhante estes efervesciam elevando a temperatura do banho até 60°C, segundo o fornecedor este eletrólito torna-se menos eficiente quando a temperatura é superior a 50°C.

#### PARÂMETROS: VOLTAGEM E TEMPO

De forma a analisar a tensão ou corrente adequada para que ocorra eletrodeposição de um determinado material é necessário recorrer a uma análise da amostra. A tensão aplicada varia de forma linear, entre um valor inicial até atingir a tensão máxima arbitrada. Foram estudadas diversas tensões  $V_1$ ,  $V_2$  e  $V_3$  que correspondem aos valores, 6V, 9V e 12V respetivamente, de forma a descobrir a influência na intensidade de corrente e uniformidade da camada.

Foram também selecionados três tempos de deposição diferentes para as três tensões previamente escolhidas. Tendo em conta as dimensões dos pós de magnésio foram determinados os tempos  $t_1$ ,  $t_2$  e  $t_3$  com interesse para o estudo seriam: 30 segundo, 60 segundo e 120 segundo, respetivamente (Ver Tabela 16). A principal influência deste parâmetro prende-se com a espessura da camada.

Tabela 16 – Parâmetros de voltagem e tempo utilizados.

Tensões Estudadas	$V_1 = 6V$	$V_2 = 9V$	$V_3 = 12V$
Tempos Estudados	$t_1 = 30s$	$t_2 = 60s$	$t_3 = 120s$

### ELETRÓLITO

No decorrer deste trabalho utilizou-se um eletrólito denominado ácido de zinco brilhante. Esta escolha deveu-se a uma seleção na literatura estudada, no que diz respeito à eletrodeposição do zinco [93],[113-114]. O eletrólito foi comercializado apto para utilização. Em todos os processos de eletrodeposição o volume do eletrólito foi de aproximadamente 100 mL, volume útil do dispositivo criado.

### MASSA (PÓ DE MAGNÉSIO)

Pela literatura é possível observar que grande parte dos banhos utilizados para o processo de eletrodeposição variam, maioritariamente, entre os 50 mL e os 500 mL dependendo do volume do material da amostra. De forma a conseguir um processo rigoroso foram efetuados cálculos que determinassem a relação entre o volume da amostra e o volume do banho. Como referência, foi utilizado o estudo experimental efetuado por A. Bakkar, V. Neubert [111], pelo tipo de materiais utilizados (magnésio e zinco) e detalhe do processo (volume das amostras e do banho estão discriminados). Foi calculada a razão entre os 500 mL do banho e os 2,4 mL da amostra, desta forma sabemos que a relação matemática entre estes dois valores é de 0,48. Para um volume de 100 mL previamente estipulado e mantendo a mesma relação, sabemos então que o volume de magnésio máximo deverá ser de 0,48 mL.

Através da fórmula para cálculo da densidade (1), conseguimos então prever a massa máxima a utilizar é de 0,82. Tendo em conta este ser um revestimento feito às partículas, razão pela qual a área da superfície de contacto é muito superior à do estudo, este valor foi reduzido para metade. A massa utilizada para os 100 mL de eletrólito pré-definido foi a de 0,41 grama.

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (1)$$

Assim testaram-se várias condições em que todas as amostras mantiveram a mesma temperatura e composição do banho. Os parâmetros tempo e voltagem encontram-se na Tabela 17.

Tabela 17 – Parâmetros utilizados para as diferentes amostras ao longo da fase de eletrodeposição.

Parâmetros	Revestimento	T (°C)	Voltagem e Tempo		Eletrólito
a)	Zn	25	V <sub>1</sub> = 6V	t <sub>1</sub> = 30s	Ácido Zinco Brilhante
b)				t <sub>2</sub> = 60s	
c)				t <sub>3</sub> = 120s	
d)			V <sub>2</sub> = 9V	t <sub>1</sub> = 30s	
e)				t <sub>2</sub> = 60s	
f)				t <sub>3</sub> = 120s	
g)			V <sub>3</sub> = 12V	t <sub>1</sub> = 60s	
h)				t <sub>2</sub> = 120s	

Cada ciclo da fase de eletrodeposição é iniciado pela limpeza (com isopropanol) do dispositivo e polimento da superfície do disco de zinco, com lixa de *mesh* 400. Desta forma é reduzida a probabilidade da presença de impurezas, ou óxidos no zinco, provenientes do ciclo anterior.

### 3.2.3 Processamento dos pós funcionalizados - *Hot pressing*

Neste subcapítulo serão descritas as condições de processamento das amostras referente à liga. De notar que o elemento zinco está presente por intermédio da eletrodeposição resultando numa camada (de diferentes espessuras) sobre os pós de magnésio (99,8 % pureza). De forma a conseguir concretizar uma análise comparativa foi necessário definir que todas as amostras iriam seguir os mesmos valores de processamento da liga.

Como a temperatura de fusão do magnésio revestido com zinco era desconhecida foi necessário recorrer a uma análise do diagrama de fases dos elementos utilizados, de forma a determiná-la.

Para a realização do *Hot-pressing* foi necessário produzir, através da utilização de um torno mecânico, uma matriz e dois punções de grafite. A pressão é aplicada pela punção superior, inserido dentro do molde. Foi então criada uma matriz de forma cilíndrica com 10 mm diâmetro interno e a altura de 40 mm para uma amostra final cilíndrica de 10 mm de diâmetro e 10 mm de altura, como é possível verificar na Figura 25.

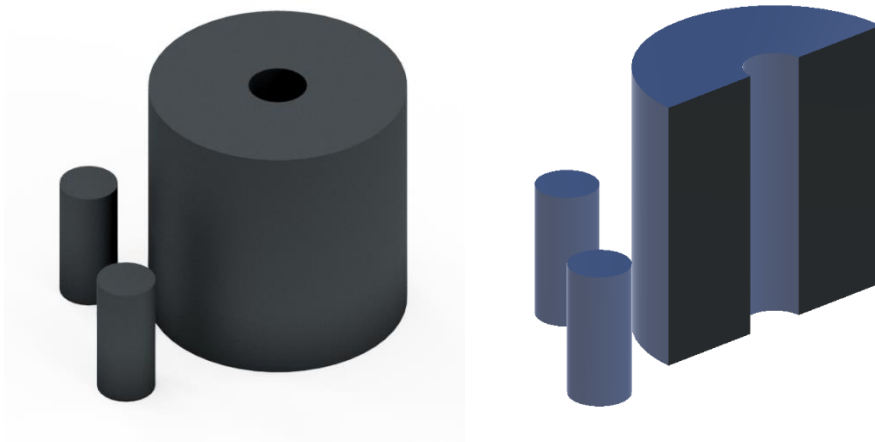


Figura 25 – Representação da matriz e punção utilizados sem tinta e pintado respetivamente.

Primeiramente a quantidade de pós de Magnésio revestido com zinco foi pesada e colocada no molde de grafite referido. A quantidade de pós revestidos foi de 6,1 grama de forma a perfazer uma altura de 3 mm de amostra quando sinterizada. Foi necessário pintar toda a matriz e punções e desta forma para que fosse evitado o contacto direto entre a amostra e o molde durante o processo (Figura 25).

Na parte inferior do molde foi feito um furo com 2 mm de diâmetro para que fosse possível colocar o termopar (Figura 26), desta forma a profundidade deve ser de aproximadamente metade da altura da matriz utilizada (18mm).

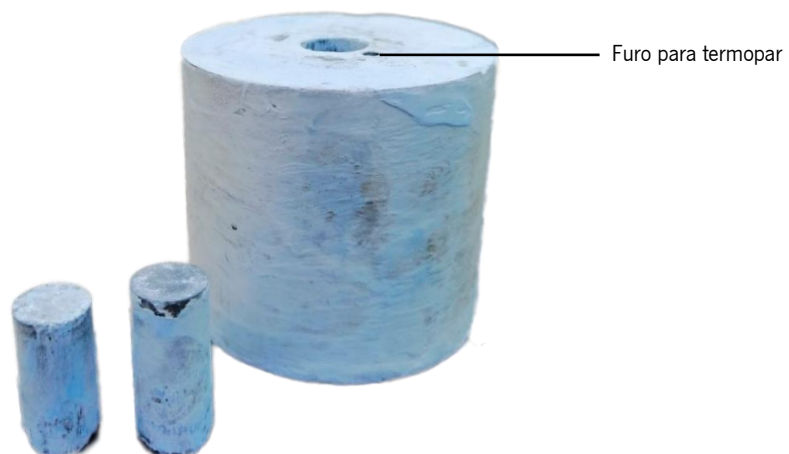


Figura 26 – Matriz e punções utilizados.

O conjunto molde-termopar foi colocado na câmara do equipamento e centrado com uma bobina de indução responsável pelo aquecimento da amostra, a pressão é aplicada recorrendo a uma prensa hidráulica (Figura 27).

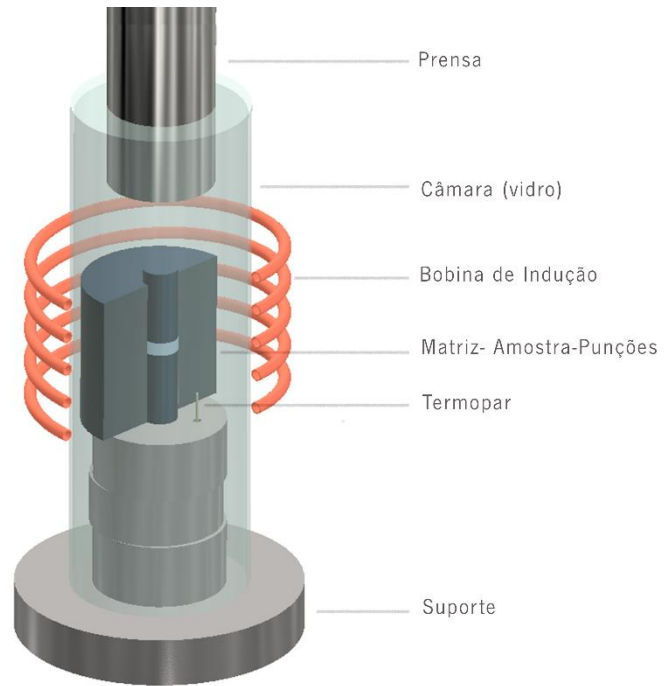


Figura 27 – Hot-pressing utilizado e representação descritiva dos componentes do Hot-pressing, respetivamente.

Inicialmente utiliza-se uma bomba de vácuo, de seguida aplicou-se a pressão inicial no molde. O aquecimento foi feito a uma taxa de  $1^{\circ}\text{C}$  por minuto até que fosse atingido o valor estipulado de  $350^{\circ}\text{C}$ . Quando a temperatura atingiu os  $320^{\circ}\text{C}$ , aplicou-se a pressão de 80 MPa. As condições de pressão e temperatura constantes foram mantidas durante 30 minutos.

Após o tempo de estágio, desligou-se o forno e a amostra foi arrefecida dentro da câmara até atingir a temperatura ambiente. Seguidamente a amostra foi removida com o auxílio de uma prensa manual. As amostras possuem então o tamanho correspondente à matriz interna: 10 mm de diâmetro e 3 mm de altura.

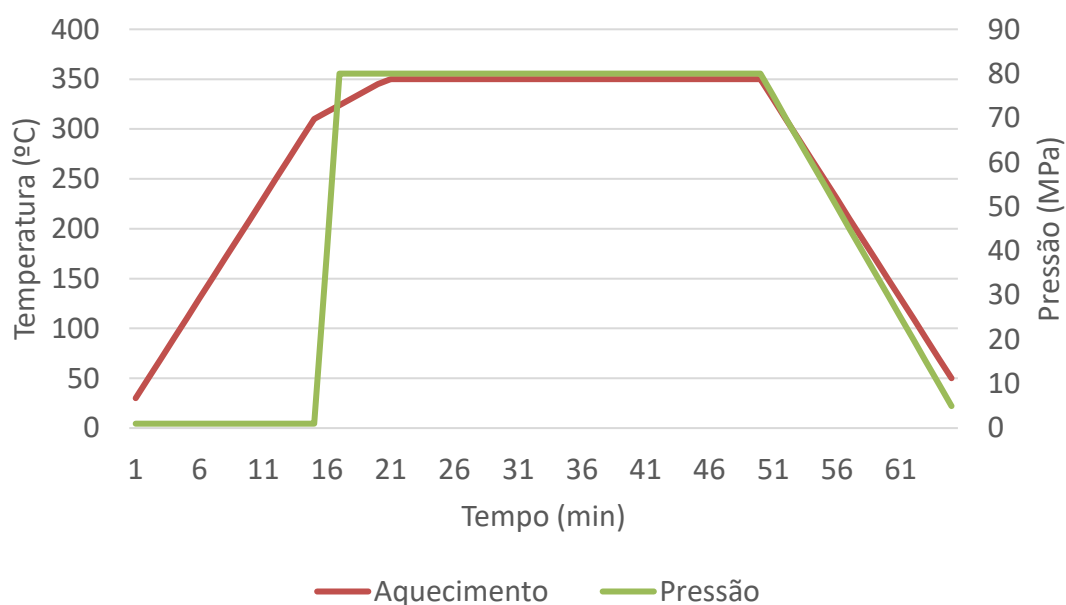
Na sinterização do magnésio revestida com zinco houve a necessidade de considerar que a temperatura ideal de sinterização, sabendo que a temperatura de fusão do zinco, é de  $420^{\circ}\text{C}$ . Assim testaram-se várias condições em que 1), 2), 3), 4) e 5) mantiveram a temperatura e pressão e uma variação de tempo, como é possível observar na Tabela 18.



Tabela 18 – Parâmetros utilizados na tecnologia de *Hot-pressing*.

Parâmetros	Tempo (min)	Pressão (MPa)	Temperatura (°C)
<b>1)</b>	1	80	350
<b>2)</b>	20	30	400
<b>3)</b>	20	80	350
<b>4)</b>	30	30	400
<b>5)</b>	30	80	350

Desta prática apenas foram consideradas as amostras com pressão de 80 MPa tendo em conta que uma pressão inferior promovia a desintegração imediata das mesmas. Na Figura 28 abaixo está representada a curva correspondente a aquecimento do material tendo em conta o tempo.

Figura 28 – Curva obtida na tecnologia de *Hot-pressing*.

Os parâmetros estudados possuem a pressão de 80 MPa, 30 min e 350°C. Desta forma foram analisados os parâmetros presentes no Capítulo 4 – Resultados.

### 3.3 Caracterização dos Materiais

Neste subcapítulo estão descritas as técnicas de caracterização utilizadas para que seja possível caracterizar quimicamente as amostras.

A utilização destas técnicas tem como objetivo efetuar uma avaliação detalhada para que seja possível dar continuidade ao estudo desta dinâmica de criação de ligas através de pós elementares. Por métodos comparativos e através da exatidão dos resultados é possível prever futuras alterações tendo em conta o objetivo de atingir o sucesso dos objetivos estabelecidos, neste caso, a diminuição da taxa de degradação do magnésio.

### 3.3.1 SEM/EDS

Após todas as fases de processamento às diferentes amostras, procedeu-se à sua análise, com o auxílio do microscópio eletrónico de varrimento (*Scanning Electron Microscope – SEM*) e espectroscopia de energia dispersiva (*Energy dispersive X-ray spectroscopy– EDS*).

O dispositivo utilizado para esta análise encontra-se representado na Figura 29.



Figura 29 – Equipamento SEM/EDS.

Numa primeira instância, é utilizado o equipamento acima representado de forma a obter imagens analíticas das diferentes amostras. Esta disponibiliza uma visualização dos elementos presentes nas amostras, sem que os contamine ou destrua. Obtém-se então imagens de elevada ampliação de modo a compreender a estrutura da camada de superfície.

Numa segunda análise, utiliza-se uma técnica semelhante à anterior. Através do fornecimento das mesmas condições de funcionamento, anteriormente referidas, obtém-se os resultados dos diversos elementos presentes na amostra.

Após a captura digital de imagens através da microscopia eletrónica de varrimento (SEM), seleciona-se um ponto/região para analisar. É assim possível gerar perfis de raios-X por elementos, captando uma imagem de carácter não só quantitativo como qualitativo, isto é, não só acerca da composição química como também acerca da topografia e composição do material. O equipamento SEM/EDS apresentado na Figura 29 foi utilizado para avaliar a morfologia dos pós de magnésio revestidos com zinco e as amostras resultantes do uso da tecnologia de *Hot-pressing*.

## **4. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

---

O capítulo 4 incide sobre a análise crítica dos resultados obtidos e discussão dos mesmos.

#### 4.1 Eletrodeposição

Para a eletrodeposição dos pós de Mg foram testados os parâmetros presentes na Tabela 19. De notar que a intensidade da corrente utilizada foi a mesma para todos os parâmetros e é inerente ao dispositivo.

Tabela 19 – Parâmetros utilizados para cada parâmetro e intensidade da corrente inerente.

Parâmetros	T (°C)	Voltagem e Tempo		Intensidade da corrente (I)
a)	25	V <sub>1</sub> = 6V	t <sub>1</sub> = 30s	0,13
b)			t <sub>2</sub> = 60s	0,14
c)			t <sub>3</sub> = 120s	0,14
d)		V <sub>2</sub> = 9V	t <sub>1</sub> = 30s	0,20
e)			t <sub>2</sub> = 60s	0,21
f)			t <sub>3</sub> = 120s	0,22
g)		V <sub>3</sub> = 12V	t <sub>2</sub> = 60s	0,32
h)			t <sub>3</sub> = 120s	0,36

Pela análise da Tabela 19 pode-se verificar que um aumento da voltagem de 6V para os 9V verifica-se que o aumento na intensidade da corrente de aproximadamente 57% e dos 9V para os 12V de 45%. Para que fosse possível a análise da camada dos pós de magnésio revestidos com zinco, houve a necessidade de fazer uma montagem em resina, seguido de um polimento adequado. Na Figura 30 estão representados os passos necessários para esta prática.

Funcionalização de pós de magnésio para aplicações biomédicas



Figura 30 – Montagem dos pós em resina.

1. Preparação da resina como determinada pelo fabricante e adição de magnésio com revestimento de zinco;
2. Deposição da mistura num molde, o molde foi untado com vaselina para facilitar o desmoldar;
3. Utilização de um sistema de vácuo para eliminar o máximo de oxigénio presente na mistura, desta forma a amostra irá possuir maior uniformidade;
4. Desmolde da amostra.

Como referido, depois de obtidas as amostras existe a necessidade de polir as amostras de forma que os pós sejam cortados e seja possível estudar a espessura da camada. Na Figura 31 que se segue está presente o dispositivo utilizado para esta prática, Mecapol P251.



Figura 31 – Polideira Mecapol P251, utilizada para amostras em resina e *Hot-pressing*.

Sendo o magnésio um elemento que apresenta alterações na sua integridade quando em contacto com a água, todas as amostras foram polidas com auxílio de óleo para o polimento. As lixas usadas foram as com *mesh* 800, 1200, 2000 e 4000 respetivamente.



Figura 32 – Montagem dos pós em resina, falhas encontradas.

Se não efetuada a fase representada no ponto 3 (vácuo) criam-se bolhas de oxigénio no interior das amostras. Na Figura 32 é possível observar um exemplo das falhas criadas sem esta 3ª fase do procedimento.

#### 4.1.1 Resultados para cada parâmetro

A análise dos parâmetros de eletrodeposição foi baseada nas imagens obtidas no SEM. Foram considerados 20 pós para cada um dos parâmetros, para que se obtivesse a espessura média da camada, a continuidade da mesma e também a uniformidade. Foi tido em conta o perímetro do pó para que se obtivesse a percentagem de pó revestido Figura 33 .

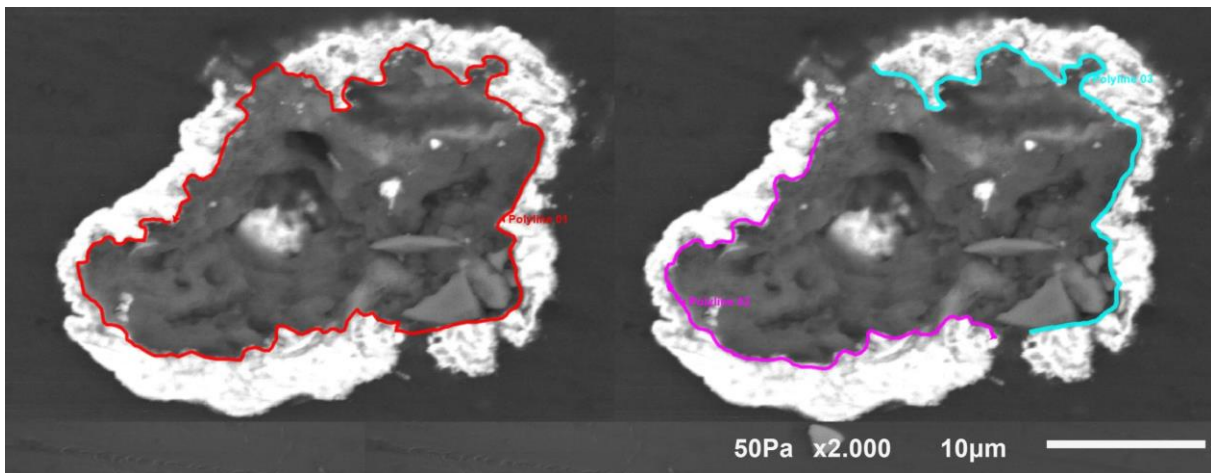


Figura 33 – Medição do perímetro do pó e segmentos com revestimento, respetivamente.

Através da equação:  $\frac{\text{Segmentos com revestimento (Zn)}}{\text{Perímetro do pó de Mg}} \times 100$ , foi possível obter a percentagem revestida da camada de forma a analisar a continuidade da mesma

Para analisar a uniformidade da camada foram traçados vários segmentos no revestimento Figura 34. Desta forma foi possível analisar a variação na espessura em cada pó.

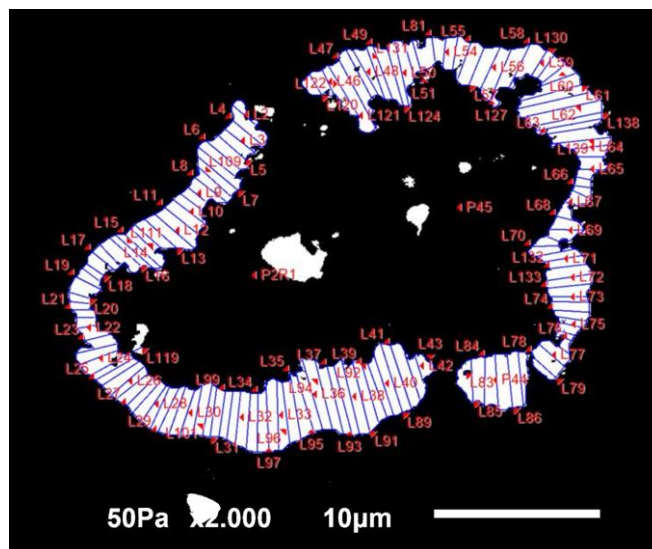


Figura 34 – Segmentos para cálculo da espessura da camada revestida.



Foi também calculada a média da camada, considerando todos os pontos ao longo do perímetro dos pós, com ou sem revestimento.

**Parâmetros a):** 6V 30s (Figura 35 e Tabela 20).

Os parâmetros assinalados em a), foram estudados através de análise obtida em SEM e EDS (presente no subcapítulo 4.3 Caracterização EDS).

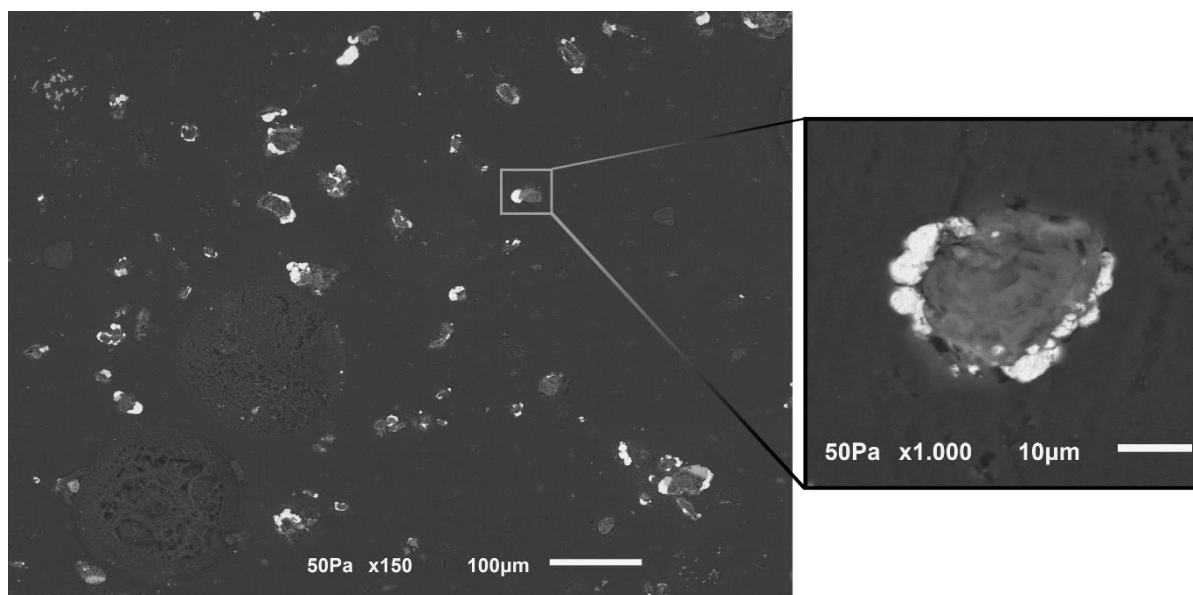


Figura 35 – Imagem do SEM dos parâmetros 6V, 30s.

Seguidamente encontra-se a Tabela 20 que resume os parâmetros estudados, juntamente com uma breve descrição do que é possível observar nos pós revestidos alcançados sob estas condições.

Tabela 20 – Tabela explicativa dos parâmetros estudados: 6V, 30s.

Parâmetros	Intensidade da corrente (I)	T (°C)	Voltagem e Tempo		Descrição
a)	0,13	25	$V_i = 6V$	$t_i = 30s$	Falha na camada, tamanho da camada irregular

Através das imagens obtidas através do SEM foi possível denotar que a camada obtida nos parâmetros acima referidos apresenta falhas, tamanhos altamente variados e nenhuma uniformidade. A Figura 35 corresponde aos pós de magnésio revestidos com zinco, com os parâmetros: 6 Volts, 30 segundos e a intensidade de corrente, dada através do dispositivo utilizado, de 0,13I, como apresentado na Tabela 20.

No histograma (Figura 36) que se segue é apresentada as variações na espessura de camada de cada pó, considerando a existência de segmentos não revestidos. Foi então efetuada a média dos valores para que fosse possível compreender a espessura global desta camada e a variação existente nos diferentes pós com os mesmos parâmetros.

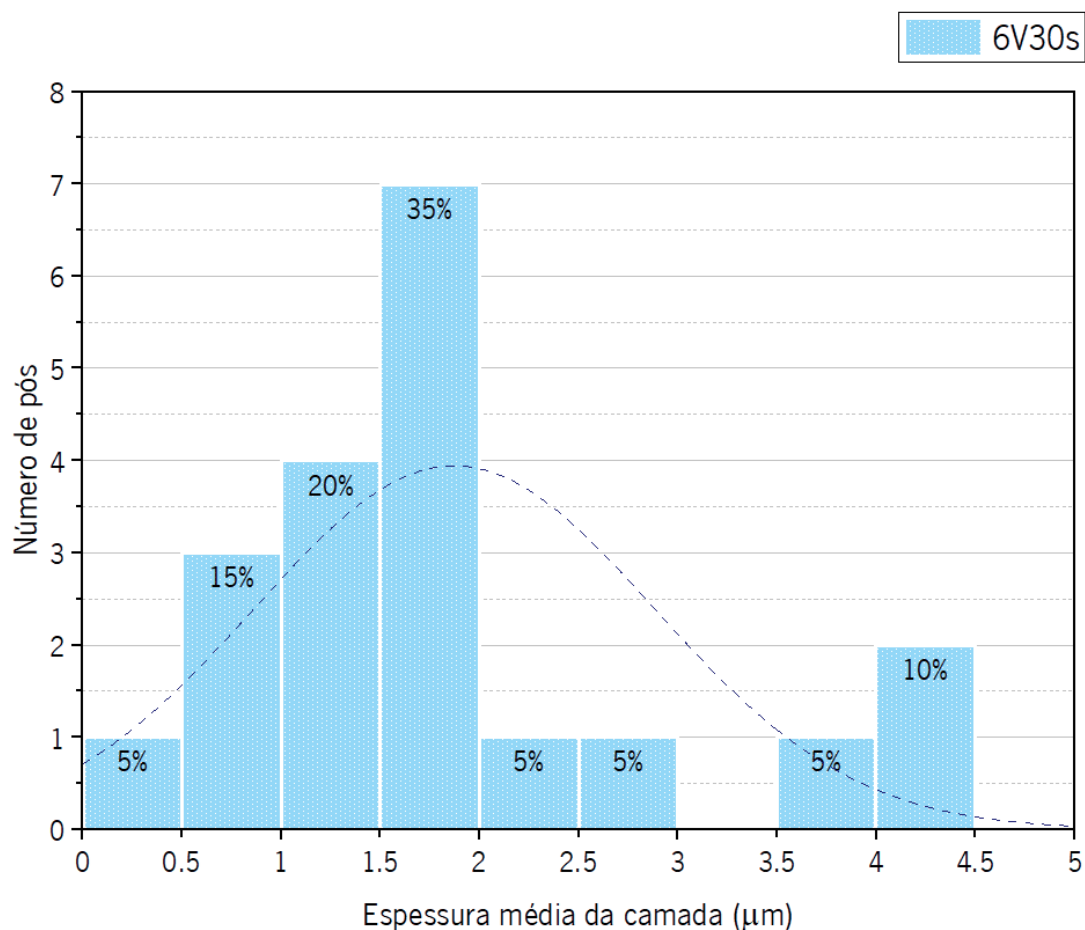


Figura 36 - Histograma do tamanho da camada para os parâmetros a).

A maior espessura obtida foi de  $11,15\mu\text{m}$ . Apesar deste valor ser elevado comparativamente às médias obtidas demonstra a descontinuidade existente na camada, a maioria das espessuras, tendo em conta o tamanho médio de camada, estão compreendidas entre os  $1\mu\text{m}$  e  $2\mu\text{m}$ . A média total das espessuras é de  $1,87\mu\text{m}$ .

Nos gráficos que se seguem (representados na Figura 37) é possível avaliar a qualidade da camada. No primeiro gráfico é possível visualizar as dimensões dos segmentos cotados que representam a espessura da camada. No gráfico seguinte é possível observar a percentagem de revestimento da

mesma. Cada pó analisado está representado por uma cor diferente, todos eles correspondem ao parâmetro 6V30s e foram medidos sob o mesmo procedimento, explicado anteriormente.

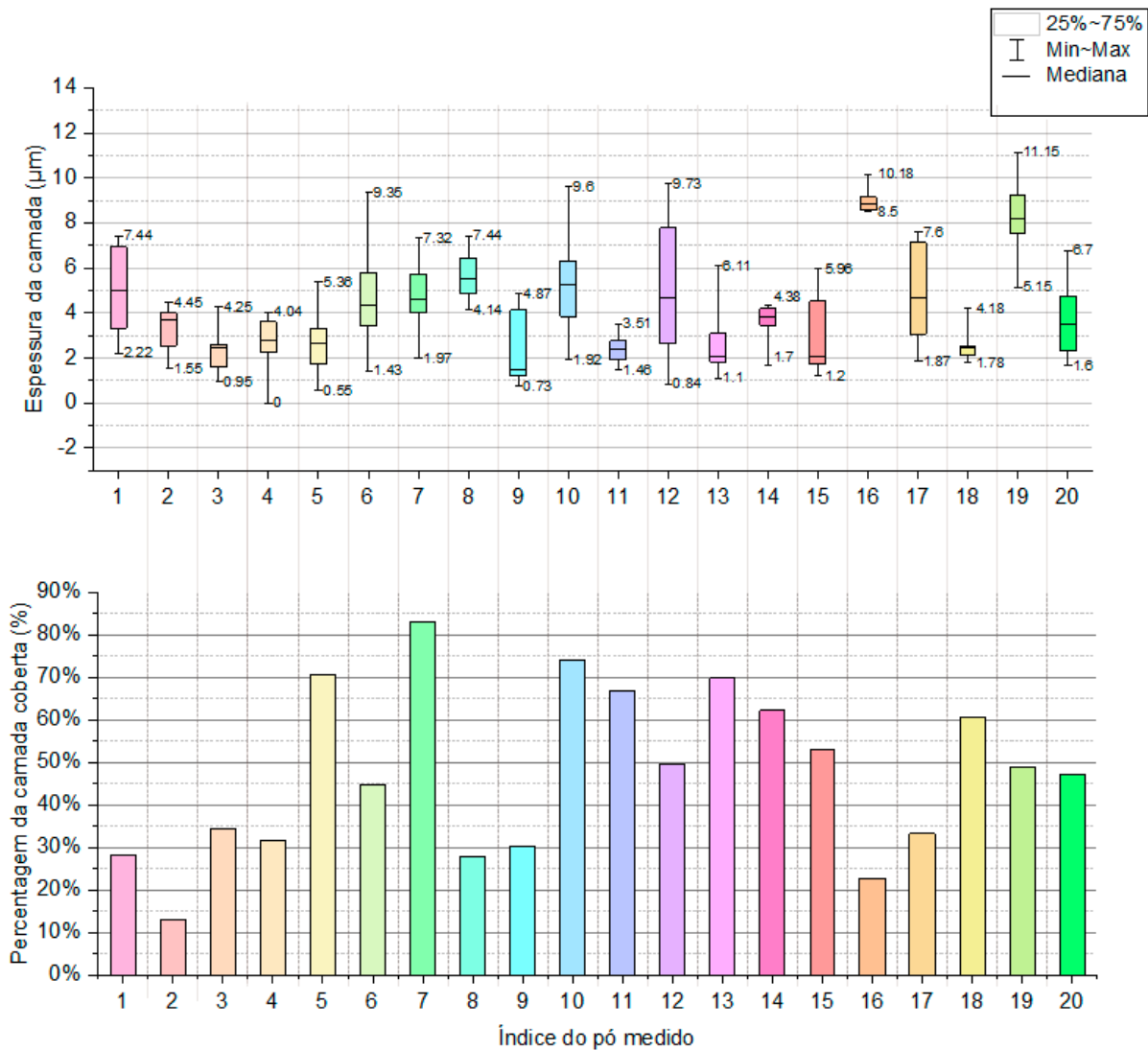


Figura 37 – Gráficos relativos aos parâmetros a) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente.

Pela análise dos gráficos, observa-se que existem pós com até 83% de revestimento, e valores da espessura a atingir os 11,15µm. A média das percentagens referentes ao revestimento dos pós é de 48%, este valor revela que apesar de existirem pós praticamente revestidos também existe pós em que o revestimento é escasso. A análise dos gráficos deve ser efetuada em simultâneo, desta forma conseguimos denotar que uma menor dispersão de resultados, representada no primeiro gráfico, e um revestimento elevado, representado no segundo gráfico, determinam um pó com maior qualidade no revestimento. Dito isto, pela análise do gráfico temos que o pó melhor revestido corresponde ao

representado pelo índice 11, 14 e 18, com variações de espessuras de 2,05 $\mu\text{m}$ , 2,68 $\mu\text{m}$  e 2,40 $\mu\text{m}$ , respectivamente. Para os índices 11, 14 e 18 a percentagem de revestimento não é a ideal (100%), no entanto, tendo em conta a análise global, são as mais vantajosas: 67%, 62% e 61%, respectivamente.

**Parâmetros b):** 6V 60s (Figura 38 e Tabela 21).

Os parâmetros assinalados em b), foram também estudados através das análises obtidas em SEM e EDS.

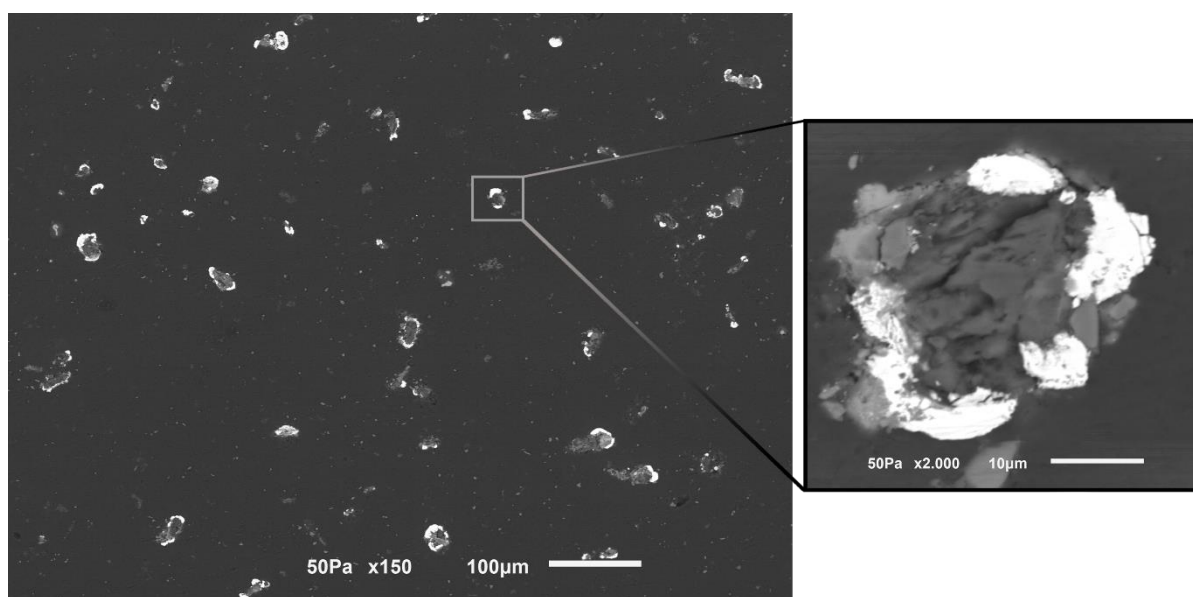


Figura 38 – Imagem do SEM da amostra 6V, 60s.

