REDEMAT

REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

UFOP – CETEC – UEMG

Dissertação de Mestrado

"Avaliação do potencial de emprego do polipropileno expandido como material hospitalar"

Autor: Francisco Emmanuel Oliveira e Souza
Orientadora: Kátia Monteiro Novack

Fevereiro de 2013

REDE TEMÁTICA EM ENGENHARIA DE MATERIAIS
UFOP - CETEC - UEMG
Pós-Graduação em Engenharia de Materiais

"Avaliação do Potencial de Emprego do Polipropileno Expandido Como Material Hospitalar"

Autor: Francisco Emmanuel Oliveira e Souza

Dissertação defendida e aprovada, em 27 de fevereiro de 2013, pela banca examinadora constituída pelos professores:

Profª Kátia Monteiro Novack (Doutora) – Orientadora
Universidade Federal de Ouro Preto / REDEMAT / DEQUI

Profª Tânia Márcia Sacramento Melo (Doutora)
Universidade Federal de Ouro Preto / DEQUI

Prof. Carlos Alberto Silva de Miranda (Doutor)
Universidade do Estado de Minas Gerais

S729a Souza, Francisco Emmanuel Oliveira e.
Avaliação do potencial de emprego do polipropileno expandido como material hospitalar [manuscrito] / Francisco Emmanuel Oliveira e Souza. – 2013.
xiii, 78f.: il. color.; grafs.; tabs.

Orientadora: Profª Drª Kátia Monteiro Novack.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Ouro Preto. Escola de Minas. Rede Temática em Engenharia de Materiais.
Área de concentração: Análise e Seleção de Materiais.

1. Polipropileno expandido (EPP) - Teses. 2. Espuma - Teses. 3. Hospitais - Equipamento - Teses. 4. Esterilização - Teses. I. Novack, Kátia Monteiro. II. Universidade Federal de Ouro Preto. III. Título

CDU: 678.742.3:615.478.7

Catalogação: sisbin@sisbin.ufop.br

Dedico este trabalho
a vocês que já foram embora.

Partes deste trabalho foram apresentadas e publicadas como trabalho completo nos Anais dos seguintes eventos (Anexo I):

- 66º Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia, Materiais e Mineração (ISSN 1516-392X), 2011, São Paulo-SP. 66º Congresso ABM, 2011. Souza, F. E. O.; Novack, K. M. Avaliação do potencial de emprego do polipropileno expandido como material hospitalar.

- 11º Congresso Brasileiro de Polímeros (ISSN 2176-0128), 2011, Campos do Jordão - SP. 11º. CBPol, 2011. Souza, F. E. O.; Novack, K. M. Influência de processos de envelhecimento/esterilização no comportamento térmico do polipropileno expandido (EPP).

Agradecimentos

Agradeço à minha orientadora Kátia Novack, pela confiança, dedicação e aprendizado proporcionado.
Agradeço aos colegas Acir, Claudiano, Cristiano, Daniel, Dulce, Ely, Júlio e Renato, pessoas que muito me ajudaram em minha ambientação acadêmica.
Agradeço aos profissionais da saúde Altair, Flávia, Marta e Stela, cujo apoio e confiança foram fundamentais.
Aos meus amigos, em especial Xará e Jr, pelo apoio logístico.
Ao Eliandro e à Basf, que gentilmente cedeu o material estudado neste trabalho.
À Universidade Fumec, ao pessoal da oficina e ao Eliseu, pela amizade e confiança.
Ao Antônio Monteiro, do Banco de Células do Rio de Janeiro.
Ao Túlio e ao Prof. Rodrigo Oréfice, da UFMG.
Ao Manga, da Oficina São Judas Tadeu.
À CAPES e à Fundação Gorceix, pelo auxílio financeiro.
Aos membros da banca de avaliação, Carlos Miranda e Tânia Melo, pela disponibilidade e interesse.
À REDEMAT, pela oportunidade e apoio no desenvolvimento deste trabalho.
Aos funcionários e professores da REDEMAT e UFOP, em especial, Carlos Alberto, Carlos Silva, Fernando Gabriel, Gilberto, Leonardo Lagoeiro e Paulo César, pelo apoio e ensinamentos compartilhados.
Aos animais, aos meus familiares e à minha família, Stela, Paulo, Carmen, Fernanda e Mariana. É um prazer estar com vocês. Obrigado por tudo.

Sumário

Lista de figuras..... vi
Lista de tabelas..... x
Lista de notações..... xi
Resumo..... xii
Abstract..... xiii
Capítulo 1: Introdução..... 1
Capítulo 2: Objetivos..... 2
2.1 Gerais..... 2
2.2 Específicos..... 2
Capítulo 3: Revisão bibliográfica..... 3
3.1 Ergonomia hospitalar..... 3
3.2 Esterilização e biocompatibilidade de polímeros..... 7
3.3 Espumas poliméricas..... 9
3.4 Polipropileno expandido: processamento e características..... 11
3.5 Aplicações do polipropileno expandido..... 32
Capítulo 4: Metodologia e procedimentos experimentais..... 37
4.1 Compressão definida..... 38
4.2 Envelhecimento/esterilização..... 39
4.2.1 Envelhecimento/esterilização por calor úmido (autoclave)..... 39
4.2.2 Envelhecimento/esterilização por calor seco (estufa)..... 40
4.2.3 Envelhecimento/esterilização por ácido peracético..... 41
4.2.4 Envelhecimento/esterilização por óxido de etileno..... 41
4.3 Densidade..... 42
4.4 Análise térmica..... 45
4.5 Microscopia (MEV/SEM)..... 46
4.6 Citotoxidade..... 46
Capítulo 5: Resultados e discussões..... 48
5.1 Propriedades mecânicas..... 48
5.2 Propriedades térmicas..... 55
5.3 Microscopia eletrônica..... 61
5.4 Ensaios de citotoxidade..... 67
Capítulo 6: Conclusões..... 69
Capítulo 7: Sugestões para trabalhos futuros..... 71
Referências..... 75
Anexo I: Trabalhos publicados em Anais
Anexo II: Laudo Técnico – Análise de Citotoxidade *In Vitro* – DEZ/2011
Anexo III: Laudo Técnico – Análise de Citotoxidade *In Vitro* – JUN/2012
Anexo IV: CD com o projeto

Lista de figuras

Figura 3.1 – Cirurgiões buscando posição de descanso através de apoios improvisados [DINIZ, 2003].....3
Figura 3.2 – Banco cirúrgico UFSK-OSYS SurgiLine [www.visionequip.com/html/mUFSK/UFSKLg/UFSKsurgiLine.html]..... 4
Figura 3.3 – Riscos no trabalho do enfermeiro [ALEXANDRE, 1998].....5
Figura 3.4 – Riscos no trabalho do enfermeiro [ALEXANDRE, 1998].....5
Figura 3.5 – Estação de trabalho para atividade dinâmica [SOUZA, 2006].....6
Figura 3.6 – Maca imobilizadora [www.almedical.com.br].....7
Figura 3.7 – Colar cervical [www.almedical.com.br].....7
Figura 3.8 – Câmara de umidificação de uso hospitalar feita de PSU (polisulfona) [www.medicasrl.com].....8
Figura 3.9 – As unidades estruturais: grânulos pré-expandidos de polipropileno, Neopolen® P N-9210 e N-9240 [BEVERTE, 2004].....12
Figura 3.10 – Equipamento para moldar Neopolen® P [BASF, 1995], adaptada.....13
Figura 3.11 – Diagrama e fotografia da estrutura do EPP: agregado de células microfechadas delimitadas por paredes dos grânulos [BOUIX, 2009], adaptada.....14
Figura 3.12 – (a) Diagrama esquemático da curva tensão-deformação de compressão para espuma de polipropileno. (b) Comportamento da carcaça do material EPP sob carga e descarga. (c) Comparação entre dados experimentais e resultado de análise dos elementos finitos [DENZER, 1999], adaptada.....16
Figura 3.13 – Seção transversal de uma microtomografia da espuma de polipropileno. À esquerda vista completa da seção, onde as paredes dos grânulos parecem bem definidas. À direita, porção aumentada da imagem, que exemplifica a dificuldade em localizar tais paredes com precisão [VIOT, 2008].....17
Figura 3.14 – Modelagem virtual: (a) Reconstrução 3D das paredes dos grânulos utilizando filtros numéricos clássicos. (b) Vista isométrica em corte das superfícies calculadas que delimitam os grânulos, com um mapa de cores que corresponde à densidade relativa dos mesmos. Grânulos na periferia são notadamente mais densos. (c) Seção transversal do modelo 3D, mostrando o volume intersticial entre os grânulos reconstituídos/reconstruídos [VIOT, 2008], adaptada.....17

Figura 3.15 – Vistas (a) isométrica e (b), (c) laterais da amostra computadorizada em dois estágios: antes do impacto (à esquerda) e depois do impacto (à direita); com identificação numérica dos grânulos [VIOT, 2008].....18
Figura 3.16 – Lento processo de desprendimento de deformação residual. (a) Antes da compressão, (b) com deformação residual após compressão, (c) desprendimento lento da tensão residual após 3 meses [ZHANG, 2010]....19
Figura 3.17 – Relação tensão-deformação de dois tipos de EPP, sob duas taxas distintas de deformação ε [ZHANG, 2010].....19
Figura 3.18 – Comparação de resultados numéricos e dados experimentais para duas amostras da espuma de polipropileno, (a) EPP1, (b) EPP2 [ZHANG, 2010], adaptada.....20
Figura 3.19 – Curvas de compressão tensão-deformação, com as seguintes densidades ρ (kg/m³) correspondentes: (1) 23,0, (2) 40,2, (3) 57,3, (4) 83,7 [BEVERTE, 2004].....21
Figura 3.20 – Montagem de micrografias MEV/SEM abrangendo corpo de prova completo de duas espumas de EPP: (a) amostras sem deformação e (b) após 50% da compressão dinâmica com o SHPB. À esquerda EPP A e à direita EPP B [BOUIX, 2009].....22
Figura 3.21– Curvas tensão-deformação geradas por compressão (a) quase-estática, a 0,01 s^{-1}; (b) dinâmica de deformação intermediária a 200 s^{-1}; (c) dinâmica a 1500 s^{-1} [BOUIX, 2009], adaptada.....23
Figura 3.22 – SHPB: teste de compressão em câmera de fluido [BOUIX, 2009], adaptada....24
Figura 3.23 – Fluxo de gás durante compressão quase-estática de espuma de EPP em água [BOUIX, 2009].....25
Figura 3.24 – Influência macroscópica do número e tamanho de heterogeneidades em amostras virtuais. (a) Perfil da variação da densidade ao longo do volume virtual estudado. (b) Curvas tensão-deformação [MAHEO, 2012], adaptada..26
Figura 3.25 – Espuma de polipropileno. (a) Grânulos. (b) Amostra de densidade 90kg/m³ sob compressão [MAHEO, 2012].....26
Figura 3.26 – Comparação entre vários tipos de espumas multi-camada sob testes de compressão quase-estáticos (dispositivo Zwick padrão). (a) Curvas tensão-deformação. (b) Curvas energia-tensão [MAHEO, 2012], adaptada.....27

Figura 3.27 – Comparação entre vários tipos de espumas multi-camada sob testes de compressão dinâmicos (dispositivo *flywheel*). (a) Curvas tensão-deformação. (b) Curvas energia-tensão [MAHEO, 2012], adaptada.....27
Figura 3.28 – Amostra 60-90-110 submetida a teste de compressão dinâmico. (a) Inicial (b) ε = 15% (c) ε = 30% (d) ε = 45%, (e) ε = 60% [MAHEO, 2012].....28
Figura 3.29 – Amostra 110-40-110 submetida a teste de compressão dinâmico. (a) Inicial (b) ε = 15% (c) ε = 30% (d) ε = 45%, (e) ε = 60% [MAHEO, 2012].....28
Figura 3.30 – Amostra 60-130-60 submetida a teste de compressão dinâmico. (a) Inicial (b) ε = 15% (c) ε = 30% (d) ε = 45%, (e) ε = 60% [MAHEO, 2012].....28
Figura 3.31 – Molde para produzir artefato com densidade múltipla [BYMA, 2006].....29
Figura 3.32 – Artefato de densidade múltipla [BYMA, 2006].....30
Figura 3.33 – Moldagem por compressão [SKAWINSKI, 2004], adaptada.....31
Figura 3.34 – Aspirador de pó Rowenta [www.rowenta.com].....33
Figura 3.35 – Cadeira Seggiolina Pop [www.magismetoo.com].....33
Figura 3.36 – Poltrona Lyta [www.contemporist.com].....34
Figura 3.37 – Case Fort Epp [www.lasido.com].....34
Figura 3.38 – Aeromodelo X-Twin [www.silverlit-flyingclub.com/xtwin.htm].....35
Figura 3.39 – Ilustração indicando partes automobilísticas já produzidas com o Neopolen® P (o EPP comercial da Basf) [www.neopolen.com].....35
Figura 3.40 – Volante em EPP [www.trocellen.com].....36
Figura 4.1 – Blocos de Neopolen® P.....37
Figura 4.2 – Corpo de prova sob teste de compressão definida.....39
Figura 4.3 – Corpos de prova esterilizados e embalados.....40
Figura 4.4 – Corpos de prova esterilizados e embalados (EtO).....41
Figura 4.5 – Ilustração da planilha de coleta de dados.....43
Figura 4.6 – Amostras com seções quadrangulares e circulares, espessuras de 25mm.....44
Figura 5.1 – Recuperação dimensional em função do tempo de alívio de tensões.....53
Figura 5.2 – Gráfico de taxas de compressão definida aferidas.....54
Figura 5.3 – Gráfico: Compressão definida vs. densidades.....55
Figura 5.4 – Curvas de DTG das amostras (a) ρ22, (b) ρ28, (c) ρ38, (d) ρ52, submetidas a diferentes condições.....56
Figura 5.5 – Curvas de DTG de cada tipo de amostra (a) sem tratamento, (b) esterilizada em autoclave, (c) esterilizada por ácido peracético.....56

Figura 5.6 – Curvas de DTA das amostras
(a) ρ22, (b) ρ28, (c) ρ38, (d) ρ52, submetidas a diferentes condições.....57
Figura 5.7 – Curvas de DTA de cada tipo de amostra (a) sem tratamento,
(b) esterilizada em autoclave, (c) esterilizada por ácido peracético.....57
Figura 5.8 – Curvas de TGA das amostras
(a) ρ22, (b) ρ28, (c) ρ38, (d) ρ52, submetidas a diferentes condições.....58
Figura 5.9 – Curva de TGA para EPP sem tratamento.....59
Figura 5.10 – Curva de TGA para EPP após esterilização em autoclave.....59
Figura 5.11 – Curva de TGA para EPP após esterilização com ácido peracético.....60
Figura 5.12 – EPP ρ22, tratado com líquido peracético.....61
Figura 5.13 – EPP ρ52, sem tratamento.....62
Figura 5.14 – EPP ρ22, tratado em autoclave: (a) estrutura de junção entre grânulos,
(b) estrutura geométrica do núcleo de um grânulo.....62
Figura 5.15 – Micrografia REM (Microscópio Eletrônico de Reflexão - MER)
de Neopolen® P N-9210 [BEVERTE, 2004].....63
Figura 5.16 – EPP ρ38, sem tratamento.....63
Figura 5.17 – Aglomerações poliméricas presentes no EPP (a) ρ22, sem tratamento, (b) ρ22,
sem tratamento, (c) ρ28, líquido peracético, (d) ρ52, sem tratamento.....64
Figura 5.18 – EPP ρ28, aumento x25 (a) sem tratamento, (b) tratado em autoclave.....64
Figura 5.19 – EPP ρ28, aumento x200 (a) sem tratamento, (b) tratado em autoclave.....65
Figura 5.20 – EPP ρ28, aumento x200, tratado com ácido peracético.....65
Figura 5.21 – Macroestrutura do Neopolen® P.....66
Figura 5.22 – Placas do ensaio de citotoxidade tempo zero (Anexo II).....67
Figura 6.1 – Peças para confecção do molde.....72
Figura 6.2 – Molde para produção de corpos de prova em seção circular,
em posição de processamento, vista translúcida.....73
Figura 6.3 – Molde para produção de corpos de prova em seção quadrangular,
mecanismo semelhante ao modelo anterior.....73
Figura 6.4 – Fotografia dos moldes fechados.....74
Figura 6.5 – Fotografia dos moldes em posição de ejeção.....74

Lista de tabelas

Tabela IV.1 – Relação de testes e corpos de prova.....45
Tabela IV.2 – Testes de biocompatibilidade para polímeros [ASTM F 748], adaptada.....47
Tabela V.1 – Densidade geral dos corpos de prova.....48
Tabela V.2 – Compressão definida com seções quadrangulares e circulares.....48
Tabela V.3 – Propriedades de compressão do Neopolen® P [BASF, 2008], adaptada.....49
Tabela V.4 – Efeitos da esterilização por autoclave.....50
Tabela V.5 – Alterações de massa após esterilização por ácido peracético.....50
Tabela V.6 – Taxas de compressão definida e envelhecimento.....51
Tabela V.7 – Efeitos da esterilização por EtO.....52
Tabela V.8 – Taxas de compressão definida e envelhecimento (Re-teste B).....52
Tabela V.9 – Compressão definida: Re-teste A vs. Re-teste B.....54

Lista de notações

ASTM – "American Society for Testing and Materials"

BCRJ – Banco de Células do Rio de Janeiro

C_d – Taxa de compressão definida

DTA – Análise Térmica Diferencial / *Differential thermal analysis*

DTG – Diferencial da curva termogravimétrica / *Differential thermogravimetric curve*

EPP – Polipropileno expandido

EPS – Poliestireno expandido

EtO – Óxido de etileno

L-929 – Fibroblastos (células da derme) de camundongos

MEV / SEM – Microscópio eletrônico de varredura / *Scanning Electron Microscope*

MER / REM – Microscópio eletrônico de reflexão / *Reflection Electron Microscope*

P_{Cd} – Taxa de envelhecimento da compressão definida

PE – Polietileno

PP – Polipropileno

PS – Poliestireno

PSU – Polisulfona

PU – Poliuretano

SHPB – Barra Hopkinson de pressão partida / *Split Hopkinson Pressure Bar*

TGA – Análise termogravimétrica / *Thermogravimetric analysis*

ε – Deformação

ρ – Densidade

N.A. – Nota do autor

Resumo

Polipropileno expandido (EPP) é um material que apresenta propriedades favoráveis para diversas aplicações, devido a recentes avanços nos processos de obtenção de espumas de polipropileno (PP). O objetivo deste trabalho é avaliar o potencial deste material para emprego em instituições de saúde, visando sua utilização em produtos como solução para problemas ergonômicos encontrados em tais ambientes, a partir da observação da modificação da densidade das amostras de EPP após testes de compressão definida e envelhecimento. Amostras foram produzidas a partir de peças injetadas de Neopolen® P (EPP), sendo quatro categorias do material com densidades distintas. As condições do teste de envelhecimento foram adaptadas para as condições de esterilização comumente efetuadas em ambientes hospitalares. Ensaios de compressão definida conduzidos no material mostram que quanto mais densa a espuma, maior seu potencial de recuperação dimensional. Foi verificado que processos de esterilização físicos provocam alterações dimensionais no material, e que processo com ácido peracético (químico) só deve ser aplicado a produtos com bom acabamento superficial. O comportamento térmico do material foi observado entre as categorias de EPP, sem tratamento e após processos de envelhecimento/esterilização: em autoclave e com ácido peracético. Os processos estudados contribuem para a estabilidade térmica do polipropileno expandido e afetam discretamente a resistência térmica do material. A estrutura de fases polimérica e gasosa pôde ser observada através do MEV. A estrutura macroscópica da espuma é composta por grânulos fundidos por suas superfícies. A variação entre o tamanho e o grau de compactação (fusão) dos grânulos, mais a espessura das paredes e arestas celulares, são os fatores que determinam a densidade do EPP. A citotoxidade *in vitro* do material foi analisada, e o material considerado como não citotóxico. Os resultados dos experimentos mostram que o material é ergonomicamente favorável, embora os efeitos da esterilização na densidade e na superfície macroscópica das amostras devam ser considerados em projetos de produto.

Abstract

Expanded polypropylene (EPP) is a material with favorable properties for many applications, due to recent developments in the processes for obtaining polypropylene (PP) foams. The purpose of this work is to evaluate this material's potential for usage in healthcare institutions, aiming its use in products as a solution for the ergonomic issues found on those environments. Density modifications on the EPP samples were observed after compression set and aging tests. Samples were produced from injection moulded Neopolen® P (EPP) parts, being four material categories with distinct densities. The conditions for the aging test were adapted to sterilization conditions usually performed in health environments. Compression set tests show that the densest the foam, the greater its dimensional recovery potential. Physical sterilization processes cause dimensional changes in the material. Sterilization with peracetic acid (chemical) should only be applied to good surface finish products. The thermal behavior of the material was observed among the EPP categories, without treatment and after aging/sterilization processes: with steam autoclave and with peracetic acid. The studied processes contribute to expanded polypropylene's thermal stability and slightly affect the material's thermal resistance. The structure comprising polymeric and gaseous phases could be observed by SEM. The foam's macroscopic structure is composed by beads melted together at their surfaces. The beads' variation in size and compaction (melting) degree, plus the thickness of the cell walls and edges, are the factors that determine the EPP's density. The material's in vitro cytotoxicity was analyzed, and the material considered non-cytotoxic. Results of the experiments show that the material is ergonomically favorable, although the sterilization effects on density and macroscopic surface must be considered in designing products.

Capítulo 1: Introdução

Ambientes hospitalares apresentam muitas condições de constrangimento ergonômico, tanto para os pacientes quanto para os profissionais da área de saúde [DINIZ, 2003]. Além disso, é grande o número de equipamentos inadequados, mal projetados e/ou improvisados que além de problemas ergonômicos, apresentam risco biológico por constituírem ambientes propícios à proliferação de bactérias e outros microorganismos patogênicos.

O polipropileno (PP) é um polímero termoplástico muito utilizado nas instituições de saúde devido às suas qualidades hospitalares: é esterilizável, quimicamente inerte, atóxico, sendo utilizado como matéria-prima de recipientes, seringas e próteses, entre outros.

O polipropileno expandido (EPP) é uma espuma termoplástica obtida a partir do processamento do PP. O emprego deste material no exterior (principalmente Estados Unidos e Europa) está em crescimento e já é bastante diversificado, sendo utilizado em aspiradores de pó, móveis, entre outros. No Brasil, tem utilização significativa na indústria automobilística, principalmente em pára-choques, devido à sua alta resistência ao impacto.

O EPP é um material que tem se mostrado versátil em várias aplicações, com grande potencial como matéria-prima para projetos de produtos como solução para o problema citado acima. Para tanto, é preciso assegurar que além de propriedades mecânicas favoráveis, o material seja capaz de suportar processos de esterilização e tenha características de biocompatibilidade, para que sua inserção em ambiente hospitalar não se torne uma ameaça.

O EPP pode ser expandido em várias densidades, sendo possível obter uma solução monomaterial para assentos, em substituição aos atuais que não raro são vistos com diversos materiais como: aço (estrutura, grampos, parafusos); madeira (base do assento e encosto); polímeros (espuma de PU como estofamento, borrachas elastoméricas como acabamentos). Desta forma a superfície estrutural do material seria mais rígida e à medida que se aproximasse da superfície de contato com o usuário, se tornaria menos densa (mais macia). Tal tecnologia pode ser aplicada em estações de trabalho para cirurgiões, apoios para pacientes em coma, dentre outras.

Capítulo 2: Objetivos

2.1 Gerais

Investigar as propriedades de espumas de polipropileno expandido (EPP) e determinar características relacionadas ao conforto ergonômico e biocompatibilidade do material, avaliando sua aplicabilidade em ambiente hospitalar.

2.2 Específicos

Verificar se o EPP obedece a padrões ergonômicos de conforto e resistência, por meio de testes de compressão definida em corpos de prova do material de quatro diferentes densidades.

Submeter o material a processos de envelhecimento/esterilização, emulando condições expressivas de operação em ambiente hospitalar, sendo: calor seco (estufa, processo físico); calor úmido (autoclave, processo físico); ácido peracético (imersão em líquido, processo químico) e óxido de etileno (processo físico-químico).

Aplicar técnicas de termogravimetria e microscopia eletrônica de varredura na caracterização do material, para observar seu comportamento sob calor e possibilitar melhor compreensão da estrutura física.