A Tabela 21 resume os parâmetros utilizados e obtidos, apresenta também uma breve descrição do que é possível observar nos pós revestidos sob estas condições.

Tabela 21 – Tabela explicativa dos resultados obtidos com os parâmetros 6V, 60s.

Parâmetros	Intensidade da corrente (I)	T (°C)	Voltagem e Tempo		Descrição
<b>b)</b>	0,14	25	$V_i = 6V$	$t_i = 60s$	Falha na camada, tamanho da camada irregular

Na Figura 38 estão apresentados os parâmetros analisados: 6 Volts, 60 segundos e a intensidade de corrente de 0,14, como apresentado na Tabela 21. À semelhança da análise anterior a camada apresenta grandes irregularidades, no entanto, já é possível afirmar, numa primeira análise visual, que as espessuras são mais uniformes e que há uma maior cobertura dos pós.

No histograma que se segue (Figura 39) está representada a média dos valores obtidos ao longo da camada, determinando assim a espessura global da mesma nos diferentes pós.

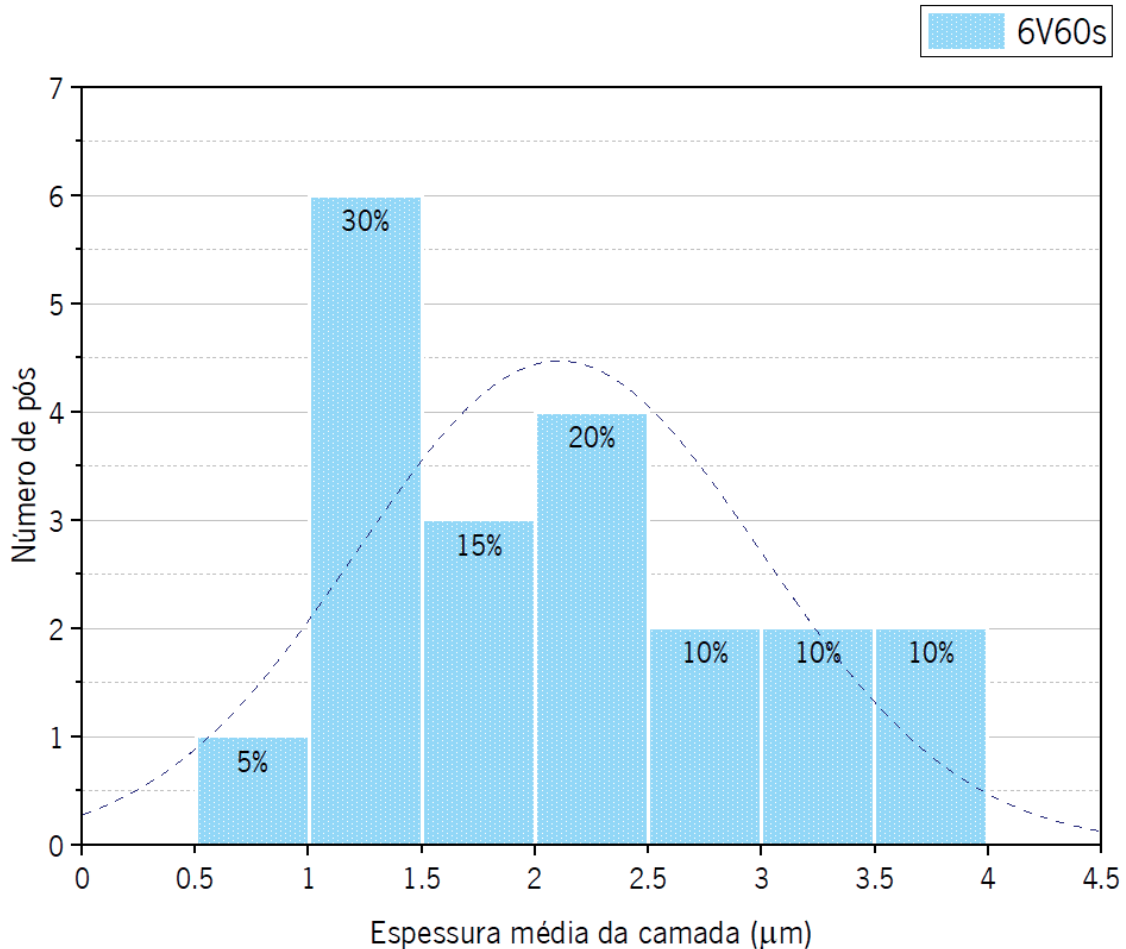


Figura 39 - Histograma do tamanho do pó para a amostra b).

Sabe-se que a maior espessura obtida foi de 14,22  $\mu\text{m}$ , tendo em conta que os valores das espessuras estão compreendidos entre 0,5  $\mu\text{m}$  e 4  $\mu\text{m}$ . Tendo em conta que estes valores são baseados numa média total (superfície revestida e não revestida do pó) esta espessura de valor muito superior pode significar uma fraca continuidade no revestimento. A média total das espessuras obtidas nos diferentes pós é de 2,10  $\mu\text{m}$ .

De seguida, observam-se dois gráficos (Figura 40) onde são apresentadas as variações nas espessuras das superfícies revestidas e a percentagem de pó revestido, respetivamente.

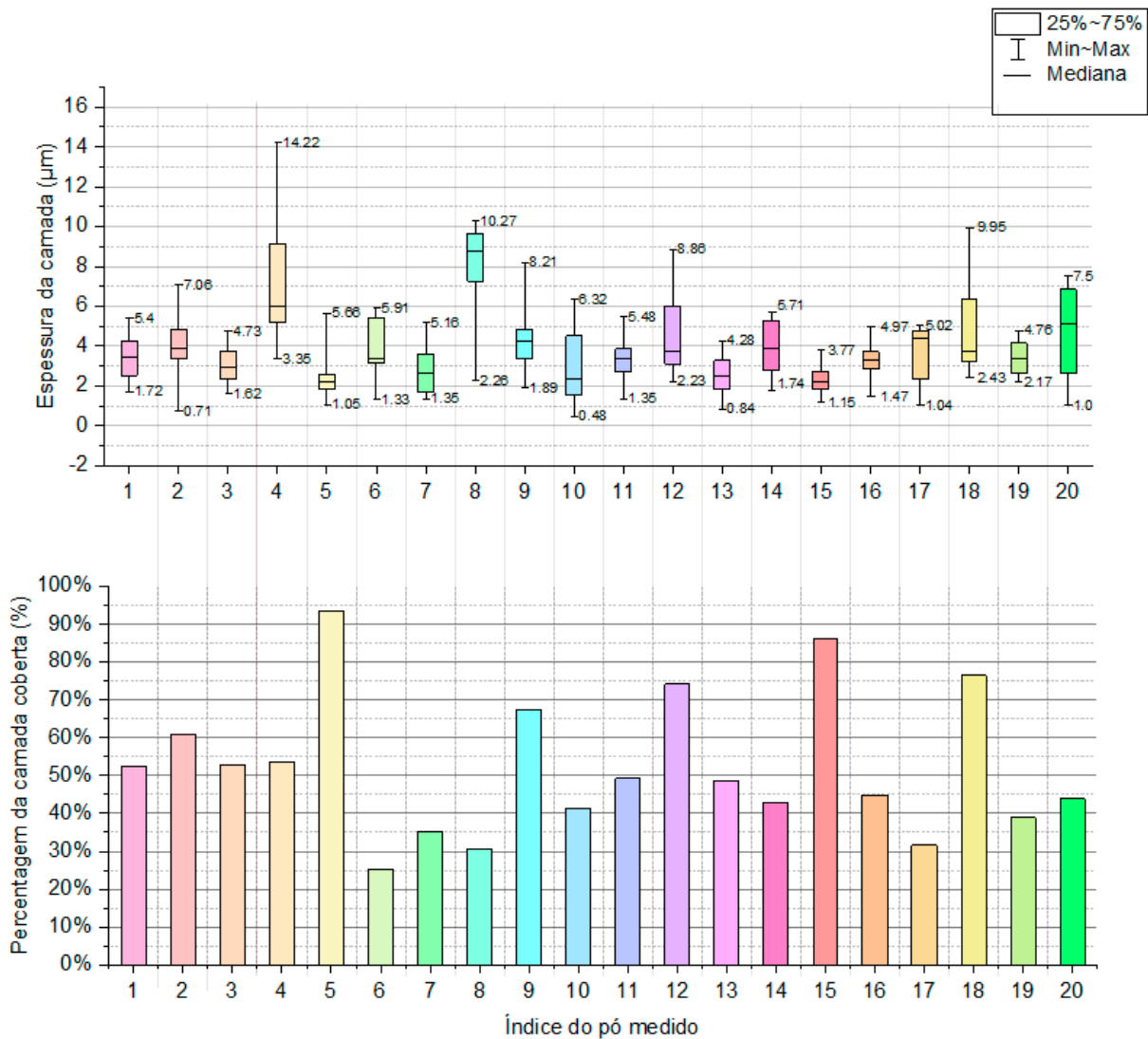


Figura 40 - Gráficos relativos aos parâmetros b) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente.

Pela análise dos gráficos, observamos que existem pós com até 93% de revestimento, e valores da espessura a atingir os 14,22µm. É denotar que apesar deste valor ser elevado comparativamente aos restantes o primeiro quadril é muito menor que o terceiro e no pó correspondente (4) apenas 53% da superfície está revestida. Este conjunto de dados determina uma média total da espessura de revestimento de apenas 3,57µm, cerca de quatro vezes inferior. A média das percentagens referentes ao revestimento dos pós é de 52%, sendo que o pó que apresenta maior revestimento possui cerca de 93% da superfície revestida e o pó com menor revestimento apresenta apenas 25%. Pela análise dos gráficos temos que o as menores variações na espessura correspondem ao pó número 15 e ao pó número 19 com 2,62µm e 2,59µm, respetivamente. No entanto enquanto no primeiro a superfície

revestida corresponde a 86, no segundo é de apenas 39% pó com maior qualidade no revestimento. Desta forma, o pó número 15 apresenta a melhor qualidade no revestimento para este parâmetro.

**Parâmetros c):** 6V 120s (Figura 41 e Tabela 22).

Tendo em conta os parâmetros assinalados em c), que à semelhança dos anteriores foram analisados em SEM e EDS, obteve-se os resultados que se seguem.

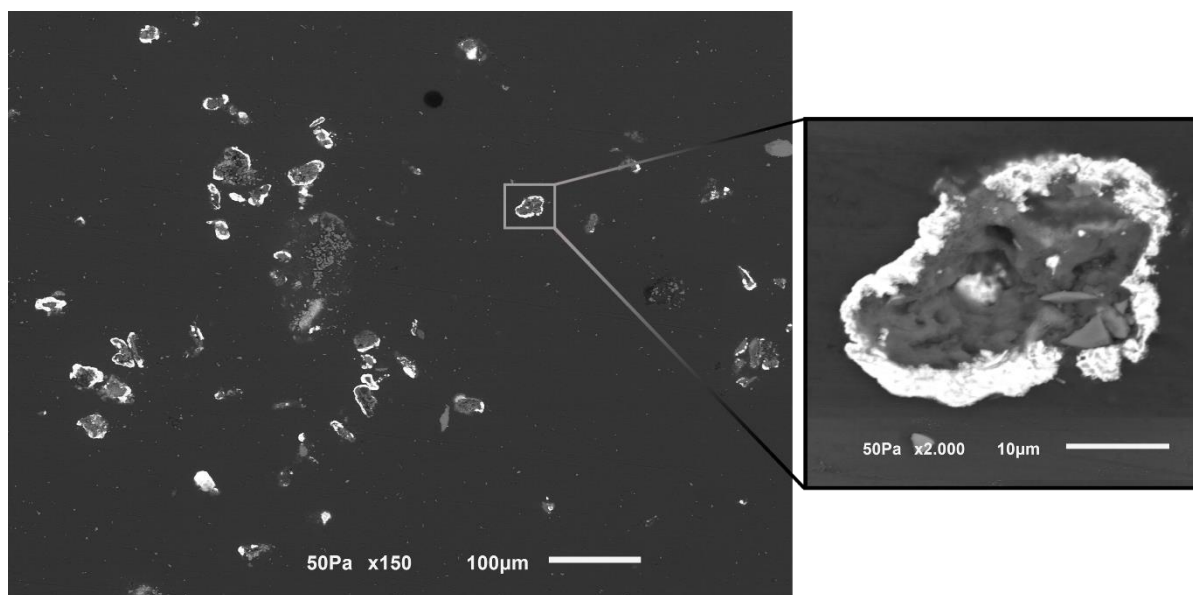


Figura 41 – Imagem do SEM dos parâmetros: 6V, 120s.

Na Tabela 22 estão presentes parâmetros utilizados e obtidos, juntamente com uma breve descrição da camada.

Tabela 22 – Tabela explicativa dos resultados obtidos com os parâmetros 6V, 120s.

Parâmetros	Intensidade da corrente (I)	T (°C)	Voltagem e Tempo		Descrição
c)	0,14	25	$V_i = 6V$	$t_i = 120s$	Camada uniforme, pó parcialmente revestido, poucos pós praticamente revestidos

Na Figura 41 está representada a esquematização correspondente aos pós de magnésio revestidos com zinco, os parâmetros são: 6 Volts, 120 segundos e a intensidade de corrente de 0,14, como apresentado na Tabela 22.

No histograma que se segue Figura 42 é possível observar as variações na espessura média de camada de cada pó.

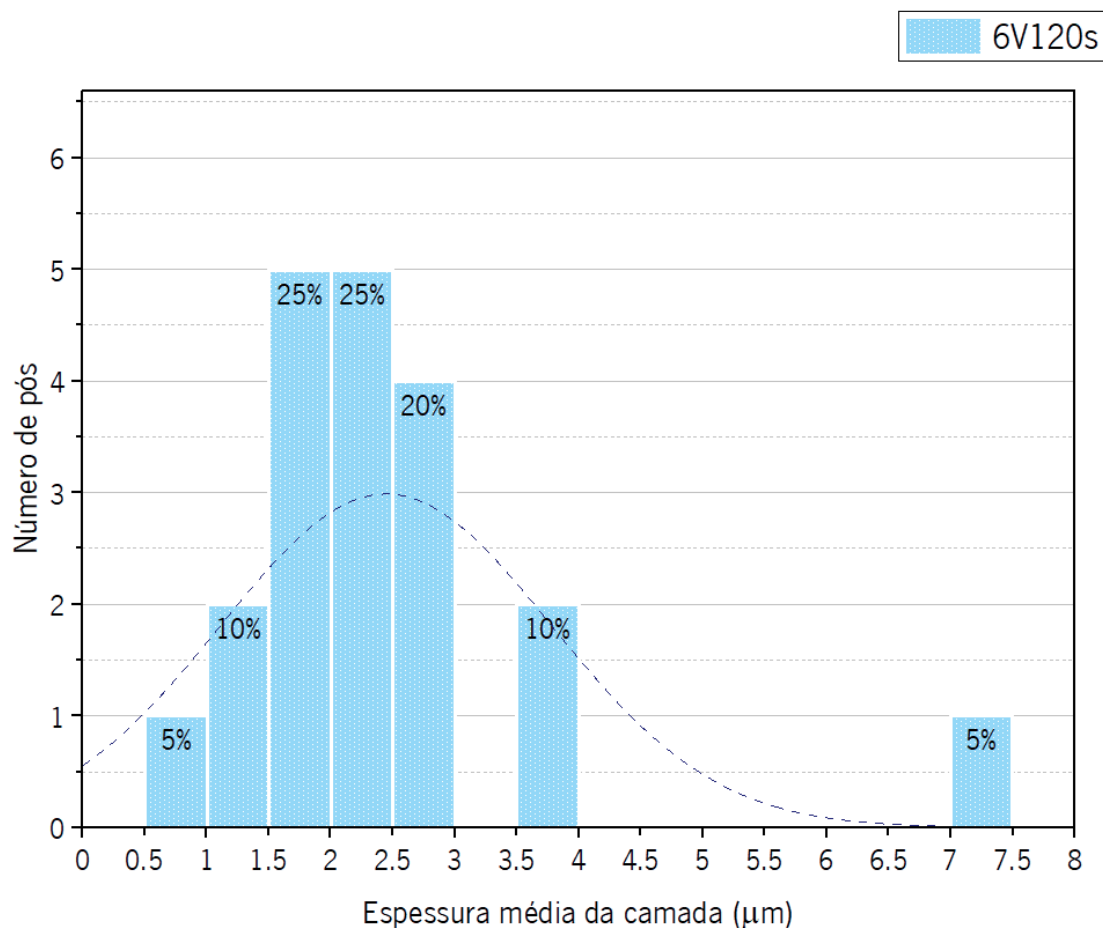


Figura 42 - Histograma do tamanho do pó para a amostra c).

Os pós estão compreendidos entre os  $0,5\mu\text{m}$  e  $7,5\mu\text{m}$  de comprimento médio e a média total de todos os valores apresentados é de  $2,44\mu\text{m}$ . Apesar de existir uma elevada variação nas médias totais, apenas um dos pós medidos possui uma espessura média  $7,19\mu\text{m}$  correspondente à barra apresentada de  $7\mu\text{m}$  a  $7,5\mu\text{m}$ . Os restantes valores estão compreendidos entre  $0,5\mu\text{m}$  e  $4\mu\text{m}$ .

De seguida, observam-se dois gráficos (Figura 43) onde são apresentadas as variações nas espessuras das superfícies revestidas e a percentagem de pó revestido, respetivamente.



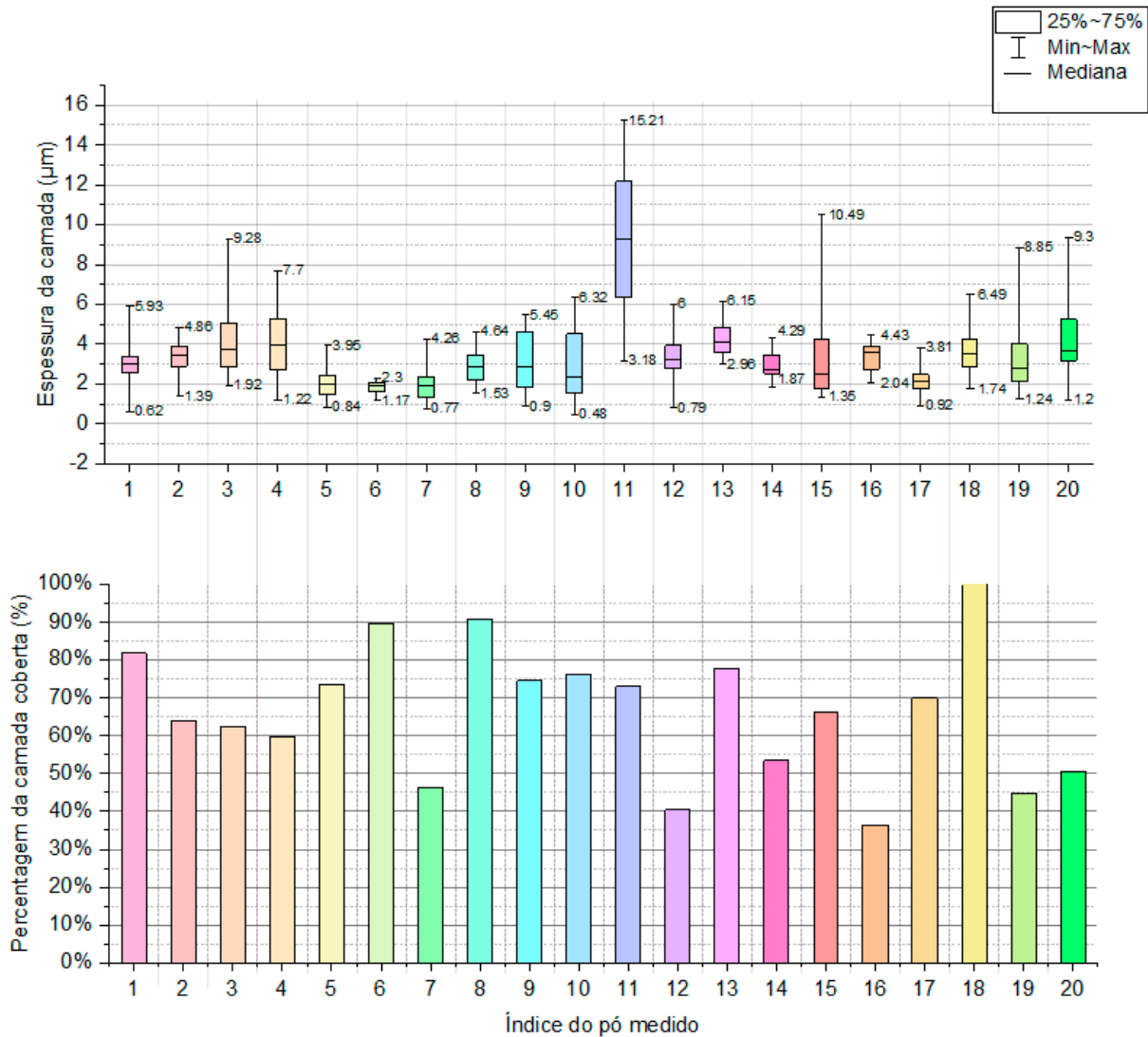


Figura 43 - Gráficos relativos aos parâmetros c) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente.

A maior espessura obtida foi de 15,21µm. A média das percentagens referentes ao revestimento dos pós é de 67%, este valor revela que apesar de existirem pós praticamente revestidos também existe maior revestimento com o aumento do tempo, tendo em conta as análises anteriores. Pela análise do gráfico temos que o pó melhor revestido corresponde ao representado pelo índice 6. Apesar de pela análise da percentagem de revestimento conseguirmos denotar a existência de um pó totalmente revestido (18), este pó apresenta uma variação de camada de 4,75 µm. Por essa razão o pó com maior qualidade no revestimento é o 6 com 90% da superfície revestida e uma variação na espessura da camada de 1,13 µm.

**Parâmetros d):** 9V 30s (Figura 44 e Tabela 23).

Os parâmetros de d), seguiram a mesma ordem de estudo que os anteriores.

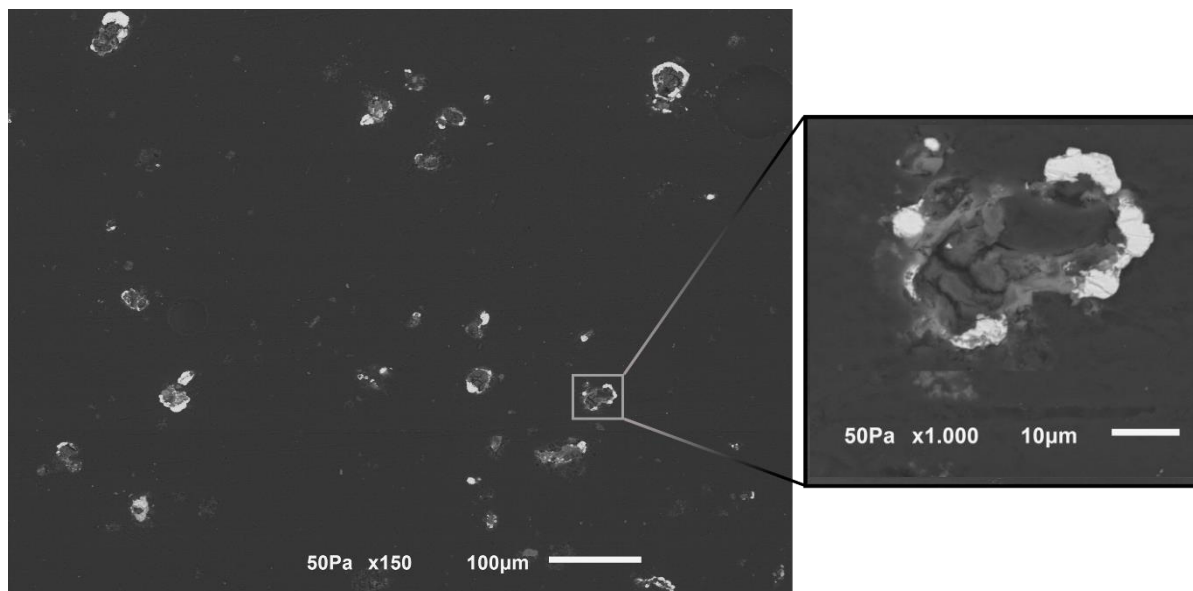


Figura 44 – Imagem do SEM da amostra 9V, 30s

Seguidamente encontra-se a Tabela 23 que resume os parâmetros bem como uma breve descrição do que é possível observar nos pós revestido.

Tabela 23 – Tabela explicativa dos resultados obtidos com os parâmetros 9V, 30s

Parâmetros	Intensidade da corrente (I)	T (°C)	Voltagem e Tempo		Descrição
<b>d)</b>	0,20	25	$V_i = 9V$	$t_i = 30s$	Superfície pouco revestida, espessura da camada irregular

Na imagem analisada correspondente aos pós de magnésio revestidos com zinco, os parâmetros são: 9 Volts, 30 segundos e a intensidade de corrente 0,20I, como apresentado na Tabela 23. Através da análise da figura anterior é possível observar uma irregularidade na camada, sendo que existem parte onde a espessura é extremamente elevada e outras onde nem possui revestimento.

Na Figura 45 é apresentada a média das espessuras da camada para os parâmetros mencionados.

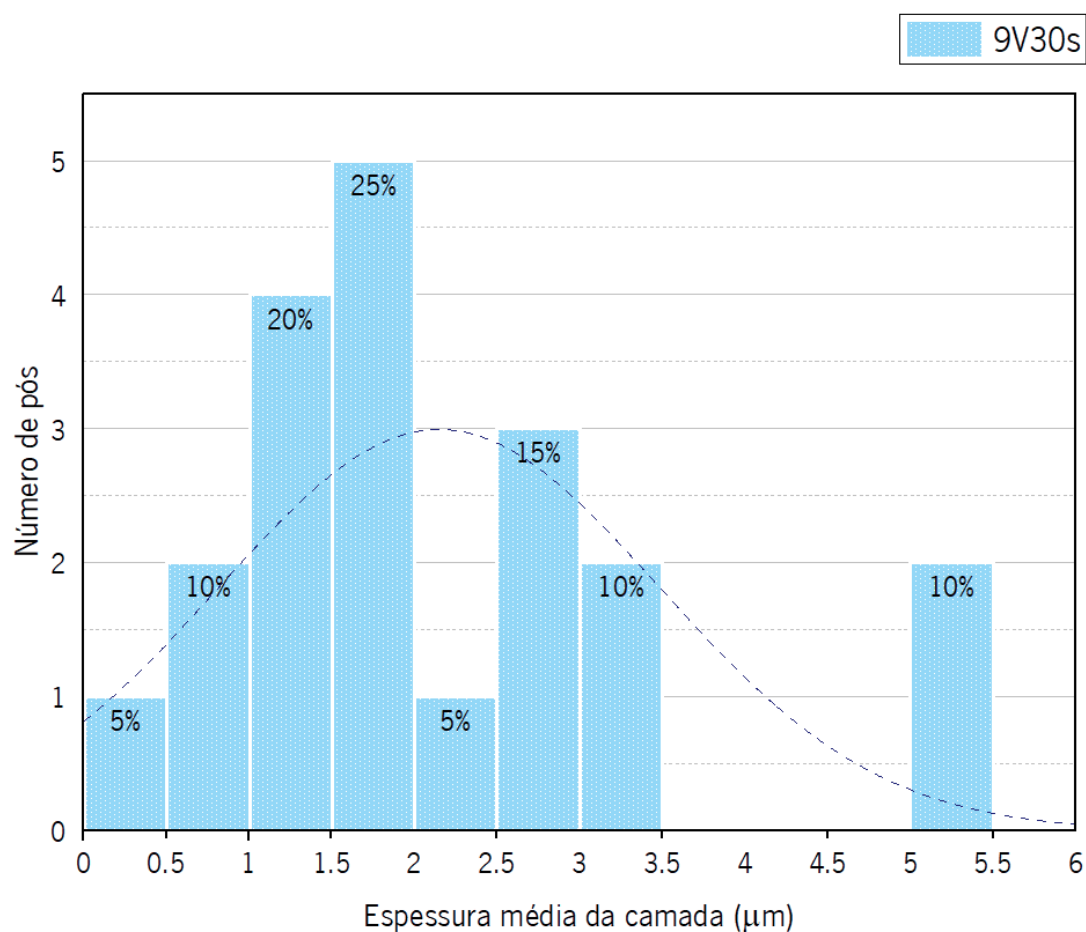


Figura 45 - Histograma da média de espessuras de camada para os parâmetros de d).

As médias dos revestimentos estão compreendidas entre os 0,50  $\mu\text{m}$  e 5,35  $\mu\text{m}$  e a média de todos os valores é de 2,15  $\mu\text{m}$ . A maioria dos pós, cerca de 90%, possuem espessuras médias de até 3,36  $\mu\text{m}$ .

De seguida, observam-se dois gráficos (Figura 46) onde são apresentadas as variações nas espessuras das superfícies revestidas e a percentagem de pó revestido, respetivamente.

Funcionalização de pós de magnésio para aplicações biomédicas

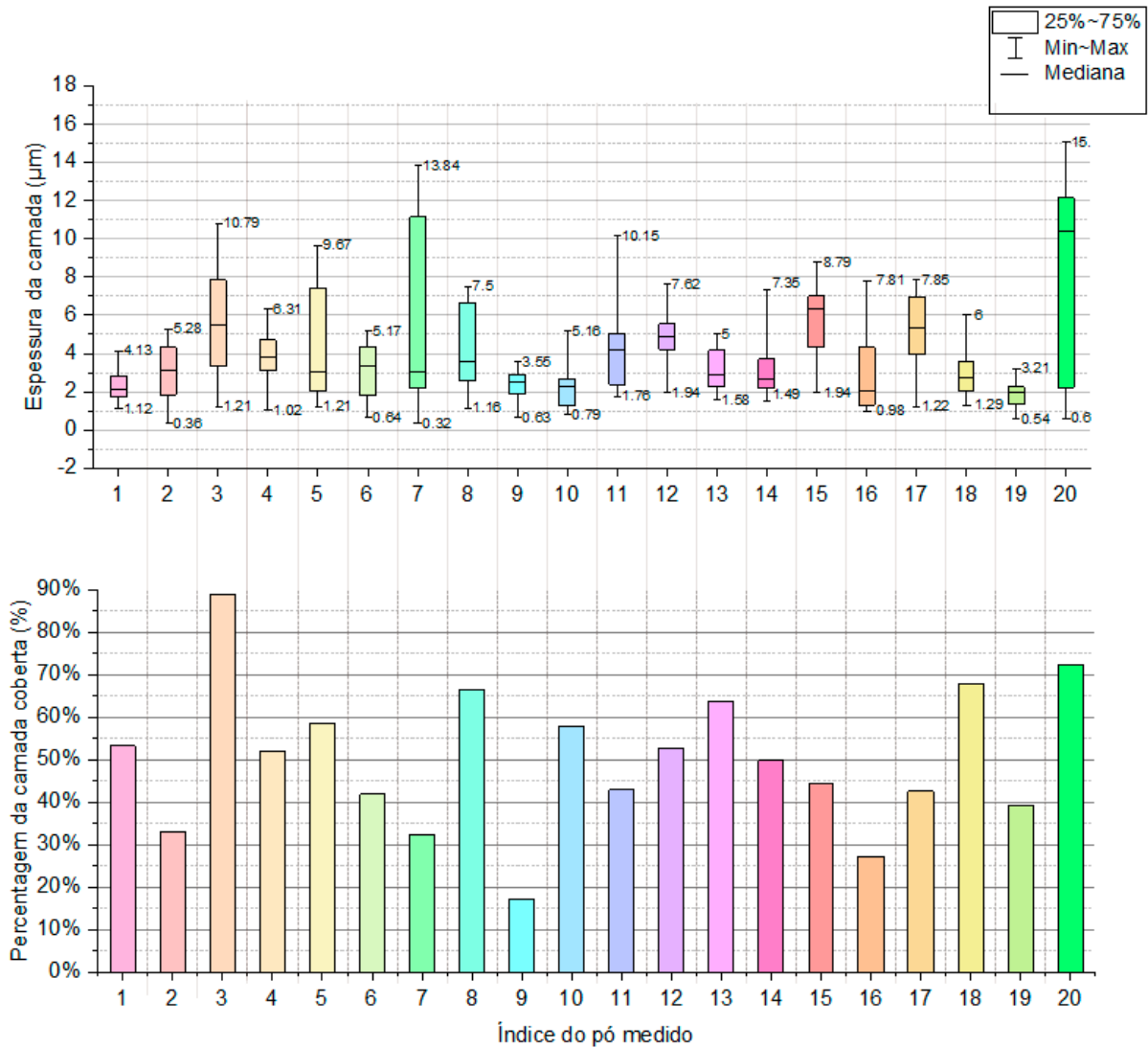


Figura 46 - Gráficos relativos aos parâmetros d) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente.

A maior espessura obtida foi de 15,08 µm e a maior percentagem de cobertura é de 89%. A média de espessura é de 2,19 µm a das percentagens de 50%. Pela análise do gráfico temos que o pó melhor revestido corresponde ao representado pelo índice 13. Apesar de pela análise da percentagem de revestimento conseguirmos denotar a existência de pós com melhor revestimento (3, 18 e 20) possuem uma maior discrepância de valores na espessura do revestimento. O pó representado pelo índice 13 possui 64% de cobertura e o valor da espessura tem uma variação de 3,42 µm.

**Parâmetros e):** 9V 60s (Figura 47 e Tabela 24).

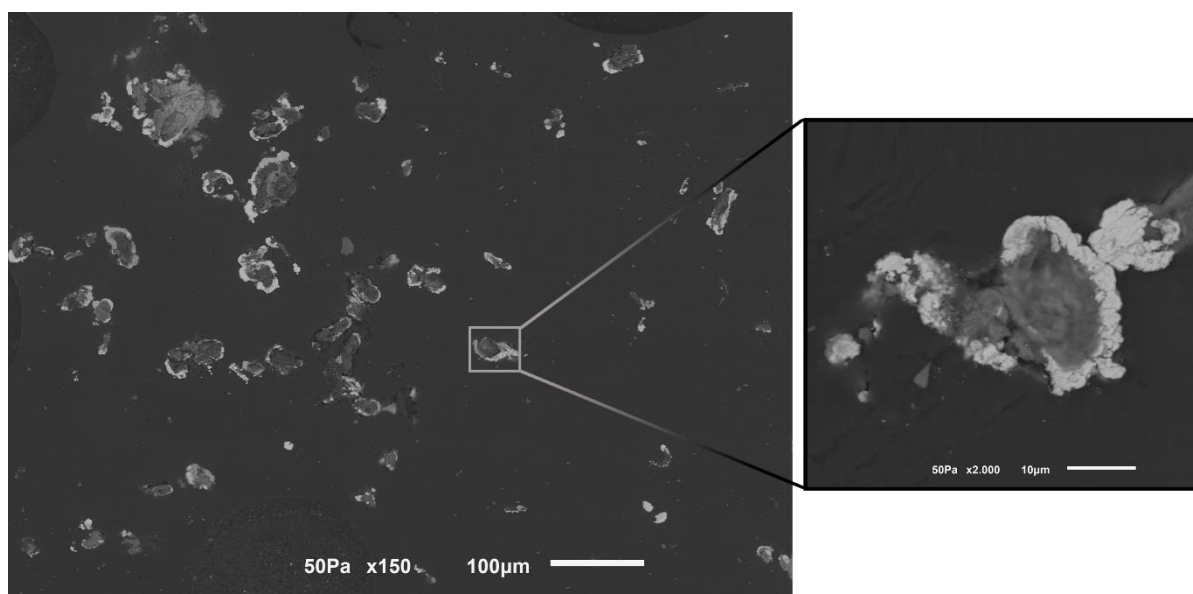


Figura 47 – Imagem do SEM da amostra 9V, 60s.

Seguidamente encontra-se a Tabela 24 que resume os parâmetros utilizados.

Tabela 24 – Tabela explicativa dos resultados obtidos com os parâmetros 9V, 60s

Parâmetros	Intensidade da corrente (I)	T (°C)	Voltagem e Tempo		Descrição
e)	0,21	25	$V_i = 9V$	$t_i = 60s$	Falha na camada, tamanho da camada irregular

Na Figura 47 analisada correspondente aos pós de magnésio revestidos com zinco, os parâmetros são: 9 Volts, 60 segundos e a intensidade de corrente, dada através do dispositivo utilizado, de 0,21I, como apresentado na Tabela 24. À semelhança da análise efetuada para 6V (a), b) e c)) podemos denotar que existem zonas não revestidas e valores de espessura dispersos, no entanto aparenta existir uma maior conformidade entre valores do que na análise d).

Na Figura 48 são apresentadas as variações na espessura de camada de cada pó. Foi efetuada a média dos valores medidos para que fosse possível compreender o tamanho desta camada.