Determinar a citotoxidade *in vitro* do material, o que provê importante informação relacionada à sua segurança biológica.

Analisar a influência exercida no EPP pelos processos de envelhecimento/ esterilização:

- no desempenho mecânico do material quando submetido à compressão definida;
- na densidade do material;
- em sua estrutura macroscópica e microscópica;
- em seu comportamento térmico.

Capítulo 3: Revisão bibliográfica

3.1 Ergonomia hospitalar

A ergonomia hospitalar trata de melhorar as condições de trabalho, o conforto e a segurança dos trabalhadores da área de saúde e dos pacientes. São muitos os estudos publicados lidando com questões de interesse na hospitalização, ambulatório, administração interna e de usuários e logística (nas cozinhas, lavanderias, centrais de esterilização, serviços de manutenção, serviços de radiologia e centros cirúrgicos). O profissional da área de saúde está sujeito a muitos problemas: o próprio ambiente hospitalar propicia riscos à saúde; trabalho em turnos traz efeitos danosos ao trabalhador; o contato direto com o doente deixa o profissional vulnerável a contaminações e são comuns casos de depressão entre trabalhadores em função do trabalho em turnos diferentes e de seu envolvimento com pacientes [DINIZ, 2003].

Grande parte dos problemas ergonômicos é de natureza física, o que pode ser abrandado com o uso de equipamentos apropriados. Cirurgiões, por exemplo, ficam muito tempo em pé e praticamente estáticos abaixo da linha peitoral no exercício de sua profissão, em posições desconfortáveis e inadequadas para a saúde, o que acarreta constrangimentos posturais, estando sujeitos a lesões no sistema músculo-esquelético (Figura 3.1).

Figura 3.1 – Cirurgiões buscando posição de descanso através de apoios improvisados [DINIZ, 2003].

A Figura 3.2 ilustra uma das soluções propostas para o caso do cirurgião, baseada em estudos de biomecânica (ciência que aplica os conhecimentos da mecânica em sistemas vivos). Os materiais empregados na produção deste banco não foram disponibilizados pela empresa. A fisiologia do trabalho possui duas formas de esforço muscular: estático e dinâmico.

Figura 3.2 – Banco cirúrgico UFSK-OSYS SurgiLine [www.visionequip.com/html/mUFSK/UFSKLg/UFSKsurgiLine.html].

O trabalho dinâmico caracteriza-se por uma seqüência rítmica de contração e extensão da musculatura. O trabalho estático caracteriza-se por um estado de contração prolongado da musculatura, mantendo uma postura. Uma boa postura é aquela em que o trabalhador pode modificá-la como quiser. O ideal é que ele possa adotar uma postura livre, ou seja, uma postura que possa lhe convir em determinado instante. A concepção do posto de trabalho e/ou a concepção da tarefa deve favorecer a mudança de postura, como por exemplo, a alternância entre ficar em pé e sentado. O tempo de manutenção de uma postura deve ser o mais breve possível, pois a nocividade da postura é função do tempo de manutenção da mesma. Portanto, os esforços estáticos devem ser reduzidos ao máximo. Todo esforço estático é nocivo à saúde, pois causa um aumento da tensão arterial e da freqüência cardíaca. A adoção da postura em pé

nem sempre é justificada pelas características do trabalho a ser efetuado; em um grande número de casos observa-se que o trabalhador está de pé simplesmente porque o construtor da máquina não previu que ele pudesse se sentar [LEÃO, 2002].

As lesões do sistema músculo-esquelético, particularmente as algias vertebrais, são internacionalmente reconhecidas como um risco ocupacional entre os trabalhadores de enfermagem. Quanto aos fatores de risco relacionados especificamente com as atividades profissionais, os mais citados são o transporte e movimentação de pacientes, manutenção de posturas inadequadas e estáticas, movimentos freqüentes de flexão e torção da coluna vertebral e, os fatores ergonômicos inadequados de mobiliários e equipamentos utilizados nas atividades cotidianas da enfermagem (Figuras 3.3 e 3.4) [ALEXANDRE, 1998].

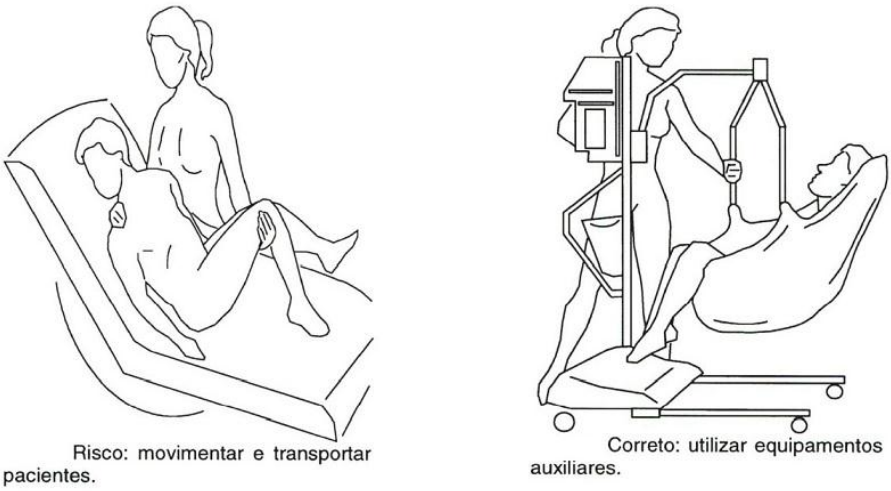

Figura 3.3 – Riscos no trabalho do enfermeiro [ALEXANDRE, 1998].

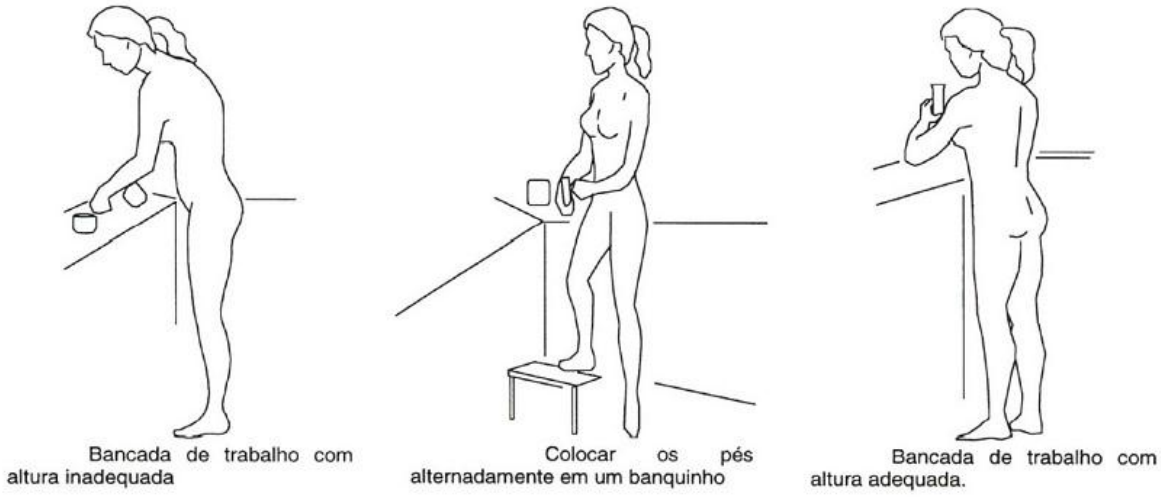

Figura 3.4 – Riscos no trabalho do enfermeiro [ALEXANDRE, 1998].

A Figura 3.5 ilustra projeto de uma estação de trabalho que visa permitir ao usuário alternar posições durante seu trabalho, conforme julgue apropriado, adotando uma postura de trabalho mais sadia. Toma como referência projetual a geometria da postura neutra nos membros inferiores [SOUZA, 2006].

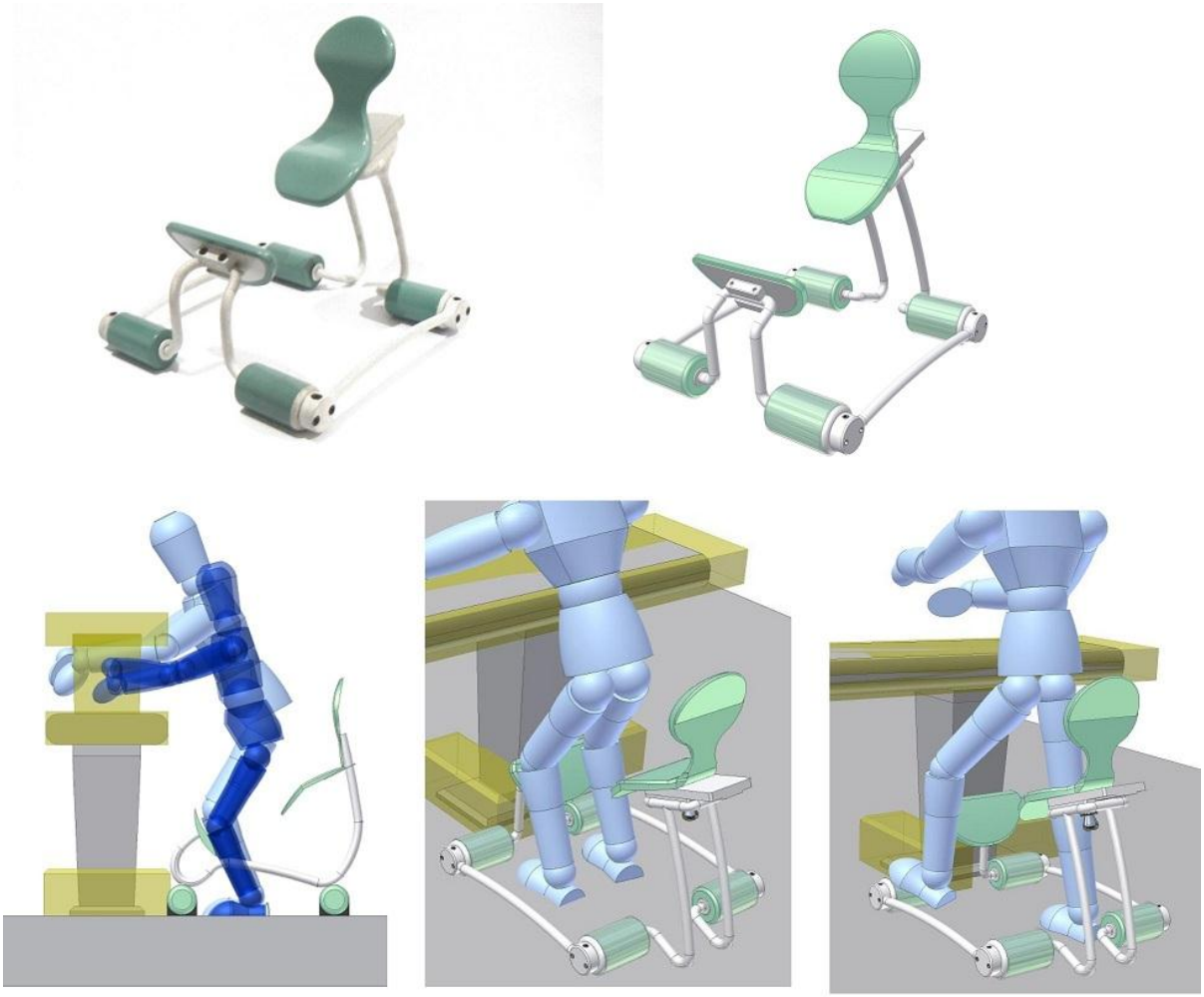

Figura 3.5 – Estação de trabalho para atividade dinâmica [SOUZA, 2006].

Pacientes também estão expostos a riscos ergonômicos.

Uma camada de material amortecedor na base de macas poderia diminuir o risco de traumas nos pacientes (Figura 3.6). Também pode ser aplicado na parte externa de colares cervicais (Figura 3.7). Pacientes em coma precisam de apoios e alternância de posições, principalmente em procedimentos como o banho, o que atualmente é improvisado com o uso de toalhas dobradas.