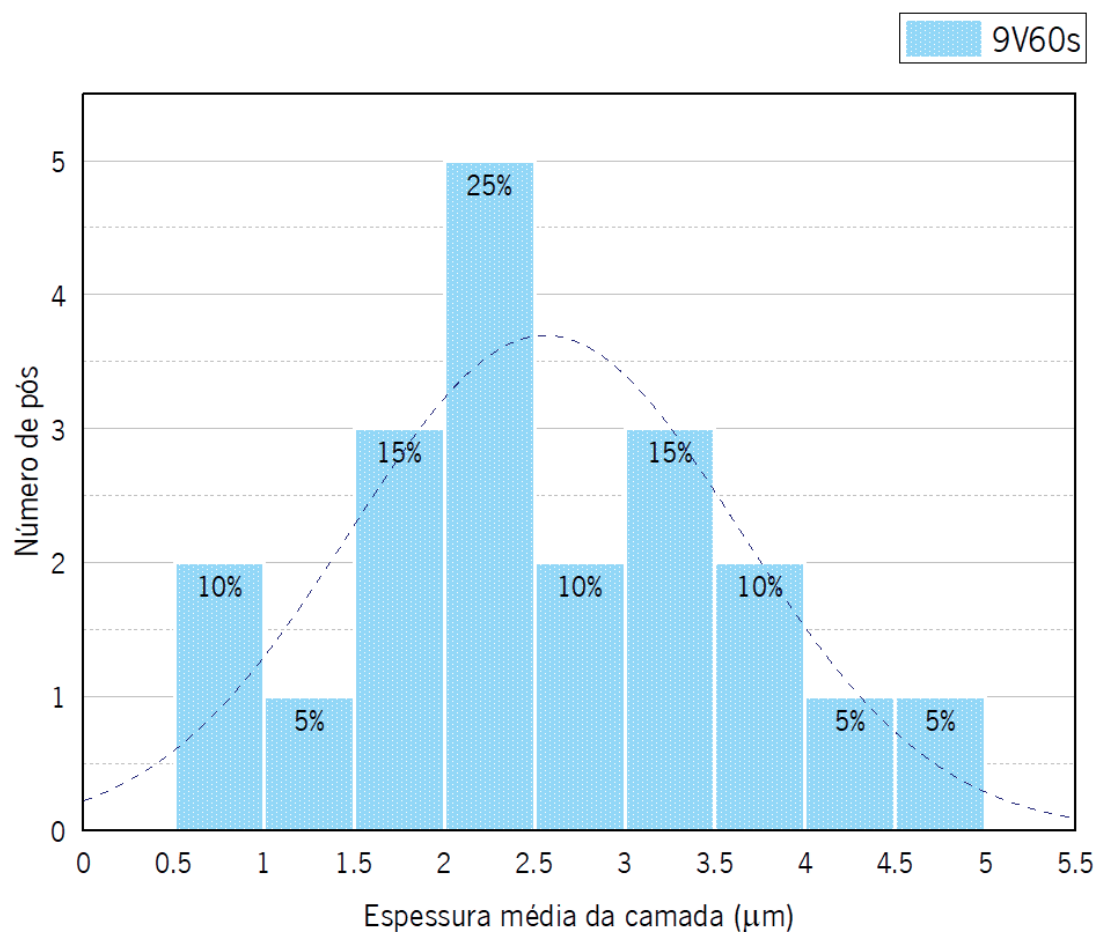


Figura 48 - Histograma do tamanho do pó para amostra e).

A maior espessura obtida foi de 14,91  $\mu\text{m}$ , no entanto as espessuras, tendo em conta o tamanho médio de camada, estão compreendidas entre os 0,91  $\mu\text{m}$  e 4,84  $\mu\text{m}$ . A média da camada nos vinte pós contabilizados é de 2,56  $\mu\text{m}$ . O histograma mostra que o revestimento médio varia em 4,5  $\mu\text{m}$ .

De seguida, observam-se dois gráficos (Figura 49) onde são apresentadas as variações nas espessuras das superfícies revestidas e a percentagem de pó revestido, respetivamente.

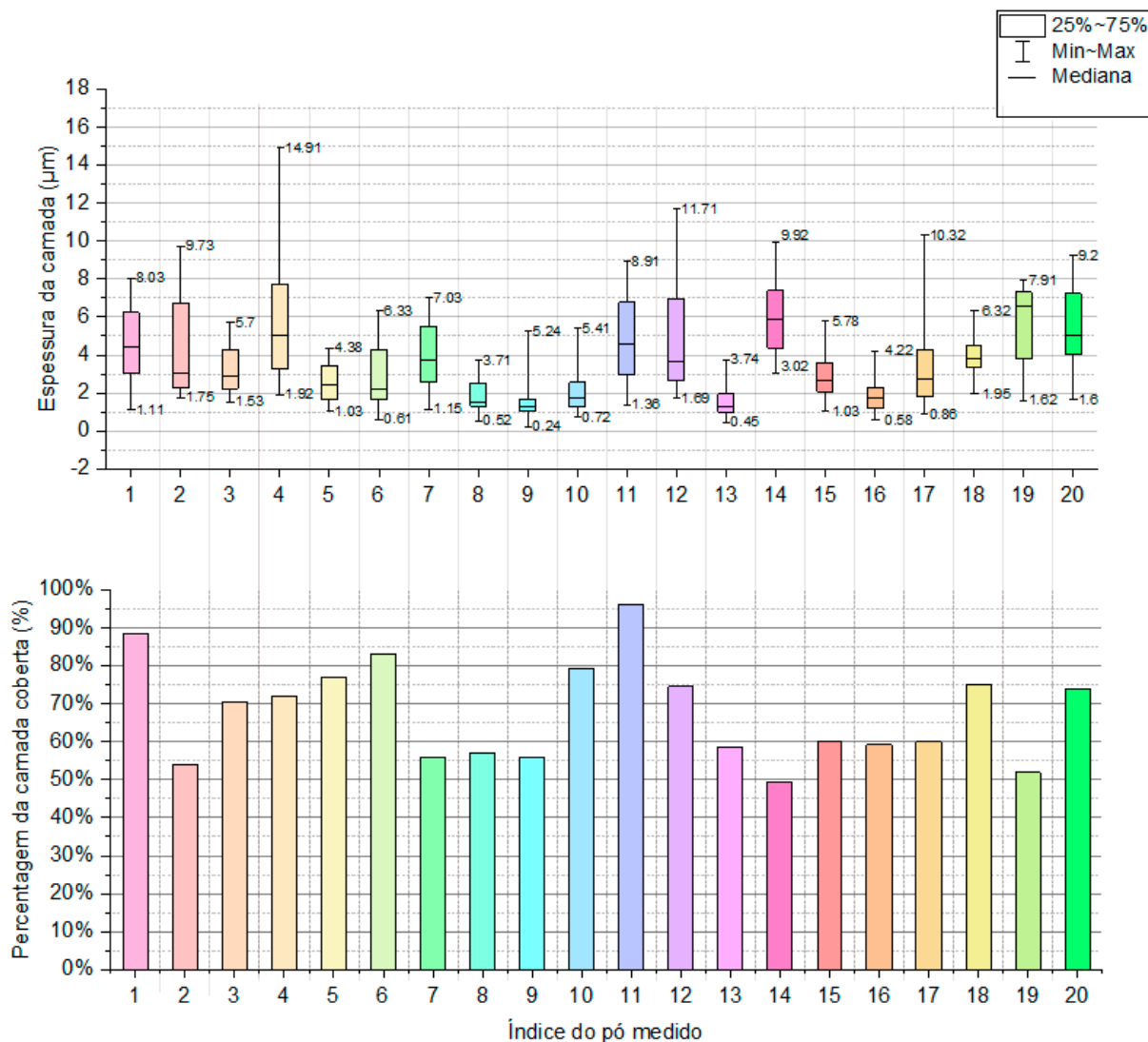


Figura 49 - Gráficos relativos aos parâmetros e) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente.

A maior espessura obtida foi de 14,91 µm e a maior percentagem de cobertura é de 96%. A média de espessuras é de 3,64 µm e das percentagens de 68%. Pela análise do gráfico temos que o pó melhor revestido corresponde ao representado pelo índice 5. Apesar de pela análise da percentagem de revestimento conseguirmos denotar a existência de pós com melhor revestimento (1 e 11) possuem uma maior discrepância de valores na espessura do revestimento (6,92 µm e 7,55 µm, respetivamente). O pó representado pelo índice 5 possui 77% de cobertura e o valor da espessura tem uma variação de 3,35 µm.

**Parâmetros f):** 9V 120s (Figura 50 e Tabela 25).

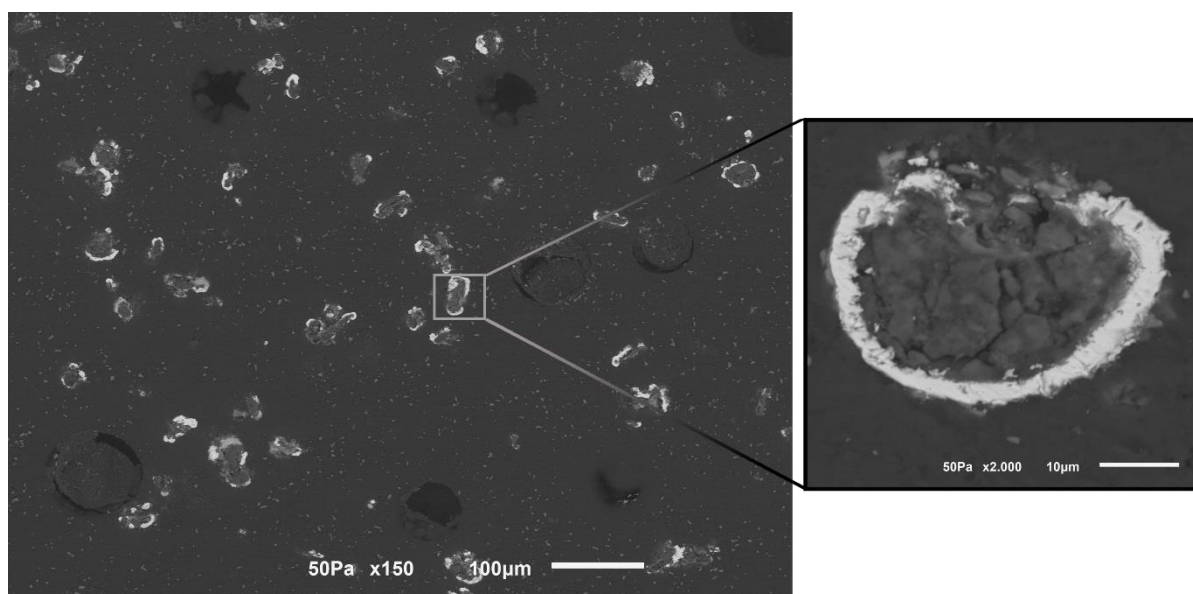


Figura 50 – Imagem do SEM da amostra 9V, 120s

Seguidamente encontra-se a Tabela 25 que resume os parâmetros utilizados e obtidos, juntamente com uma breve descrição do que é possível observar nos pós revestidos alcançados sob estas condições.

Tabela 25 – Tabela explicativa dos resultados obtidos com os parâmetros 9V, 120s

Parâmetros	Intensidade da corrente (I)	T (°C)	Voltagem e Tempo		Descrição
<b>f)</b>	0,22	25	$V_i = 9V$	$t_i = 120s$	Tamanho da camada regular, poucos pós totalmente revestidos

Os parâmetros da amostra analisada (Figura 50) 9 Volts, 120 segundos e a intensidade de corrente de 0,22I, como apresentado na Tabela 25. Pela análise da figura é visível uma maior uniformidade da camada apesar de existir pós em que o revestimento apresenta discrepância de valores por não se apresentarem totalmente revestidos.

Na Figura 51 são apresentadas as variações na espessura de camada de cada pó. Foi efetuada a média dos valores medidos para que fosse possível compreender o tamanho desta camada.



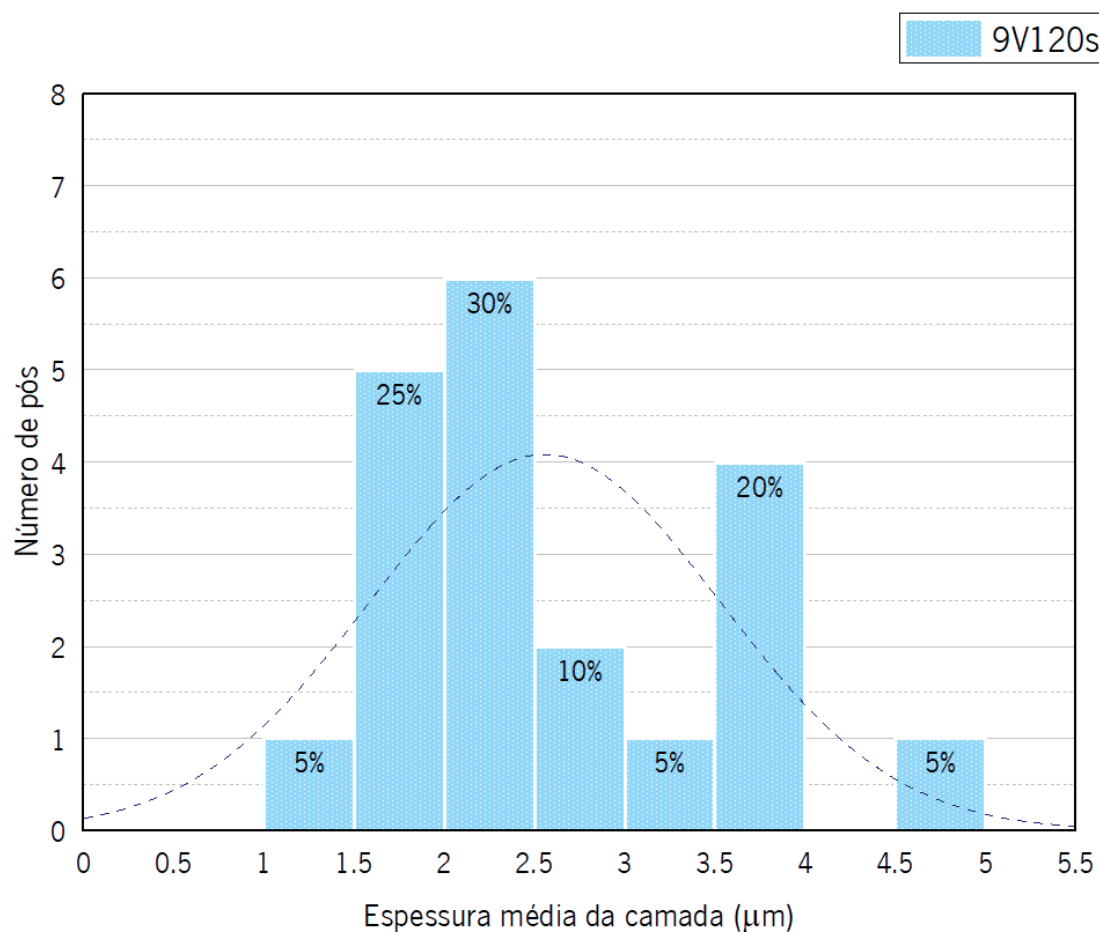


Figura 51 - Histograma do tamanho do pó para amostra f).

As espessuras obtidas, tendo em conta o tamanho médio de camada, estão compreendidas entre os 0,91  $\mu\text{m}$  e 4,84  $\mu\text{m}$ . A média de espessuras nos vinte pós contabilizados é de 2,56  $\mu\text{m}$ . Através do histograma sabemos que o revestimento médio, varia no seu máximo, em 4,5  $\mu\text{m}$ .

De seguida, observam-se dois gráficos (Figura 52) onde são apresentadas as variações nas espessuras das superfícies revestidas e a percentagem de pó revestido, respetivamente.

Funcionalização de pós de magnésio para aplicações biomédicas

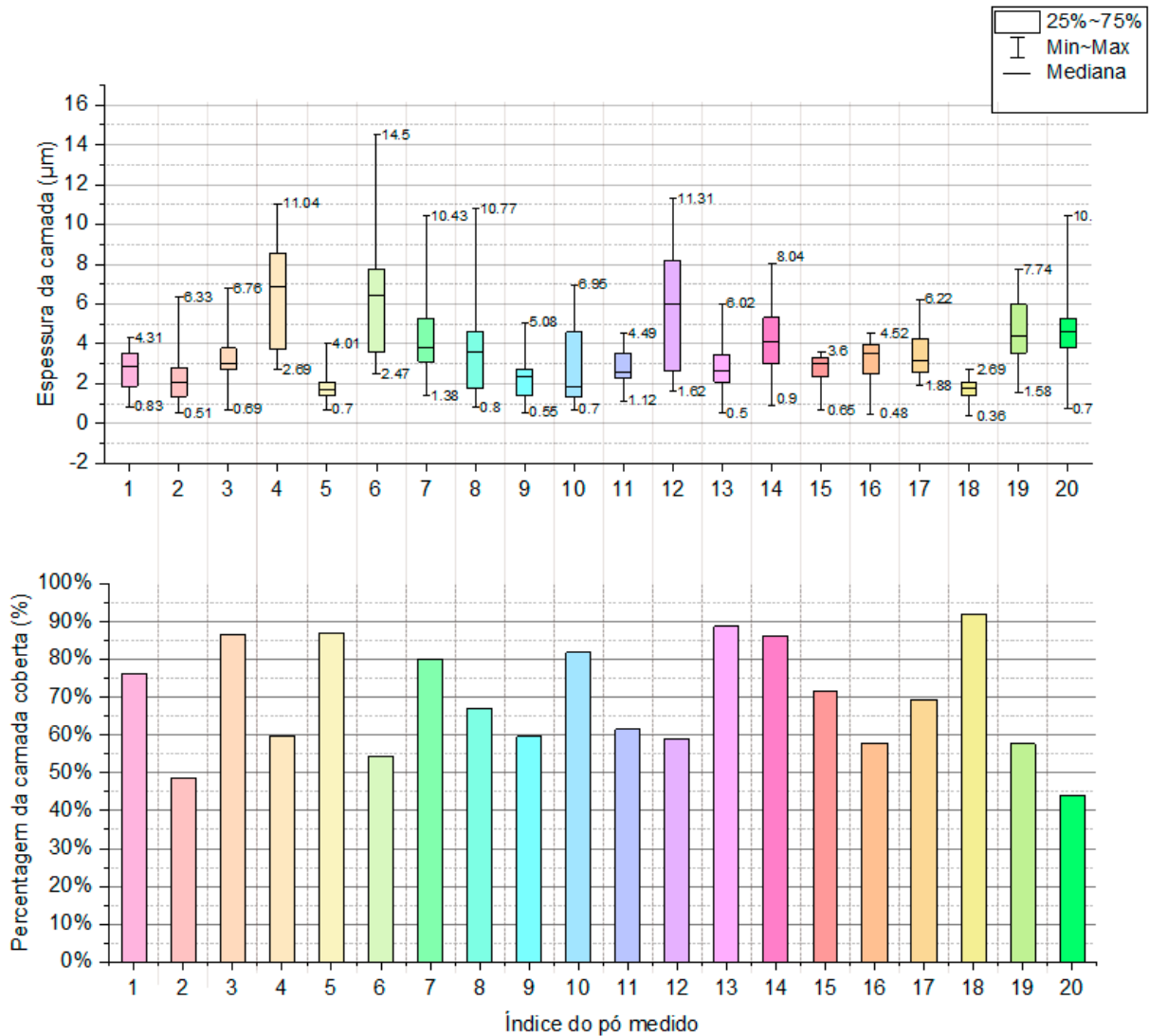


Figura 52 - Gráficos relativos aos parâmetros f) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente.

A maior espessura obtida foi de 14,50 µm e a maior percentagem de cobertura é de 92%. A média de espessura de revestimento é de 3,60 µm e das percentagens de 69%. Pela análise do gráfico temos que o pó melhor revestido corresponde ao representado pelo índice 18. Para além de possuir a maior percentagem de revestimento é também o pó com menor dispersão de resultados na espessura de revestimento. A espessura tem uma variação de 2,33 µm.

**Parâmetros g):** 12V 60s (Figura 53 e Tabela 26).

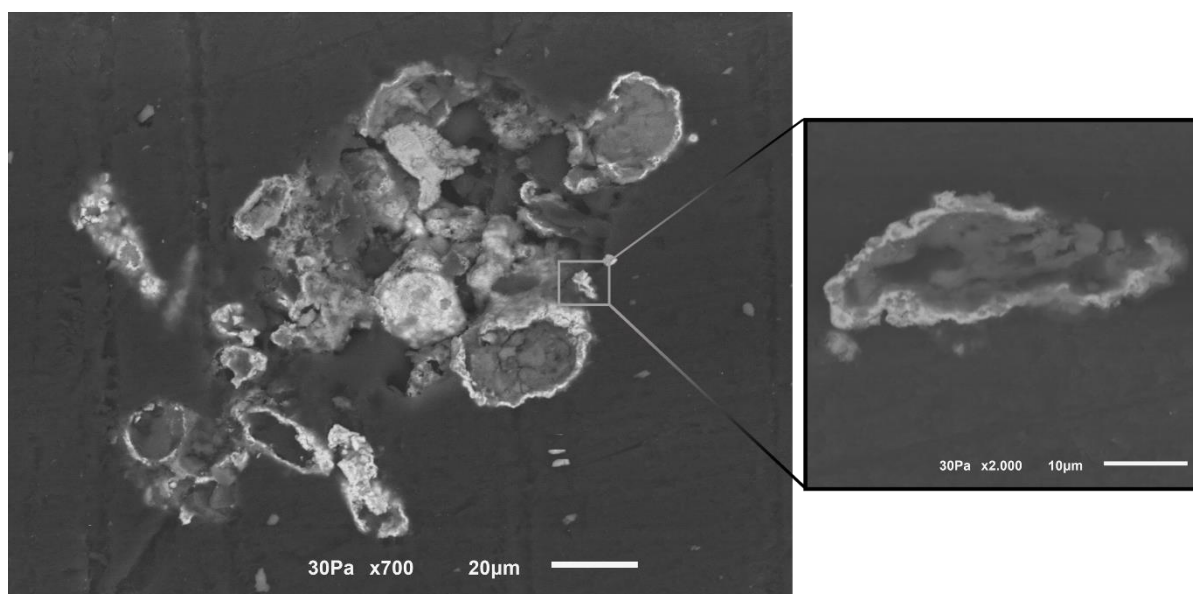


Figura 53 – Imagem do SEM da amostra 12V, 60s.

Seguidamente encontra-se a Tabela 26 que resume os parâmetros utilizados e obtidos, juntamente com uma breve descrição do que é possível observar nos pós revestidos alcançados sob estas condições.

Tabela 26 – Tabela explicativa dos resultados obtidos com os parâmetros 12V, 60s

Parâmetros	Intensidade da corrente (I)	T (°C)	Voltagem e Tempo		Descrição
<b>g)</b>	0,32	25	$V_i = 12V$	$t_i = 60s$	Tamanho da camada regular apesar de apresentar falhas

Na imagem analisada correspondente aos pós de magnésio revestidos com zinco, os parâmetros são: 12 Volts, 60 segundos e a intensidade de corrente de 0,32, como apresentado na Tabela 26. Para os parâmetros descritos, denota-se uma clara melhoria na uniformidade da camada relativamente às amostras anteriores.

Na Figura 54 são apresentadas as variações na espessura de camada de cada pó. Foi efetuada a média dos valores medidos para que fosse possível compreender o tamanho desta camada.

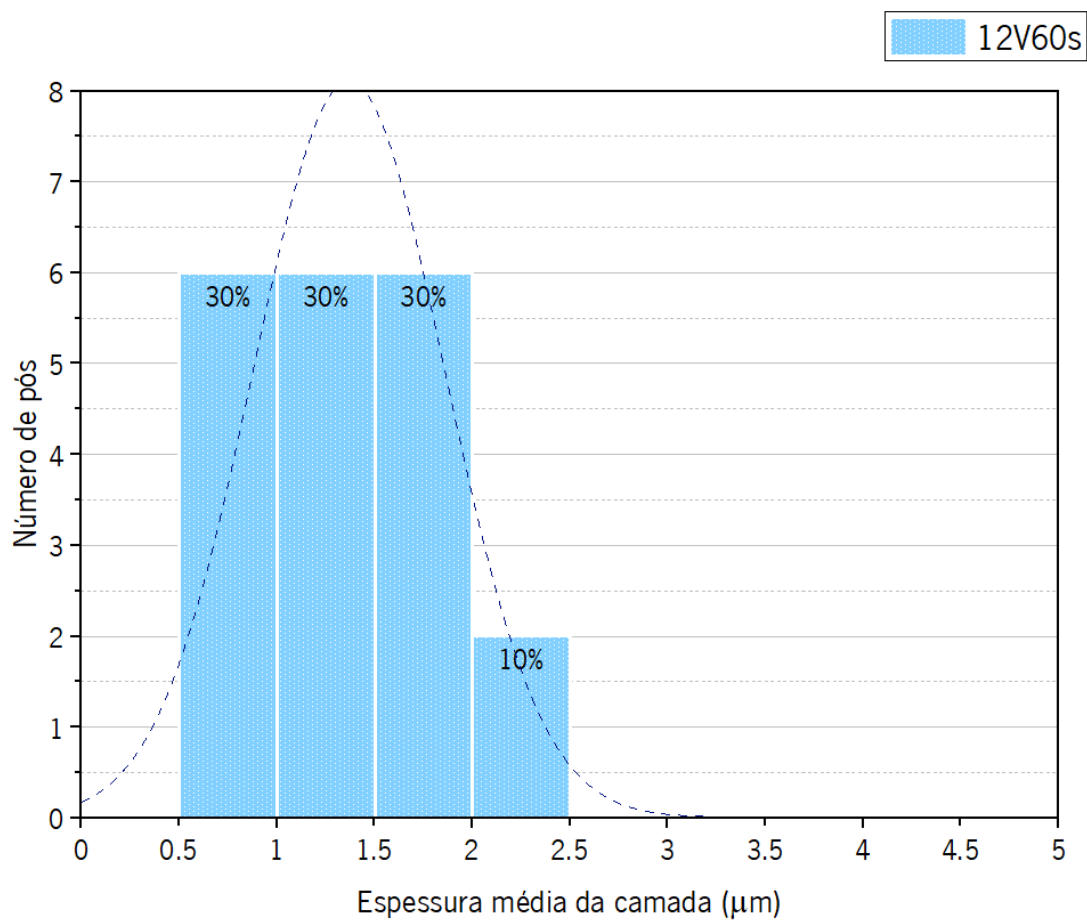


Figura 54 - Histograma do tamanho do pó para amostra g).

As espessuras obtidas tendo em conta o tamanho médio de camada, estão compreendidas entre os 0,58  $\mu\text{m}$  e 2,32  $\mu\text{m}$ , com uma variação na média da camada de apenas 1,74  $\mu\text{m}$ . A média de espessuras nos vinte pós contabilizados é de 1,37  $\mu\text{m}$ .

De seguida, observam-se dois gráficos (Figura 55) onde são apresentadas as variações nas espessuras das superfícies revestidas e a percentagem de pó revestido, respetivamente.

Funcionalização de pós de magnésio para aplicações biomédicas

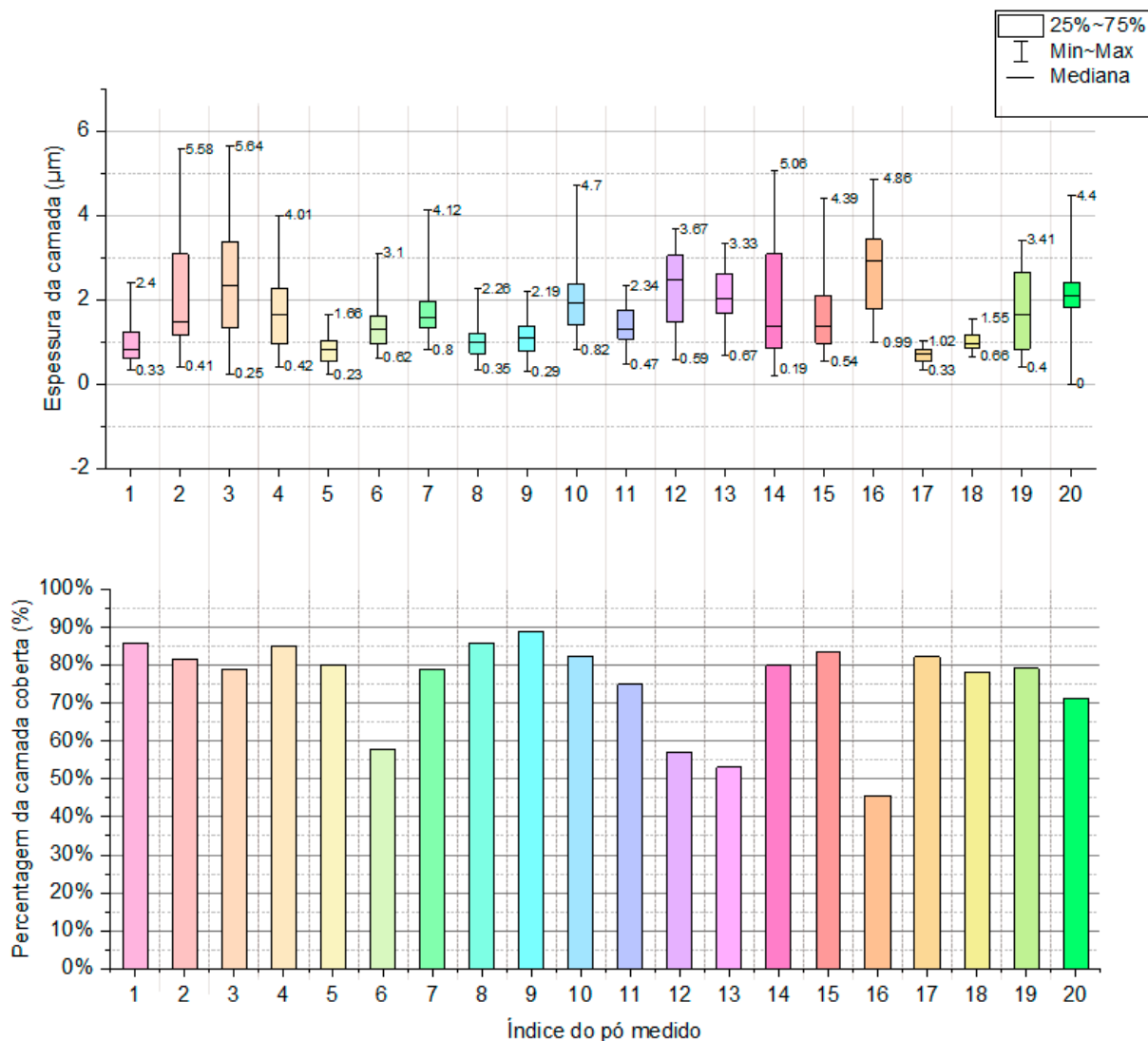


Figura 55 - Gráficos relativos aos parâmetros g) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente.

A maior espessura obtida foi de 5,64 µm e a maior percentagem de cobertura é de 89%. Pela análise do gráfico temos que o pó melhor revestido corresponde ao representado pelo índice 17. Este apresenta um revestimento fino comparativamente aos anteriores, é uniforme e apenas 18% da superfície do pó não está revestida. Através de uma análise global do gráfico de barras é possível observar que apenas um pó não possui 50% do revestimento. A espessura neste pó tem uma variação de 0,69 µm.

**Parâmetros h):** 12V 120s (Figura 56 e Tabela 27).

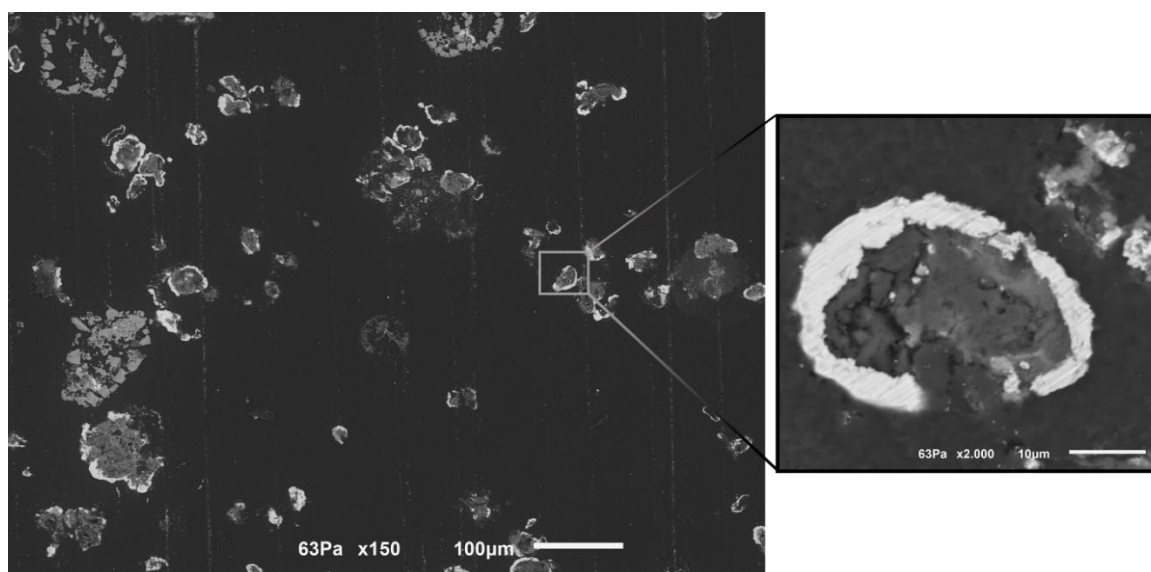


Figura 56 – Imagem do SEM da amostra 12V, 120s.

Seguidamente encontra-se a Tabela 27 que resume os parâmetros utilizados e obtidos, juntamente com uma breve descrição do que é possível observar nos pós revestidos alcançados sob estas condições.

Tabela 27 – Tabela explicativa dos resultados obtidos com os parâmetros 12V, 120s.

Parâmetros	Intensidade da corrente (I)	T (°C)	Voltagem e Tempo		Descrição
<b>h)</b>	0,36	25	$V_i = 12V$	$t_i = 120s$	Tamanho da camada regular apesar de apresentar falhas

Os parâmetros, neste caso, são: 12 Volts, 120 segundos e a intensidade de corrente, dada através do dispositivo utilizado, de 0,36I, como apresentado na Tabela 27. E o método de análise foi semelhantes aos anteriormente apresentados. À semelhança da análise imediatamente anterior, g), a camada aparenta grande uniformidade, ainda assim continuam a existir falhas visíveis.

Na Figura 57 são apresentadas as variações na espessura de camada de cada pó. Foi efetuada a média dos valores medidos para que fosse possível compreender o tamanho desta camada.

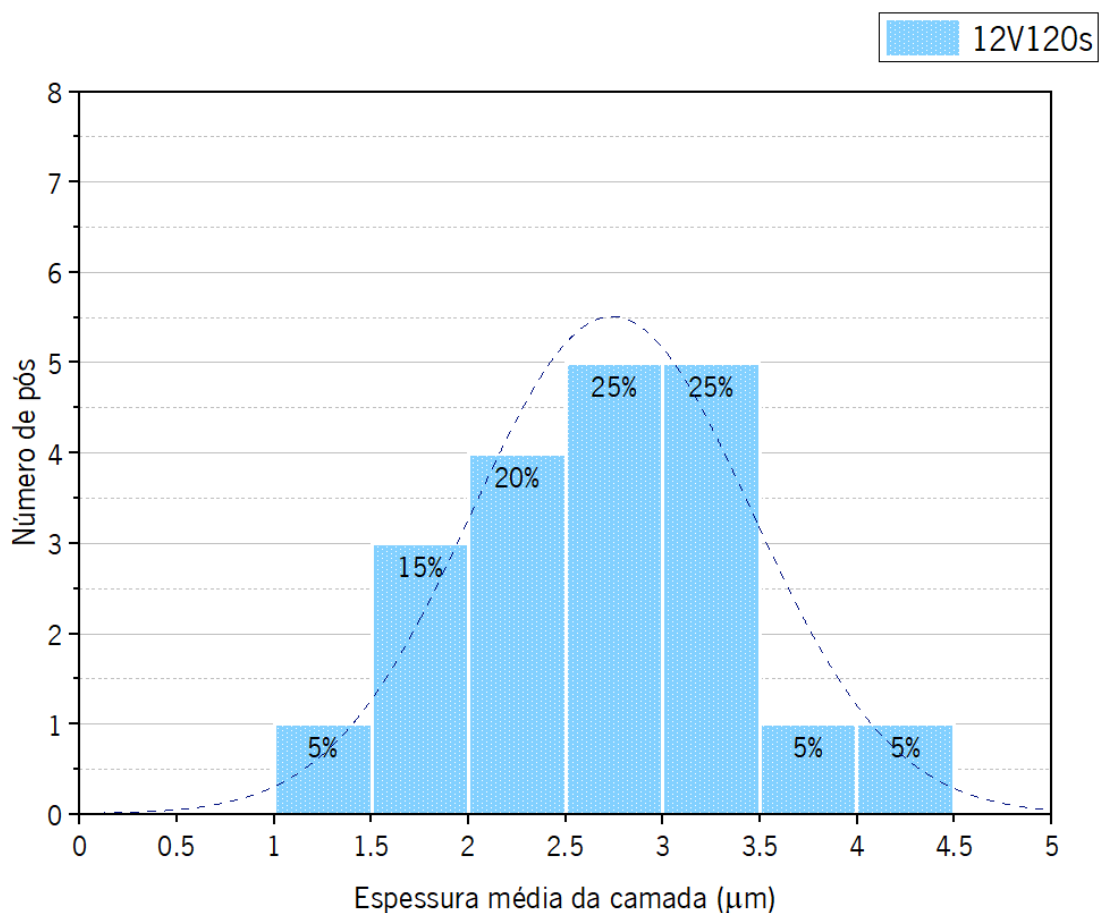


Figura 57 - Histograma do tamanho do pó para amostra h).

O tamanho médio de camada está compreendido entre os 1,41  $\mu\text{m}$  e 4,35  $\mu\text{m}$  e a média de espessuras nos vinte pós contabilizados é de 2,74  $\mu\text{m}$ . O histograma mostra que o revestimento médio varia em 3,5  $\mu\text{m}$ , pela análise da Tabela 54 (Anexo 1) sabemos que a variação efetiva é de 2,94  $\mu\text{m}$ .

De seguida, observam-se dois gráficos (Figura 58) onde são apresentadas as variações nas espessuras das superfícies revestidas e a percentagem de pó revestido, respetivamente.