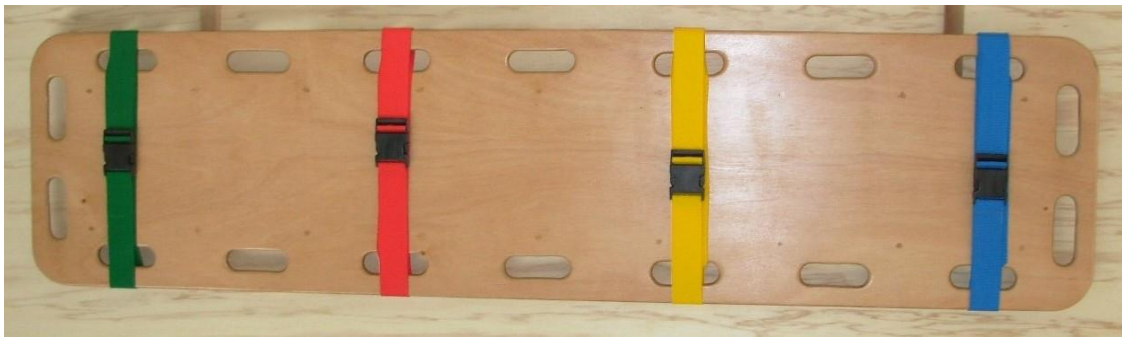

Figura 3.6 – Maca imobilizadora [www.almedical.com.br].

Figura 3.7 – Colar cervical [www.almedical.com.br].

3.2 Esterilização e biocompatibilidade de polímeros

Esterilização é o processo de destruição de todos os organismos, patogênicos (aqueles que causam doenças infecciosas) e não patogênicos, incluindo os esporos (formas inativas de bactérias). Pode ser feita por processos físicos e químicos. Os físicos incluem as radiações (raios ultravioleta e cobalto 60) e calor: úmido, realizado em autoclaves (o material deve ficar exposto por 30 minutos a 127ºC; considerado o melhor método); seco, realizado em estufas (o material deve ficar exposto por 60 minutos a 160ºC; indicado para artigos prejudicados pela autoclavagem, que, por exemplo, afeta as propriedades de corte do instrumental cirúrgico). A destruição de microorganismos por agentes químicos consiste em expor o material a produtos líquidos como formol, cidex, germekil, ácido peracético, e a produtos gasosos como a formalina. A esterilização físico-química por óxido de etileno é considerada como o método mais moderno de esterilização, ocorrendo numa câmara esterilizadora e com um sistema de controle [KOCH, 1996].

Entretanto, o óxido de etileno é altamente solúvel em silicone e usuários deste método de esterilização devem realizar testes para garantir níveis aceitáveis de resíduos. Testes de cultura celular podem ser utilizados para mostrar a ausência de resíduos dos agentes de esterilização. As características do material também podem mudar como resultado da esterilização por óxido de etileno, que tende a aumentar a densidade do ramificado, alterando significativamente as propriedades do material. Esterilização com autoclave é permissiva para a maioria dos elastômeros e espumas porque as características do material não são significativamente alteradas durante o processo [ASTM F 2042].

Entretanto, deve-se assegurar que a esterilização com calor não degrade o material. Polímeros como a polisulfona (PSU) podem passar sucessivas vezes pelo processo de autoclavagem sem mudanças em suas propriedades, devido a sua excelente estabilidade dimensional (Figura 3.8). Se nenhum dos processos físicos se mostrar apropriado, ainda é necessário observar a resistência do material aos métodos químicos.

Figura 3.8 – Câmara de umidificação de uso hospitalar feita de PSU (polisulfona) [www.medicasrl.com].

Assim como os outros materiais, polímeros hospitalares (poliolefinas, polisulfona, géis, entre outros) devem ter boas características de biocompatibilidade [ASTM F 748].

Biocompatibilidade é tradicionalmente associada com materiais e dispositivos que não estimulam uma resposta biológica negativa, como alergias, por exemplo. Entretanto, há um aumento de dispositivos que são projetados para serem bioativos e biointerativos. Com estes dispositivos a presença ou melhora de uma reação biológica é desejável. Portanto, a interpretação dos resultados dos testes biológicos deve ser feita à luz da aplicação final desejada do material ou dispositivo [ASTM F 748].

Testes *in vitro* e em animais são apenas modelos do ambiente clínico humano. A experiência clínica com um material será determinada, de fato, somente após um período de uso clínico. Sugere-se um período de vários anos em um teste cuidadosamente controlado para assegurar de forma aceitável a biocompatibilidade. O período de latência para o aparecimento de tumores malignos em resposta a agentes cancerígenos pode ser de 20 anos ou mais em humanos. Não se sabe qual será a relação entre o período de latência em animais e em humanos para materiais cancerígenos ainda não descobertos [ASTM F 748].

Não foram encontrados documentos relatando características do polipropileno expandido quanto a estas questões. O polipropileno é tido como material inerte e apropriado e, embora similar, não se pode deduzir seguramente que o EPP tenha as mesmas características, conforme observado na norma ASTM F 2042, que afirma que "a biocompatibilidade de elastômeros e espumas como uma classe de materiais não pode ser estabelecida categoricamente; dependendo da formulação, condições de processamento e uso final de cada objeto".

3.3 Espumas poliméricas

Espumas poliméricas são compostas de uma estrutura celular criada por expansão por meio de um agente de sopro. Contém pelo menos duas fases, uma matriz polimérica e bolhas gasosas. Uma estrutura de células abertas ou fechadas é formada, com as paredes celulares cercando a fase gasosa. Nas espumas de célula fechada, as células gasosas estão completamente enclausuradas pelas paredes celulares, enquanto que nas espumas de células abertas, as células gasosas se dispersam na matriz, pois não estão confinadas e se conectam por passagens abertas. A presença de vazios ou descontinuidades devido a essa estrutura celular diminui o consumo de material. O polímero pode ser estabilizado contra a ruptura celular provocando reticulações na matriz. Espumas podem ser flexíveis ou rígidas, sendo que espumas de células abertas tendem a ser mais flexíveis [MAIER, 1998].

A densidade das espumas plásticas pode variar na faixa entre 1kg/m³ a 960kg/m³ e as propriedades mecânicas normalmente são proporcionais à densidade da espuma. Espumas de baixa densidade (menos de 30kg/m³), flexíveis são aplicadas como estofamentos; espumas de alta densidade são usadas em aplicações estruturais, de carga. Propriedades mecânicas de espumas poliméricas convencionais são mais baixas que em partes sólidas devido ao menor

conteúdo material; entretanto espumas micrométricas (com poros entre 1 e 10 micrometros) fornecem boas propriedades mecânicas com reduzido peso [MAIER, 1998].

As espumas poliméricas mais comuns são as de polietileno (PE), poliuretano (PU) e poliestireno (o popular isopor, EPS); entretanto, espumas de polipropileno proporcionam propriedades favoráveis a baixo custo material. PP é um material mais resistente que o PE e apresenta melhor performance sob condições de aplicação de carga/estruturais. A baixa temperatura de transição vítrea do PP (comparado ao PS) implica em maior flexibilidade e resistência ao impacto [MAIER, 1998]. Espumas poliméricas têm aplicações geralmente relacionadas à proteção e conforto. Não são esmagáveis sequer totalmente recuperativas [ZHANG, 2010]. A partir de certa deformação sob tensão, um grau de deformação sempre estará presente.

Espumas de poliolefinas (caso do PE e PP) possuem diversos processos de produção e podem ser obtidas com densidades baixas (25kg/m³ a 250kg/m³) ou altas (250kg/m³ a 700kg/m³). Há bastante tempo são pesquisadas, produzidas e aplicadas na sociedade, com um consumo de milhares de tonelada por ano. A maior parte das espumas de poliolefinas é de polietileno e seus copolímeros [RÄTZSCH, 1999].

Num estudo com espumas de polipropileno expandido (EPP) de densidade 43kg/m³, espumas de poliestireno extrudado (XPS) de densidade 35kg/m³, e espumas de polietileno de baixa densidade (LDPE) de 20kg/m³, 29kg/m³ e 50kg/m³ foram observadas deformações isotrópicas no EPP e no LPDE, enquanto que no XPS ocorreram de forma altamente anisotrópica [OZTURK, 2011]. Noutro estudo, foi relatado que o comportamento do EPP e espuma de LDPE expandidos poderia ser considerado isotrópico, mas espuma de polietileno extrudado é altamente anisotrópica. Aparenta ser uma propriedade mais atrelada ao processo de produção empregado do que à natureza do material [MOREAU, 2004].

A expansão de poliolefinas é realizada incorporando agentes expansores químicos gasosos, ou agentes expansores físicos voláteis, ou ainda gases contendo nitrogênio ou dióxido de carbono antecedendo ao termoprocessamento. A estrutura celular da espuma pode ainda ser influenciada pela adição de agentes nucleantes na fusão. A escolha do agente de sopro químico ou físico depende da densidade pretendida (ou seja, da aplicação) e influencia em quais equipamentos são necessários e nos custos de produção. O custo de agentes químicos é maior que dos agentes físicos, mas eles não precisam de tecnologia especial de processamento [RÄTZSCH, 1999].

A densidade do EPP pode ainda ser reduzida a menos de 1kg/m³ pelo processo de impregnação com um agente expansor em suspensão aquosa [WITT, 1996].

3.4 Polipropileno expandido: processamento e características

O polipropileno expandido (EPP) foi sintetizado pela primeira vez em 1972. Desde então o material vem sendo aperfeiçoado, principalmente com a chegada do século XXI; fabricantes tem tido sucesso no controle de densidade, porosidade e acabamento final; além de progressivo aumento da rigidez com diminuição do peso [LEE, 2007].

A expansão do polipropileno é difícil de ser obtida devido à baixa elasticidade (medida da recuperação elástica) e resistência do fundido (resistência da fusão à extensão/estiramento). Estas propriedades estão diretamente relacionadas, quanto maior a elasticidade, maior também a resistência do fundido. Com propriedades de fusão fracas, paredes celulares separando bolhas de gás no polímero em expansão não são fortes o suficiente para suportar a força de extensão conforme o gás se expande, e rompem. Assim sendo, espuma de polipropileno normalmente possui um alto grau de células abertas, o que o torna inadequado para várias aplicações. A resistência do fundido pode ser aumentada com modificações no polímero, como as reticulações; outros métodos incluem a utilização de alta pressão na injeção; mais de um agente expansor; ou duas resinas de polipropileno com viscosidades diferentes [MAIER, 1998].

Alguns autores [PARK 2002 e LEE 2005] lidam com esta questão e procuram definir a melhor forma de sintetizar o EPP para a aplicação desejada. A nucleação celular do EPP com diferentes agentes de sopro, tamanho de partículas, temperatura e velocidade de processamento, foi estudada pelo pesquisador Chul B. Park, com artigos publicados ao longo das últimas duas décadas. Utilizar um agente de sopro de baixa difusibilidade reduz a temperatura de fusão do material, o que diminui a perda de gás no processo, tornando a cristalização mais uniforme e apropriada. A inserção de nanopartículas de argilas na matriz polimérica melhora as condições de nucleação no processamento da espuma.

Polímeros semicristalinos geralmente são mais difíceis de expandir do que polímeros amorfos. A morfologia e grau de cristalinidade de polímeros semicristalinos influenciam na solubilidade e difusibilidade do agente expansor e na estrutura celular da espuma. O gás resultante do uso de agente expansor não se dissolve em regiões cristalinas, fazendo com que a absorção e difusão ocorram predominantemente nas regiões amorfas do polímero. Como conseqüência, a nucleação de bolhas se torna heterogênea e a estrutura celular permanece não uniforme. Nos experimentos com espumas de PP microcelular, resinas com 46% de cristalinidade produziram uma estrutura celular não uniforme, enquanto que as resinas com 41% de cristalinidade resultaram numa estrutura celular uniforme [MAIER, 1998].

O trecho a seguir descreve resumidamente o processo de produção de EPP conforme é predominantemente praticado no Brasil [KOLESKI, 2007]:

"A produção industrial do polipropileno expandido se inicia a partir da destilação do óleo cru (petróleo) de onde se produz a nafta que, em um processo físico-químico de craqueamento, origina compostos aromáticos (benzeno, tolueno e xilol) e oleofinas (etileno, butadieno e propileno). A polimerização do propileno (P) vai produzir o polipropileno (PP) que, por meio de reações físicas provocam a expansão do material, gerando o polipropileno expandido (EPP). O polipropileno expandido é um tipo de termoplástico propileno (PP) que sofre uma reação de polimerização, transformando-se em polipropileno e a seguir, o processo de granulação por meio de uma reação física de alta pressão e temperatura, provocando a expansão do material plástico e gerando um material cujo estado se apresenta espumoso. Sua formula química é [-CH(CH3)CH2-]n, semelhante à do polipropileno comum. Existem duas formas de se produzir o polipropileno expandido: por extrusão e por impregnação. O método de extrusão promove a produção de miniespumas pelo aumento de pressão com a injeção de gás expansor no cilindro da máquina extrusora e da elevação da temperatura pela circulação de vapor por um sistema de serpentina que envolve o mesmo cilindro. Essas ações promovem a expansão do polipropileno original, diminuindo sua densidade devido ao aumento de volume e gerando o polipropileno expandido em forma de filetes contínuos. Na saída da máquina é feita a redução em minicilindros, os quais servirão de matéria-prima para a confecção de autopeças por injeção (N.A.: Figura 3.9).