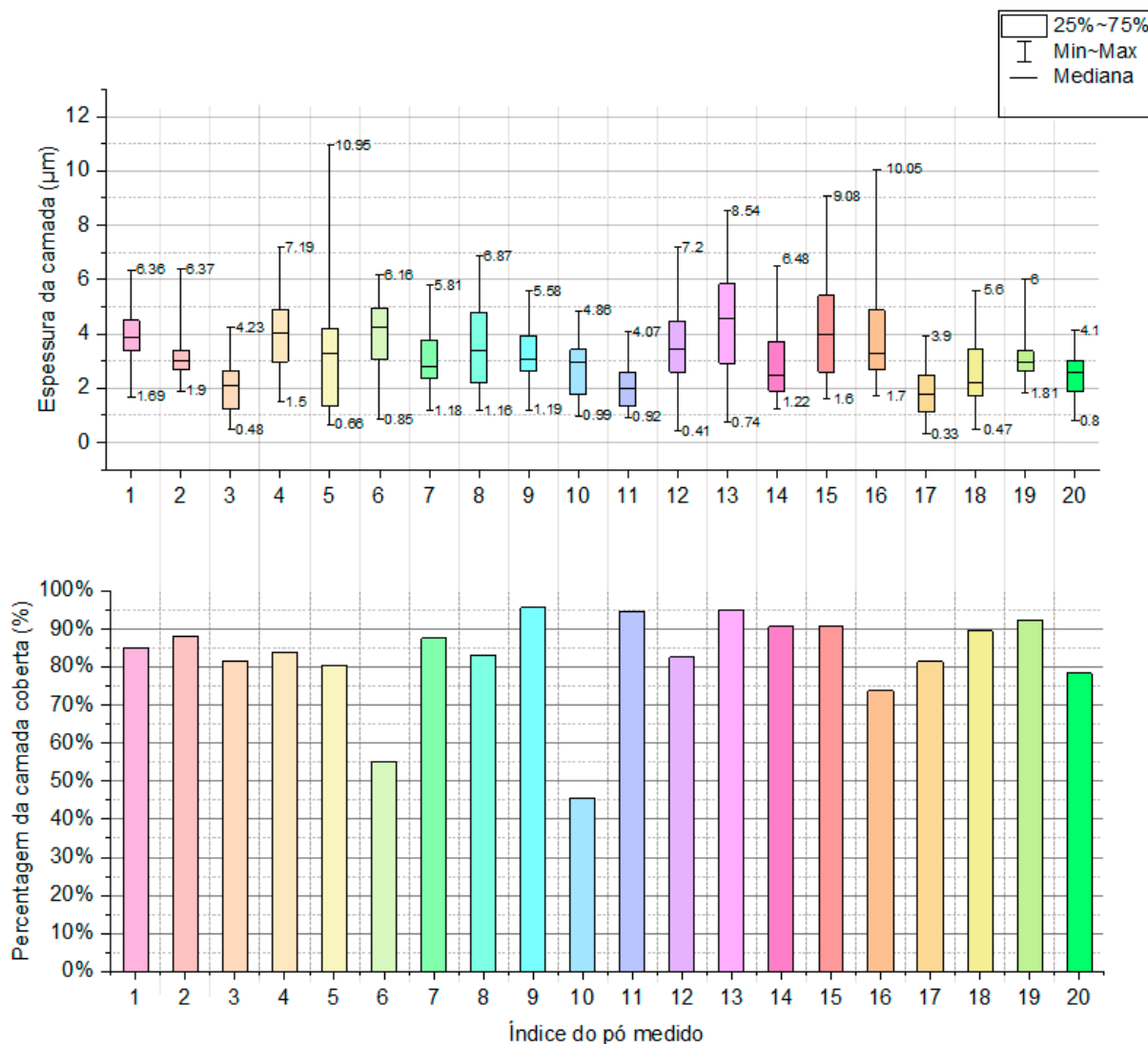


Figura 58 - Gráficos relativos aos parâmetros h) da espessura da camada e da percentagem de revestimento, respetivamente.

A maior espessura obtida foi de 10,95 µm e a maior percentagem de cobertura é de 96%. A média de espessura da camada (sem contabilizar zonas sem revestimento) é de 3,33 µm a das percentagens de 83%. Pela análise do gráfico temos que o pó melhor revestido corresponde ao representado pelo índice 11 com 96% do revestimento da superfície e uma variação de 3,15 µm, a espessura média (total) deste pó é de 1,98 µm.

#### 4.1.2 Análise Comparativa

A amostra selecionada para a posterior sinterização foi a amostra h). Esta foi adquirida após 120 segundos do processo de eletrodeposição, 12V e foi utilizado um banho de ácido de zinco brilhante.



Na Figura 59 encontra-se esquematizada a influência do tempo na formação da camada.

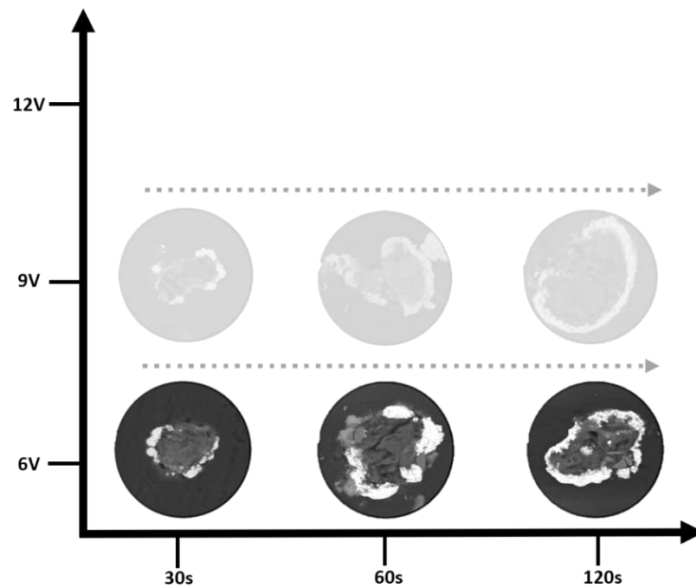


Figura 59 – Influência do tempo na formação de camada de zinco nos pós de magnésio.

O exemplo representado corresponde às amostras cuja o valor da voltagem é de 6V. Pela figura anterior, é possível constatar que um aumento do tempo de eletrodeposição resulta numa maior quantidade de pós de zinco na camada e maior continuidade da mesma.

Na Figura 60 encontra-se esquematizada a influência da voltagem na formação da camada.

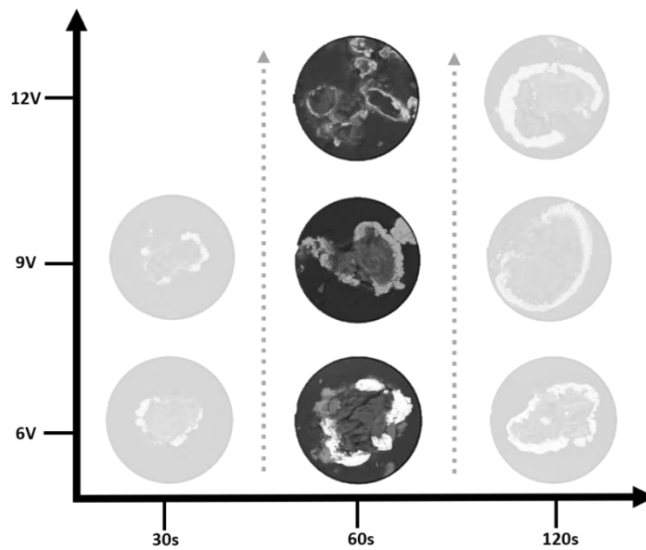


Figura 60 - Influência da voltagem na formação de camada de zinco nos pós de magnésio.

O exemplo representado corresponde às amostras cuja o valor do tempo é de 60 segundos. À semelhança do que acontece na influência que tem o aumento do tempo, o aumento da voltagem traduz pós de magnésio praticamente revestidos, mas também uma maior uniformidade da camada.

As análises foram efetuadas recorrendo ao *software ImagePro Plus*, através de um estudo analítico das imagens obtidas no SEM, considerando a percentagem de cada pó totalmente revestida, média do tamanho da camada e a variação na espessura da camada.

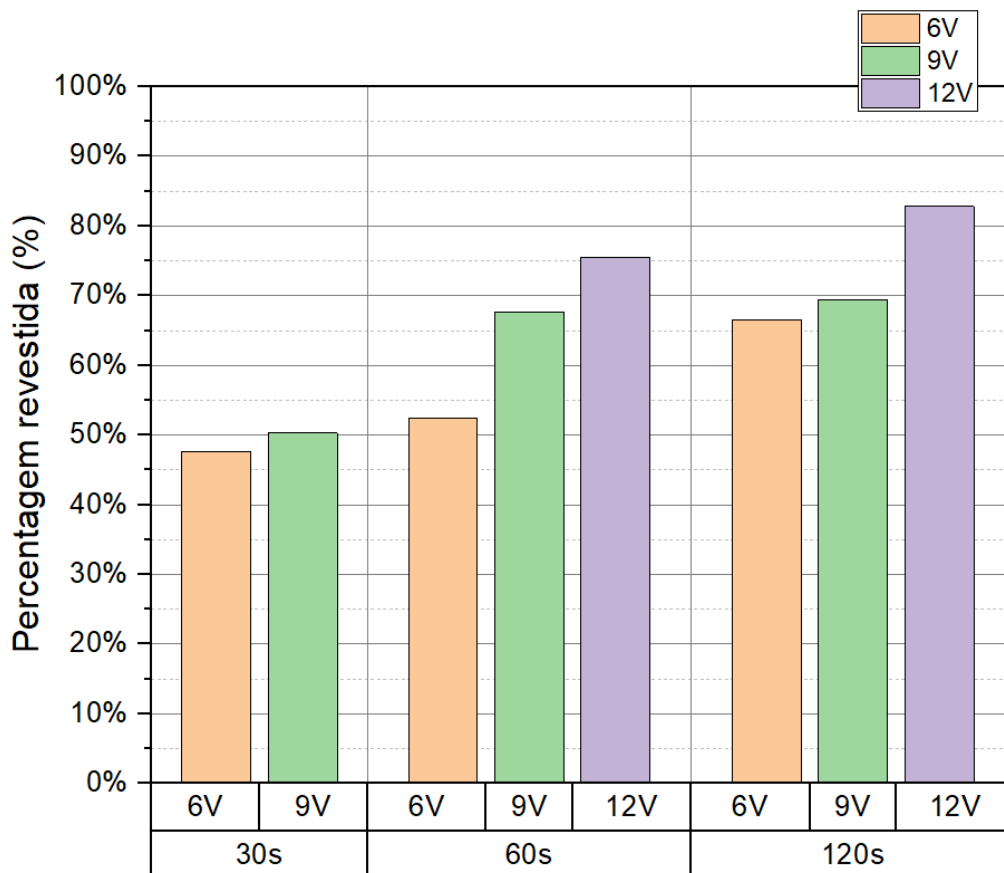


Figura 61 – Gráfico resultante da análise da de superfície revestida, para os diferentes parâmetros.

Através do gráfico representado anteriormente (Figura 61) é possível confirmar as afirmações anteriormente referidas, visto que nesta representação existe um crescimento claro conforme o aumento da voltagem e um aumento do tempo de deposição. O crescimento é mais acentuado no parâmetro 12V120s, do que nos restantes. Pode concluir-se que, quanto maior for o tempo e voltagem maior será a percentagem de pó de magnésio coberto pelo revestimento de zinco. Desta forma, o depósito dos pós e objetivo de total revestimento do magnésio é mais eficaz.

Pela análise do gráfico que se segue (Figura 62) é possível denotar uma camada mais espessa para as voltagens 9V e 12V, no entanto as diferenças não são significativas pois variam em 0,87  $\mu\text{m}$  (entre a menor e maior espessura média). Para o parâmetro 12V120s há uma maior deposição do substrato de zinco e conseqüente maior espessura de camada, em média.

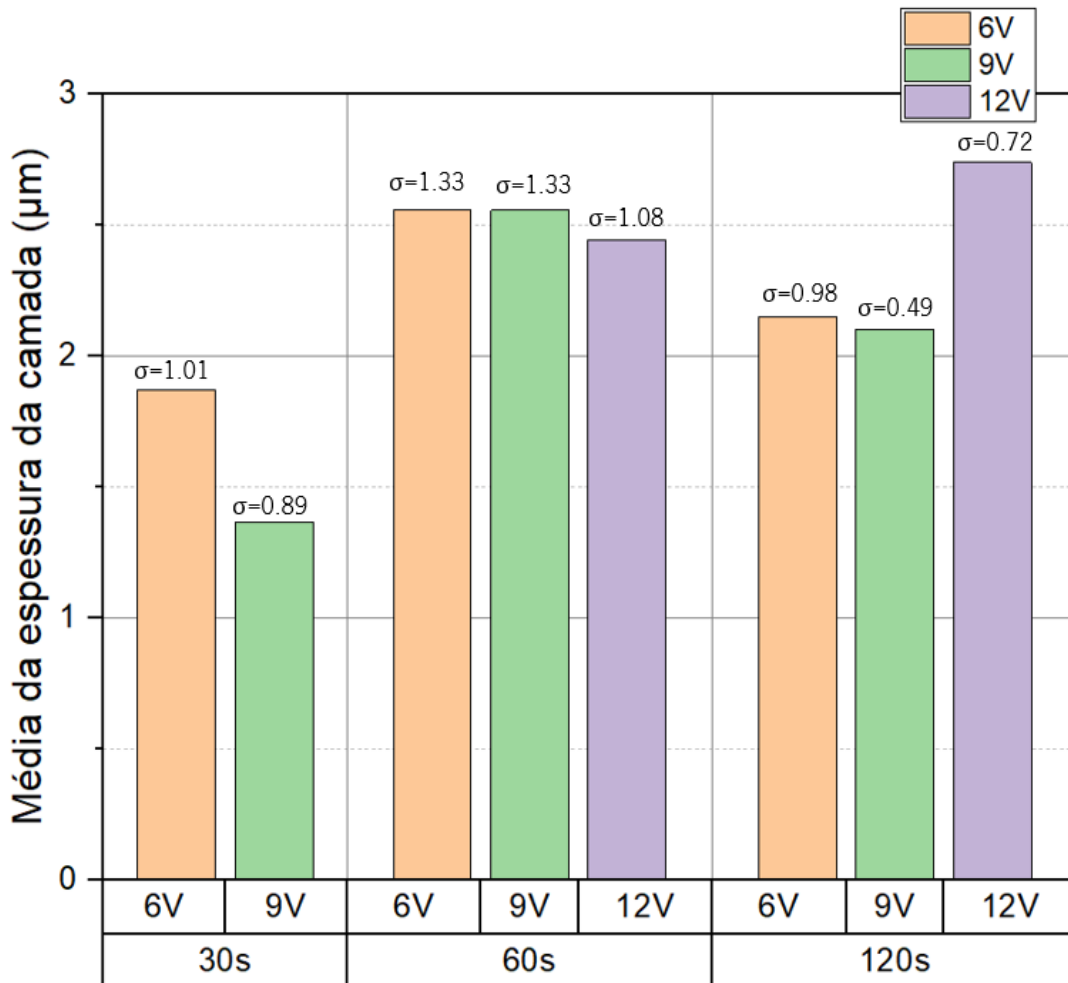


Figura 62 – Gráfico comparativo das médias de camadas obtidas para os diferentes parâmetros.

Tendo em conta a variação da camada, de forma a avaliar a uniformidade da mesma, conseguimos compreender as camadas com menor dispersão de resultados. Neste caso e tendo em conta os pós medidos para cada parâmetro, as melhores opções são: 6V60s, 12V60s e 12V120s. Esta análise não considera a parte da superfície não revestida.

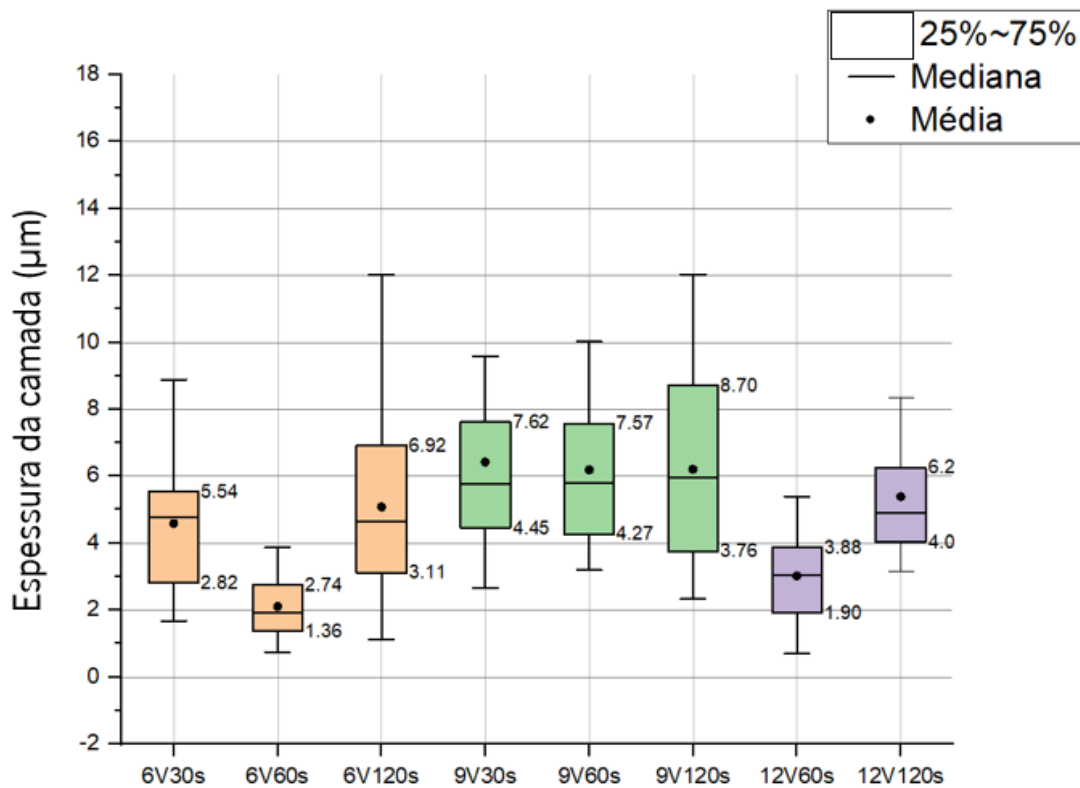


Figura 63 – Gráfico comparativo das variações nas espessuras das camadas.

Tendo em conta o panorama geral e após uma avaliação à qualidade das camadas resultantes, para cada parâmetro, é possível afirmar que o parâmetro 12V120s é o melhor de entre os estudados. Este possui maior revestimento e uma camada relativamente uniforme. Apesar dos parâmetros 6V60s apresentarem valores médios mais uniformes relativamente à espessura do revestimento, o maior número de pós totalmente revestidos demonstrou ser de maior interesse tendo em conta que este último também não revela variações de espessura elevadas.

#### 4.1.3 Caracterização EDS

Efetuiu-se uma análise no SEM, nas amostras obtidas através do processo de Eletrodeposição e de *Hot-pressing*, que apresenta a morfologia da superfície das mesmas. Adicionalmente procedeu-se a uma análise EDS que demonstra, de forma quantificada, os elementos químicos presentes.

**Parâmetros a):** 6V, 30s

Os resultados obtidos na análise EDS que se seguem, estão quantificadas as percentagens existentes de cada elemento por zona (Figura 64).

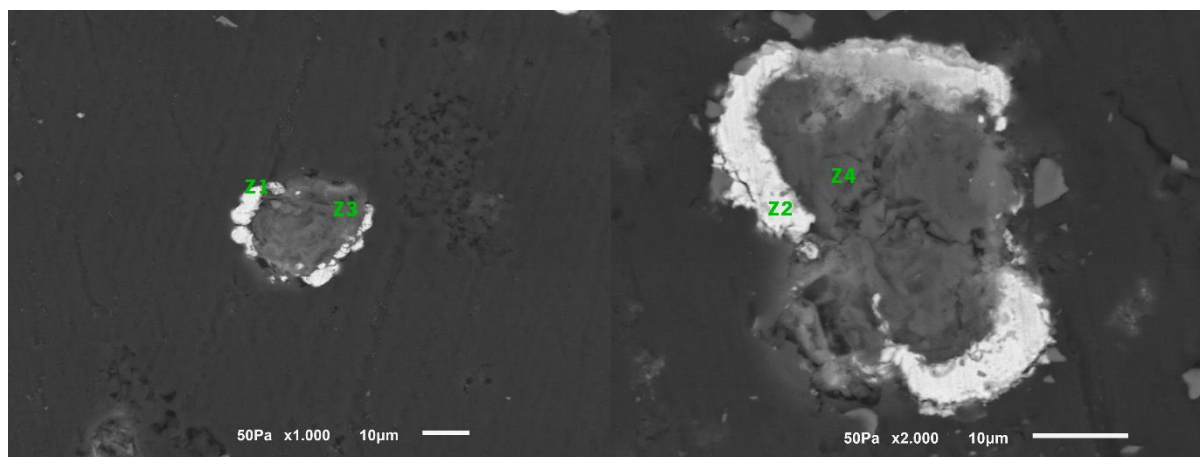


Figura 64 - Imagens EDS correspondentes aos parâmetros a) com representação de zonas (Z1, Z2, Z3 e Z4).

Tabela 28 – Elementos químicos obtidos através da análise EDS para os parâmetros a).

Zona		Z1	Z2	Z3	Z4
Em massa %					
<b>Elementos</b>	<b>Zn</b>	47,0	39,7	1,7	5,4
	<b>Mg</b>	-	-	11,8	9,7
	<b>C</b>	48,2	52,4	50,6	46,1
	<b>O</b>	4,8	7,9	34,9	37,3

As zonas Z1 e Z2 representadas na Tabela 28 correspondem às partes mais claras da imagem, correspondentes à camada de zinco formada através da eletrodeposição. Analisando a Figura 65, referentes à zona conseguimos denotar que os picos do gráfico são relativos ao elemento zinco. Desta forma é possível confirmar que a zona mais clara da amostra é a da camada depositada.

Funcionalização de pós de magnésio para aplicações biomédicas

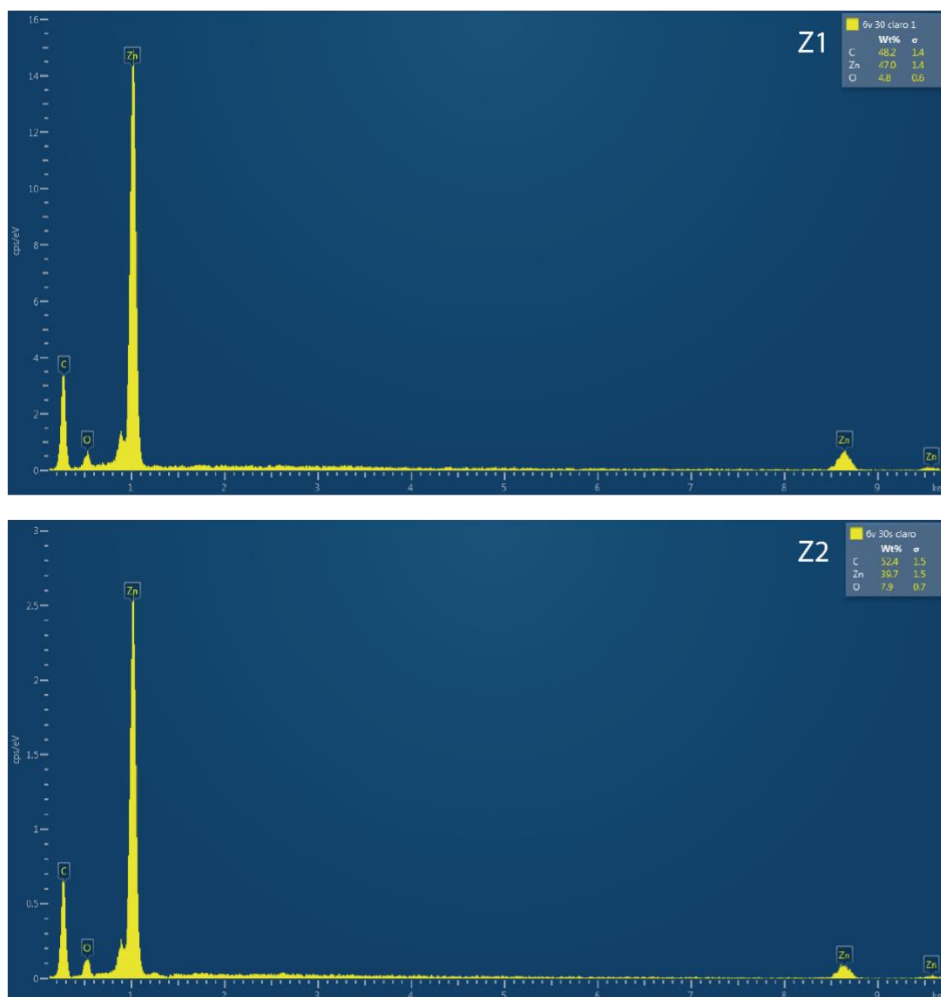


Figura 65 – Representação gráfica da presença do zinco nos parâmetros 6V30s.

Nesta análise é possível observar que os três elementos dominantes nas duas zonas são o zinco (Zn), o carbono (C) e o oxigênio (O).

Tabela 29 – Resultado da análise EDS para as zonas Z1 e Z2 para os parâmetros a)

Média % em massa		
<b>Elementos</b>	<b>Zn</b>	43,35
	<b>C</b>	50,3
	<b>O</b>	6,35

Após analisada a Tabela 29 concluímos que a presença de carbono que é referente à resina utilizada para formação de uma amostra compacta dos pós soltos, o zinco corresponde à camada formada pela eletrodeposição e o oxigênio a uma possível oxidação dos elementos presentes na amostra.

Distintamente da análise anterior, as zonas Z3 e Z4 representadas na Tabela 28 correspondem à parte escura da imagem circundada por uma zona clara, pó de magnésio.

Na Figura 66 é possível observar três picos do gráfico, relativos aos elementos carbono oxigênio e magnésio, na zona Z4 é também possível evidenciar a presença acentuada do elemento zinco. Apesar da presença de outros elementos é plausível afirmar que as áreas correspondem ao pó de magnésio.

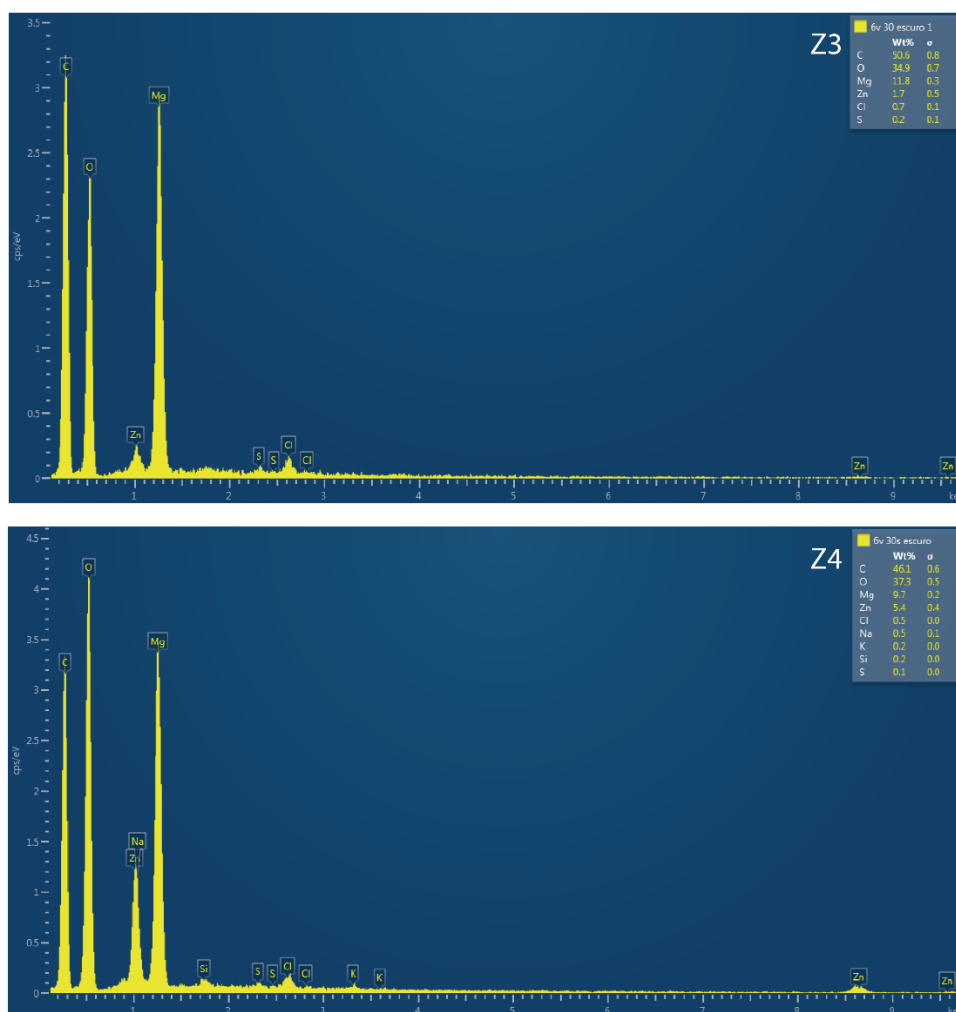


Figura 66 – Representação gráfica da presença do Magnésio na parâmetros a).

Sabemos que os quatro elementos dominantes nas duas zonas são o magnésio (Mg), o carbono (C) e o oxigênio (O), o zinco (Zn), no entanto outros elementos como cloro (Cl) e enxofre (S) estão também presentes nas duas zonas com percentagem inferior a 1%. Na zona Z4 existem ainda uma quantidade

residual de potássio (K), silício (Si) e sódio (Na). Estes elementos que são resultado da contaminação da amostra pelo eletrólito utilizado.

Tabela 30 – Elementos químicos obtidos através da análise EDS para a parâmetros a).

		Média % em massa
<b>Elementos</b>	<b>Zn</b>	3,55
	<b>Mg</b>	10,75
	<b>C</b>	48,35
	<b>O</b>	36,1

A Tabela 30 a comprova a existência do zinco, provavelmente resultante do polimento pouco preciso, presença do carbono referente à resina, o magnésio dos pós utilizados e uma percentagem elevada de magnésio derivada à oxidação por contacto com a atmosfera.

**Parâmetros b):** 6V, 60s

Os resultados obtidos na análise EDS que se seguem, estão quantificadas as percentagens existentes de cada elemento por zona (Figura 67).

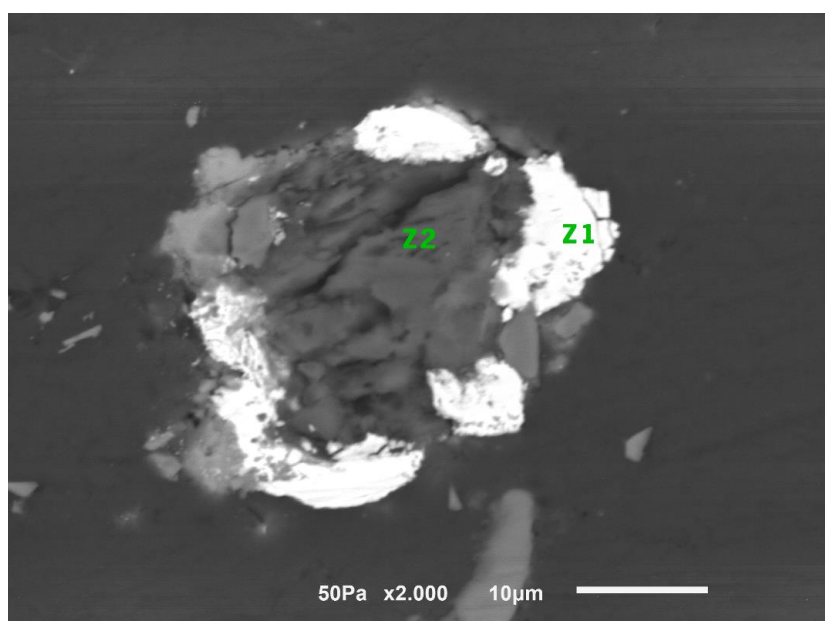


Figura 67 – Imagem EDS correspondentes aos parâmetros b) com representação de zonas (Z1 e Z2).



A zona Z1 representada corresponde à parte mais claras da imagem, correspondentes à camada de zinco formada através da eletrodeposição. Analisando a Figura 68, referentes à zona conseguimos denotar semelhanças com a zona clara presente na amostra anterior em que o pico do gráfico é relativo ao elemento zinco.

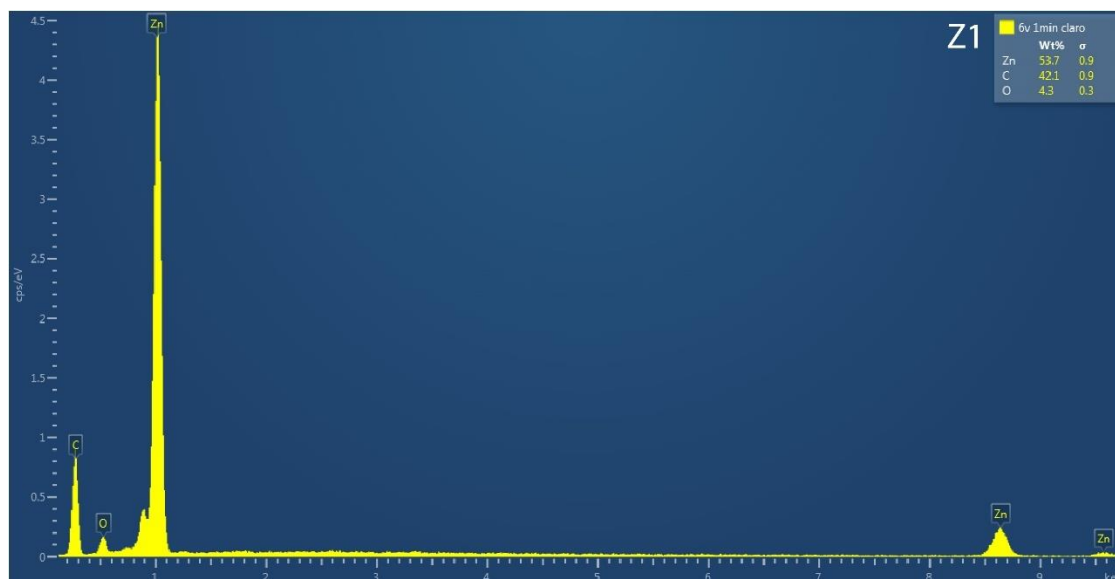


Figura 68 – Representação gráfica da presença do zinco na parâmetros b).

Nesta análise é possível observar que os três elementos presentes na zona Z1 são o zinco (Zn), o carbono (C) e o oxigênio (O).

Tabela 31 – Resultado da análise EDS para a zona Z1 para a parâmetros b).

Média % em massa		
<b>Elementos</b>	<b>Zn</b>	43,35
	<b>C</b>	50,3
	<b>O</b>	6,35

Após analisada a Tabela 31 concluímos que a presença de carbono que é referente à resina utilizada para formação de uma amostra compacta dos pós soltos, o zinco corresponde à camada formada pela eletrodeposição e o oxigênio a uma possível oxidação dos elementos presentes na amostra. O cálculo do desvio-padrão foi efetuado de forma comparativa entre amostras.

Tal como as zonas Z3 e Z4 da amostra a), na Figura 69, correspondente à zona Z2 é possível observar três picos do gráfico, relativos aos elementos carbono oxigénio e magnésio. Apesar da presença de outros elementos é plausível afirmar que as áreas correspondem ao pó de magnésio.

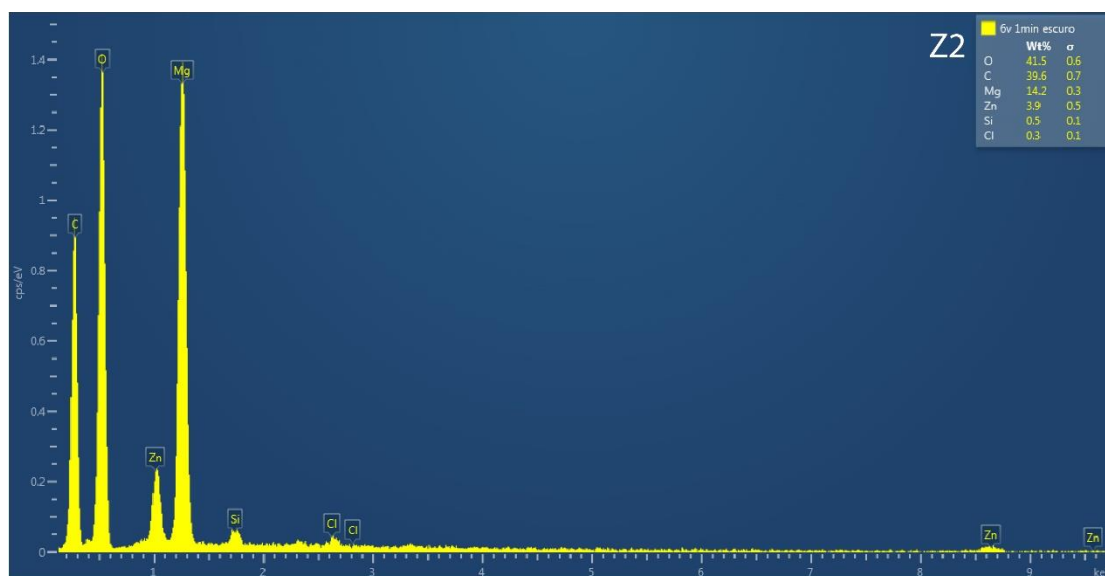


Figura 69 – Representação gráfica da presença do magnésio nos parâmetros b).

Sabemos que os quatro elementos dominantes nas duas zonas são o magnésio (Mg), o carbono (C) e o oxigénio (O) e zinco (Zn), no entanto, na zona Z2 existe ainda uma quantidade residual de silício (Si) e cloro (Cl), inferiores a 1%. Estes elementos que são resultado de uma possível contaminação da amostra pelo polimento.

Tabela 32 – Resultado da análise EDS para a zona Z2 para os parâmetros b).

Média % em massa	
<b>Mg</b>	14,2
<b>Zn</b>	3,9
<b>C</b>	39,5
<b>O</b>	41,2

A Tabela 32 a comprova a existência do zinco, presença do carbono referente à resina, o magnésio dos pós utilizados e uma percentagem elevada de oxigénio derivada à oxidação por contacto com a atmosfera.

**Parâmetros h):** 12V, 120s

Os resultados obtidos na análise EDS que se seguem, estão quantificadas as percentagens existentes de cada elemento por zona (Figura 70).

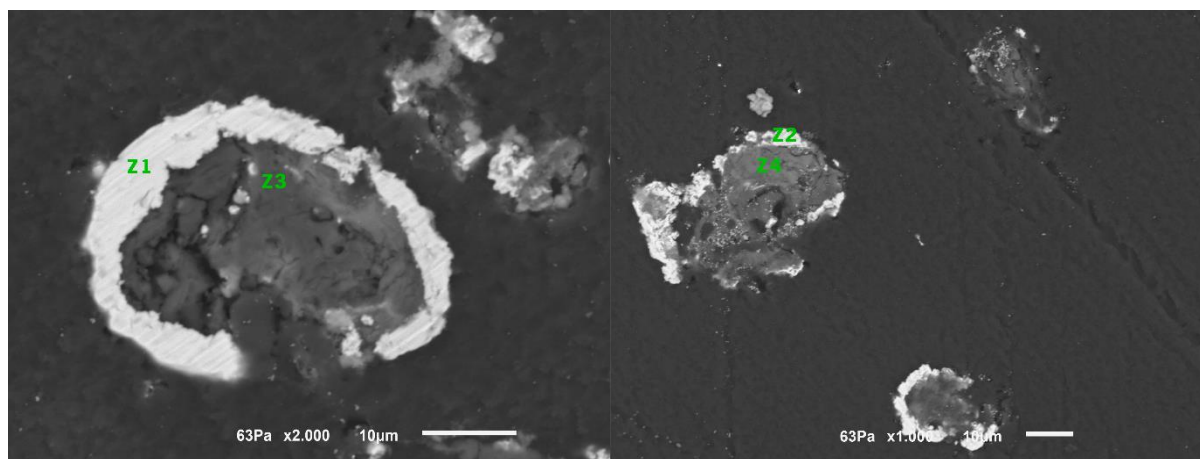


Figura 70 - Imagens EDS correspondentes aos parâmetros h) com representação de zonas (Z1, Z2, Z3 e Z4).

Tabela 33 – Elementos químicos obtidos através da análise EDS para os parâmetros h).

Zona		Z1	Z2	Z3	Z4
Em massa %					
<b>Elementos</b>	<b>Zn</b>	37,1	34,9	6,9	6,3
	<b>Mg</b>	-	-	6,3	3,2
	<b>C</b>	56,1	56,5	56,2	54,2
	<b>O</b>	6,5	8,1	28,6	27,3

As zonas Z1 e Z2 representadas na Tabela 33 correspondem à parte mais claras da imagem, à camada de zinco formada através da eletrodeposição. Analisando as Figura 71, referentes à zona conseguimos denotar que os picos do gráfico são relativos ao elemento zinco. Desta forma é possível confirmar que a zona mais clara da amostra é a da camada depositada.

Funcionalização de pós de magnésio para aplicações biomédicas

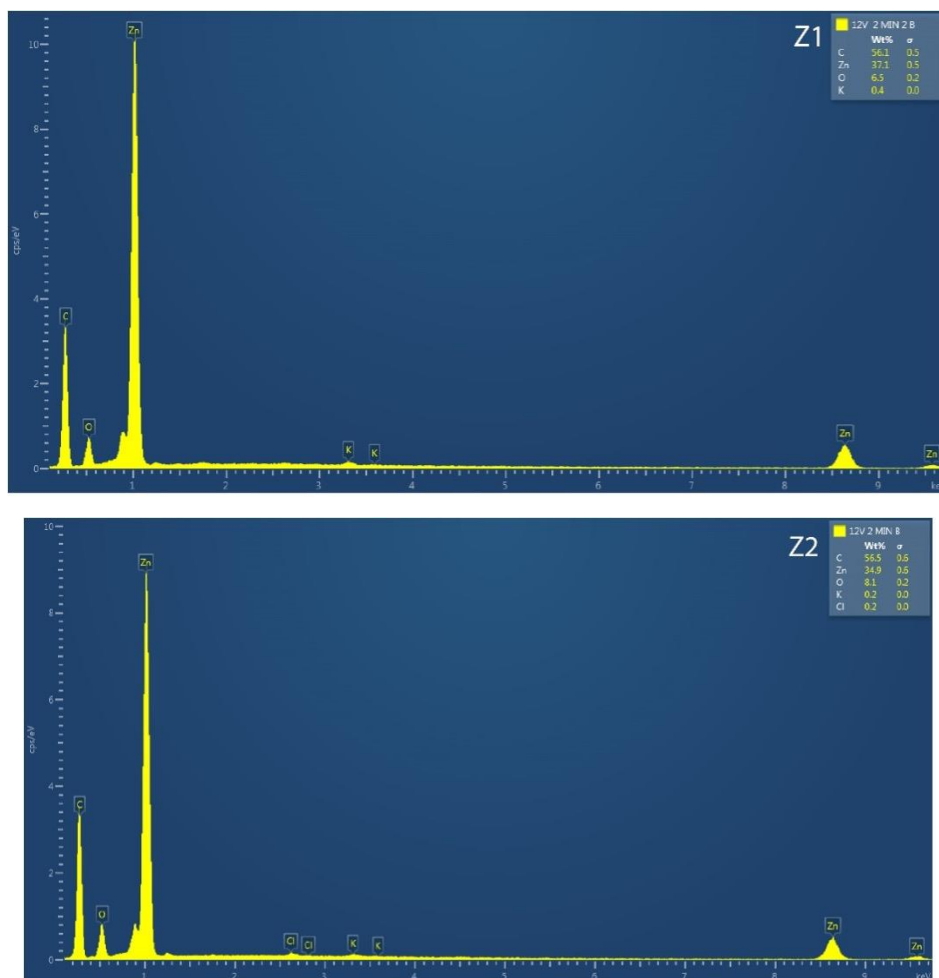


Figura 71 – Representação gráfica da presença do zinco nos parâmetros h).

Nesta análise é possível observar que os três elementos dominantes nas duas zonas são o zinco (Zn), o carbono (C) e o oxigênio (O).

Tabela 34 – Resultado da análise EDS para as zonas Z1 e Z2 para os parâmetros h).

Média % em massa		
Elementos	Zn	33,2
	C	31,8
	O	7,3

Após analisada a Tabela 34 é possível observar a presença de carbono referente à resina, o zinco corresponde à camada formada pela eletrodeposição e o oxigênio pela oxidação dos elementos presentes na amostra. O cálculo do desvio-padrão foi efetuado de forma comparativa entre amostras.

Distintamente da análise anterior, as zonas Z3 e Z4 representadas na Tabela 33 correspondem à parte escura da imagem circundada por uma zona clara, pó de magnésio.

Na Figura 72 é possível observar três picos do gráfico, relativos aos elementos carbono (C), oxigênio (O) e magnésio (Mg), e zinco (Zn). Apesar da presença de outros elementos é plausível afirmar que as áreas correspondem ao pó de magnésio.

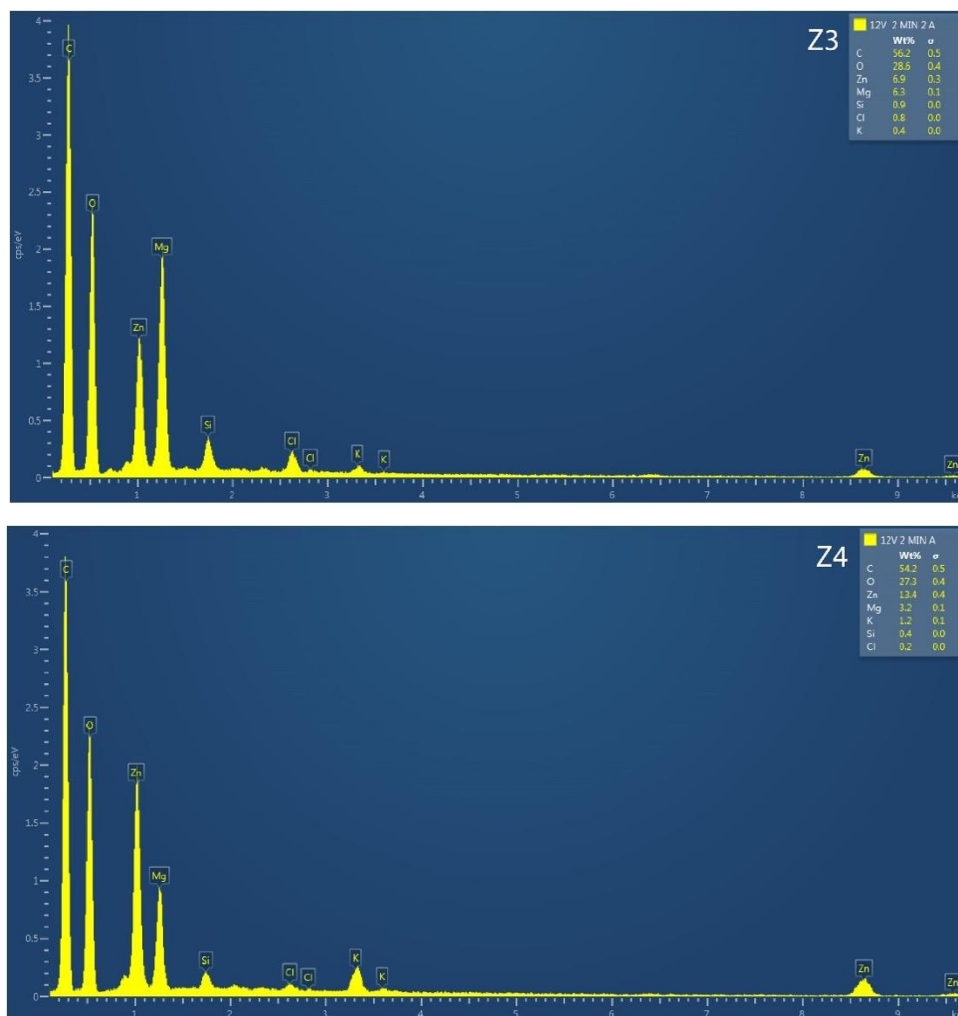


Figura 72 – Representação gráfica da presença do magnésio nos parâmetros h).

Sabemos que os quatro elementos dominantes nas duas zonas são o magnésio (Mg), o carbono (C) e o oxigênio (O), o zinco (Zn). De forma residual estão presentes o silício (Si), proveniente do polimento e cloro (Cl) e potássio (K) provenientes do banho.

Tabela 35 – Resultado da análise EDS para as zonas Z3 e Z4 para os parâmetros h).

Média % em massa		
<b>Elementos</b>	<b>Zn</b>	9,65
	<b>Mg</b>	4,75
	<b>C</b>	55,2
	<b>O</b>	27,95

A Tabela 35 comprova a existência do zinco, o elemento com maior presença é o carbono referente à resina, o magnésio dos pós utilizados e oxigénio derivada à oxidação.

No gráfico que se segue (Figura 73) é possível observar as zonas Z3 e Z4 dos parâmetros em a), Z2 dos parâmetros em b) e Z3 e Z4 para os parâmetros h).

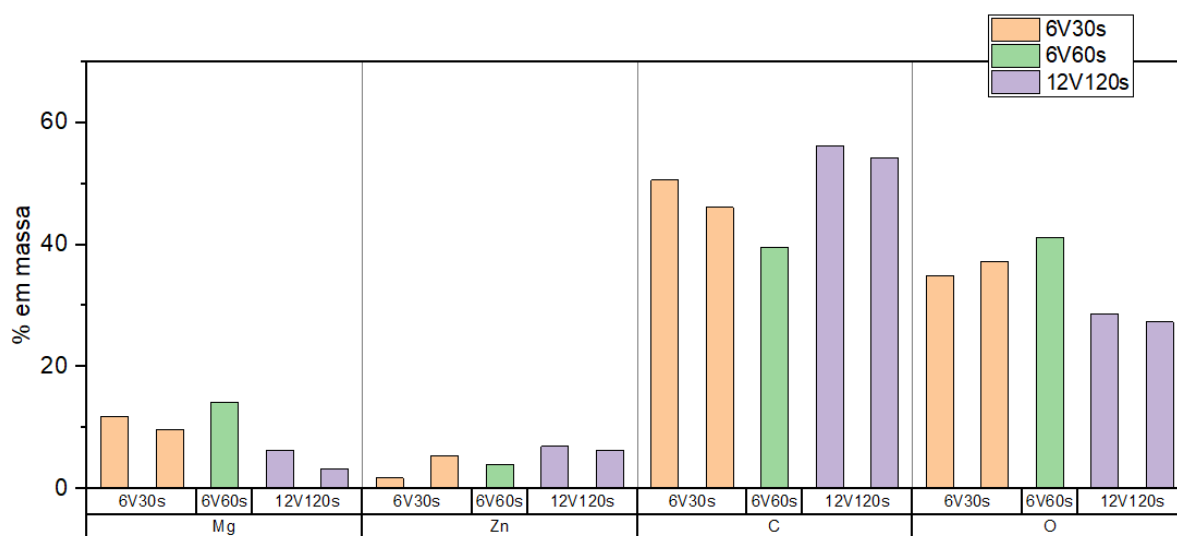


Figura 73 – Gráfico comparativo das zonas escuras do EDS.

Estas zonas correspondem à parte escura das imagens obtidas. Como podemos analisar através do gráfico em qualquer uma das amostras analisadas os elementos carbono e oxigénio estão presentes. Este primeiro deve-se aos pós de magnésio revestidos com zinco estarem inseridos numa resina de forma a ser possível analisá-los. Este segundo elemento, oxigénio, pode revelar oxidação das amostras devido ao contacto com a atmosfera. Como é possível analisar existe a presença dos elementos em estudo. magnésio e zinco, o primeiro em maior abundância ainda que a diferença não seja significativa.

No gráfico que se segue (Figura 74) é possível observar as zonas Z1 e Z2 dos parâmetros em a), Z1 dos parâmetros em b) e Z1 e Z2 para os parâmetros h).

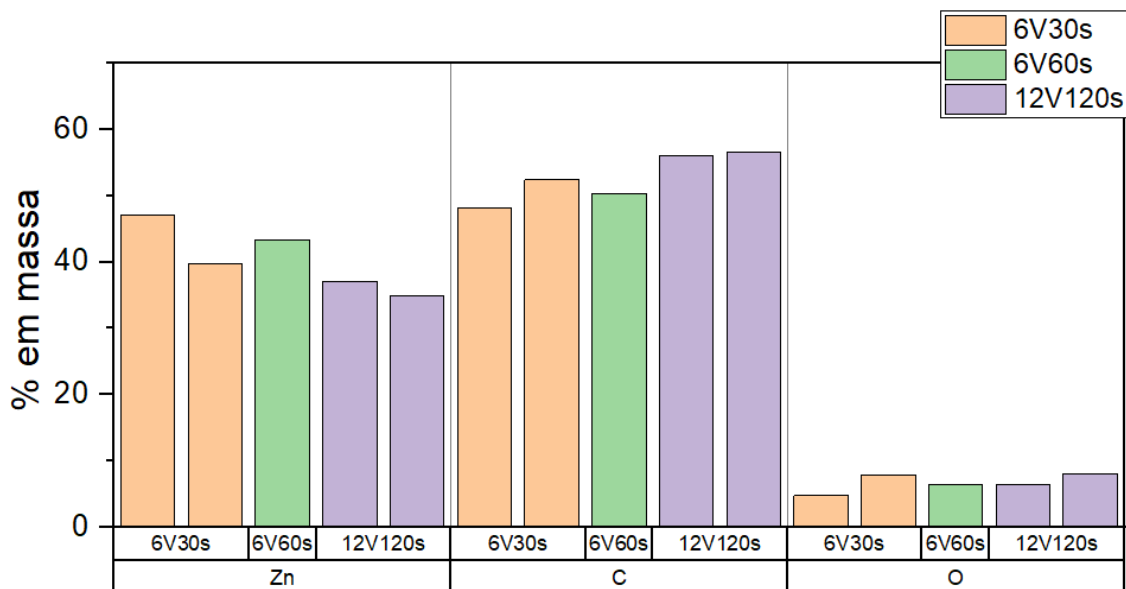


Figura 74 - Gráfico comparativo das zonas claras do EDS.

As zonas representadas estão associadas ao revestimento em zinco. Desta forma conseguimos avaliar a presença deste elemento na superfície de magnésio, é possível afirmar a existência dos elementos carbono e zinco e, à semelhança da análise comparativa anterior, estão presentes pelas mesmas razões. A presença de zinco é semelhante nas três amostras, para as zonas estudadas.

## 4.2 Hot-pressing

Nesta secção serão apresentadas as etapas efetuadas para que fossem atingidas as condições ideais de sinterização para ambas as ligas (Tabela 36).

Tabela 36 – Parâmetros utilizados na tecnologia de *Hot-pressing*.

Parâmetros	Tempo (min)	Pressão (MPa)	Temperatura (°C)
<b>1)</b>	1	80	350
<b>2)</b>	20	80	350
<b>3)</b>	30	80	350

As amostras referentes às representadas na Tabela 36, foram analisadas no microscópio eletrónico e encontram-se apresentadas na Figura 75.

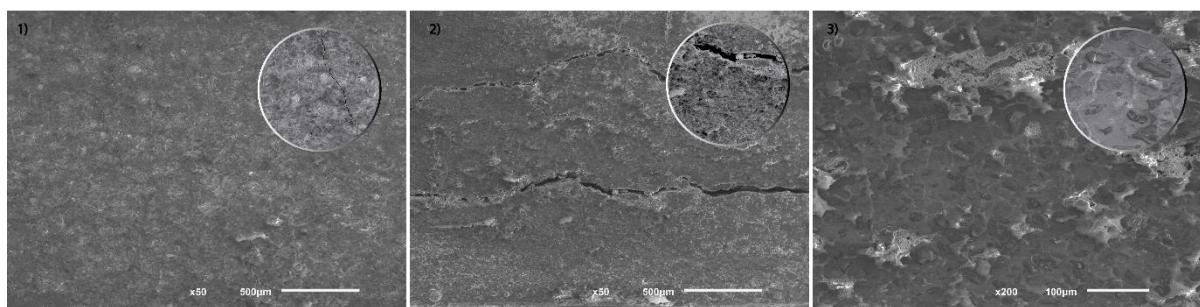


Figura 75 – Imagens do SEM correspondentes às amostras 1, 2 e 3, respetivamente.

As amostras obtidas na figura anterior apresentam fissuras, e por essa razão foi necessário controlar a exposição do magnésio revestido com zinco ao oxigénio. Dos três parâmetros estudados acima o parâmetro 3), com o tempo de estágio de 30 minutos, pressão de 80 MPa e temperatura de 350°C, foi a selecionada para testes uma vez que apresentou, visivelmente, maior integridade.

Para este estudo comparativo considerou-se um outro parâmetro relativo ao arrefecimento após o tempo de estágio. Os parâmetros apresentados i) possuem um arrefecimento abrupto, ao contrário dos parâmetros ii) que possuem um arrefecimento controlado (Tabela 37). O arrefecimento controlado foi de -1°C/s.

Tabela 37 – Representação das mostras com ou sem arrefecimento controlado.

Parâmetros	Tempo (min)	Pressão (MPa)	Temp. (°C)	Arrefecimento
i)	30	80	350	Abrupto
ii)				Controlado

Na Figura 76 que se segue é possível observar os resultados através de imagens obtidos no SEM com o arrefecimento abrupto.



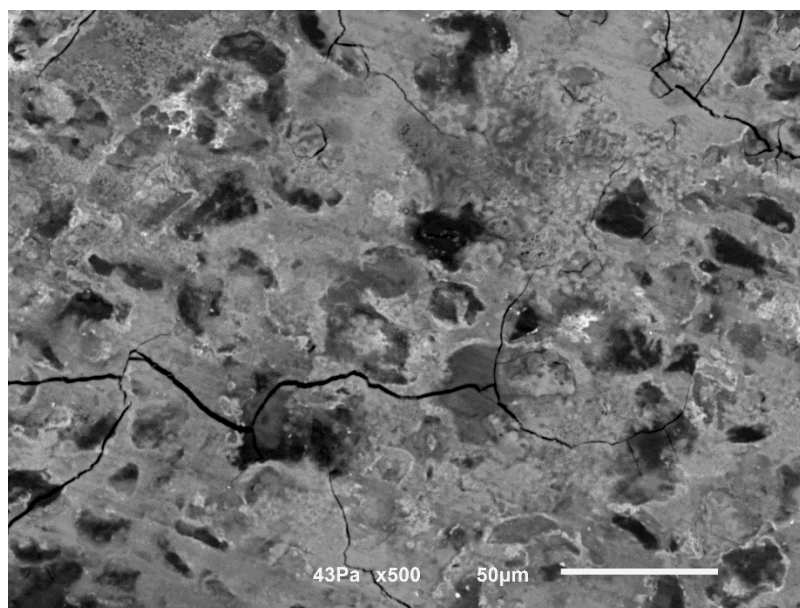


Figura 76 – Imagens do SEM correspondentes aos parâmetros apresentados em i).

Através da Figura 77 é possível observar os parâmetros estudados em ii) correspondentes ao arrefecimento controlado no *Hot-pressing*.

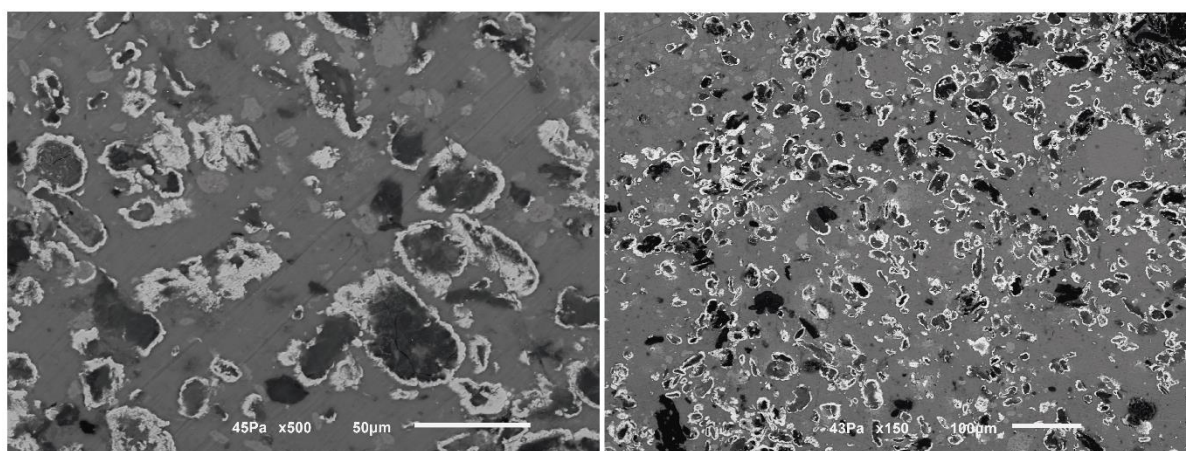


Figura 77 – Imagens do SEM correspondentes às amostras analisadas com os parâmetros relativos a ii).

Analisando as imagens anteriores, é possível observar que existem menos fissuras relativamente às efetuadas para um arrefecimento abrupto, também é possível observar os pós de magnésio revestidos com zinco. Tendo em conta a análise das primeiras amostras (1, 2 e 3) comparativamente às representadas em i) e ii) sabe-se que é necessário evitar o contacto com a atmosfera, sendo que este é o maior obstáculo.

### 4.2.1 Caracterização EDS

Para a caracterização química das amostras foram efetuadas análises EDS. O magnésio é o elemento base e que precisa ser melhorado na resistência à dissolução. O zinco foi o elemento escolhido para promover uma melhor performance. Desta forma é preciso garantir a presença do segundo elemento nas amostras, pelo que deverá aparecer sob a forma de camada nos grãos de magnésio.

Foram então analisados os parâmetros i) e ii) da alínea anterior. Estes apresentam os mesmos tempos de estágio, temperaturas e pressão, diferindo apenas no arrefecimento: abrupto ou controlado, respetivamente.

#### **Parâmetros i):** arrefecimento abrupto

Da mesma forma, apresenta-se uma imagem relativa à superfície da amostra 3 também esta efetuada sob arrefecimento controlado (Figura 78).

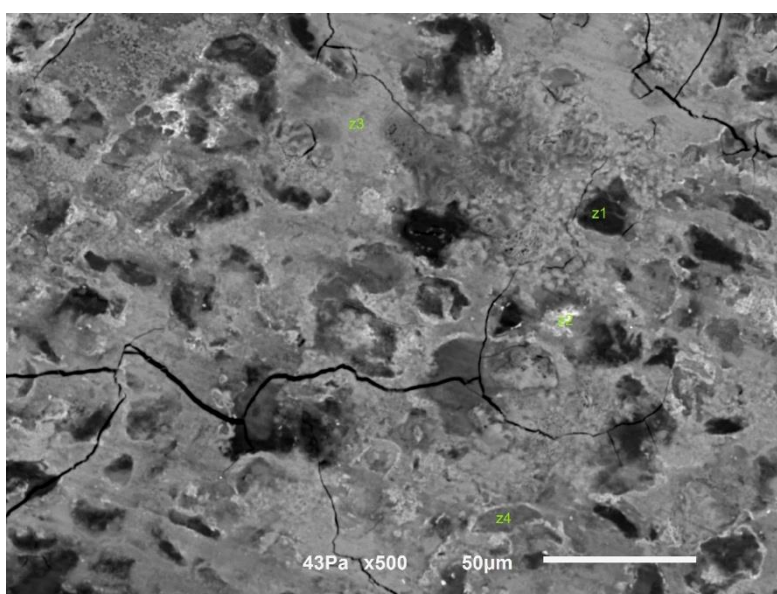


Figura 78 – Imagens do SEM correspondentes aos parâmetros i) com representação de zonas (Z1, Z2, Z3 e Z4).

Analisando as zonas representadas na Figura 78, pode aferir-se através da análise EDS, acerca da presença de elementos químicos para a constituição da amostra.

Através da Tabela 38 é possível observar a presença quantitativa dos elementos, bem como a média dos elementos nas zonas apresentadas.

## Funcionalização de pós de magnésio para aplicações biomédicas

Tabela 38 – Elementos químicos presentes na Z1, Z2, Z3 e Z4 da amostra 6.

<b>Zona</b>	<b>Z1</b>	<b>Z2</b>	<b>Z3</b>	<b>Z4</b>	
Em massa %					
<b>Elementos</b>	<b>O</b>	43,7	12,5	21,7	33,3
	<b>Zn</b>	13,5	79,5	8,94	38,4
	<b>Mg</b>	31,1	3,6	3,0	11,3
	<b>Cl</b>	8,0	3,1	19,3	6,1
	<b>K</b>	3,3	1,4	9,5	6,7
	<b>Na</b>	-	-	4,1	3,8
	<b>S</b>	0,3	-	-	0,2
	<b>Si</b>	-	-	-	0,1

De notar que nas zonas Z1 o elemento mais presente é o Mg, na Z2 e Z4 o Zn e na Z3 o Cl. Além destes, estavam presentes outros elementos, nomeadamente o oxigénio, potássio e sódio. Os elementos enxofre e silício encontravam-se também presentes, mas sempre em quantidades inferiores a 1%.

**Parâmetros ii):** arrefecimento controlado

De seguida apresenta-se uma imagem relativa à superfície dos parâmetros ii) efetuada sob arrefecimento controlado (Figura 79).

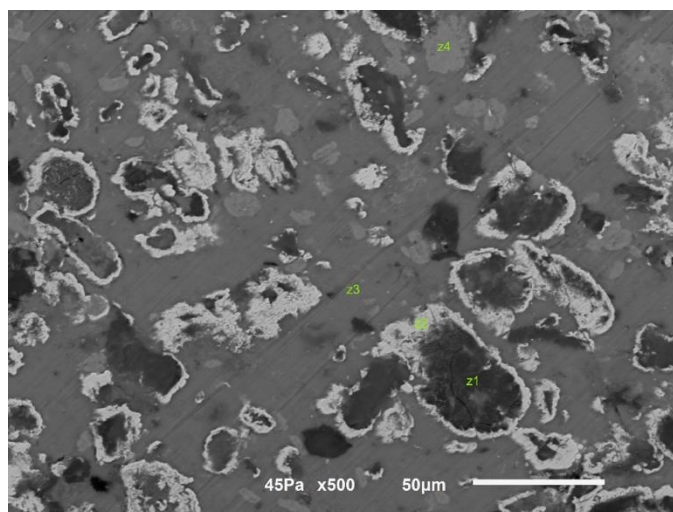


Figura 79 – Imagens do SEM correspondentes aos parâmetros ii) representação de zonas (Z1, Z2, Z3 e Z4).

Analisando as zonas representadas na Figura 79, Z1, Z2, Z3 e Z4, pode aferir-se através da análise EDS acerca da presença de elementos químicos para a constituição da amostra.

Através da Tabela 39 é possível observar a presença quantitativa dos elementos, bem como a média dos elementos nas zonas apresentadas.

Tabela 39 – Elementos químicos presentes na Z1, Z2, Z3 e Z4 dos parâmetros ii).

Zona	Z1	Z2	Z3	Z4
Em massa %				
<b>O</b>	37,5	6,6	12,1	18,6
<b>Zn</b>	19,3	66,4	8,9	37,1
<b>Mg</b>	17,9	3,3	2,0	2,9
<b>Cl</b>	13,3	11,6	37,5	23,2
<b>K</b>	9,5	9,7	38,5	15,2
<b>Na</b>	1,5	-	0,7	2,8
<b>S</b>	0,8	0,1	0,2	-
<b>Si</b>	0,2	2,3	-	0,2

As zonas Z1, Z2 e Z4, são áreas onde o elemento mais presente o Zn. Na zona Z3 o K é o elemento mais presente e terá resultado da presença de eletrólito no produto final. Além deste estavam presentes outros elementos.

No gráfico que se segue (Figura 80) é possível observar as zonas Z1 dos parâmetros em i) e ii).

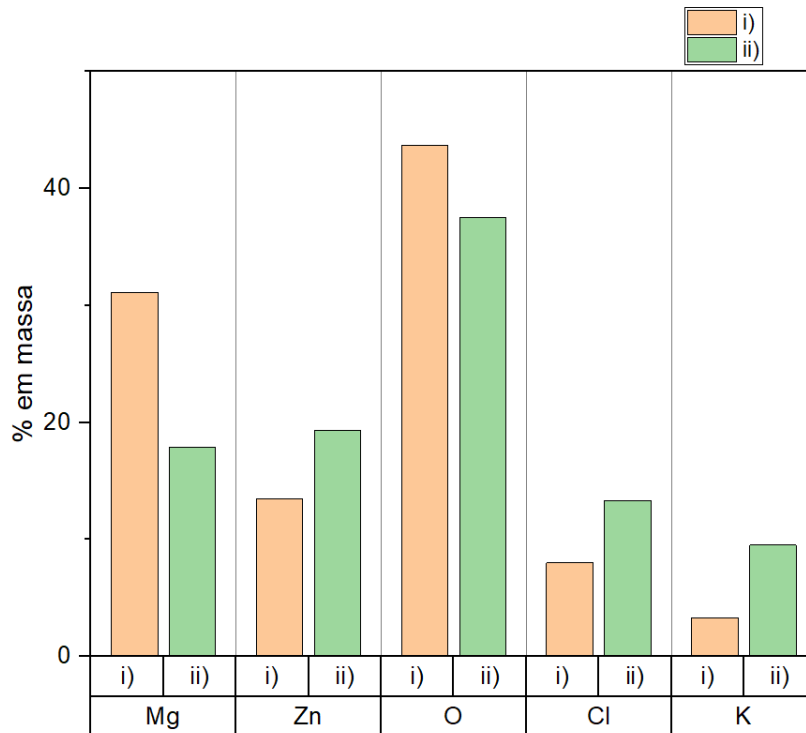


Figura 80 - Gráfico comparativo das zonas Z1 dos EDS referentes aos dois parâmetros.

Pela análise do gráfico é possível observar uma forte presença do elemento oxigênio, comprovando a oxidação da superfície da amostra, em i) maior que em ii). No entanto é também possível perceber que existe uma forte presença dos elementos magnésio e zinco. As zonas apresentadas são relativas ao pó de magnésio, a presença de zinco resulta de um polimento manual que não garante o corte transversal destes pós, tendo em conta que esta é uma estrutura tridimensional que está revestida em toda a superfície, cuja forma é irregular. Os elementos cloro e potássio são provenientes do banho.

No gráfico que se segue (Figura 80) é possível observar as zonas Z2 e Z4 dos parâmetros em i) e ii). Estas zonas são correspondentes à presença de zinco.

Funcionalização de pós de magnésio para aplicações biomédicas

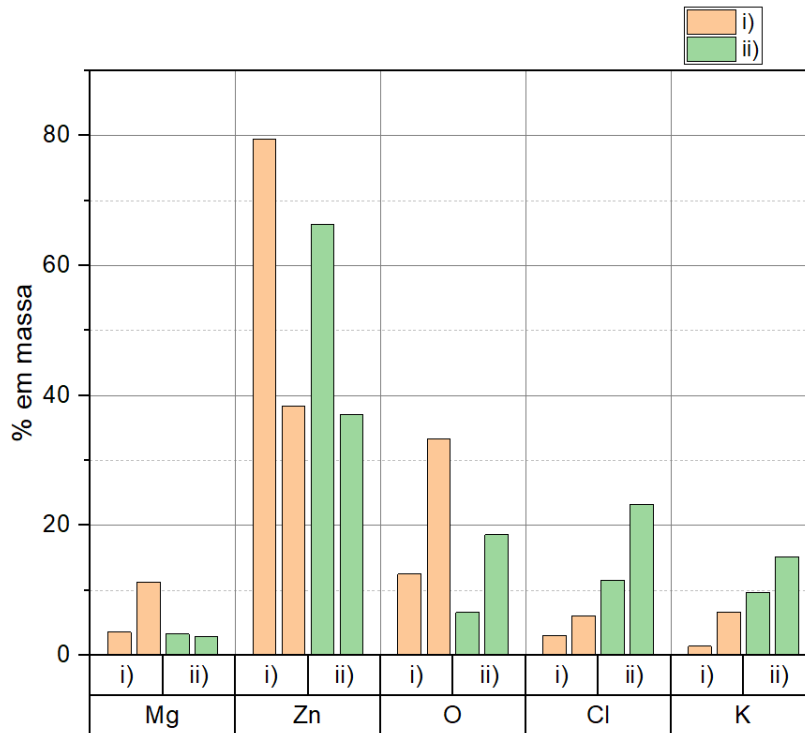


Figura 82 - Gráfico comparativo das zonas Z2 e Z4 dos EDS referentes aos dois parâmetros.

Pela análise do gráfico e como mencionado, é possível concluir que as zonas Z2 e Z4 têm como elemento principal o zinco, este elemento é o mais abundante e é relativo à parte mais clara da amostra.

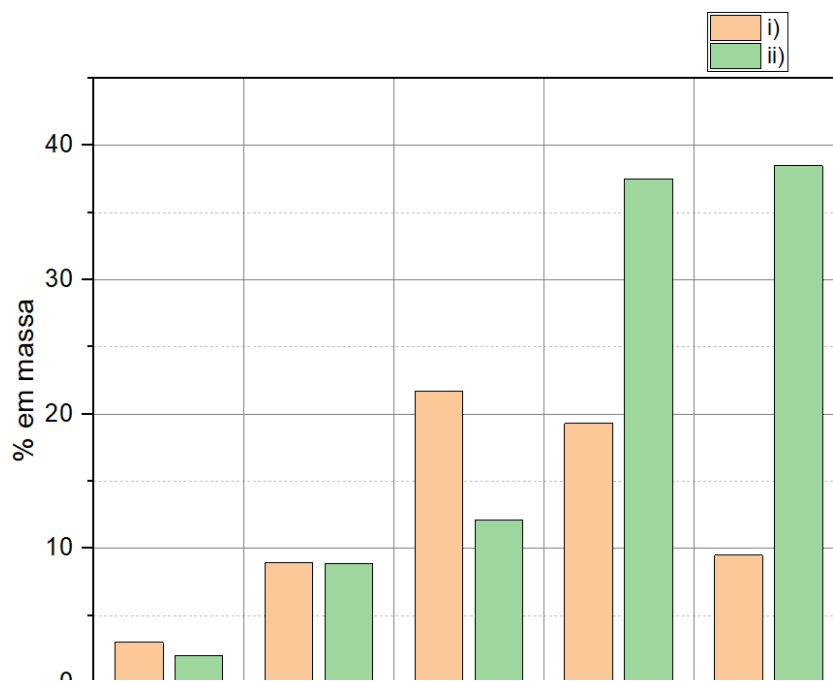


Figura 81- Gráfico comparativo das zonas Z3 dos EDS referentes aos dois parâmetros.

Existe efetivamente um revestimento de zinco. À semelhança da análise anterior os restantes elementos são por oxidação da amostra (oxigénio) e presença do banho (cloro e potássio).

O gráfico anterior, Figura 81, é correspondente à zona Z3 para os parâmetros i) e ii). Estas zonas correspondem ao material existente entre os diversos pós de magnésio revestidos com zinco.

Os elementos mais abundantes nesta zona são o cloro e o potássio e apresentam quantidades semelhantes. Tendo em conta as massas atómicas semelhantes do cloro (35,453 u) e do potássio (39,098 u), sabemos que poderá ter existido a formação de cloreto de potássio entre os elementos do banho presentes.

## **5. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

---

O capítulo 5 aborda os resultados finais e conclusões retiradas dos mesmos. Refere ainda possíveis melhorias do processo e propostas de trabalho futuro.



## 5.1 Conclusões

O magnésio, atualmente, é um foco de interesse e investigação na área biomédica. Ligas de magnésio que possuam carácter biodegradável, baixa toxicidade e degradação controlada, mostram ser uma mais-valia na substituição de implantes atualmente utilizados. Vários estudos foram efetuados neste sentido, no entanto ainda não existe uma solução ideal para o maior problema que este apresenta, a rápida taxa de degradação.