(...)

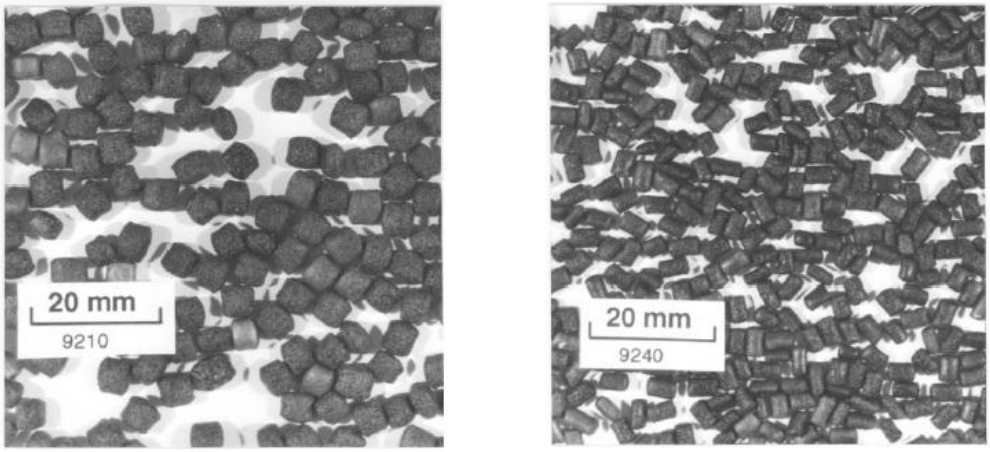

Figura 3.9 – As unidades estruturais: grânulos pré-expandidos de polipropileno, Neopolen® P N-9210 e N-9240 [BEVERTE, 2004].

Os objetos a serem produzidos com EPP são moldados em máquinas, chamadas de injetoras (N.A.: Figura 3.10), *com câmaras de vapor projetadas para suportar uma pressão de pelo menos 5 bar. O processo é composto de cinco estágios.*

Estágio 1 - Enchimento do molde

As pérolas são introduzidas no molde por injetores de enchimento que são alimentados um vaso pressurizado. Uma vez que o produto não possui agente de expansão, as pér devem ser comprimidas no molde. Isso pode ser feito de duas maneiras:

- Enchimento sob pressão - as pérolas são comprimidas no molde com ar comprimido até a contra-pressão interrompa o fluxo;

- Enchimento crack-press - as pérolas são colocadas no molde ligeiramente aberto com b pressão, e então o molde é fechado comprimindo as pérolas.

N.A.: embora mantido aqui o termo "pérolas", conforme o documento original, no restante deste trabalho os *beads* de polipropileno expandido estão referidos como "grânulos", seguindo a predominância deste termo na literatura em português. Também contribui para evidenciar a diferença estrutural existente com as pérolas de PP.

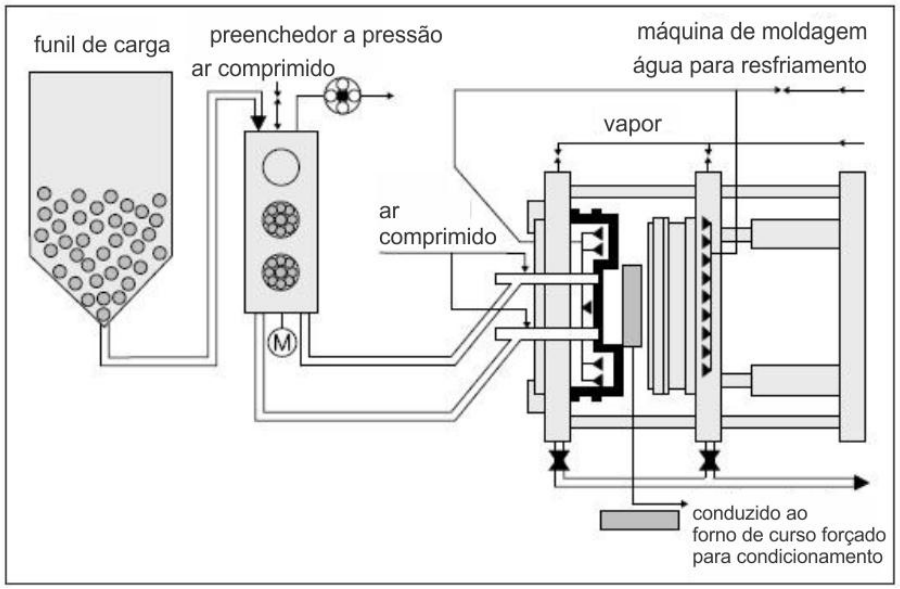

Figura 3.10 – Equipamento para moldar Neopolen® P [BASF, 1995], adaptada.

Pré-pressurização - A pré-pressurização aumenta a pressão do ar contido nas células das pérolas. Isso é feito deixando-se as pérolas sob a ação de ar comprimido e temperatura de 60º a 80ºC por várias horas. As técnicas de enchimento descritas acima também são utilizadas com as pérolas pré-pressurizadas. A menor densidade do moldado que se pode atingir é um pouco maior que a densidade aparente do produto original.

Estágio 2 - Moldagem

As pérolas aprisionadas no molde são aquecidas com vapor, que provoca a soldagem delas. A pressão de entrada do vapor saturado deve ser em torno de 4.2 a 6,0 bar. A pressão máxima na câmara de vapor é de 3.2 - 5.0 bar.

Estágio 3 - Resfriamento

As peças moldadas são resfriadas até que não haja mais risco de inchação e formação de rachaduras no momento do desmoldagem. O tempo depende da densidade e da espessura da parede do moldado.

Estágio 4 - Desmoldagem

A desmoldagem é feita com o auxílio de ejetores mecânicos ou ar comprimido, ou ainda, uma combinação dos dois.

Estágio 5 - Condicionamento

Dependendo da densidade do produto formatado, ele deverá ser condicionado por pelo menos 6 horas em ar quente (preferencialmente a 80º), para que recuperem parcialmente seus volumes e para que a água intersticial seja removida. Deve haver uma boa circulação de ar, por isso a estufa não deve ficar muito cheia. Normalmente abaixo de 40 g/l já é necessário esse condicionamento, acima dessa densidade, o produto poderá ser condicionado à temperatura ambiente. O condicionamento não recupera totalmente o volume das peças para o tamanho do molde. A contração permanente esperada para o moldado é de 1,5 a 2,5%".

Assim, peças de EPP são constituídas de grânulos compostos por células poliédricas fechadas de polipropileno, fundidos em conjunto por suas superfícies (Figura 3.11), formando uma estrutura celular secundária [DENZER, 1999]. A resposta tensão-deformação do EPP é sobretudo relacionada à microestrutura da espuma [BOUIX, 2009].

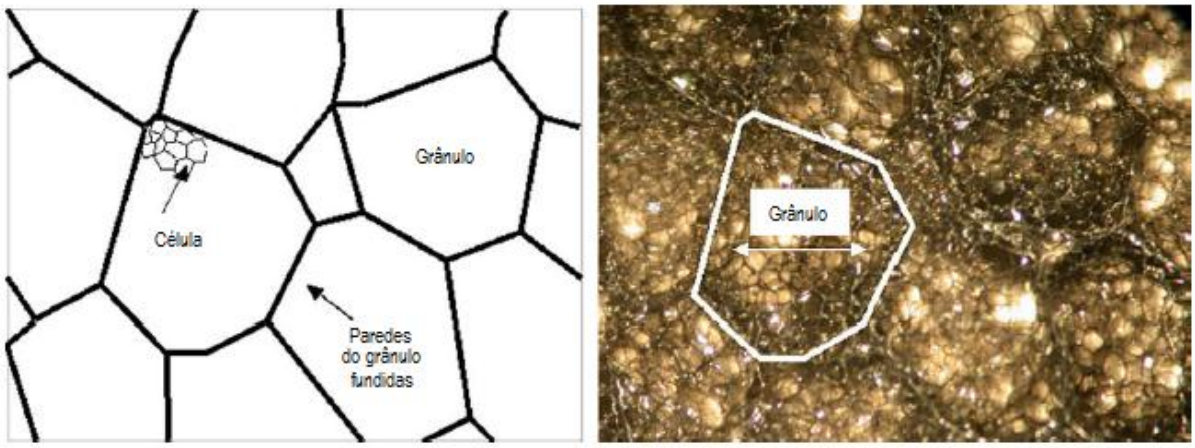

Figura 3.11 – Diagrama e fotografia da estrutura do EPP: agregado de células microfechadas delimitadas por paredes dos grânulos [BOUIX, 2009], adaptada.

Produtos Neopolen® P são caracterizados por seu baixo peso, propriedades de amortecimento extremamente favoráveis, e alta absorção de energia, aliada a boa capacidade de preservar sua forma inicial sob cargas dinâmicas. Também possuem boa estabilidade dimensional sob um amplo intervalo de temperatura (entre -40°C e 110°C), alta resistência a solventes químicos, óleos e gases, baixa absorção de umidade, baixa transferência de calor. Estas características determinam o ramo de aplicação do EPP. Como é um termoplástico, o EPP pode ser reciclado. [BEVERTE, 2004].

A estrutura de EPP com 100% de células fechadas torna o revestimento extremamente resistente à água e à pressão hidrostática. [RIGOSI, 1999]. A estabilidade térmica da espuma de polipropileno é maior do que a da espuma de polietileno, o que é compreensível considerando a diferença do ponto de fusão de ambos os polímeros. [CHODÁK, 1999]

Comparado a outros materiais poliméricos as propriedades mecânicas do EPP são mais complexas, e a deformação sob compressão apresenta 3 estágios: deformação elástica linear, deformação por colapso e deformação de compactação. Durante o primeiro estágio, o regime elástico linear é obtido pelo flexionamento e estiramento das paredes ou faces celulares do EPP, que irão se curvar com deformação linear, que corresponde a cerca de 5% da deformação total. Ao longo do segundo estágio, as paredes celulares, como pequenos tubos ou chapas, perdem sua estabilidade e começam a entrar em colapso por flambagem elástica ou plástico-elástica. Isto ocasiona grande deformação, que resulta numa faixa estável na curva de tensão-deformação, chamada *stress plateau* (onde a tensão é quase constante numa ampla gama de deformação). Durante esta fase patamar de tensão (Figura 3.12a), o EPP passa por alta taxa de deformação por compressão e absorve uma quantidade considerável de energia específica. Nesta etapa o ar é removido dos espaços intercelulares. No terceiro estágio, as deformadas paredes celulares serão ainda mais comprimidas e um aumento considerável na rigidez do material será atingido. Este regime de densificação é a razão para o aumento de tensão abrupto a níveis elevados de deformação [DENZER, 1999; BOUIX, 2009; ZHANG, 2010; MAHEO, 2012].

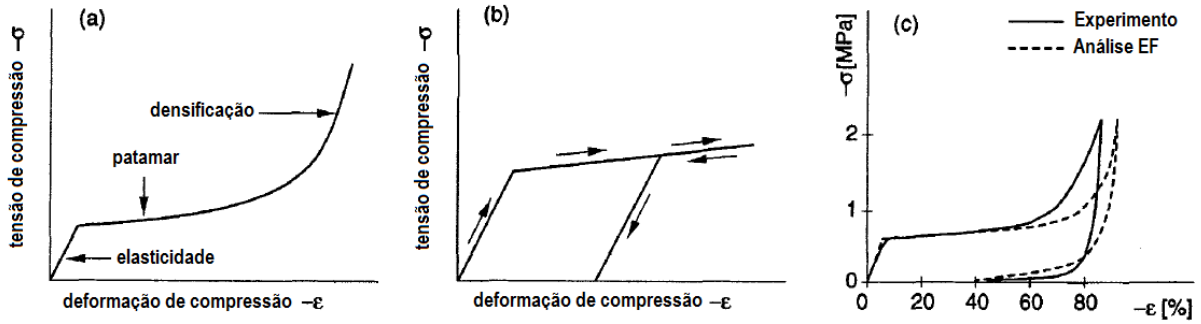

Figura 3.12 – (a) Diagrama esquemático da curva tensão-deformação de compressão para espuma de polipropileno. (b) Comportamento da carcaça do material EPP sob carga e descarga. (c) Comparação entre dados experimentais e resultado de análise dos elementos finitos [DENZER, 1999], adaptada.