De forma a solucionar as dificuldades apresentadas, existem vários recursos no mercado, como o desenvolvimento de materiais biocompatíveis com a adição de elementos de liga, tais como o cálcio, o zinco, o estrôncio, entre outros. À semelhança do magnésio, estes elementos devem possuir carácter biocompatível e preferencialmente promover a redução da taxa de degradação, outro método é a utilização de tecnologias de funcionalização da camada superficial da liga. Embora existam outras soluções, estas são as mais comumente utilizadas.

Apesar das inúmeras tentativas efetuadas para aperfeiçoar a liga de magnésio, nenhuma solução encontrada foi suficientemente competente. Desta forma, deu-se a necessidade de recorrer a um método alternativo, que consiste no revestimento de cada pó, e posteriormente verificar a sua eficácia.

No processo de eletrodeposição, as amostras estudadas tiveram em conta parâmetros como a voltagem e tempo de deposição. Para este fim foram estudados diversos parâmetros, sendo que foi atribuído maior destaque a oito soluções: três voltagens analisadas a três tempos diferentes, todas elas à mesma temperatura (ambiente). Os parâmetros utilizados no dispositivo *Hot-pressing*, para além de terem que garantir a não fundição do material, teriam ainda que garantir a sinterização do mesmo.

Por sua vez, o aumento da voltagem revela um aumento da intensidade da corrente e por consequência uma maior libertação de substratos de zinco. Desta forma, a maior parte da superfície será totalmente revestida, pelo mencionado, a voltagem escolhida foi: 12V. O tempo de deposição determinou uma camada relativamente uniforme, sendo que quanto maior o tempo mais regular demonstrava ser a espessura do filme, apesar das variações serem maiores por existirem partes da superfície sem qualquer revestimento. Os melhores parâmetros de deposição foram 12V 120s com 89% da superfície dos pós (média) totalmente revestida.

Os parâmetros do *Hot-pressing* selecionados foram: a temperatura de: 350°C – de forma a não fundir a estrutura; a pressão: 80 MPa – para garantir a compactação total; e o tempo de estágio: 30 min.

Apesar das dificuldades apresentadas no *Hot-pressing* é de notar que o arrefecimento controlado determina, visivelmente, uma maior integridade da amostra.

Pela análise EDS sabe-se que existe a necessidade de garantir uma melhor lavagem dos pós, de forma a dissociá-los totalmente do banho.

Pelo exposto, sabemos que ocorre a eletrodeposição do zinco nos pós do magnésio. Através dos resultados obtidos, é visível a camada externa (de zinco) sob os pós de magnésio, sendo esta de tamanho variável, uniforme ou não uniforme e com falhas de revestimento. Por fim é possível afirmar que **o processo de eletrodeposição apresenta resultados promissores na funcionalização de pós de magnésio;**

## 5.2 Trabalhos Futuros

Como perspectiva de trabalhos futuros as propostas sugeridas seriam:

- Alteração do método de lavagem dos pós de forma a conseguir dissociá-los totalmente do banho;
- Adição de um elemento de liga como o Cálcio: elemento biocompatível que diminui o tamanho de grão do magnésio;
- Melhoria do dispositivo de eletrodeposição para que seja possível a remoção das ligações ao ânodo e cátodo;
- Criação de um dispositivo apenas composto por vidro e grafite com a inclusão de um mecanismo de agitação mais preciso (motor fixo);
- Testes de dissolução de forma a avaliar a influência do revestimento estudado na taxa de dissolução.;
- Caracterização mecânica das amostras;
- Conseguir de forma controlada, normalizar os parâmetros de deposição para revestir pós com o tamanho de espessura desejada.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] C. M. Runyan and K. S. Gabrick, "Biology of Bone Formation , Fracture Healing , and Distraction Osteogenesis," vol. 00, no. 00, pp. 1–10, 2017.
- [2] D. Zhao, F. Witte, F. Lu, J. Wang, J. Li, and L. Qin, "Current status on clinical applications of magnesium-based orthopaedic implants: A review from clinical translational perspective," *Biomaterials*, vol. 112, pp. 287–302, 2017.
- [3] S. Jaiswal, A. Dubey, and D. Lahiri, "In Vitro Biodegradation and Biocompatibility of Mg–HA-Based Composites for Orthopaedic Applications: A Review," *J. Indian Inst. Sci.*, vol. 99, no. 3, pp. 303–327, 2019.
- [4] M. Prakasam, J. Locs, K. Salma-Ancane, D. Loca, A. Largeveau, and L. Berzina-Cimdina, "Biodegradable Materials and Metallic Implants—A Review," *J. Funct. Biomater.*, vol. 8, no. 4, p. 44, 2017.
- [5] D. W. Huttmacher, "Scaffolds in tissue engineering bone and cartilage," *Biomater. Silver Jubil. Compend.*, vol. 21, pp. 175–189, 2000.
- [6] J. Kim, J. Lim, R. Naren, H. Yun, and E. Kyun, "Effect of the biodegradation rate controlled by pore structures in magnesium phosphate ceramic scaffolds on bone tissue regeneration in vivo," *Acta Biomater.*, vol. 44, pp. 155–167, 2016.
- [7] C. Gao *et al.*, "Current progress in bioactive ceramic scaffolds for bone repair and regeneration," *Int. J. Mol. Sci.*, vol. 15, no. 3, pp. 4714–4732, 2014.
- [8] O. S. Abd El-Ghany and A. H. Sherief, "Zirconia based ceramics, some clinical and biological aspects: Review," *Futur. Dent. J.*, vol. 2, no. 2, pp. 55–64, 2016.
- [9] V. V. Silva, F. S. Lameiras, and R. Z. Domingues, "Microstructural and mechanical study of zirconia-hydroxyapatite (ZH) composite ceramics for biomedical applications," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 61, no. 2, pp. 301–310, 2001.
- [10] X. Li, X. Liu, S. Wu, K. W. K. Yeung, Y. Zheng, and P. K. Chu, "Design of magnesium alloys with controllable degradation for biomedical implants: From bulk to surface," *Acta Biomater.*, vol. 45, pp. 2–30, 2016.
- [11] W. D. Mueller, M. F. Lorenzo De Mele, M. L. Nascimento, and M. Zeddies, "Degradation of magnesium and its alloys: Dependence on the composition of the synthetic biological media," *J. Biomed. Mater. Res. - Part A*, vol. 90, no. 2, pp. 487–495, 2008.
- [12] L. Polo-Corrales, M. Latorre-Esteves, and J. E. Ramirez-Vick, "Scaffold design for bone

- regeneration,” *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 14, no. 1, pp. 15–56, 2014.
- [13] M. V Hillsley and J. A. Frangos, “Review : Bone Tissue Engineering : The Role of Interstitial Fluid Flow,” vol. 43, pp. 573–581, 1994.
- [14] M. Yazdimamaghani, M. Razavi, D. Vashaei, K. Moharamzadeh, A. R. Boccaccini, and L. Tayebi, “Porous magnesium-based scaffolds for tissue engineering,” *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 71, pp. 1253–1266, 2017.
- [15] “Bone healing from organoids | Global Regenerative Academy.” [Online]. Available: <https://globalregenerative.academy/bone-healing-from-organoids/>. [Accessed: 16-Apr-2021].
- [16] M. Carboneras, B. T. Pérez-Maceda, J. A. Del Valle, M. C. García-Alonso, R. M. Lozano, and M. L. Escudero, “In vitro performance of magnesium processed by different routes for bone regeneration applications,” *Mater. Lett.*, vol. 65, no. 19–20, pp. 3020–3023, 2011.
- [17] X. N. Gu and Y. F. Zheng, “A review on magnesium alloys as biodegradable materials,” *Front. Mater. Sci. China*, vol. 4, no. 2, pp. 111–115, 2010.
- [18] G. Eddy Jai Poinern, S. Brundavanam, and D. Fawcett, “Biomedical Magnesium Alloys: A Review of Material Properties, Surface Modifications and Potential as a Biodegradable Orthopaedic Implant,” *Am. J. Biomed. Eng.*, vol. 2, no. 6, pp. 218–240, 2013.
- [19] L.-C. Gerhardt and A. R. Boccaccini, “Bioactive Glass and Glass-Ceramic Scaffolds for Bone Tissue Engineering,” *Materials (Basel)*, vol. 3, no. 7, pp. 3867–3910, 2010.
- [20] N. A. Nawawi, A. S.F. Alqap, and I. Sopyan, “Recent Progress on Hydroxyapatite-Based Dense Biomaterials for Load Bearing Bone Substitutes,” *Recent Patents Mater. Sci.*, vol. 4, no. 1, pp. 63–80, 2011.
- [21] V. Karageorgiou and D. Kaplan, “Porosity of 3D biomaterial scaffolds and osteogenesis,” *Biomaterials*, vol. 26, no. 27, pp. 5474–5491, 2005.
- [22] “Bones: Types, structure, and function.” [Online]. Available: <https://www.medicalnewstoday.com/articles/320444>. [Accessed: 16-Apr-2021].
- [23] W. Jiang and H. Liu, “Nanocomposites for bone repair and osteointegration with soft tissues,” 2016.
- [24] M. M. Dewidar, H. Yoon, and J. K. Lim, “Mechanical Properties of Metals for Biomedical Applications Using Powder Metallurgy Process : A Review,” vol. 12, no. 3, pp. 193–206, 2006.
- [25] J. Igwe, A. Amini, P. Mikael, and C. Laurencin, “Nanostructured Scaffolds for Bone Tissue Engineering,” no. February 2011, pp. 169–192.
- [26] L. Ghasemi-Mobarakeh, D. Kolahreez, S. Ramakrishna, and D. Williams, “Key terminology in

- biomaterials and biocompatibility," *Curr. Opin. Biomed. Eng.*, vol. 10, pp. 45–50, 2019.
- [27] J. C. Wataha, "Principles of biocompatibility for dental practitioners," in *Journal of Prosthetic Dentistry*, vol. 86, no. 2, 2001, pp. 203–209.
- [28] D. Mihov and B. Katerska, "Some Biocompatible Materials Used in Medical Practice," *Trakia J. Sci.*, vol. 8, no. 8, pp. 119–125, 2010.
- [29] P. M. Zlitine, I. S. P. Jo, P. Salvetr, P. Novák, and D. Vojt, "Porous magnesium alloys prepared by powder metallurgy," vol. 50, no. 6, pp. 7–10, 2016.
- [30] R. I. M. Asri *et al.*, "Corrosion and surface modification on biocompatible metals: A review," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 77, pp. 1261–1274, 2017.
- [31] G. Song, "Control of biodegradation of biocompatible magnesium alloys," vol. 49, pp. 1696–1701, 2007.
- [32] H. Hornberger, S. Virtanen, and A. R. Boccaccini, "Biomedical coatings on magnesium alloys - A review," *Acta Biomater.*, vol. 8, no. 7, pp. 2442–2455, 2012.
- [33] M. Březina *et al.*, "Evolution of microstructure and electrochemical corrosion characteristics of cold compacted magnesium," *Koroze a Ochr. Mater.*, vol. 61, no. 4, pp. 123–130, 2017.
- [34] M. Pekguleryuz, K. Kainer, and A. A. Kaya, *Fundamentals of magnesium alloy metallurgy*. Woodhead Publishing Limited, 2013.
- [35] R. Zeng, W. Dietzel, F. Witte, N. Hort, and C. Blawert, "Progress and challenge for magnesium alloys as biomaterials," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 10, no. 8, pp. 3–14, 2008.
- [36] F. Witte and A. Eliezer, "Biodegradable metals," *Mater. Sci. Eng. R*, vol. 9781461439, pp. 93–109, 2012.
- [37] M. K. Kulekci, "Magnesium and its alloys applications in automotive industry," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 39, no. 9–10, pp. 851–865, 2008.
- [38] V. V. Ramalingam, P. Ramasamy, M. Das Kovukkal, and G. Myilsamy, "Research and Development in Magnesium Alloys for Industrial and Biomedical Applications: A Review," *Met. Mater. Int.*, vol. 26, no. 4, pp. 409–430, 2020.
- [39] "The s -Block elements," *CHEMISTRY*. [Online]. Available: <http://ncert.nic.in/NCERTS/l/kech203.pdf>. [Accessed: 10-Jun-2019].
- [40] Y. Yan *et al.*, "Effects of Zn concentration and heat treatment on the microstructure, mechanical properties and corrosion behavior of as-extruded Mg-Zn alloys produced by powder metallurgy," *J. Alloys Compd.*, vol. 693, pp. 1277–1289, 2017.
- [41] M. Esmaily *et al.*, "Fundamentals and advances in magnesium alloy corrosion," *Prog. Mater. Sci.*,

- vol. 89, pp. 92–193, 2017.
- [42] O. V. Antonova, A. Y. Volkov, D. A. Komkova, and B. D. Antonov, “Microstructure and texture of pure magnesium after room-temperature lateral extrusion,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 706, pp. 319–329, 2017.
- [43] J. Yang, F. Cui, and I. S. Lee, “Surface modifications of magnesium alloys for biomedical applications,” *Ann. Biomed. Eng.*, vol. 39, no. 7, pp. 1857–1871, 2011.
- [44] L. Zhao, C. Cui, Q. Wang, and S. Bu, “Growth characteristics and corrosion resistance of micro-arc oxidation coating on pure magnesium for biomedical applications,” *Corros. Sci.*, vol. 52, no. 7, pp. 2228–2234, 2010.
- [45] S. M. Glasdam, S. Glasdam, and G. H. Peters, “The Importance of Magnesium in the Human Body: A Systematic Literature Review,” *Adv. Clin. Chem.*, vol. 73, pp. 169–193, 2016.
- [46] “Magnesium - Health Professional Fact Sheet.” [Online]. Available: <https://ods.od.nih.gov/factsheets/Magnesium-HealthProfessional/?fbclid=IwAR0Mii-gGEWzdYJmjXJDqrVN6kzorTOKA76Zdi-7CEWz-OkKcBrHt1IRUxE>. [Accessed: 24-Mar-2021].
- [47] A. P. Md Saad *et al.*, “The influence of flow rates on the dynamic degradation behaviour of porous magnesium under a simulated environment of human cancellous bone,” *Mater. Des.*, vol. 122, pp. 268–279, 2017.
- [48] J. Gonzalez, R. Q. Hou, E. P. S. Nidadavolu, R. Willumeit-r, and F. Feyerabend, “Magnesium degradation under physiological conditions e Best practice,” vol. 3, pp. 174–185, 2018.
- [49] M. Jamesh, S. Kumar, and T. S. N. S. Narayanan, “Electrodeposition of hydroxyapatite coating on magnesium for biomedical applications,” *J. Coatings Technol. Res.*, vol. 9, no. 4, pp. 495–502, 2012.
- [50] S. Ida *et al.*, “Peri-implant tissue response and biodegradation performance of a Mg–1.0Ca–0.5Sr alloy in rat tibia,” *Zurich Open Repos. Arch.*, pp. 79–85, 2016.
- [51] R. Radha and D. Sreekanth, “Insight of magnesium alloys and composites for orthopedic implant applications – a review,” *J. Magnes. Alloy.*, vol. 5, no. 3, pp. 286–312, 2017.
- [52] S. Agarwal, J. Curtin, B. Duffy, and S. Jaiswal, “Biodegradable magnesium alloys for orthopaedic applications: A review on corrosion, biocompatibility and surface modifications,” *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 68, pp. 948–963, 2016.
- [53] C. Moosbrugger, “Introduction to Magnesium alloys,” *Eng. Prop. Magnes. Alloy.*, 2017.
- [54] X. Yan, P. Wan, L. Tan, M. Zhao, C. Shuai, and K. Yang, “Influence of hybrid extrusion and solution treatment on the microstructure and degradation behavior of Mg-0.1Cu alloy,” *Mater. Sci. Eng. B*

- Solid-State Mater. Adv. Technol.*, vol. 229, no. December 2017, pp. 105–117, 2018.
- [55] S. Erdibil, S. Cesur, and R. İpek, “Mg / Zn COMPOSITES PRODUCED BY MECHANICAL ALLOYING AND HOT PRESSING AND IN-VITRO BIODEGRADATION,” vol. 2, no. 1, pp. 22–38, 2019.
- [56] D. H. Stjohn, M. A. Easton, M. Qian, and J. A. Taylor, “Grain refinement of magnesium alloys: A review of recent research, theoretical developments, and their application,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 44, no. 7, pp. 2935–2949, 2013.
- [57] G. Keifer and F. Effenberger, *Corrosion Resistance of Aluminum and Magnesium Alloys*, vol. 6, no. 11. 1967.
- [58] D. Persaud-sharma, N. Budiansky, and A. J. MCGORON, “Biocompatibility Assessment of Novel Bioresorbable Alloys Mg-Zn-Se and Mg-Zn-Cu for Endovascular Applications : In-Vitro Studies,” vol. 17, pp. 25–43, 2013.
- [59] I. S. Berglund, E. W. Dirr, V. Ramaswamy, J. B. Allen, K. D. Allen, and M. V. Manuel, “The effect of Mg–Ca–Sr alloy degradation products on human mesenchymal stem cells,” *J. Biomed. Mater. Res. - Part B Appl. Biomater.*, vol. 106, no. 2, pp. 697–704, 2018.
- [60] C. Nelson, “Factors Affecting the Success of Dental Implants,” *Implant Dent. - A Rapidly Evol. Pract.*, no. March, 2011.
- [61] J. A. Lemire, J. J. Harrison, and R. J. Turner, “Antimicrobial activity of metals: Mechanisms, molecular targets and applications,” *Nat. Rev. Microbiol.*, vol. 11, no. 6, pp. 371–384, 2013.
- [62] H. Schliephake and D. Scharnweber, “Chemical and biological functionalization of titanium for dental implants,” *J. Mater. Chem.*, vol. 18, no. 21, pp. 2404–2414, 2008.
- [63] R. A. Surmenev, M. A. Surmeneva, and A. A. Ivanova, “Significance of calcium phosphate coatings for the enhancement of new bone osteogenesis - A review,” *Acta Biomater.*, vol. 10, no. 2, pp. 557–579, 2014.
- [64] A. M. C. Barradas *et al.*, “A calcium-induced signaling cascade leading to osteogenic differentiation of human bone marrow-derived mesenchymal stromal cells,” *Biomaterials*, vol. 33, no. 11, pp. 3205–3215, 2012.
- [65] M. Li, X. Xiao, R. Liu, C. Chen, and L. Huang, “Structural characterization of zinc-substituted hydroxyapatite prepared by hydrothermal method,” *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, vol. 19, no. 2, pp. 797–803, 2008.
- [66] J. H. Shepherd, D. V. Shepherd, and S. M. Best, “Substituted hydroxyapatites for bone repair,” *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, vol. 23, no. 10, pp. 2335–2347, 2012.
- [67] P. J. Marie, D. Felsenberg, and M. L. Brandi, “How strontium ranelate, via opposite effects on



- bone resorption and formation, prevents Osteoporosis," *Osteoporos. Int.*, vol. 22, no. 6, pp. 1659–1667, 2011.
- [68] Y. Li, X. Li, G. Song, K. Chen, G. Yin, and J. Hu, "Effects of strontium ranelate on osseointegration of titanium implant in osteoporotic rats," *Clin. Oral Implants Res.*, vol. 23, no. 9, pp. 1038–1044, 2012.
- [69] G. Wu, J. M. Ibrahim, and P. K. Chu, "Surface & Coatings Technology Surface design of biodegradable magnesium alloys – A review," *Surf. Coat. Technol.*, vol. 233, pp. 2–12, 2013.
- [70] C. Biancardi Bergamo, D. Ucha Rocha, and H. Kenji F. Noguchi, "Metalurgia do Magnésio," São Paulo, 2011.
- [71] R. J. Sousa Cruz, "Comportamento mecânico da liga de magnésio AZ31B sob condições de carregamento em fadiga biaxial no plano," Instituto Técnico de Lisboa, 2017.
- [72] X. D. H. Y.F.Zhao, J.J.Si, J.G.Song, "High strength Mg-Zn-Ca alloys prepared by atomization and hot pressing process," *Mater. Lett.*, vol. 118, pp. 55–58, 2014.
- [73] W. B. James and H. Corporation, "Powder Metallurgy Methods and Applications," *Powder Metall.*, vol. 7, pp. 9–19, 2018.
- [74] A. Kawasaki, *Advances in powder and powder metallurgy*, vol. 62, no. 7. Woodhead Publishing Limited, 2013.
- [75] G. S. Upadhyaya, *Powder Metallurgy Technology*, vol. 1, no. 9. 2002.
- [76] J. Čapek and D. Vojtěch, "Properties of porous magnesium prepared by powder metallurgy," *Mater. Sci. Eng. C*, vol. 33, no. 1, pp. 564–569, 2013.
- [77] "Densified Metals | Biomedical Implants, Artificial Joints." [Online]. Available: <https://www.pressuretechnology.com/hip-applications-biomedical.php>. [Accessed: 13-Apr-2021].
- [78] P. Ramakrishnan, "History of Powder Metallurgy," *Indian J. Hist. Sci.*, vol. 18, no. 1, pp. 109–114, 1983.
- [79] J. Yu, J. Wang, Q. Li, J. Shang, J. Cao, and X. Sun, "Effect of Zn on microstructures and properties of Mg-Zn alloys prepared by powder metallurgy method," *Xiyou Jinshu Cailiao Yu Gongcheng/Rare Met. Mater. Eng.*, vol. 45, no. 11, pp. 2757–2762, 2016.
- [80] L. F. Guleryuz, R. Ipek, I. Arltman, and S. Karaoglu, "Microstructure and mechanical properties of Zn-Mg alloys as implant materials manufactured by powder metallurgy method," *AIP Conf. Proc.*, vol. 1809, no. February, 2017.
- [81] X. Liu, P. K. Chu, and C. Ding, "Surface modification of titanium, titanium alloys, and related

- materials for biomedical applications," *Mater. Sci. Eng. R Reports*, vol. 47, no. 3–4, pp. 49–121, 2004.
- [82] G. Mani, *Surface properties and characterization of metallic biomaterials*. Elsevier Ltd, 2015.
- [83] J. Wang *et al.*, "Surface modification of magnesium alloys developed for bioabsorbable orthopedic implants: A general review," *J. Biomed. Mater. Res. - Part B Appl. Biomater.*, vol. 100 B, no. 6, pp. 1691–1701, 2012.
- [84] M. Salahshoor and Y. B. Guo, "Biodegradation control of magnesium-calcium biomaterial via adjusting surface integrity by synergistic cutting-burnishing," *Procedia CIRP*, vol. 13, pp. 143–149, 2014.
- [85] A. Kurella and N. B. Dahotre, *Review paper: Surface modification for bioimplants: The role of laser surface engineering*, vol. 20, no. 1. 2005.
- [86] K. Holmberg and A. Matthews, *Coatings Tribology: Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering*, Second Edi. Elsevier B.V. All, 2009.
- [87] J. Zhang, W. Zhang, C. Yan, K. Du, and F. Wang, "Corrosion behaviors of Zn/Al-Mn alloy composite coatings deposited on magnesium alloy AZ31B (Mg-Al-Zn)," *Electrochim. Acta*, vol. 55, no. 2, pp. 560–571, 2009.
- [88] V. S. Gshalaev and A. C. Demirchan, *Hydroxyapatite: Synthesis, Properties and Applications*. New York: Nova Science Publishers, 2012.
- [89] D. G. Wang, C. Z. Chen, Q. S. Ma, Q. P. Jin, and H. C. Li, "A study on in vitro and in vivo bioactivity of HA/45S5 composite films by pulsed laser deposition," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 270, pp. 667–674, 2013.
- [90] G. P. Dinda, J. Shin, and J. Mazumder, "Pulsed laser deposition of hydroxyapatite thin films on Ti-6Al-4V: Effect of heat treatment on structure and properties," *Acta Biomater.*, vol. 5, no. 5, pp. 1821–1830, 2009.
- [91] P. M. Martin, *Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings*, Second Edi. Elsevier, 2005.
- [92] N. Kanani, *Electroplating: Basic Principles, Processes and Practice*, First. Bodmin, Cornwall, UK: Elsevier Ltd., 2004.
- [93] J. E. Gray and B. Luan, "Protective coatings on magnesium and its alloys - A critical review," *J. Alloys Compd.*, vol. 336, no. 1–2, pp. 88–113, 2002.
- [94] F. A. Lowenheim and S. Senderoff, *Modern Electroplating*, Fifth., vol. 111, no. 11. Hoboken, New Jersey: John Wiley & sons, inc, 2010.

- [95] P. J. Kelly and R. D. Arnell, "Magnetron sputtering: A review of recent developments and applications," *Vacuum*, vol. 56, no. 3, pp. 159–172, 2000.
- [96] C. H. Ahn, B. Anczykowski, M. Z. Atashbar, W. Bacsa, W. S. Bainbridge, and A. Baldi, *Springer Handbook of Nanotechnology*. 2007.
- [97] M. P. Staiger, A. M. Pietak, J. Huadmai, and G. Dias, "Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials : A review," vol. 27, pp. 1728–1734, 2006.
- [98] A. A. Ojo and I. M. Dharmadasa, "Electroplating of semiconductor materials for applications in large area electronics: A review," *Coatings*, vol. 8, no. 8, 2018.
- [99] S. Esmaili, M. E. Bahrololoom, and K. L. Kavanagh, "Electrodeposition, characterization and morphological investigations of NiFe/Cu multilayers prepared by pulsed galvanostatic, dual bath technique," *Mater. Charact.*, vol. 62, no. 2, pp. 204–210, 2011.
- [100] M. A. Mughal *et al.*, "Optimization of the electrodeposition parameters to improve the stoichiometry of In<sub>2</sub>S<sub>3</sub> films for solar applications using the taguchi method," *J. Nanomater.*, vol. 2014, 2014.
- [101] K. Seshan, *Handbook of Thin Film Deposition Techniques Principles, Methods, Equipment and Applications*, Second Edi. Santa Clara, California: Noyes Publications, 2002.
- [102] M. B. Kannan, "Electrochemical deposition of calcium phosphates on magnesium and its alloys for improved biodegradation performance: A review," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 301, pp. 36–41, 2016.
- [103] M. Schlesinger, "Electroless and Electrodeposition of Silver," *Mod. Electroplat. Fifth Ed.*, pp. 131–138, 2011.
- [104] A. Redjehta, K. Loucif, L. Mentar, M. R. Khelladi, and A. Beniaiche, "Electrodeposition and characterization of Cu-Zn alloy films obtained from a sulfate bath," *Mater. Tehnol.*, vol. 48, no. 2, pp. 221–226, 2014.
- [105] E. Saraloğlu Güler, E. Konca, and I. Karakaya, "Effect of electrodeposition parameters on the current density of hydrogen evolution reaction in Ni and Ni-MoS<sub>2</sub> composite coatings," *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 8, no. 4, pp. 5496–5505, 2013.
- [106] S. Kumar, S. Pande, and P. Verma, "International Journal of Current Engineering and Technology Factor Effecting Electro-Deposition Process," *Int. J. Curr. Eng. Technol.*, vol. 5, no. 2, 2015.
- [107] S. Sengupta, A. Patra, S. Jena, K. Das, and S. Das, "A Study on the Effect of Electrodeposition Parameters on the Morphology of Porous Nickel Electrodeposits," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 49, no. 3, pp. 920–937, 2018.

- [108] Douglas Fróes Martins, “Estudo de banhos ácidos para substituição de banho alcalino cianídrico na eletrodeposição de zinco sobre pregos,” Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2009.
- [109] D. Bp, J. Continental, D. Hydrochloride, G. Simone, and D. Tpo, “Safety data sheet,” *Carbon N. Y.*, vol. 1173, no. i, pp. 1–8, 2005.
- [110] C. De Zinco, “Ficha Técnica Banho de Zinco Ácido,” 2018.
- [111] A. Bakkar and V. Neubert, “Electrodeposition onto magnesium in air and water stable ionic liquids : From corrosion to successful plating,” vol. 9, pp. 2428–2435, 2007.

## ANEXO 1 – RESULTADOS OBTIDOS NAS MEDIÇÕES DOS PÓS DE MAGNÉSIO E REVESTIMENTO DE ZINCO

Tabela 40 – Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 6V 30s.

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
6V30s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
7,44	3,72	2,43	1,31	2,23	2,73	3,7	4,7	4,87	4,25	2,75	6,15	2,33	2,91	1,63	8,92	4,14	2,47	9,28	2,86
7,33	3,21	2,48	1,96	2,64	3,41	4	4,98	4,29	5,06	2,75	8,78	2,72	1,7	1,65	9,2	4,53	2,74	9,52	2,88
7,19	3,63	2,52	2,75	2,17	3,53	4,41	5,05	4,69	5,78	2,85	9,55	2,46	2,19	1,77	9,08	4,32	3,42	9,17	3,19
6,68	3,79	2,54	3,41	3,93	3,43	4,49	4,88	4,78	6,41	2,85	8,89	2,5	3,34	1,77	8,59	4,1	4,04	10,31	3,62
5,87	4,18	2,61	3,61	3,55	2,75	4,49	4,44	4,46	6,77	2,95	8,85	1,9	3,85	1,71	8,6	4,67	4,18	11,15	3,61
5,27	4,45	2,7	3,84	3,09	1,43	4,44	5,51	4,39	6,94	3,51	9,38	1,48	3,77	1,73	8,55	5,3	2,47	10,95	3,36
4,69	1,89	0,95	3,95	3,09	1,6	4,54	5,76	3,95	7,26	2,13	9,73	1,42	3,55	1,65	8,57	2,33	2,47	10,01	2,97
4,19	1,55	1,42	4,04	3,04	1,74	4,27	6,12	1,07	3,72	1,77	9,18	2,09	3,69	1,36	8,5	1,87	2,52	8,1	1,67
3,63		1,27	3,95	3,51	4,67	4,64	6,43	1,46	3,16	1,54	8,24	1,81	4,38	1,27	8,73	5,62	2,04	8,26	1,85
3		4,25	3,38	3,65	5,78	5,16	7,01	1,23	2,49	1,46	7,64	1,87	4,26	4,5	8,92	6,19	2,12	8,24	1,86
2,22		2,73	2,61	3,16	5,16	6,46	7,44	1,05	2,2	1,47	7,2	1,88	4,27	4,53	9,75	6,75	2,49	8,14	2,18
2,28		2,42	1,93	3,28	4,87	6,03	6,76	1,45	2,32	1,61	7,26	1,89	4,18	4,72	10,18	7,51	2,22	7,91	2,31
		2,44	2,83	3,12	3,96	5,65	5,51	1,59	2,81	1,66	7,56	2,08	4,18	5,32		7,58	2,04	7,69	1,93
		1,73	2,7	3,1	2,98	5,3	4,14	1,19	3,97	2,2	7,8	1,83	4,32	5,96		7,51	1,78	7,12	4,76
		1,61	2,54	2,65	7,41	5,25		1,42	4,66	2,59	8,35	2,12	4,07	5,83		7,29	1,93	7,34	4,81
			2,24	0,56	7,76	4,99		1,55	5,44	2,76	8,5	6,11	3,71	5,41		7,12	2,27	8,15	4,5
				0,55	8,37	4,66		1,33	5,6	2,6	8,37	5,64		4,99		7,12	2,39	8,74	3,88
				0,83	9	4,04		1,51	6,2	2,35	7,89	5,7		4,53		7,12	2,39	8,72	4,07
				0,96	9,26	4,04		1,52	6,14	2,29	7,22	5,6		3,83		7,6		8,75	4,77

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
6V30s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
				4,52	9,35	3,88		1,3	6,11	2,3	1,4	5,31		1,78		3,09		7,82	5,38
				5,36	9,1	7,06		1,23	5,98	2,37	2,12	5,76		3,23		2,75		5,15	6,16
				4,35	4,3	6,36		0,73	5,77	2,95	2,36	5,89		3,27		2,34		5,2	6,78
				2,64	4,36	6,33		0,76	5,23	2,98	2,5	2,05		2,14		2,53		5,55	
				1,3	4,27	6,4		0,93	4,6	2,66	2,51	3,35		1,81		2,65		5,66	
				1,34	4,38	7,32			3,77	2,37	2,65	3,08		1,2		3,05			
				1,45	4,8	5,8			4,18	2,3	3	2,8		1,4					
				1,72	4,61	6,14			5,25	1,83	3,2	1,86		1,9					
			0	1,97	4,41	6,37			5,77	1,9	2,88	1,51		2,1					
				1,96	4	3,8			6,76	2,48	3,34	1,5		2,14					
						3,25			5,12	2,64	3,17	1,63		2,04					
						2,63			5,06	1,94	3,53	1,52							
						1,97			5,55		3,67	2,02							
						3,41			5,3		3,69	1,1							
						3,43			4,89		3,88								
						3,4			5,22		4,03								
						3,57			6,06		4,44								
						4,12			6,81		4,65								
						4,64			6,73		5,1								
						5,25			5,25		5,05								
						5,81			8,24		5,23								
						5,56			7,97		5,28								
						5			8,24		5,22								
						4,59			8,37		4,88								
						4,13			8,49		4,42								

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																				
6V30s																				
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
										9,6		0,86								
										2,83		1,15								
										3,04		0,84								
										2,68		1,34								
										1,92		2,07								
										3,55		1,65								
										3,58		1,47								
										3,92										
Total	59,79	26,42	34,1	47,05	75,72	144,42	210,78	78,73	52,75	273,02	72,81	258,12	92,81	58,37	87,17	107,59	125,08	45,98	196,93	82,1
Zeros	30	48	27	37	17	33	8	34	43	16	19	50	23	14	32	43	50	13	30	28

Tabela 41 – Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 6V30s.

Pós	Perímetro ( $\mu\text{m}$ )	Distância Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Porcentagem	Média da Camada ( $\mu\text{m}$ )	Média da Camada Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Redondeza
1	51,56	14,48	28%	1,42	4,98	1,42
2	62,76	8,11	13%	0,47	3,30	1,13
3	51,45	17,66	34%	0,81	2,27	1,51
4	62,67	19,89	32%	0,89	2,94	1,73
5	52,31	36,92	71%	1,65	2,61	1,45
6	75,34	33,83	45%	2,33	4,95	1,44
7	56,33	46,83	83%	4,05	4,79	1,61
8	51,95	14,45	28%	1,64	5,62	1,23
9	69,31	20,94	30%	0,79	2,20	1,80
10	78,03	57,91	74%	4,02	5,25	2,26
11	56,5	37,76	67%	1,46	2,35	1,45
12	105,04	52,26	50%	2,56	5,06	1,50
13	62,96	44,06	70%	1,66	2,81	2,04
14	32,87	20,46	62%	1,95	3,65	1,50
15	70,24	37,25	53%	1,41	2,91	1,43
16	67,14	15,3	23%	1,96	8,97	1,20
17	83,85	27,84	33%	1,67	5,00	1,29
18	32,63	19,83	61%	1,48	2,55	1,44
19	71,39	34,88	49%	3,65	8,21	1,48
20	53	25,04	47%	1,61	3,61	1,28
Média	62,37	29,29	48%	1,87	4,20	1,51



Tabela 42 - Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 6V 60s.

<b>Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (<math>\mu\text{m}</math>)</b>																			
<b>6V60s</b>																			
<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
5,15	6,43	4,06	10,14	1,35	1,33	2,64	2,69	5,09	0,97	4,44	3,51	3,37	4,11	1,9	2,09	1,04	3,11	3,73	7,51
4,6	6,05	3,66	9,81	1,53	2,36	2,99	3,56	4,51	0,48	4,61	3,88	3,62	3,71	2,13	2,7	1,13	3,1	4,02	7,26
2,82	6,18	3,57	13,45	5,66	2,76	2,07	3,17	4,43	0,96	5,05	3,66	3,83	3,15	1,59	3,71	1,72	3,54	3,08	7,33
3,43	6,04	3,89	14,22	5,66	3,14	1,91	3,02	4,67	1,41	5,48	3,61	3,43	2,85	1,19	3,29	2,32	3,7	3,29	2,63
4,81	5,78	4,28	13,66	1,05	3,39	1,35	2,53	4,91	1,42	5,45	3,92	3,11	2,76	1,15	2,7	2,42	3,33	3,38	2,35
5,4	6,46	4,73	9,78	1,24	3,13	1,48	2,26	6	4,71	2,68	7,47	2,67	2,45	1,71	2,34	2,34	3,31	3,92	5,82
4,87	6,4	2,54	9,6	1,93	3,34	3,52	7,57	6,27	4,77	3,48	7,47	2,52	5,71	1,31	2,93	4,38	3,71	2,17	6,56
4,71	4,75	2,03	9,77	2,19	5,35	3,73	7,53	2,79	6,32	3,64	7,68	3,13	5,24	2,21	3,63	4,96	2,43	2,71	1,21
3,65	4,29	2,52	9,62	1,54	4,53	3,57	7,26	1,89	5,85	3,36	8,28	1,57	5,08	3,06	3,4	4,75	3,28	3,4	1,04
3,5	3,1	2,83	8,73	1,82	5,46	5,16	7,86	3,27	1,32	3,32	8,86	4,15	5,37	3,12	3,34	5,02	3,23	4,76	3,79
3,87	2,86	2,9	7,76	2,11	5,69	4,62	8,79	4	1,3	3,86	8,46	4,28	5,67	2,17	4,97	4,73	3,1	4,59	5,23
4,27	3,01	2,04	7,03	2,41	5,91	1,64	9,33	4,94	1,48	3,42	6,73	3,95	5,58	2,37	4,32	4,72	3,26	4,76	6,29
4,89	3,46	2,25	5,54	2,9	5,43	1,69	9,83	4,7	1,92	2,69	7,04	3,58	5,53	2,16	3,85	4,75	7,85	4,68	6,36
5,15	3,46	2,39	5,99	3,44			9,65	4,39	2,47	2	7,61	3,1	5,3	1,74	3,38		6,98	2,4	5,13
4,6	3,86	3,23	5,55	3,23			10,25	3,95	2,36	2,65	6,98	2,25	5,14	2,08	3,74		6,33	2,63	4,61
4,15	0,71	2,95	5	2,79			10,27	3,66	5,06	3,08	6,53	3,11	1,82	2,03	3,46		6,55	2,62	4,95
3,34	1,22	2,94	5,15	2,59			10,06	3,37	4,02	2,87	7,32	3,21	1,74	2,07	3,38		6,24	2,21	3,78
3,59	1,47	2,94	5,24	2,46			9,77	3,29	3,09	4	5,01	1,96	1,98	2,34	3,19		7,05	4,15	3,23
4,82	1,87	2,91	4,9	2,28			9,49	3,19	2,3	3,44	4,88	1,8	2,28	2,77	3,16		7,96		7,5
4,38	2,41	2,29	7,27	2,39			9,74	3,17	2,3	2,72	4,04	1,88	3,12	2,69	4,11		8,73		7,35
2,5	3,18	2,6	8,32	2,54			9,52	3,88	2,5	2,74	3,03	1,81	3,9	2,75	4		9,95		7,28
2,4	3,35	3,55	9,04	2,1			9,37	4,26	2,36	3,36	2,61	2,1	3,88	2,8	3,04		9,56		6,84
2,49	3,2	3,04	9,43	1,63			9,11	4,22	2,36	3,57	2,94	2,86		3,77	3		8,85		1,57

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
6V60s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
2,52	3,2	2,57	9,15	1,85			8,7	4,34	2,25	3,36	3,54	3,28		2,45	2,73		8,87		1,77
2,27	3,48	2,44	9,42	1,87			8,11	4,85	5,09	3,55	3,57	3,21			3,19		7,43		1,48
1,99	3,62	2,14	9,4	2,11				5,59	4,09	3,81	7,39	2,45			2,68		3,03		
2,16	3,89	2	8,2	1,99				5,56	4,27	4,46	5,45	2,15			3,13		3,75		
1,85	4,17	2	6,87	1,8				5,09	1,33	2,55	3,61	2,31			3,65		5,14		
1,72	4,09	2	5,72	2,18				3,38	1,54	1,98	3,63	1,82			4,24		5,78		
2,69	4,04	1,99	5,33	2,61				3,46	1,66	1,35	3,62	1,8			4,38		5,62		
3,1	4,04	1,62	5,25	2,37				4,7	4,78	1,64	4,97	1,47			1,47		4,85		
3,01	4,04	1,72	5,57	2,32				4,39	4,66		4,97	1,89			1,5		4,15		
2,6	3,87	1,81	6,17	2,74				3,95	4,55		4,97	1,08					3,37		
2,84	3,87	2,47	6,36					3,66	4,44		4,26	0,84					3,22		
3,51	3,73	2,84	7,26					3,37	2,65		3,17	1,73					3,66		
3,71	4,85	3,24	5,05					3,29	2,16		2,75						3,58		
3,8	5,99	3,24	5					3,19			2,58						3,07		
4,17	6,92	2,41	5,34					3,17			3,57						2,87		
3,29	7,06	3,33	5,67					3,88			3,79						3,57		
3,57	4,65	4,31	5,44					4,26			4,25						3,39		
3,55	3,69	4,47	5,56					4,22			4,6						3,75		
3,24	6,36	4,25	4,69					4,34			3,27						3,72		
2,53	6,9	3,64	4,09					4,85			2,46						3,18		
2,53	5,6	3,9	4,97					5,59			2,62						2,59		
2,31	4,21	3,83	5,07					5,56			3,47						2,46		
2,55	3,58	4,09	5,16					5,09			3,03								
	3,58	4	3,7					3,38			2,93								
	3,56	3,92	3,35					3,46			2,6								

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																				
6V60s																				
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	
	4,03		3,63					4,11			2,23									
	4,11							4,27			2,52									
	4							4,47			3,03									
	2,39							4,13			3,57									
	2,58							4,31												
								4,12												
								2,16												
								2,17												
								5,23												
								7,37												
								8,21												
								7,47												
								6,12												
								4,62												
								3,67												
								3,06												
								3,34												
								4,26												
Total	158,9	219,64	144,37	346,42	78,68	51,82	36,37	189,44	284,56	105,2	104,61	237,94	91,32	86,37	53,56	104,7	44,28	216,2	62,5	118,87
Zeros	42	30	45	48	3	26	36	42	25	41	31	18	32	21	5	39	30	11	40	26

Tabela 43 - Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 6V60s.

Pós	Perímetro ( $\mu\text{m}$ )	Distância Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Porcentagem	Média da Camada ( $\mu\text{m}$ )	Média da Camada Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Redondeza
1	103,03	53,9	52%	2,17	3,45	2,16
2	96,78	58,89	61%	2,65	4,14	1,65
3	101,72	53,82	53%	1,55	3,01	1,50
4	108,58	57,98	53%	3,57	7,07	1,30
5	34,24	31,98	93%	2,38	2,38	1,36
6	50,62	12,69	25%	1,33	3,99	1,57
7	48,95	17,16	35%	0,74	2,80	1,66
8	78,48	23,96	31%	2,83	7,58	1,37
9	87,41	58,95	67%	3,13	4,31	2,28
10	86,03	35,49	41%	1,37	2,92	3,61
11	77,71	38,32	49%	1,69	3,37	1,62
12	85,3	63,29	74%	3,40	4,58	1,77
13	75,6	36,84	49%	1,36	2,61	1,56
14	53,97	23,21	43%	2,01	3,93	1,34
15	31,05	26,81	86%	1,85	2,23	1,73
16	86,21	38,56	45%	1,47	3,27	1,71
17	51,21	16,17	32%	1,03	3,41	1,46
18	70,01	53,5	76%	3,86	4,80	1,74
19	69,48	26,98	39%	1,35	3,47	1,75
20	46,66	20,43	44%	2,33	4,75	1,55
Média	72,15	37,45	52%	2,10	3,90	1,73

Tabela 44 - Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 6V 120s.

<b>Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (<math>\mu\text{m}</math>)</b>																			
<b>6V120s</b>																			
<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
3,29	4,86	9,28	1,46	2,07	1,63	1,56	2,03	1,72	0,97	5,38	3,27	4,58	2,97	1,35	3,62	3,11	6,49	2,91	2,52
3,03	3,21	5,84	1,22	1,5	1,63	1,35	1,94	1,86	0,48	3,18	2,63	5,06	2,76	1,53	3,9	2,57	3,97	4,02	3,19
3,15	4,27	8,64	5,26	2,12	1,83	1,32	2,53	2,04	0,96	3,85	2,86	5,13	2,66	1,78	4,34	2,44	3,57	4,61	3,92
3,41	4,57	8,85	4,16	2,46	1,17	1,07	2,46	1,93	1,41	4,24	2,83	4,97	3,46	2,17	4,26	2,05	3,3	4,39	1,68
3,27	3,45	5,98	2,76	2,52	1,32	1,33	2,4	4,6	1,42	4,91	2,92	4,6	2,73	1,77	4,37	1,84	3,69	4,02	1,21
3,35	2,51	6,41	2,28	2,45	1,79	1,37	2,84	4,69	4,71	7,11	3,23	4,59	2,67	1,49	4,43	1,72	2,87	2,25	1,44
2,97	2,75	4,48	2,19	2,33	2,29	2,29	3,32	4,94	4,77	8,21	3,42	4,55	3	1,42	4,21	1,67	3,12	2,16	1,6
2,71	3,98	4,23	2,1	2,04	1,93	1,81	3,47	4,69	6,32	9,51	3,55	3,94	2,62	1,73	3,85	1,34	3,53	2,82	6,26
2,58	3,71	3,69	5,16	1,63	1,52	1,57	3,15	3,32	5,85	10,46	3,49	3,38	2,51	1,94	3,67	2,32	3,49	3,05	5,44
3,29	3,69	3,26	5,24	1,14	1,37	2,19	2,96	3,23	1,32	9,72	3,02	3,64	2,18	2,2	3,42	2,37	3,73	2,62	4,85
3,03	3,74	3,3	5,25	1,06	2,3	2,25	2,58	2,84	1,3	7,62	2,94	3,45	2,47	4,01	3,2	1,86	4,24	1,98	5,23
3,15	3,34	3,49	5,43	0,84	2,18	2,07	2,34	2,06	1,48	6,99	3,49	3,72	2,6	4,42	2,65	1,47	4,46	1,97	4,39
3,41	3,4	3,64	5,75	1,93	2,03	2,06	2,48	1,81	1,92	6,5	3,68	3,58	2,45	5,15	2,9	1,35	4,58	2,94	3,58
3,27	2,87	3,61	6,05	1,76	1,98	4,26	2,58	5,45	2,47	6,35	3,52	3,7	1,87	4,07	3,87	1,74	4,58	3,26	3,29
3,35	2,96	3,33	5,98	1,58	1,94	3,79	2,52	4,97	2,36	6,01	4,15	3,2	2,34	3,35	4,22	1,89	3,82	3,02	3,73
2,97	3,33	3,11	3,61	1,46	1,88	4	2,1	5,32	5,06	6,17	4,44	2,96	3,25	1,63	4,02	1,89	2,85	2,05	3,4
2,71	3,88	3,72	3,57	1,41	1,99	2,71	1,88	3,89	4,02	6,17	4,57	3,46	3,64	1,95	3,65	1,97	2,94	1,41	5,24
2,58	1,72	2,58	2,99	1,48	1,87	2,63	1,53	3,02	3,09	5,79	3,11	3,71	4,12	2,69	3,56	2,49	2,32	2,43	5,92
5,93	1,39	2,52	2,25	1,49	2,1	2,35	2,12	2,84	2,3	9,3	2,62	3,95	4,29	2,06	3,21	2,92	1,92	1,24	6,97
5,01		2,41	2,34	1,18	2,2	0,9	2,36	2,94	2,3	8,95	2,69	4,46	3,93	1,95	2,79	2,64	1,74	1,59	8,44
4,05		2,56	2,71	1,18		0,77	2,21	1,29	2,5	9,04	2,77	3,95	3,76	2,07	2,16	2,22	2,13	1,54	9,37
2,74		2,56	2,71	1,54		0,9	2,42	1,17	2,36	7,82	3	3,46		1,54	2,33	2,09	2,78	1,82	3,28
2,95		1,95	3,63	3,5			2,81	1,22	2,36	6,93	4,05	3,39		1,99	2,33	1,85	3,35	2,17	3,18

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
6V120s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
3,52		2,53	3,29	3,27			3,17	1,19	2,25	5,89	5,34	4,41		2,12	2,05	1,85	3,07	2,78	3,4
4,01		2,88	3,95	2,16			3,12	0,9	5,09	12,44	6	5,16		2,56	2,04	2,44	5,65	2,58	4,16
4,27		3,19	3,92	1,9			3,24	1,1	4,09	11,08	5,82	4,84		3,33	2,73	1,89	5,09	2,66	2,06
4,11		4,08	4,54	1,81			3,65	1,25	4,27	11,49	1,02	4,12		3,9	3,81	1,45	5,12	3,24	
3,92		4,27	4,72	2			3,6	2,55	1,33	10,15	0,79	4,32		3,83	3,68	1,26	4,24	4,41	
3,55		4,48	4,71	1,83			3,42	2,66	1,54	10,32	1,47	5,74		3,67	2,58	1,3	3,22	5,32	
3,39		4,98	7,5	1,81			3,45	2,73	1,66	11,82	3,62	6,15		3,19		2,19	2,37	8,12	
3,18		4,99	7,7	1,97			3,34	2,35	4,78	12,24	4,97	5,45		2,71		2,94	2,6	8,18	
3,28		5,16	4,81	2,16			3,35	1,81	4,66	9,21	4,97	5,59		1,49		3,31	2,47	8,85	
3,38		5,29		2,38			3,44	4,65	4,55	12,18	4,97	5,2		1,44		3,22	6,3		
3,36		5,11		2,24			3,86	5,03	4,44	14,63	4,26	4,05		1,71		2,36	4,71		
3,14		5,05		1,5			4,27	4,82	2,65	15,21	3,17	3,5		2,39		1,64	4,11		
3,15		3,9		2,44			4,54	4,59	2,16	14,7	2,75	3,38		3,1		2,48	4,49		
1,88		4,3		2,52			4,51	4,69		13,64	2,58	4,06		4,61		2,3	5,46		
2,11		2,74		3,21			3,98	2,92		13,17	3,57			7,26		3,1	4,04		
2,22		1,92		3,58			3,61	3,07		13,22	3,79			6,71		2,94	2,77		
2,42				3,95			3,37	2,89		12,49	4,25			7,98		3,44	3,39		
2,4				3,83			3,19	3,1		11,34	4,6			9,01		3,55	3,75		
2,61							3,27	1,25		12,8	3,27			9,9		3,37	3,72		
2,8							3,19	1,34			2,46			10,42		3,81	3,18		
2,25							2,16				2,62			10,49		3,81	2,59		
1,83							2,23				3,47			10,04		3,03	2,46		
2,27							2,52				3,03			8,79		2,3			
2,92							1,93				2,93			1,78		2,48			
3,3							1,54				2,6			1,72		2,32			

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
6V120s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
3,01							1,69				2,23					2,34			
3,1							1,85				2,52					2,37			
2,97							1,92				3,03					2,31			
3,42							2,47				3,57					2,19			
3,52							3,48									2,07			
3,72							3,91									1,73			
3,94							2,64									1,31			
2,53							2,09									1,72			
2,66							1,53									1,69			
0,66							2,06									1,97			
0,72							2,23									2,05			
0,62							2,79									1,92			
1,05							3,3									1,88			
1,81							3,92									1,7			
2,23							4,64									1,66			
2,37							4,25									0,92			
2,47							3,97									3,11			
2,66							3,59									2,57			
2,86							3,57									2,44			
3,22							2,1									2,05			
							1,69									1,84			
							2,12									1,72			
							3,63									1,67			
							3,44									1,34			
							4,45									2,32			

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
6V120s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
																2,37			
																1,86			
																1,47			
																1,35			
																1,74			
																1,89			
																1,89			
																1,97			
																2,49			
																2,92			
																2,64			
																2,22			
																2,09			
																1,85			
																1,85			
																2,44			
																1,89			
																1,45			
																1,26			
																1,3			
																2,19			
																2,94			
																3,31			
																3,22			
																2,36			



Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
6V120s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
																1,64			
																2,48			
																2,3			
																3,1			
																2,94			
																3,44			
																3,55			
																3,37			
																3,81			
																3,81			
																3,03			
																2,3			
																2,48			
																2,32			
																2,34			
																2,37			
																2,31			
																2,19			
																2,07			
																1,73			
																1,31			
																1,72			
																1,69			
																1,97			
																2,05			

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																				
6V120s																				
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
																	1,92			
																	1,88			
																	1,7			
																	1,66			
																	0,92			
Total	201,01	63,63	164,31	129,24	85,23	36,95	44,55	212,31	126,73	187,59	388,23	96,69	157,4	62,28	178,41	97,85	284,84	145,18	106,41	107,75
Zeros	16	9	24	21	13	2	29	7	15	15	12	39	6	14	23	46	21	0	36	24

Tabela 45 - Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 6V120s.

Pós	Perímetro ( $\mu\text{m}$ )	Distância Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Porcentagem	Média da Camada ( $\mu\text{m}$ )	Média da Camada Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Redondeza
1	83,49	68,28	82%	2,39	2,96	1,40
2	31,58	20,21	64%	2,27	3,35	1,67
3	79,56	49,52	62%	2,61	4,21	2,02
4	61,24	36,66	60%	2,44	4,04	1,96
5	64,6	47,45	73%	1,58	2,08	1,94
6	19,62	17,6	90%	1,68	1,85	1,82
7	53,1	24,62	46%	0,87	2,03	1,33
8	87,71	79,66	91%	2,65	2,91	1,82
9	56,86	42,35	74%	2,19	2,95	1,64
10	90,82	69,19	76%	2,98	2,92	1,54
11	179,94	131,42	73%	7,19	9,24	2,74
12	76,5	30,87	40%	1,42	3,38	1,29
13	42,29	32,9	78%	3,66	4,25	1,55
14	41,23	22,05	53%	1,78	2,97	1,41
15	82,99	55,08	66%	2,51	3,72	1,54
16	83,35	30,36	36%	1,30	3,37	1,46
17	99,39	69,6	70%	1,91	2,23	1,92
18	37,64	37,64	100%	3,72	3,65	2,69
19	73,57	32,89	45%	1,56	3,33	2,46
20	68,93	34,77	50%	2,16	4,14	1,60
Média	70,72	46,66	67%	2,44	3,48	1,79

Tabela 46 - Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 9V 30s.

<b>Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)</b>																			
<b>9V30s</b>																			
<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
3,34	5,28	9,16	3,31	2,94	1,82	8,8	3,86	3,55	5,16	1,76	5,63	3,85	3,42	7,97	2,03	4,52	3,56	2,51	3,21
3,43	4,62	8,65	3,66	2,01	3,05	9,69	2,12	3,23	4,82	1,77	5,1	3,74	2,35	3,16	2,03	5,36	3,96	1,99	2,08
2,95	4,33	8,16	5,3	2,16	3,58	11,14	1,82	2,87	1,98	1,88	4,87	2,37	3,48	2,75	2,03	6,24	4,15	1,77	1,76
2,15	4,55	8,05	5	3,01	3,89	12,38	3,55	2,24	2,54	2,2	4,87	2,52	3,79	2,34	5,67	6,56	4,87	2,08	2,28
1,92	4,09	8,57	3,86	3,96	4,37	12,94	5	1,86	2,49	2,32	4,87	3,06	3,45	1,94	4,74	6,95	5,09	1,64	3,23
2,16	4,41	8,95	3,3	5,9	4,57	13,84	6,44	2,04	3,33	2,44	4,87	3,06	2,83	2,86	4,33	7,75	5,31	1,34	2,77
2,97	4,47	9,22	3,64	7,39	4,7	13,57	6,68	2,88	1,92	2,3	4,53	2,95	2,37	3,03	3,83	7,85	5,86	0,54	2,54
3,42	4,62	8,81	4,46	8,18	0,64	12,21	5,73	2,52	1,57	2,36	4,22	2,63	1,86	3,41	3,68	7,52	6	0,56	2,54
4,13	4,15	6,72	4,44	8,86	1,27	10,75	5,66	2,65	2,79	3,3	4,75	3,68	3,37	2,88	4,06	6,96	4,02	0,84	2,33
2,59	3,14	5,53	3,27	9,13	3,33	9,23	4,46	0,63	1,03	3,32	6,46	4,38	2,74	3,59	5,93	5,88	3,57	2,13	2,09
2,04	3,12	5,5	3,96	9,67	2,15	7,79	3,45	1,44	1,28	4,18	5,63	4,36	2,38	3,49	7,21	5,08	3,04	1,98	1,87
1,73	4,24	5,78	5,29	9,57	1,06	2,18	3,02		1,14	4,18	5,1	4,41	2,22	4,26	7,81	4,35	2,34	2,41	2,21
1,84	4,07	6,05	6,1	9,45	1,54	1,55	3,34		0,79	4,59	4,87	3,91	1,94	4,13	2,32	3,96	2,73	2,35	2,81
1,66	4,16	5,66	6,31	8,87	2,45	0,32	3,31		1,01	4,72	4,87	2,14	1,87	3,84	1,79	3,82	2,7	2,07	13,9
2,19	2	5,4	5,08	8,28	3,33	1,08	4,14		2,65	4,72	4,87	2,17	2,15	4,36	1,13	3,76	3,02	1,46	14,01
2,68	2	5,35	3,79	7,5	4,26	1,63	3,39		2,66	3,84	4,87	1,89	2,19	5,54	1,02	4,52	3,76	1,34	13,53
1,97	0,91	4,75	3,51	6,41	5,17	1,93	4,12		2,25	3,43	4,53	1,79	1,52	5,88	1,02	5,36	3,5	2,09	13,42
1,52	0,36	4,72	2,87	2,8	4,76	2,5	4,7			5,35	4,22	2,04	2	6,46	1,3	6,24	3,52	2,52	13,8
1,55	1,13	4,63	3,19	2,36		2,77	1,82			6,81	4,75	2,45	1,7	7,35	1,33	6,56	3,19	3,21	13,55
1,27	1	4,77	4,01	2,5		2,28	2,01			6,91	6,46	3,15	1,92	8,11	0,98	6,95	2,6	1,12	14,29
1,41	1,85	4,35	4,69	5,1		2,49	2,11			6,66	1,94	2,2	3,03	8,54	1,29	7,75	3,04	1,32	15,08
1,13	2,4	4,95	5,33	4,93		3,02	2,76			10,15	2,02	1,58	3,04	8,54		7,85	2,8	1,79	14,91
3,96	2,78	5,95	5,61	4,62		2,95	2,65			4,98	4,16	2,82	2,38	8,41		7,52	2,25	2,09	14,51

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
9V30s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
2,79	2,78	6,18	5,22	3,92			2,01			4,68	4	4,21	2,47	8,39		6,96	1,86	1,48	14,41
2,05	3,82	6,58	2,86	3,33			1,36			4,42	4,35	4,44	2,57	8,79		5,88	1,59	2,11	13,67
1,98	1,84	7,3	3	2,1			2,3			5,04	3,86	4,64	2,38	7,89		5,08	1,61	2,24	12,65
1,99	1,57	7,66	3,27	1,89			2,57			6	4,04	3,78	2,9	7,73		4,35	1,29	2,3	10,58
2,27		9,28	2,72	2,03			2,9			6,62	3,74	4,22	2,9	6,84		3,96	1,68		10,52
1,12		9,55	3,08	1,87			3,16			2,48	3,72	3,89	2,67	6,83		3,82	1,45		10,52
2,83		9,61	4,05	2,21			2,53			2,64	7,62	2,37	1,98	6,1		3,76	1,72		10,52
		10,51	3,73	1,82			1,89			1,94	7,13	2,33	6,55	5,8		1,22	2,25		10,62
		10,79	1,27	1,54			1,48				7	4,52	5,6	5,79		1,54	2,47		11,11
		1,21	1,42	1,21			1,16				6,44	5	3,7	5,88		1,83	2,69		11,57
		1,56	1,41	1,34			1,55				6,46	5	4,67	5,53		1,6	2,39		12,06
		1,69	1,02	1,67			1,58				6,28	4,18	5,57	6,63			2,59		12,13
		2,58	1,63	2,02			6,12				4,89	2,6	5,2	7,33			3,29		11,96
		2,82	4,54	2,45			6,45				5,71	2,25	4,54	7,29			2,7		12,11
		2,94	3,96				6,87				5,21	1,86	3,58	6,79			2,09		12,04
		2,94	4,05				7,06				4,96	1,63	2,69	6,33			1,62		5,63
		2,91					7,07				4,3	1,6	2,2	6,33			2,03		6,06
		3,17					7,07				4,31	2,64	1,94	6,37			2,03		7,06
		3,23					7,07				4,57	2,52	1,49	6,57			2,03		8,71
		3,66					6,97				5,54		2,64	6,73					10,05
		3,49					6,98				5,53		4,29	6,59					10,28
		3,1					7,44				5,04		6,24	7,01					10,95
		3					7,38				3,57		7,09	7,01					10,95
		2,79					7,31				3,52		7,35	7,01					11,81
		2,59					7,5							6,83					12,55

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
9V30s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
		2,59					7,28							6,55					12,98
		2,63					7,38							6,37					11,74
		2,97					6,9							6,08					9,01
		4,65					5,19							5,69					1,52
		4,75					3,98												1,22
		4,46					3,49												1,13
		3,53					3,44												1,2
		3					2,99												1,6
		2,11					2,6												0,62
		2,28																	0,61
		2,29																	0,85
		3,35																	1,34
		3,92																	1,86
		4,47																	1,8
		5,02																	
		5,14																	
		5,54																	
		5,75																	
		5,75																	
		5,5																	
		5,53																	
		5,58																	
		6,76																	
		7,85																	
		7,53																	

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																				
9V30s																				
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	
		7,66																		
		7,53																		
		6,05																		
		6,11																		
		6,77																		
		8,31																		
		8,75																		
		9,03																		
		8,81																		
		8,61																		
		8,03																		
		8,05																		
		8,03																		
Total	69,04	83,69	485,51	147,21	165	55,94	147,04	245,17	25,91	39,41	127,99	230,25	130,83	151,21	307,92	65,53	179,31	124,26	49,28	490,72
Zeros	32	44	8	43	24	31	48	16	41	14	40	37	30	41	57	54	22	31	45	34

Tabela 47 - Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 9V30s.

Pós	Perímetro ( $\mu\text{m}$ )	Distância Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Porcentagem	Média da camada ( $\mu\text{m}$ )	Média da Camada Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Redondeza
1	78,46	41,8	53%	1,11	2,30	1,63
2	83,78	27,77	33%	1,18	3,10	1,28
3	104,42	92,74	89%	5,35	5,65	1,34
4	94,66	49,4	52%	1,80	3,77	1,51
5	83,11	48,62	59%	2,70	4,46	1,38
6	61,83	25,88	42%	1,17	3,11	1,25
7	82,87	26,88	32%	2,07	6,39	1,22
8	91,38	60,78	67%	3,36	4,30	1,82
9	72,76	12,45	17%	0,50	2,36	1,34
10	33,14	19,21	58%	1,27	2,32	1,35
11	86,51	37,15	43%	1,78	4,13	1,5
12	80,26	42,4	53%	2,74	4,90	1,8
13	84,37	53,84	64%	1,82	3,12	1,36
14	103,7	51,63	50%	1,72	3,22	1,49
15	141,52	62,82	44%	2,82	5,92	1,83
16	82,18	22,37	27%	0,87	3,12	1,57
17	56,35	23,99	43%	3,20	5,27	1,65
18	102,08	69,27	68%	1,70	2,96	1,5
19	87,96	34,47	39%	0,68	1,83	1,39
20	128,25	92,89	72%	5,11	7,91	1,8
Média	86,98	44,818	50%	2,15	4,01	1,50



Tabela 48 - Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 9V 60s.

<b>Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)</b>																			
<b>9V60s</b>																			
<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
6,43	2,16	2,46	7,15	1,03	2,52	7,03	1,38	0,24	3,48	3,57	3,19	2,09	5	1,58	0,96	7,85	3,8	1,62	1,82
6,06	3,01	1,88	7,71	1,34	1,93	6,65	1,48	0,24	1,85	3,69	3,84	2,15	4,46	2,48	1,02	6,65	3,77	1,71	2,47
6,54	3,07	2,37	4,9	1,63	2,19	6,56	1,44	1,34	1,25	4,02	3,97	2,24	4,29	1,78	1,01	2,94	3,62	1,93	3,64
6,81	2,63	2,74	4,16	1,35	1,87	6,64	1,39	2,9	1,08	4,01	3,42	2,15	3,83	1,61	1,14	2,38	3,8	2,3	4,54
6,89	2,26	2,64	5,15	1,48	1,92	6,99	1,22	2,16	1,03	5,15	3,36	1,98	5,55	2,29	1,37	2,45	3,98	2,66	5,48
7,72	2,24	2,79	4,9	1,96	1,81	5,96	1,42	1,19	1,54	5,53	7,58	1,63	7,27	2,55	1,85	2,25	3,88	2,78	5,91
6,51	1,91	2,48	4,61	2,44	1,54	5,5	2,28	1	1,87	5,93	8,81	1,61	8,17	2,6	2,45	1,81	3,59	3,06	7,29
6,79	1,75	1,81	4,23	2,68	1,66	4,99	2,53	0,84	5,41	6	8,46	1,54	8,94	3,64	2,73	1,84	3,12	3,43	8,15
8,03	1,85	1,53	3,69	3,36	1,08	5,15	1	1,28	4,63	6	2,28	1,32	9,42	4,79	2,85	1,43	2,48	4,12	9,24
7,5	2,18	2,35	2,65	3,94	0,73	5,77	1,34	2,19	3,93	6,04	2,64	1,24	9,55	5,33	2,78	1,79	2,19	5,79	7,28
7,5	2,41	2,1	2,17	3,95	0,9	5,71	0,75	1,81	3,74	6,46	3	1,26	9,92	5,78	2,31	2,22	4,41	7,15	6,28
7,29	2,65	1,84	2,19	3,6	0,61	5,4	1,18	1,6	3,96	7,02	2,95	1,44	9,29	5,77	2,02	2,44	3,88	7,05	5,02
6,37	2,82	1,88	2,68	3,88	4,44	2,58	1,07	1,03	4,33	7,49	2,71	1,43	9,25	5,26	1,75	2,35	3,72	6,56	4,86
6,12	3,26	1,95	3,24	3,94	4,3	2,5	1,42	0,69	4,46	7,83	2,57	1,15	6,88	4,67	1,65	1,77	3,48	5,49	4,08
6,12	3,47	1,67	3,85	3,77	4,81	1,56	2,32	0,38	4,11	7,76	2,57	1,03	6,35	3,84	1,57	1,61	3,16	5,34	2,94
7,58	2,65	2,93	4,54	3,32	5,58	1,15	2,5	0,5	3,91	5,57	2,57	1,06	6,5	2,86	1,56	1,61	3,37	5,41	2,56
6,99	2,17	4,46	4,7	2,01	6,33	1,97	2,5	1,12	3,49	4,5	2,61	0,96	5,84	2,77	1,67	1,9	4,47	7,56	3,38
5,94	5,26	5,57	4,31	1,63	5,39	3,38	2,61	1,26	2,96	3,53	2,83	1,04	5,91	3,12	1,69	4,11	4,47	7,36	4,07
5,19	4,9	5,7	3,7	1,82	4,46	3,39	3,2	1,16	2,7	2,77	2,85	1,01	6,32	2,82	1,62	5,28	3,77	6,93	4,19
4,56	6,63	5,35	3,27	1,51	3,65	3,72	3,43	0,97	1,93	2,14	2,99	1,04	7,06	2,07	0,58	5,9	6,18	7,08	4,03
4,41	8,26	5,29	3,1	2,46	1,72	3,26	3,71	1,32	1,88	2,05	3,28	0,94	7,4	1,22	0,76	6,01	6,19	7,8	4,03
4,41	9,2	3,97	3,06	2,54	2,83	2,58	3,58	1,48	2,12	2,14	3,96	0,76	7,41	1,03	1,07	6,25	6,32	7,45	4,75
4,19	9,73	4,88	3,37	2,85	3,51	2,05	3,16	1,42	1,53	2,58	3,33	0,67	7,41	1,43	1,2	6,61	5,12	7,24	4,37

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
9V60s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
3,94	9,26	4,2	3,37	2,42	3,23	2,25	1,31	1,46	1,31	2,92	2,16	1	7,24	1,11	1,33	3,83	4,74	6,76	4,53
3,78	7,8	4,77	6,12	1,99	2,82	3,03	3,09	1,31	1,23	3,55	1,91	0,46	6,67	1,82	1,44	2,81	4,16	7,44	3,91
3,97	7,57	4,7	7,51	1,28	2,45	2,57	3,17	1,31	2,17	3,29	1,84	0,73	4,36	4,55	1,5	2,85	1,95	7,86	3,34
4,04	7,51	4,34	8,53	1,13	1,89	3,83	2,88	1,26	2,1	5,21	1,69	0,93	3,57	3,57	1,61	10,11	2,81	7,73	3,39
4,25	7,02	4,13	8,96	1,25	1,4	4,76	2,96	3,31	2	7,41	2,01	1,07	3,43	2,85	1,91	10,32	4,19	7,91	5,62
4,35	6,87	3,57	9,16	1,73	1,07	4,49	2,71	5,24	2,55	8,5	2,35	1,14	3,35	2,23	2,03	5,53	3,48	6,28	6,25
4,74	3,78	3,51	9,23	1,36	1,19	3,81	2,19	1,73	2,54	8,19	1,92	1,1	3,92	2,14	2	5,01	3,73	5,79	7,34
4,68	3,54	3,61	8,97	3,44	1,49	3,45	1,8	1,66	2,15	7,49	8,37	1,7	4,83	2,76	1,78	4,38	5,09	6,58	7,38
5,5	1,97	2,89	9,46	4,38	5,62	3,14	1,38		1,43	6,43	9,26	1,93	5,23	3,54	1,74	3,99	5,22	7,18	7,66
6,79	2,63	2,18	6,1	3,62	6,27	3,52	1,16		1,29	5,25	10,62	1,89	5,48	2,33	1,74	3,29	5,02		7,22
6,64	2,92	2,28	6,3	2,48	5,01		1,45		0,84	4,56	10,88	1,3	5,29	2,09	3,57	2,85	2,89		7,15
6,24	3,06	3,55	6,04	2,52	3,46		1,94		0,86	4,14	9,98	1,3	4,31	2,46	2,48	3	2,01		7,51
6,3	2,31	3,69	6,17	1,64	1,68		2,07		1,41	3,6	9,99	1,31	4,03	3,58	2,36	4,05			8,63
1,21			6,46	2,41	2,02		2,39		1,22	3,44	6,36	1,04	3,23		2,1	4,3			8,47
1,53			6,08	2,47			2,12		1,34	6,24	7,62	0,79	4,54		1,89	4,3			7,77
2,22			6,37	2,49			1,51		0,82	6,95	9,33	0,58	5,77		1,79	4,31			6,31
2,76			6,32	2,14			1,36		1,44	7,42	4,53	0,85	6,52		1,59	3,23			6,77
3,69			6,76	3,41			1,32		1,74	8,84	5,62	1,03	7,39		1,41	1,29			6,56
4,25			8,2	3,88			1,39		1,5	8,91	6,3	1,38	8,12		1,28	1,29			5,62
4,87			10,57	3,44			2,29		1,12	8,02	6,35	1,94	7,4		1,24	1,51			4,43
5,29			13,79	2,37			2,37		0,76	6,96	5,42	3,51	6,59		1,26	1,57			1,64
5,29			12,69	2,24			2,34		0,72	7	4,91	3,74	6,35		1,4	1,83			1,64
5,29			12,21	1,84			2,25		1,49	6,84	4,48	3,65	5,74		1,53	1,54			2,32
5,02			13,26	1,66			0,89		1,9	6,06	5,55	3,61	4,58		1,69	1,36			4,08
3,8			14,91				0,72		1,55	6,31	11,71	3,49	4,18		1,81	1,89			4,53

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
9V60s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
2,25			1,92				0,72		1,27	6,93		3,51	3,66		1,96	2,6			4,55
1,96			2,35				0,52		1,47	6,78		1,99	3,02		2,16	3,02			5,11
2,3			2,52				0,52		2,13	7,18		2,26			3,42	2,63			5,61
3,13			2,4				0,52		1,35	5,34		2,33			4,22	1,79			6,4
2,48			2,18				0,75		1,08	4,53		2,57			3,93	0,86			7,3
1,11			2,39							3,8		2,54			3,52	1,13			7,47
2,23										2,85		1,16			3,09				
4,74										2,12		1,25			2,81				
4,38										1,5		1,35			2,81				
3,81										1,36		1,39			2,75				
4,32										2,95		1,08			2,66				
4,2										4,63		0,86			2,29				
3,81										4,61		0,56			1,99				
3,03										3,92		0,45			2,72				
3,63										1,66		0,59			3,36				
5,9										1,75		0,74			3,89				
7,7										2,29		0,9			1,08				
2,37										2,62		1,14			1,2				
3,61										2,62		1,43			1,35				
2,99										2,59		1,36			0,88				
1,75										2,33		0,98			0,99				
1,72										2,37		0,85			1,14				
2,27										4,68					1,19				
2,85										3,31					1,08				
2,69										4,14					0,98				

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																				
9V60s																				
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
	2,87										4,21					0,95				
											4,84					0,87				
																0,78				
																1,15				
Total	340,49	152,71	118,06	320,63	116,08	105,38	135,34	99	45,4	111,97	363,22	236,93	104,5	300,82	106,32	143,31	181,92	138,06	181,35	286,89
Zeros	13	32	21	17	8	10	25	33	19	11	7	30	58	57	21	36	45	7	22	20

Tabela 49 – Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 9V60s.

Pós	Perímetro ( $\mu\text{m}$ )	Distância Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Porcentagem	Média da camada ( $\mu\text{m}$ )	Média da Camada Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Redondeza
1	106,94	94,68	89%	3,91	4,60	1,67
2	95,26	51,38	54%	2,25	4,24	1,91
3	72,91	51,26	70%	2,07	3,28	1,46
4	76,44	55,13	72%	4,52	5,94	1,23
5	67,45	51,83	77%	2,11	2,47	1,33
6	59,4	49,4	83%	2,24	2,85	2,53
7	71,45	40,03	56%	2,33	4,10	1,41
8	103,54	59,16	57%	2,51	4,10	1,55
9	66,62	37,15	56%	0,91	1,46	1,58
10	82,62	65,57	79%	1,75	2,11	1,60
11	99,84	96,08	96%	4,43	4,84	1,60
12	121,05	90,12	74%	3,04	4,94	2,03
13	56,43	33,05	59%	0,82	1,49	2,64
14	137,62	67,9	49%	2,81	6,02	1,41
15	72,94	43,7	60%	1,87	2,95	1,64
16	58,25	34,45	59%	1,27	1,86	1,90
17	136,7	81,88	60%	1,84	3,37	2,11
18	49,08	36,83	75%	3,29	3,94	1,29
19	59,28	30,74	52%	3,36	5,67	1,32
20	96,21	71,26	74%	3,88	5,31	2,56
Média	84,50	57,08	68%	2,56	3,78	1,74

Tabela 50 - Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 9V 120s.