Bases teóricas de modelos numéricos desenvolvidos para espumas de poliuretano foram adotadas por Denzer [DENZER, 1999] para estudar o comportamento das espumas de polipropileno. Ele denominou como *diffuse continuum* o gás aprisionado no interior das células ao incorporar este elemento estrutural num modelo matemático desenvolvido, em que a relação tensão-deformação total da espuma foi obtida levando em conta a contribuição tanto da carcaça estrutural polimérica quanto do gás. A resposta do *diffuse continuum* à carga de compressão é um discreto aumento da tensão de compressão, causada pelo gás comprimido.

No experimento, a densificação da espuma de PP se inicia a valores de tensão de compressão mais baixos do que os estimados pela análise dos elementos finitos (Figura 3.12c). Uma razão para esta discrepância é que tanto *diffuse continuum* quanto a estrutura polimérica do modelo não descrevem adequadamente as interações entre as paredes celulares vizinhas [DENZER, 1999].

A evolução de modelos teóricos pode ser averiguada observando o trabalho desenvolvido por Viot [VIOT, 2008], onde o comportamento virtual do material é estudado a fim de possibilitar uma simulação projetual com o EPP. Isso é feito transpondo o comportamento observado na morfologia polimérica (através de microtomografias aplicadas ao longo de um experimento de compressão dinâmica, Figura 3.13), para software de modelamento 3D (Figuras 3.14 e 3.15).

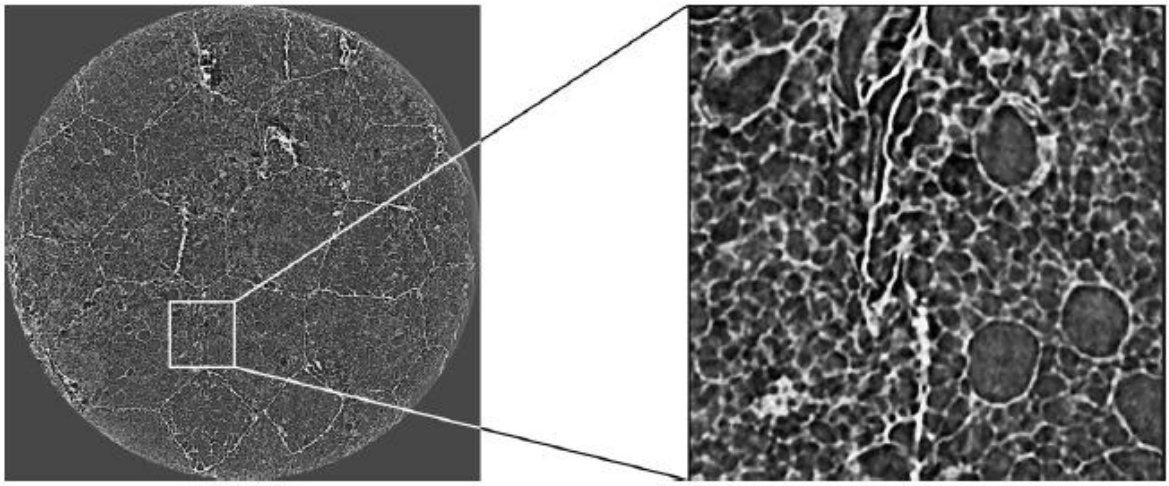

Figura 3.13 – Seção transversal de uma microtomografia da espuma de polipropileno. À esquerda vista completa da seção, onde as paredes dos grânulos parecem bem definidas. À direita, porção aumentada da imagem, que exemplifica a dificuldade em localizar tais paredes com precisão [VIOT, 2008].

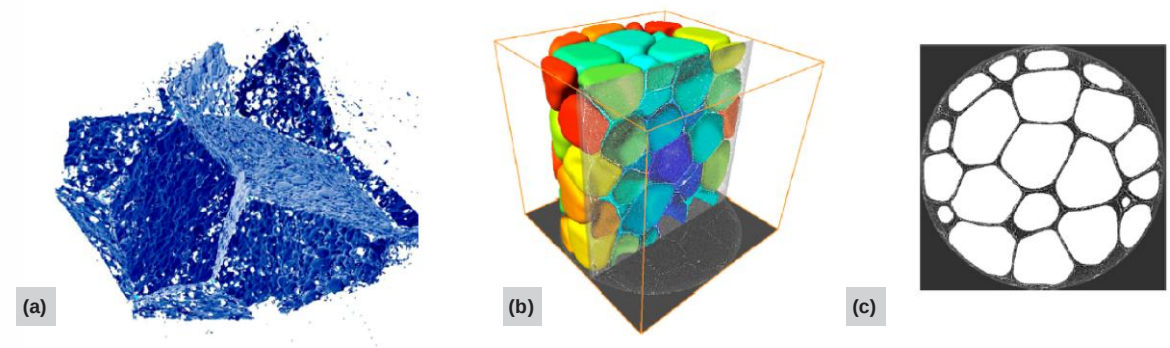

Figura 3.14 – Modelagem virtual: (a) Reconstrução 3D das paredes dos grânulos utilizando filtros numéricos clássicos. (b) Vista isométrica em corte das superfícies calculadas que delimitam os grânulos, com um mapa de cores que corresponde à densidade relativa dos mesmos. Grânulos na periferia são notadamente mais densos. (c) Seção transversal do modelo 3D, mostrando o volume intersticial entre os grânulos reconstituídos/reconstruídos [VIOT, 2008], adaptada.

Após impacto, a flambagem das paredes dos grânulos e das células foi observada por microscopia MEV/SEM. Contudo, tais observações são possíveis apenas nas faces livres da amostra, implicando que este método não pode estimar o campo de deformação no interior da estrutura de EPP. Para contornar este problema, as chamadas projeções, obtidas através de tomografia por difração de raios-X, foram utilizadas para reconstruir seções transversais do material (Figura 3.13). Como é uma técnica não destrutiva, a mudança da microestrutura de dada amostra pode ser acompanhada em 3D durante um teste mecânico. O EPP tem uma estrutura multi-escala, constituída de grânulos e micro células fechadas, tornando a

segmentação mais complexa e demandando o desenvolvimento de um procedimento específico de análise de imagem. Para estudar a carga dinâmica (5 m/s), foram executados vários impactos interrompidos em dada amostra, com amplitude gradual e obtendo uma microtomografia entre cada impacto [VIOT, 2008].

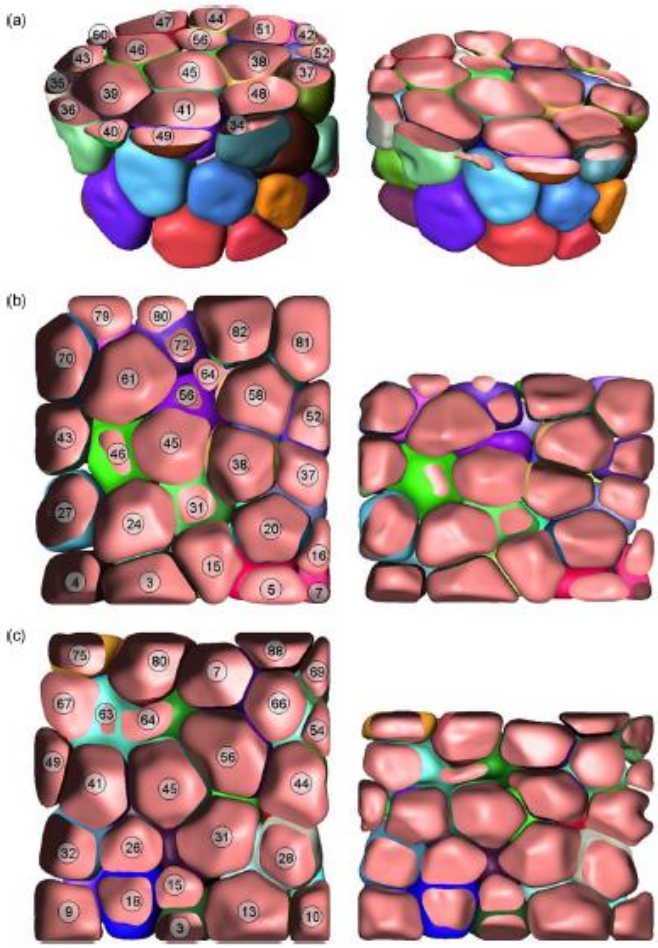

Figura 3.15 – Vistas (a) isométrica e (b), (c) laterais da amostra computadorizada em dois estágios: antes do impacto (à esquerda) e depois do impacto (à direita); com identificação numérica dos grânulos [VIOT, 2008].

Além de hiperelasticidade, o EPP apresenta fenômenos inelásticos, por exemplo, a maciez como resultado da tensão aplicada e efeitos de deformação residual. A espuma polimérica geralmente não retorna a seu estado inicial, correspondendo à configuração naturalmente sem tensão após carga e descarga, mas apresenta uma deformação após o cessamento de todas as cargas de tensão. Esta deformação tende a diminuir com o tempo após um período suficiente de alívio de tensões. A deformação residual acumulada depende da compressão máxima efetuada na amostra durante o ciclo de carga anterior, por exemplo, compressão maior se traduz em deformação residual maior. Mas a deformação residual

acumulada não depende linearmente da compressão máxima. A deformação residual acumulada, pelo mesmo máximo de compressão, aumenta com o aumento da densidade do EPP. O tempo de compressão também exerce influência, quanto mais prolongado, menor a taxa de recuperação [ZHANG, 2010].

Como mostrado na Figura 3.16, a deformação residual acumulada diminuirá com o tempo até parcialmente desaparecer, após um período suficientemente alto de alívio de tensões; por exemplo, a deformação residual para a espuma de EPP1 na compressão máxima de 0,4 é 0,10, e após três meses de alívio, a deformação residual é 0,04 [ZHANG, 2010].

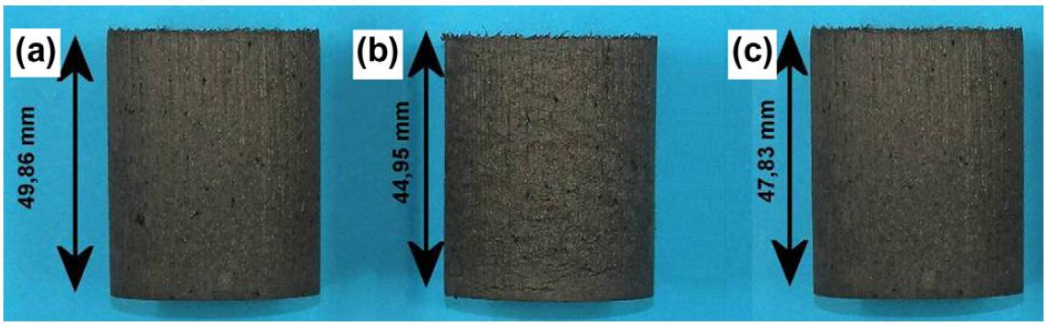

Figura 3.16 – Lento processo de desprendimento de deformação residual.
(a) Antes da compressão, (b) com deformação residual após compressão,
(c) desprendimento lento da tensão residual após 3 meses [ZHANG, 2010].

Há grande diferença na tensão correspondente ao mesmo nível de deformação entre os processos de carga e seu cessamento (Figuras 3.12b e 3.17). A forma da curva de tensão-deformação na descarga é como o processo de carga sem a deformação elástica inicial [ZHANG, 2010].