<b>Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)</b>																			
<b>9V120s</b>																			
<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
2,99	6,33	3,9	7,37	1,62	13,1	4,46	3,53	2,85	5,66	2,47	7,08	4,41	7,03	2,96	1,88	3,56	1,54	6,71	1,08
3,26	4,77	3,9	7,88	1,44	13,76	4,07	4,04	3,43	3,82	2,31	6,74	4,33	6,64	3,15	2,09	2,85	1,37	5,23	0,73
2,96	3,24	3,82	8,32	1,48	14,5	4,86	3,46	2,74	4,75	2,16	5,65	5,43	6,64	3,26	2,49	2,94	1,46	3,81	0,85
2,51	3,15	3,71	8,92	1,45	14,38	6,78	2,96	3,32	3,54	2,56	5,35	5,81	5,47	3,12	3,15	3,02	1,57	3,29	1,16
1,8	3,24	3,57	8,54	1,34	14,17	8	2,18	5	4,31	3,44	6,64	6,02	3,63	2,72	3,73	4,95	1,67	3,38	1,59
1,68	2,79	3,36	8,19	1,47	13,46	8,89	1,77	5,08	5,16	3,96	8,02	5,57	3,2	2,19	3,38	5,11	1,88	3,55	2,99
1,39	2,54	3,15	7,82	1,49	12,86	9,45	1,93	4,92	6,48	1,68	9,31	5,24	3,17	1,99	3,34	3,69	1,79	3,88	4,2
1,63	2,05	3,03	8,23	1,67	12,13	10,43	1,28	4,35	4,59	3,66	10,34	5,07	3,13	2,54	3,32	2,81	1,73	4,55	5,17
1,87	2,29	2,93	8,93	1,66	11,37	9,82	1,28	1,25	5,56	3,41	11,31	4,99	4	3,6	3,19	2,33	1,67	5,11	5,29
2,23	1,37	2,82	9,09	1,65	11,2	9,76	0,8	1,37	5,04	2,64	10,9	4,14	5,29	3,22	3,73	2,02	1,36	6,21	5,29
2,78	1,63	3,14	9,07	1,57	10,93	9,15	1,08	1,95	5,1	2,82	9,64	4	6,23	3,31	3,82	2,16	0,96	6,57	4,93
3,58	1,35	3,59	8,77	1,43	11,12	8,43	0,84	1,91	5,41	3,21	8,21	2,29	6,91	3,49	3,06	2,26	0,78	6,94	4,41
3,12	2,69	6,69	8,39	1,29	8,74	7,37	3,61	0,75	5,57	3,7	8,23	2,06	7,17	3,41	2,33	2,66	1,03	7,19	3,93
1,34	2,28	6,76	8,38	1,18	7,73	6,76	10,77	0,74	6,95	3,79	8,79	1,72	6,72	0,65	3,95	2,38	2,69	5,99	3,35
1,7	1,85	6,29	8,54	1,07	7,72	5,58	10,03	0,55	3,19	3,52	8,71	1,83	2,64	3,46	4,12	2,22	2,13	5,82	3,87
2,32	1,99	6,11	9,3	0,98	7,53	4,54	7,3	0,7	3,18	4,49	7,92	1,83	1,28	3,5	4,52	2,56	1,72	5,57	3,96
2,19	0,7	5,76	10,28	1,12	7,8	4,01	4,09	0,89	1,98	2,42	7,54	2,64	3,5	2,8	4,28	2,73	1,5	4,91	4,43
2,57	0,75	5,48	11,04	1,14	7,55	3,82	3,94	2,27	1,13	2,37	7,3	2,84	3,63	2,96	4,08	2,35	1,43	4,42	4,58
3,12	0,63	5,1	6,33	1,32	7,47	3,51	3,92	3,98	0,7	1,95	6,5	2,06	3,01	3,15	3,98	1,88	1,57	4,66	4,93
3,35	0,82	4,8	4,99	1,56	7,49	2,74	3,71	2,53	0,79	1,12	3,97	2,16	2,99	3,26	4,11	2,15	1,73	4,98	5,97
3,29	0,7	4,42	3,69	1,78	6,99	2,09	4,64	2,43	0,99	1,89	5,65	2,64	2,61	3,12	4,34	2,03	1,91	5,97	10,44
3,01	2,42	4,09	3,51	4,01	6,89	2,1	5,1	2,71	1,49	2,16	6	2,64	2,33	2,72	4,05	1,91	2,07	6,93	10
2,4	2,09	3,84	3,4	3,74	6,7	2,71	5,96	2,61	1,67	2,93	5,74	2,64	3,29	2,19	3,21	4,38	2,27	7,43	9,33

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
9V120s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
2,84	2	3,75	4,06	3,27	6,51	2,49		2,21	3,98	3,58	5,15	2,64	2,95	1,99	3,4	4,72	2,24	7,74	8,05
3,84	2,04	3,65	5,01	3,24	6,77	2,4		2,69	1,46	2,29	4,29	0,95	5,33	2,54	3,6	4,52	2,28	7,1	7,52
4,3	2,5	3,45	4,32	3,2	6,84	2,53		2,61	1,66	2,31	3,09	3,28	4,04	3,6	3,68	4,36	2,18	6,54	6,37
0,84	2,64	3,42	4,28	3,29	6,76	3,11		2,37	1,63	2,34	2,53	3,56	2,85	3,22	3,95	4,26	2,12	6,49	5,02
0,83	3	3,49	4,5	3,1	7,08	3,47		2,37	0,73		2,63	3,28	2,84	3,31	3,7	4,55	1,95	5,21	4,84
0,96	2,91	3,48	4,72	2,27	7,09	4,11		2,15	1,35		2,27	2,55	2,06	3,49	3,73	4,12	1,81	4,14	5,08
1,84	0,83	3,38	2,88	1,8	7,09	5,45		1,85	2,28		1,88	2,4	2,33	3,41	1,23	5,02	1,64	3,22	4,85
3,36	0,51	3,25	2,69	1,82	6,55	2,23		2,43	1,73		1,8	3,58	1,71	2,25	0,54	6,22	1,29	4,27	3,61
3,61		2,95	2,76	1,92	5,21	2,77		2,43	1,32		1,63	3,85	1,19	2,83	0,52	3,92	1,24	3,84	3,82
3,5		2,8	3,71	1,93	6,17	3,33		1,4	1,23		1,62	2,87	0,9	3,51	0,48	3,54	1,19	3,59	3,84
3,62		2,6	3,03	1,92	6,28	3,33		0,98	1,28		2,11	2,81	1,36	3,24	0,78	3,64	0,97	4,04	3,82
2,91		2,3	3,29	1,94	6,38	3,32		1,07	0,98		1,99	2,31	1,57	1,83		4,65	1,72	4,3	4,07
2,77		2,22	3,79	1,92	5,99	3,77			1,59			2,61	1,92	2,27		4,97	1,96	5,24	5,18
2,58		2,21		1,84	5,8	3,99			1,06			2,8	4,37	2,61		5,19	2,59	3,86	6,43
3,62		2,2		1,83	5,01	3,9			1,06			2,52	5,04	3,06		5,37	2,57	2,78	7,5
4,05		2,1		2,02	4,51	3,91			1,74			2,43	5,33	2,77		2,33	2,33	2,28	7,42
4,31		2,08		1,95	4,41	3,77			2,29			3,07	4,27	2,35		2,66	2,23	1,9	1,69
4,02		1,97		1,79	4,11	3,77			2,09			3,65	4,21	1,88		3,43	2,07	1,86	1,69
3,88		1,79		1,73	4,16	3,77			1,75			3,44	4,5	1,72		4,06	1,8	1,58	
3,84		1,69		1,69	3,01	3,75			1,84			3,32	4,63			3,93	1,84	1,73	
3,74		1,64		1,64	2,93	3,64						3,03	4,71			3,88	1,87	3,02	
3,93		1,57		1,55	3,19	3,76						2,89	4,6			3,8	0,75	3,73	
2,79		1,56		1,69	3,46	3,9						2,4	3,94			2,47	0,6	3,76	
1,97		1,58		2,21	4,05	7,4						2,08	3,94			2,78	1,26	3,09	
1,77		1,42		1,73	4,58	4,16						1,94	4,07			2,7	1,38		

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
9V120s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1,53		1,49		1,77	3,14	4,18						3,13	4,07			2,62	1,42		
1,52		1,6		2,08	2,52	4,19						1,24	4,07			2,81	1,39		
1,98		1,83		2,67	2,47	3,93						1,58	4,37			3,24	1,19		
2,87		3,35		2,9	2,47	3,55						2,35	4,5			3,37	0,75		
3,39		3,09		2,92	2,47	3,62						3,12	4,5			2,99	0,36		
3,54		3,01		2,96	2,47	3,11						1,57	4,79			2,88	0,67		
		2,89		3,08	2,47	2,81						1,7	5,55				1,23		
		2,89		2,99	2,8	3,51						3,44	5,46				1,95		
		2,91		0,91	2,91	3,26						2,64	5,74				2,3		
		2,93		1,51	3,45	3,18						2,27	6,58				2,11		
		2,97		1,83	3,49	5,3						1,83	7,03				1,73		
		2,97		2,09	3,56	6,51						1,98	5,47				1,51		
		2,93		2,28	4,44	7,32						1,55	5,18				1,48		
		3,05		2,36	5,77	1,38						0,84	4,59				1,69		
		3,35		2,22		1,38						0,5	4,53				1,96		
		3,52		1,81		1,58						0,92	3,61				2,4		
		3,38		1,47		1,77							1,79				2,26		
		3,12		1,5		2,13							1,72				2,07		
		2,93		1,82		1,84							2,05				1,9		
		2,84		2,7									7,2				1,88		
		2,92		0,7									6,94				1,88		
		3,03		0,76									6,93				1,98		
		3,08		1									6,8						
		2,98		1,37									6,55						
		2,88		1									5,36						



Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
9V120s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
		2,86		0,97									3,51						
		2,84		1,2									2,12						
		2,84		1,39									1,39						
		2,88		1,32									3,04						
		2,82		1,07									3,2						
		2,73		0,91									3,77						
		2,91		1,04									4,13						
		2,98		1,24									4,13						
		2,95		1,38									4,13						
		2,85											4,31						
		2,84											8,04						
		2,79											2,84						
		2,72											3,55						
		2,73											3,79						
		2,82											3,29						
		2,8											2,48						
		2,71																	
		2,62																	
		2,69																	
		2,74																	
		2,74																	
		2,74																	
		2,66																	
		2,63																	
		2,58																	

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
9V120s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
		2,72																	
		2,8																	
		2,9																	
		2,99																	
		2,89																	
		2,96																	
		3,12																	
		3,32																	
		3,47																	
		3,78																	
		4,03																	
		4,12																	
		4,07																	
		4,01																	
		4,01																	
		4,01																	
		3,99																	
		3,97																	
		3,94																	
		4,21																	
		2,42																	
		2,98																	
		3,07																	
		3,1																	
		3,2																	

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
9V120s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
		3,02																	
		2,89																	
		3,29																	
		3,38																	
		3,43																	
		3,49																	
		3,39																	
		3,68																	
		3,8																	
		3,84																	
		3,84																	
		3,84																	
		3,82																	
		3,89																	
		4,03																	
		4,23																	
		4,55																	
		4,83																	
		5,1																	
		5,23																	
		5,68																	
		0,69																	
		0,78																	
		0,86																	
		0,9																	

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																				
9V120s																				
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
			0,9																	
			0,79																	
Total	147,64	68,1	478,47	228,02	149,97	413,96	295,91	88,22	82,89	120,11	75,18	206,53	183,28	368,27	118,65	105,76	183,95	117,82	218,41	193,28
Zeros	26	36	21	28	12	48	19	15	20	9	21	22	9	17	8	18	25	6	36	40

Tabela 51 - Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 9V120s.

Pós	Perímetro ( $\mu\text{m}$ )	Distância Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Porcentagem	Média da camada ( $\mu\text{m}$ )	Média da Camada Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Redondeza
1	96,92	73,79	76%	1,85	2,73	1,24
2	79,19	38,48	49%	1,02	2,20	1,87
3	101,25	87,63	87%	2,80	3,19	1,29
4	86,12	51,57	60%	3,56	6,33	2,08
5	59,82	51,92	87%	1,60	1,83	1,70
6	139,18	75,68	54%	3,76	6,68	1,56
7	105,04	84	80%	3,44	4,42	1,78
8	54,42	36,55	67%	2,32	3,84	1,41
9	68,02	40,5	60%	1,51	2,37	1,41
10	58,47	47,85	82%	2,31	2,79	1,37
11	57,3	35,27	62%	1,57	2,78	1,51
12	77,65	45,86	59%	3,62	5,90	1,76
13	79,4	70,49	89%	2,51	2,86	1,29
14	144,18	124,24	86%	4,61	4,14	1,96
15	39,05	27,9	71%	2,37	2,83	1,92
16	59,3	34,35	58%	2,03	3,11	1,96
17	89,14	61,94	69%	2,33	3,41	1,93
18	41,55	38,27	92%	1,55	1,68	1,19
19	103,4	59,66	58%	3,97	4,65	1,64
20	101,16	44,53	44%	2,39	4,71	1,38
Média	82,03	56,524	69%	2,56	3,62	1,61

Tabela 52 - Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 12V 60s.

<b>Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)</b>																			
<b>12V60s</b>																			
<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
1,5	2	2,14	1,66	0,85	1,06	1,94	1,95	0,94	1,36	1,14	3,5	2,02	3,55	4,39	2,52	1,02	1,24	2,48	2,12
1,78	1,62	2,32	1,83	0,73	0,9	1,51	2,12	1,1	1,38	2,34	3,55	2	4,88	3,8	2,94	0,94	1,05	2,53	2,26
1,65	1,38	2,66	2,01	1,17	0,82	1,53	2,26	0,98	1,33	1,78	3,67	2,38	5,06	3,24	3,35	0,92	0,91	3	1,96
0,87	1,41	3	2,28	0,8	0,75	1,92	2,09	0,86	1,38	0,95	3,36	2,37	4,74	2,8	4,02	0,88	0,85	3,2	1,81
1,59	1,54	3,37	2,15	1,04	0,89	2,44	1,1	0,91	1,68	1,54	3,06	2,27	4,24	2,53	4,36	0,81	0,86	2,66	1,72
2,04	1,77	3,54	1,95	1,4	0,96	2,58	1,11	1,09	2,03	1,75	2,71	2,3	3,08	2,31	4,02	0,72	0,93	1,1	2,03
2,4	1,72	3,81	1,88	1,26	1,1	2,78	1,09	1,24	2,33	2,21	2,47	2,51	1,98	2,08	3,87	0,58	0,68	1,16	2,21
2,25	1,59	3,95	1,17	0,82	1,26	3	1,24	1,3	2,25	1,49	2,32	2,46	1,22	1,91	3,85	0,53	0,66	1,15	2,26
1,01	1,4	4,07	0,56	0,73	1,34	2,94	1,32	1,36	1,94	1,11	2,44	2,34	1,03	1,69	3,86	0,53	0,71	0,92	2,6
0,89	1,44	4,07	0,42	0,92	1,43	2,82	0,99	1,24	1,69	0,98	2,65	1,22	0,92	1,47	3,88	0,56	0,84	0,82	3,08
0,88	1,36	4,03	0,5	0,77	1,48	2,59	0,71	0,8	1,77	1,03	2,93	1,16	0,8	1,31	3,67	0,62	1,09	0,5	2,15
0,8	1,01	3,8	0,55	0,84	1,51	1,33	0,66	0,62	1,66	1,09	1,64	1,85	4,51	1,43	3,17	0,65	1,23	0,44	1,82
0,67	0,52	3,19	0,83	0,5	1,47	1,1	0,8	0,79	1,67	1,07	1,18	1,83	4,94	0,54	3,15	0,73	1,55	0,4	1,92
0,78	0,41	2,54	1,14	0,41	1,27	0,91	0,97	1,09	1,66	1,18	1,46	1,84	4,64	0,9	3,02	0,84	1,5	0,44	2
0,86	0,7	2,21	3,27	0,59	1,12	0,8	1,04	1,14	1,71	1,62	1,33	1,88	0,83	0,99	3,12	0,79	1,35	3,13	2,13
0,96	0,67	1,91	3,84	0,55	1	1,07	1,08	1,1	1,96	1,93	0,59	1,83	1,09	1,05	3,09	0,55	1,27	3,41	2,27
1,04	0,66	1,85	4,01	1,45	0,98	1,37	0,95	1,38	2,02	2,13	0,66	1,64	1,31	0,79	3,47	0,53	1,17	1,64	4,48
0,97	0,88	1,81	3,75	1,66	0,92	1,66	1,72	1,81	1,42	2,13		1,64	1,72	0,66	4,86	0,74	1,12	2,21	4,34
1,46	1,11	2,12	3,34	0,83	2,14	1,93	1,42	1,94	1,41	2,02		1,62	1,66	2,21	2,46	0,87	1,2	2,48	4,07
1,51	1,63	2,16	3,07	0,85	2,04	2,01	1,2	2,19	1,31	1,25		1,68	2,55	2,13	2,2	0,85	0,99		3,78
1,33	1,35	1,99	1,2	0,45	2,38	1,64	0,82	1,58	1,17	1		1,68	3,74	2,65	2,09	0,87	0,94		3,63
1,19	0,99	1,69	1,45	0,23	2,71	1,44	0,56	0,91	1,15	0,74		2,66	1,94	2,99	1,92	0,85	0,95		3,62
1,23	1	1,89	1,36	0,35	2,87	1,2	0,63	0,68	1,15	0,69		2,59	0,19	1,54	1,72	0,83	1,03		4

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
12V60s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1,17	1	2,14	0,96		3,1	0,97	1,34	0,65	1,2	0,47		2,42	1,03	1,05	1,63	0,83	1,02		2,3
1,32	1,01	2,69	0,57		2,91	4	1,2	0,97	1,18	1,6		2,28	0,42	1,35	1,76	0,83	1,03		2,79
1,23	1,1	2,68			1,52	4,12	1,21	1,54	1,14	1,73		1,95	0,76	1,17	1,71	0,67	0,83		2,32
0,5	1,2	2,58			1,42	3,9	1,15	0,7	1,22	1,54		1,82	0,72	1,24	1,61	0,39	0,85		1,68
0,61	1,15	2,48			1,59	3,3	0,96	1,32	1,22	1,31		1,89	0,89	1,43	1,51	0,33	0,83		1,3
0,69	1,24	0,64			1,61	2,86	0,35	1,55	1,22	1,1		2,01	0,89	1,22	1,66	0,45	0,81		1,06
0,63	1,22	0,79			1,62	2,56	0,43	1,57	1,11			2,02	0,71	0,86	1,79	0,53	0,77		0,87
0,47	1,15	0,51			1,71	2,16	0,73	1,52	1,09			1,97	0,58	0,75	1,65	0,48			0,91
0,52	1,22	0,25			0,86	1,66	0,86	1	1,13			1,73	0,52	0,89	1,39	0,49			0,94
0,74	1,18	0,53			0,81	1,45	0,6	0,33	1,22			1,32	0,73	1,52	1,39	0,58			0,9
0,7	1,55	0,74			0,97	1,37	0,69	1,11	1,35			1,19	0,79	1,51	1,4	0,72			0,94
0,45	1,6	0,84			1,15	1,38	0,71	1,68	1,46			1,45	0,85	0,72	1,22	0,82			1
0,5	2,59	1,03			1,37	1,38	0,73	1,52	1,42			1,82	0,85	1,03	1,05	0,87			1,76
0,33	3,72	1,17			1,69	1,32	0,84	1,15	1,29			1,9	0,76	1,45	0,99	0,84			2,29
0,44	4,17	1,2			1,82	1,31		0,87	1,22			1,64	0,95	1,23	1,01	0,63			2,51
0,75	4,44	1,17			1,78	3,37		0,56	1,41			1,43	0,97	0,96	1,02	0,47			2,36
0,6	4,97	1,1			1,81	2,45		0,42	1,4			2,64	1,26	0,77	1,61	0,42			2,07
0,79	5,4	1,08			1,31	1,69		0,31	1,66			2,88	1,36		2,02	0,46			1,87
0,68	5,58	1,16			0,73	1,6		0,29	1,75			2,63	1,45		2,02	0,49			1,76
0,51	1,43	1,18			0,77	1,37		0,33	2			2,44	1,17		2,37	0,56			1,99
0,48	1,49	1,18			1,12	1,44			2,2			2,58	1,39		2,43	0,64			2,06
0,36	1,91	1,28			1,31	1,75			1,95			2,84	1,41		2,2	0,68			2,04
0,55	3,05	1,41			1,05	1,91			1,95			3,01	1,35		2,31	0,72			2,11
	3,58	1,44			0,75	1,32			1,87			3,13	1,62		3,35	0,76			2,52
	4,1	1,63			0,62	1,72			1,92			3,31	2,06		3,84	0,72			2,47

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
12V60s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
	4,33	1,74			0,77	1,72			2,09			3,33	2,76		3,65				2,38
	4,53	1,6				1,74			2,23			3,07	3,15		3,36				2,32
	4,73	1,13				1,54			2,13			2,74	3,38		3,21				2,11
	4,53	0,84				1,35			2,08			2,83	3,34		2,98				1,98
	4,21	0,77				1,2			1,93			2,9	3,22		3,44				2,13
	3,66	0,78				1,17			1,93			0,82	2,61		4,31				2,1
	3,08	1,04				1,21			1,83			2,51			2,08				2,43
	3,12	1,04				1,34			1,8			2,68			2,58				0
	3,21	1,12				1,48			1,75			2,75			2,87				
	0,78	1,13				1,37			1,56			2,69			3,08				
	0,9	1,23				1,58			1,51			2,6			3,55				
	1,06	1,43				1,46			1,41			1,4			3,72				
	1,23	1,62				1,9			1,47			1,84			3,16				
	1,44	1,64				1,59			1,83			2,4			2,96				
	1,5	1,58				1,12			4,7			2,7			2,94				
	1,67	3,16				1,26			4,13			2,87			2,8				
	1,62	3,15				1,65			3,53			2,76			3,07				
	1,5	3,03				1,92			2,96			2,39			3,42				
	1,25	2,83				2,09			2,64			2,2			3,19				
		2,76				2,09			2,32			1,94			3,73				
		2,71				1,84			3,76			1,89							
		2,67				1,3			2,96			0,83							
		2,47				1,28			2,38			0,93							
		2,41				1,19			1,73			1,1							
		2,39				1,14			2,15			1,1							



Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
12V60s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
		2,26				1,25			2,58			0,82							
		2,19				1,48			2,8			0,67							
		3,85				1,63			2,68										
		3,86							2,48										
		3,9							2,29										
		3,88							2,27										
		3,91							2,31										
		3,94							2,22										
		3,89							1,97										
		4,13							2,37										
		4,52							2,85										
		4,77							3,28										
		5,03							3,54										
		5,26							2,21										
		5,64							2,21										
		5,3							2,31										
		4,41							2,4										
		3,77							2,56										
		3,57							2,6										
		3,44							2,44										
		3,48							2,27										
		3,55							2,41										
		3,62							2,46										
		3,5							2,48										
		3,22							2,68										

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																				
12V60s																				
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	
		3,07							2,76											
		2,92							2,81											
		2,73							2,74											
		2,54							2,5											
		2,3							2,46											
		1,65							2,35											
		1,31							2,28											
		1,11							2,03											
		1,21							1,75											
		1,34							1,31											
		1,48							1,09											
		1,73							0,91											
		1,88							0,82											
		2,13							0,82											
		2,33							1,01											
		2,43							1,15											
		2,61																		
		2,85																		
		2,91																		
		3,21																		
Total	44,68	137,56	285,92	45,75	19,20	68,57	136,76	39,63	46,44	224,28	40,92	39,52	156,83	104,57	64,56	183,65	32,59	30,26	33,67	122,53
Zeros	16	10	8	8	4	11	2	6	6	20	9	9	54	17	8	11	8	5	5	18

Tabela 53 - Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 12V60s.

Pós	Perímetro ( $\mu\text{m}$ )	Distância Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Porcentagem	Média da camada ( $\mu\text{m}$ )	Média da Camada Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Redondeza
1	45,59	39,13	86%	0,72	0,97	1,36
2	49,79	40,62	82%	1,79	2,05	2,04
3	80,9	63,86	79%	2,27	2,42	1,38
4	20,41	17,31	85%	1,39	1,83	1,23
5	18,62	14,93	80%	0,71	0,83	1,73
6	38,88	22,52	58%	1,70	1,40	1,53
7	51,04	40,22	79%	1,75	1,80	1,66
8	31,72	27,22	86%	0,92	1,08	1,79
9	33,2	29,47	89%	0,95	1,08	1,97
10	95,19	78,53	82%	1,67	1,97	1,70
11	25,96	19,45	75%	1,08	1,41	1,98
12	15,28	8,72	57%	1,52	2,32	1,22
13	100,01	53,03	53%	1,22	2,09	2,25
14	56,92	45,49	80%	1,47	1,94	1,87
15	33,75	28,17	83%	1,35	1,61	1,72
16	88,44	40,44	46%	2,32	2,70	1,23
17	12,9	10,61	82%	0,58	0,68	1,32
18	11,01	8,6	78%	0,86	1,01	1,22
19	16,48	13,04	79%	1,40	1,77	2,07
20	55,4	39,51	71%	1,68	2,23	1,76
Média	44,07	32,04	76%	1,37	1,66	1,65

Tabela 54 - Valores retirados das imagens obtidas na SEM através do Software ImagePro: 12V 120s.

<b>Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (<math>\mu\text{m}</math>)</b>																			
<b>12V120s</b>																			
<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
3,39	3,38	3,53	3,97	0,74	4,07	2,07	5,23	4,78	2,52	3,06	4,23	7,43	2,5	7,1	3,97	2,5	1,17	3,08	2,78
3,88	3,28	3,13	3,42	0,66	4,93	2,53	5,19	4,09	2,94	2,07	4,28	7,5	1,89	6,6	3,36	1,01	1,82	2,8	2,76
3,73	3,38	2,4	3,16	1,01	5,99	2,85	5,49	3,3	3,35	2,29	4,28	7,27	1,57	7,1	2,96	0,33	2,75	2,62	2,57
3,22	3,46	2,42	3,36	0,68	6,16	3,1	5,8	2,89	4,02	2,71	4,33	6,92	1,4	7,73	2,86	0,46	3,62	2,21	2,54
3,24	3,69	1,77	4,08	0,68	5,98	3,1	6,18	2,81	4,36	3,81	4,24	6,87	1,61	8,23	3,17	0,99	4,23	1,88	2,27
3,39	3,23	1,74	4,59	0,96	5,61	2,51	6,29	2,97	4,02	4,07	4,31	6,78	1,99	8,58	3,06	0,77	4,6	1,87	2,14
3,48	3,05	4,23	5,19	0,74	5,34	2,95	6,59	3,28	3,87	2,22	4,51	5,9	2,38	8,86	2,89	0,7	4,98	2	1,64
3,4	2,67	2,53	6,28	0,76	4,86	3,47	6,87	2,86	3,85	2,17	4,74	1,97	2,59	8,96	2,59	1,07	4,9	2,15	1,36
4,01	2,63	2,06	7,04	0,78	4,53	2,15	6,45	2,6	3,86	3,65	5,05	1,01	2,67	9,08	2,22	0,72	5,04	2,43	1,44
4,35	2,78	1,6	6,35	0,91	4,26	2,95	3,11	2,51	3,88	3,24	5,11	1,31	2,66	8,81	1,7	0,6	5,28	2,47	2,11
4,48	2,78	1,25	5,52	1,35	3,9	4,1	2,17	1,95	3,67	2,7	4,9	3,69	2,51	8,33	2,19	3,9	5,3	2,47	2,6
4,5	2,68	1,07	4,22	5,29	3,66	5,81	1,35	1,42	3,17	2,25	4,65	3,96	2,38	7,79	1,91	3,24	5,31	2,64	2,56
4,58	2,68	0,8	2,74	4,82	4,43	2,72	1,24	3,96	3,15	1,99	4,74	4,58	2,27	7,21	1,77	2,76	5,6	2,96	0,99
4,08	2,68	0,87	2,61	2,85	5,39	2,74	1,39	3,17	3,02	1,62	4,6	4,87	2,11	6,22	1,79	2,51	3,79	3,38	0,81
3,99	2,22	1,05	2,89	3,26	4,81	2,89	1,9	2,74	3,12	1,24	4,6	5,07	2,05	4,67	2,66	2,5	2,09	3,25	1,21
4,65	3,1	1,46	3,77	3,95	3,28	2,61	2,59	3,03	3,09	0,92	4,39	5,25	2,27	4,52	3,09	2,54	1,76	2,87	1,67
3,98	3,89	1,3	2,95	3,96	4,47	2,59	3,23	3,36	3,47	0,94	4,47	5,12	2,24	5,41	3,44	0,72	1,64	2,79	1,88
3,49	3,74	1,04	2,98	2,4	5,2	2,7	3,39	3,89	4,86	1,27	4,47	6,36	2,28	4,3	4,01	1,29	1,83	2,87	1,77
3,41	3,39	1,24	3,43	1,66	4,98	2,66	3,22	4,52	2,46	1,94	4,17	6,36	2,58	3,97	4,43	2,01	2,01	3,22	1,81
3,79	2,89	1,43	3,7	1,46	3,79	2,66	2,94	5,13	2,2	1,69	3,97	5,65	2,99	3,48	4,64	2,29	2,19	2,19	1,93
4,35	4,83	1,43	4,05	2,01	3,63	2,06	3,41	5,48	2,09	1,53	3,86	5,34	2,47	3,1	5,43	1,87	1,93	2,34	3,83
5,78	4,22	3,11	4,2	2,93	3,09	3,9	4	5,58	1,92	1,23	0,41	5,23	2,03	2,51	6,58	1,62	2,02	2,73	3,52
5,86	3,11	2,22	4,65	4,19	3,2	4,35	4,42	5,51	1,72	1,35	0,6	6,2	1,84	2,32	6,88	1,64	2,3	3,23	3,68

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
12V120s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
5,77	2,85	2,32	5,23	1,53	2,98	4,1	4,57	5,29	1,63	1,33	6,02	7,05	1,61	2,4	7,45	1,8	2,79	3,63	3,85
5,43	3,01	2,73	6,73	0,87	2,88	3,76	4,66	4,86	1,76	1,7	7,08	7,95	1,4	2,53	8,34	1,93	3,27	3,36	3,85
5,41	1,9	1,24	5,97	1,28	5,61	1,8	4,79	4,4	1,71	1,76	7,2	8,48	1,54	2,5	9,06	1,01	0,47	3,2	4,14
4,79	2,18	2,31	5,27	1,35	5,55	1,96	4,96	3,94	1,61	1,98	6,96	8,54	1,82	2,59	9,63	1,16	0,88	3,06	3,84
5,36	1,94	2,25	4,92	1,88	5,61	2,1	5,18	3,49	1,51	2,57	5,98	8	2,36	2,64	10,05	2,44	2,16	3,29	2,73
6,36	2,39	2,18	4,36	3,6	5,41	1,6	5,07	3,2	1,66	2,87	4,43	7,2	2,89	4,44	9,94	2,16	2,06	3,18	2,58
6,33	2,74	2,17	7,19	4,21	4,23	1,27	4,68	5,41	1,79	3,04	5,07	6,44	3,86	4,81	9,98	1,34	2,36	3,09	2,63
5,67	3,07	2,41	5,45	5,33	4,27	2,17	4,8	3,56	1,65	3,05	5,99	5,84	4,37	5,29	10,02	1,57	2,2	2,9	3,03
4,62	2,21	3,12	3,86	6,71	4,34	2,66	4,78	2,89	1,39	3,01	5,79	5,58	4,86	5,27	4,88	2,71	1,65	2,69	3,56
4,45	6,16	3,31	4,03	8,26	3,85	3,01	4,33	2,85	1,39	2,81	4,47	5,25	4,94	4,75	4,57	3,53	1,46	3,08	2,99
4,66	5,78	3,83	4,4	8,77	3,84	3,79	3,49	3,31	1,4	2,44	1,91	5,07	4,92	4,06	4,36	3,46	1,68	5,18	3,05
5,29	5,6	4,12	4,03	9,21	4,31	4	2,28	3,9	1,22	2,1	1,18	4,84	4,9	4,33	4,21	3	2,19	4,83	3,04
5,02	5,85	3,89	4,06	9,79	4,31	4	1,16	3,55	1,05	1,87	1,48	4,6	4,71	6	4,06	2,49	3,08	3,99	3,09
4,52	5,94	0,48	4,74	10,95	4,34	3,35	1,28	2,84	0,99	1,78	1,61	2,92	4,26	2,4	3,59	1,67	1,72	3,56	3,01
3,96	6,24	1,33	1,75	3,99	4,47	4,01	1,22	3,12	1,01	1,59	2,56	1,99	4,08	2,68	3,22	1,31	3,19	4,49	2,87
3,73	6,37	0,8	1,5	4,03	2,67	2,88	4,23	3,4	1,02	1,45	3,9	1,75	4,31	2,94	3,05	1,52	2,81	3,17	2,24
3,65	2,64	0,99	1,75	3,93	2,64	2,61	4,33	2,63	1,61	1,19	4,39	1,76	3,77	2,98	3,02	1,88	2,21	2,95	1,71
3,52	2,95		3,15	3,94	1,67	2,58	4,37	4,88	2,02	1,02	4,05	1,86	2,78	2,65	3,21	1,96	2,06	2,8	1,88
3,66	3,18		2,91	3,98	1,41	5,3	4,04	1,76	2,02	1,03	3,21	2,63	2,76	2,75	2,68	1,79	1,58	3	2,21
3,7	3,39		2,52	5,29	1,12	5,71	3,49	2,27	2,37	1,16	2,54	4	2,14	2,92	2,2	1,78	1,47	2,94	2,51
3,82	3,39		2,08	2,92	1,26	4,16	3,3	2,65	2,43	2,28	2,03	5,68	1,8	3,19	2,13	2,05	1,62	3,35	2,25
3,42	2,84		1,99	3,25	0,91	3,08	2,89	2,77	2,2	2,2	3,44	5,1	1,63	3,5	2,34			6	1,66
3,84	2,92		2,13	3,66	0,85	2,39	2,42	2,64	2,31	2,31	3,27	4,73	1,28	1,6	2,85			4,89	
3,85	3,88		2,89	4,18	1,02	2,05	2,4	1,4	3,35	2,28	3,24	4,46	1,22	1,99				4,43	
3,58	3,43		3,05	4,18	1,38	2,12	2,4	1,19	3,84	1,53	3,31	4,42	1,31	2,02				4,3	

Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)																			
12V120s																			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1,69	3,11		3,51	4,23		2,36	2,3	1,31	3,65	1,2	3,27	4,58	1,74	2,23				4,04	
2,02	2,71		3,87			1,68	2,33	1,45	3,36	1,26	3,47	4,43	2,19	2,67				3,87	
2,49	3		4,75			1,47	1,87	4,88	3,21		3,66	4,27	2,2	2,64				3,62	
2,11	3,11		5,05			2,6	1,98	1,76	2,98		3,4	4,09	2,39	2,14				1,81	
2,16	3,26		4,77			2,82	2,17	2,27	3,44		3,19	3,06	2,45	1,78				2,34	
2,42	3,22		4,9			3,05	1,57	2,65	4,31		3,13	1,89	2,61	1,62				2,89	
2,88	2,95					3,33	1,78	2,77	2,08		2,81	4,85	2,43	2,02				2,63	
3,66	2,85					2,81	2,12	2,64	2,58		2,61	7,57	2,4	1,65				2,19	
3,87	2,79					1,18			2,87		2,5	7,24	2,01	4,37					
4,33	2,69					1,31			3,08		2,42	6,97	1,97	4,16					
2,77	2,38					1,57			3,55		2,15	6,6	1,97	4,01					
4,12	2,02					3,2			3,72		1,96	5,7	1,86	3,96					
4,38	2,11					4,39			3,16		1,94	5,68	1,82	4,05					
3,87	2,46					5			2,96		3,02	6,11	2,23	3,71					
3,39	2,7					4,33			2,94		2,87	2,98	1,58	3,27					
3,28	2,79					4,14			2,8		2,6	2,74	1,34	2,39					
2,92	2,9					3,64			3,07		2,39	2,21	1,23	6,69					
2,73	3,13					3,34			3,42		2,29	1,94	1,28	4,98					
3,03	3,29					2,81			3,19		3,01	1,97	1,44	4,86					
3,19	3,35								3,73		2,41	2,19	1,88						
3,39											2,54	2,48	2,53						
											2,99	2,96	3,22						
											3,03	3	4,05						
											3	2,9	4,54						
											2,71	2,78	4,74						

**Variações da camada (só partes que apresentem cobertura) (µm)**

**12V120s**

	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>	<b>4</b>	<b>5</b>	<b>6</b>	<b>7</b>	<b>8</b>	<b>9</b>	<b>10</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>17</b>	<b>18</b>	<b>19</b>	<b>20</b>
													2,61	5						
													2,77	5,21						
													3,16	6,48						
													3,52	5,24						
													3,76	4,15						
													3,79	3,52						
													3,85	3,17						
													3,76	3,31						
													3,79	4,64						
													4,08	4,8						
													4,36	4,3						
													4,55	3,49						
													4,65	3,35						
													4,75	2,94						
													4,86	2,63						
													5,06	3,71						
													5,22							
													6,08							
													0,74							
													0,79							
													1,03							
													1,48							
<b>Total</b>	272,14	223,43	83,16	217,96	169,37	186,49	200,96	199,69	183,76	183,65	102,77	265,39	426,63	250,84	291,31	202,44	80,6	119,07	175,2	112,59
<b>Zeros</b>	14	9	7	13	14	38	14	10	4	11	2	20	3	7	6	15	13	5	4	13

Tabela 55 - Resultados obtidos para cada um dos pós no parâmetro: 12V120s.

Pós	Perímetro ( $\mu\text{m}$ )	Distância Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Porcentagem	Média da camada ( $\mu\text{m}$ )	Média da Camada Coberta ( $\mu\text{m}$ )	Redondeza
1	95,79	81,57	85%	3,28	3,94	1,36
2	79,51	70,05	88%	2,90	3,29	1,98
3	60,39	49,36	82%	1,77	2,08	1,41
4	72,86	61,19	84%	3,25	4,04	2,20
5	68,88	55,35	80%	2,69	3,46	1,64
6	109,8	60,65	55%	2,17	3,89	1,46
7	96,25	84,26	88%	2,48	3,00	1,55
8	75,16	62,54	83%	3,03	3,57	1,47
9	57,02	54,5	96%	3,06	3,28	1,31
10	88,44	40,44	46%	2,32	2,70	1,23
11	54,34	51,46	95%	1,98	2,06	1,34
12	111,98	92,48	83%	2,85	3,64	1,26
13	116,51	110,74	95%	4,35	4,49	1,62
14	104,84	95,12	91%	2,61	2,82	1,87
15	78,43	71,24	91%	3,99	4,35	1,73
16	64,82	47,88	74%	3,32	4,40	1,20
17	61,85	50,35	81%	1,41	1,83	1,42
18	51,65	46,23	90%	2,43	2,71	1,40
19	62,98	58,26	93%	2,92	3,13	1,85
20	59,65	46,74	78%	1,94	2,50	1,12
Média	78,56	64,52	83%	2,74	3,26	1,52