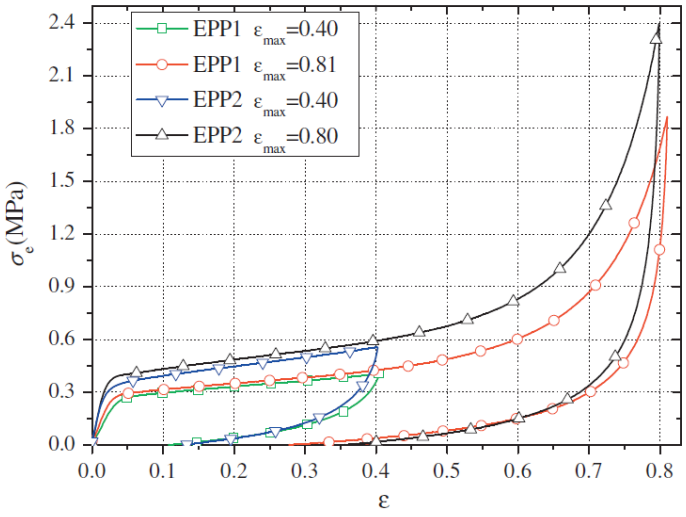

Figura 3.17 – Relação tensão-deformação de dois tipos de EPP,
sob duas taxas distintas de deformação ε [ZHANG, 2010].

Zhang [ZHANG, 2010] realizou experimentos com compressão uniaxial em duas categorias típicas de EPP de baixa densidade (EPP1 tem densidade de 62,7kg/m³ e EPP2 tem densidade de 77,2kg/m³) sob alta deformação numa máquina de compressão padrão, velocidade de compressão de 3mm/min.

Um modelo pseudo-elástico foi apresentado, que inclui aliviamento de tensão e efeitos de deformação residuais. Parâmetros materiais teóricos do modelo pseudo-elástico, e o modelo resultante calibrado fornece previsões razoavelmente precisas (Figura 3.18) para o comportamento inelástico da espuma polimérica. Os dados também foram utilizados para determinar o módulo de cisalhamento e o módulo de compressão. Previsões de redução da rigidez e deformação residual utilizando o modelo são concordantes com resultados experimentais [ZHANG, 2010].

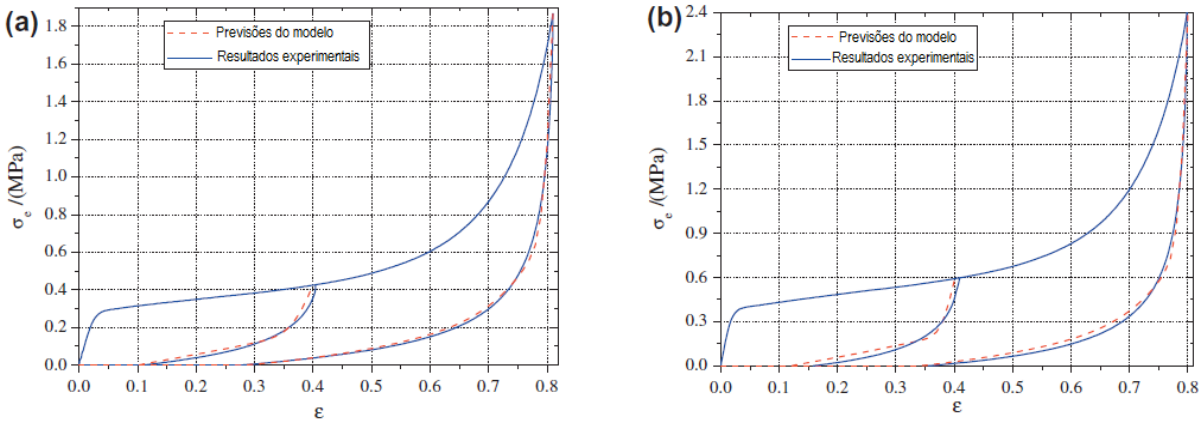

Figura 3.18 – Comparação de resultados numéricos e dados experimentais para duas amostras da espuma de polipropileno, (a) EPP1, (b) EPP2 [ZHANG, 2010], adaptada.

O EPP pode ser submetido a alta deformação elástica antes que apresente deformação permanente ou rompimento. Possui características de baixo coeficiente de Poisson e compressionabilidade muito alta, sendo que a maior parte da deformação pode ser recuperada mesmo após grande compressão. Resultados de ensaios de deformação uniaxial em diferentes direções no material apresentam pouca diferença na relação tensão-deformação, portanto a espuma EPP pode ser considerada um material isotrópico [ZHANG, 2010].

Experimentos de resistência à compressão realizados por Beverte [BEVERTE, 2004] em EPP's Neopolen® P de diferentes densidades mostram uma diminuição mais ágil da tensão em espumas menos densas (Figura 3.19). Pode-se concluir que espumas mais leves possuem estrutura mais homogênea do que as pesadas. Na região de patamar de tensão o Neopolen® P se deforma como um material isotrópico. As amostras foram suficientemente

elásticas para reter sua unidade estrutural mesmo a deformações de 90%. Testes quase-estáticos foram conduzidos a uma velocidade que corresponde a 10% de compressão por minuto.

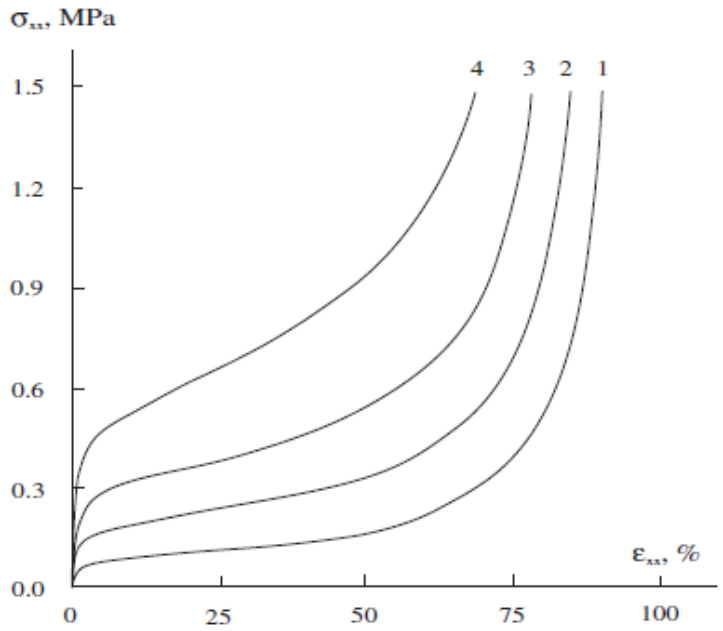

Figura 3.19 – Curvas de compressão tensão-deformação, com as seguintes densidades ρ (kg/m³) correspondentes: (1) 23,0, (2) 40,2, (3) 57,3, (4) 83,7 [BEVERTE, 2004].

Bouix [BOUIX, 2009] extraiu amostras do cerne de blocos de 750mm x 500mm x 200mm, o que garante densidade homogênea no corpo de prova, evitando os gradientes de alta densidade próximos às superfícies externas dos blocos da espuma. O tamanho médio de células e grânulos foi determinado pela medição de mais de 400 grânulos para cada densidade estudada via MEV/SEM.

A microestrutura da espuma foi investigada, através de duas amostras de polipropileno expandido microestruturalmente diferentes mas de mesma densidade 90kg/m³ (Figura 3.20). No EPP B 60% das células são 10 vezes menores que as do EPP A, segundo estimado. Foi observado que o EPP A é mais sensível ao grau de deformação e EPP B apresenta maior resistência. É sabido que células de tamanhos menores são menos propensas à flambagem, o que resulta num nível mais alto de tensão de ruptura. Paredes e arestas celulares maiores e mais espessas são mais suscetíveis aos efeitos de micro-inércia (que se apresenta no segundo estágio de deformação EPP). Estes efeitos de micro-inércia são maiores no caso de aplicação de cargas dinâmicas e também quando a densidade da espuma aumenta [BOUIX, 2009].

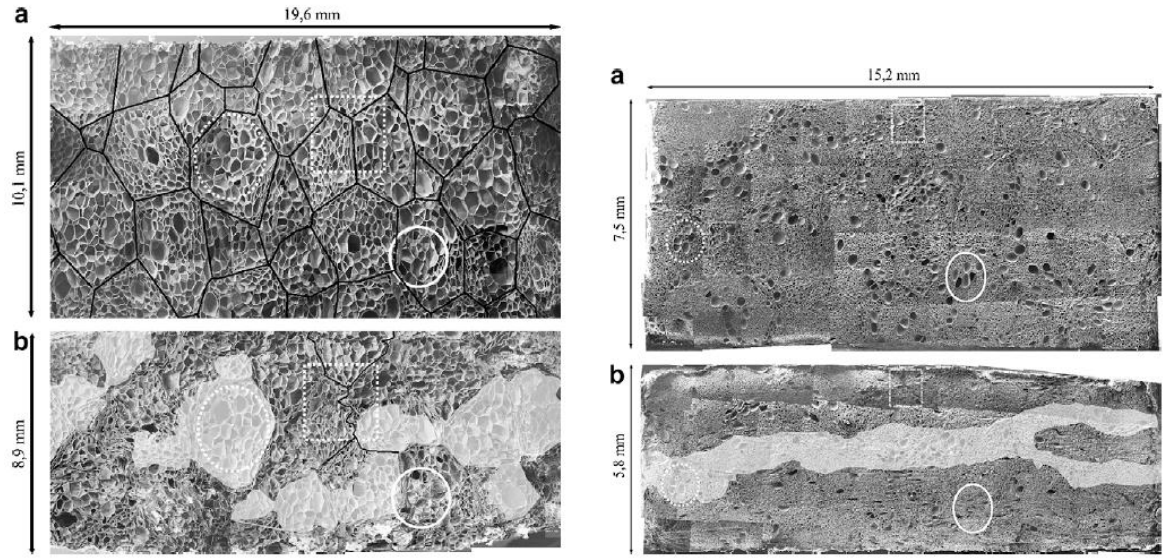

Figura 3.20 – Montagem de micrografias MEV/SEM abrangendo corpo de prova completo de duas espumas de EPP: (a) amostras sem deformação e (b) após 50% da compressão dinâmica com o SHPB. À esquerda EPP A e à direita EPP B [BOUIX, 2009].

A partir de experimentos foram obtidas curvas tensão-deformação para diversas densidades de EPP, sob diferentes velocidades de compressão (Figura 3.21) [BOUIX, 2009].

No caso de uma colisão, a estrutura é submetida a uma carga de velocidade decrescente, da velocidade inicial de impacto até o repouso completo, à medida que o material é esmagado. Uma simulação adequada destas condições pode ser obtida através do teste dinâmico (de impacto), porém o processo de completo esmagamento do elemento estrutural em estudo pode ocorrer em frações de segundos tornando complexa a sua análise. Nos testes quase-estáticos, o corpo de prova é submetido a uma deformação com velocidade de compressão pré-determinada constante, facilitando o controle do procedimento. Este tipo de teste tem sido utilizado por vários pesquisadores a fim de se estudar a capacidade de absorção de energia dos materiais compósitos e prover informações importantes relativas aos mecanismos de fratura [SILVA, 2006].

Utilizando o dispositivo original *flywheel*, Bouix [BOUIX, 2009] pôde submeter amostras à carga dinâmica com taxa de deformação intermediária, pré-definido (Figura 3.21b). Assim que totalmente esmagada ou a força de compressão atingir um valor limiar pré-estabelecido, um sensor ativa um mecanismo que impede compressão adicional da amostra.

A resistência à compressão quase-estática (Figura 3.21a) de tamanhos celulares menores (paredes celulares mais curtas e mais finas) é maior do que de células maiores, pois elas são menos sensíveis a empenamento e flambagem, mas são menos influenciáveis pela

taxa de deformação. Entretanto, células maiores (paredes celulares mais longas e finas) são mais propensas a empenar e flambar quando submetidas a cargas quase-estáticas e são mais resistentes a cargas dinâmicas (Figura 3.21c) pois o efeito de micro-inércia as torna mais difícil de empenar ou flambar. A resistência da espuma aumenta de acordo com o aumento da densidade: quando mais espessos o grânulo e as paredes celulares. O endurecimento por taxa de deformação também é mais pronunciado em espumas de densidade maior. Este fenômeno de endurecimento é fortemente influenciado pelos efeitos do gás aprisionado nas células fechadas. [BOUIX, 2009].

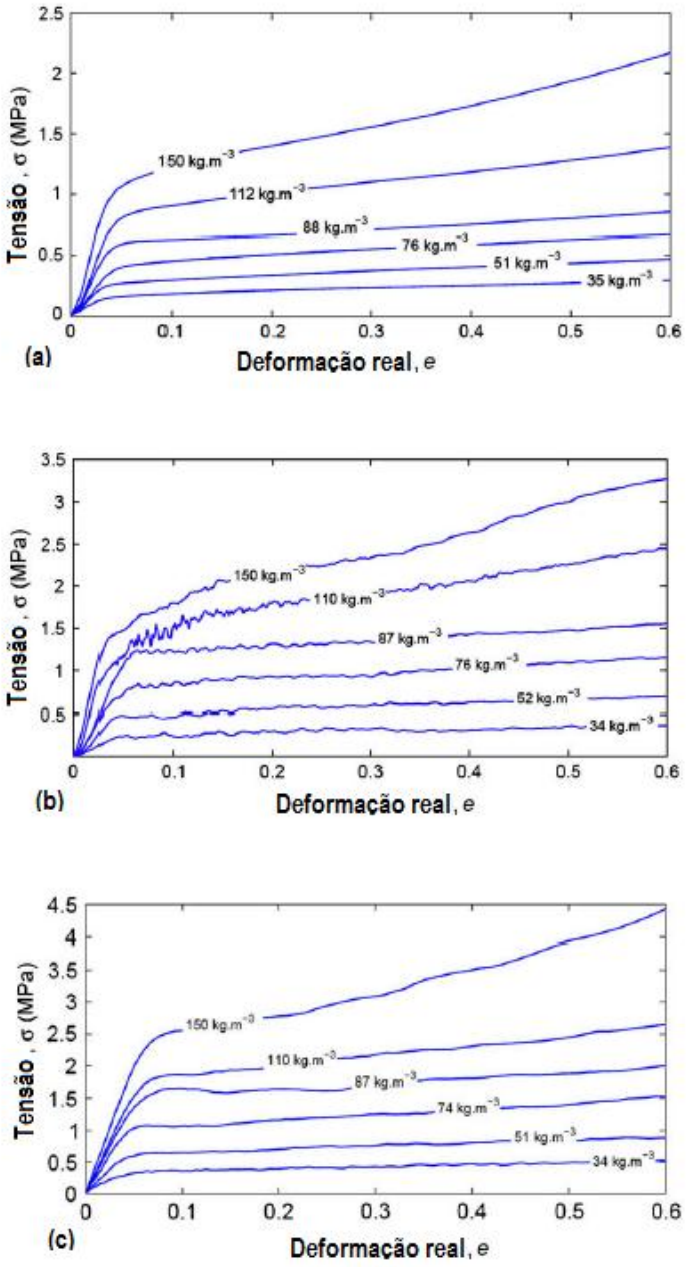

Figura 3.21– Curvas tensão-deformação geradas por compressão (a) quase-estática, a 0,01 s^{-1}; (b) dinâmica de deformação intermediária a 200 s^{-1}; (c) dinâmica a 1500 s^{-1} [BOUIX, 2009], adaptada.

Também foram conduzidos por Bouix [BOUIX, 2009] testes de resistência à compressão com a amostra submersa em água, num aparelho SHPB (Split Hopkinson Pressure Bar, Figura 3.22), a fim de estudar a contribuição e o comportamento do gás aprisionado entre paredes da estrutura polimérica do EPP.

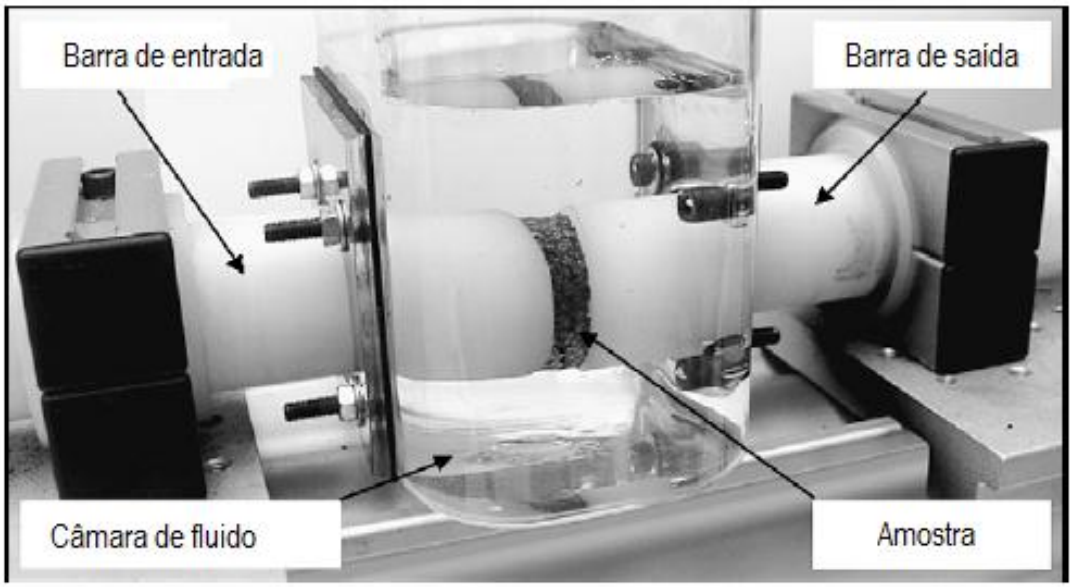

Figura 3.22 – SHPB: teste de compressão em câmera de fluido [BOUIX, 2009], adaptada.

O aparecimento de bolhas de gás ocorre logo no início da compressão sob cargas quase-estáticas. A quantidade aumenta gradualmente de forma aleatória até cobrir a superfície do corpo de prova. É possível observar o desprendimento de bolhas maiores da superfície do corpo de prova (Figura 3.23). Foi observado que parte do gás permanece aprisionado mesmo durante alta deformação durante testes quase-estáticos; assim pode-se considerar que a pressão gasosa em células fechadas aumenta significativamente e afeta o comportamento macroscópico da espuma. Durante testes dinâmicos, entretanto, o gás não tem tempo suficiente de escapar da espuma até que a célula seja totalmente esmagada, e assim, é responsável por grande aumento na pressão celular já que o volume decresce rapidamente. Também e importante frisar que este fenômeno depende do tamanho da amostra: quanto maior o volume do EPP, menor a quantidade proporcional de gás comprimido para fora [BOUIX, 2009].

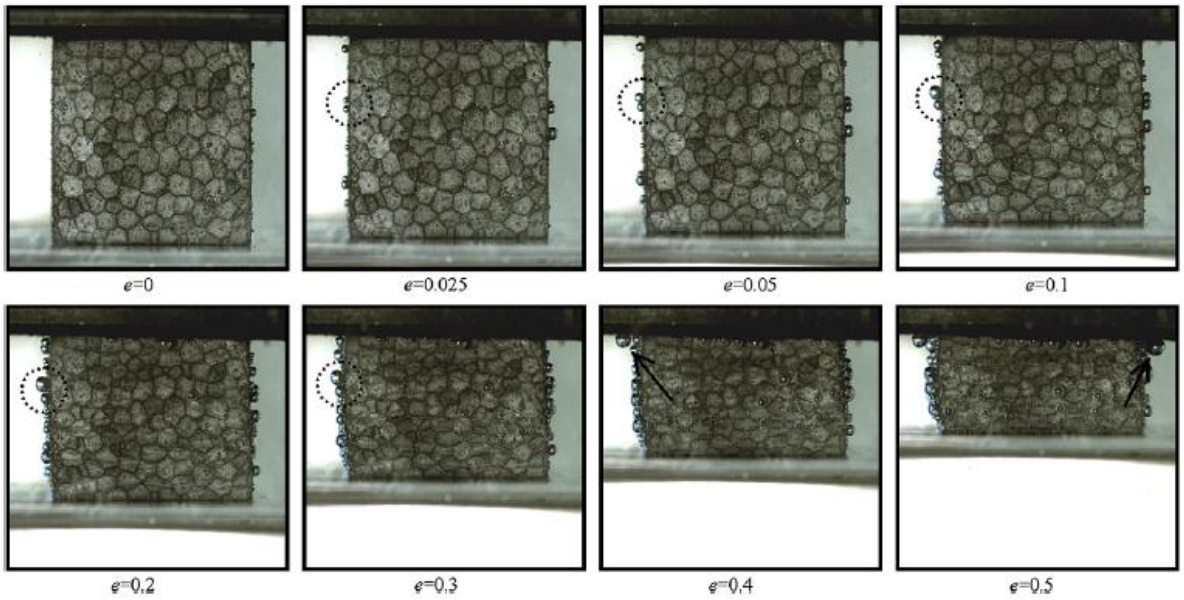

Figura 3.23 – Fluxo de gás durante compressão quase-estática de espuma de EPP em água [BOUIX, 2009].

A influência do número, tamanho e posição de heterogeneidades no comportamento macroscópico do EPP foi estudada por [MAHEO, 2012], com amostras virtuais possuindo variações aleatórias em sua densidade ao longo do corpo de prova, ambas perfazendo o valor médio de 100kg/m³. Amostras virtuais de EPP com valores diferindo até 15kg/m³, apresentam praticamente o mesmo comportamento macroscópico seja qual for o tamanho ou o número de heterogeneidades ao longo do corpo de prova virtual. Entretanto, pode-se notar pela Figura 3.24 que o comportamento da Amostra #3 é ligeiramente diferente, e, apresenta uma diferença de até aproximadamente 23kg/m³ ao longo do corpo de prova. Assim, pode-se observar que o comportamento macroscópico se altera quando a taxa volumétrica de heterogeneidades na amostra é suficientemente importante. O corpo de prova virtual pode ser considerado um volume multi-camada da espuma. Portanto, uma forma de se alterar o comportamento macroscópico da espuma, no caso de testes de compressão de carga uniaxial, seria empilhando camadas de EPP de diferentes densidades.

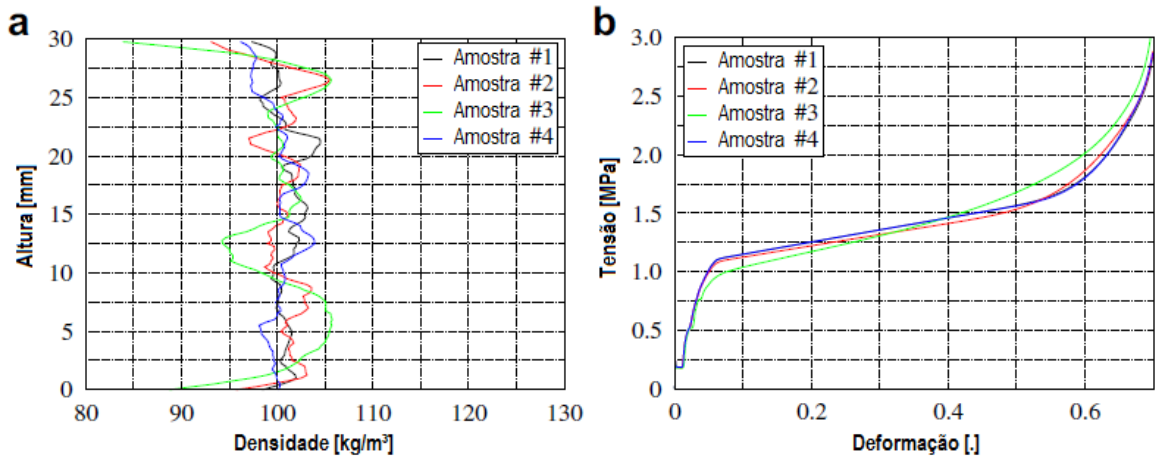

Figura 3.24 – Influência macroscópica do número e tamanho de heterogeneidades em amostras virtuais. (a) Perfil da variação da densidade ao longo do volume virtual estudado. (b) Curvas tensão-deformação [MAHEO, 2012], adaptada.

Camadas de espumas foram montadas utilizando cola de neoprene para evitar deslizamentos. Foram produzidas uma amostra de densidade homogênea (Figura 3.25b) e três amostras multicamadas diferentes, com densidade média similar e com o seguinte tamanho aproximado: 30mm x 30mm x 30mm, com a espessura de cada camada de 10mm. Então, testes de compressão quase-estáticos (Figura 3.26) e dinâmicos foram executados no EPP, a fim de expor sua capacidade de absorção de energia, e, em seguida comparados com resultados por simulação de elementos finitos. Exceto por uma pequena diferença no nível de tensão, a simulação tem boa conformidade com os experimentos [MAHEO, 2012].

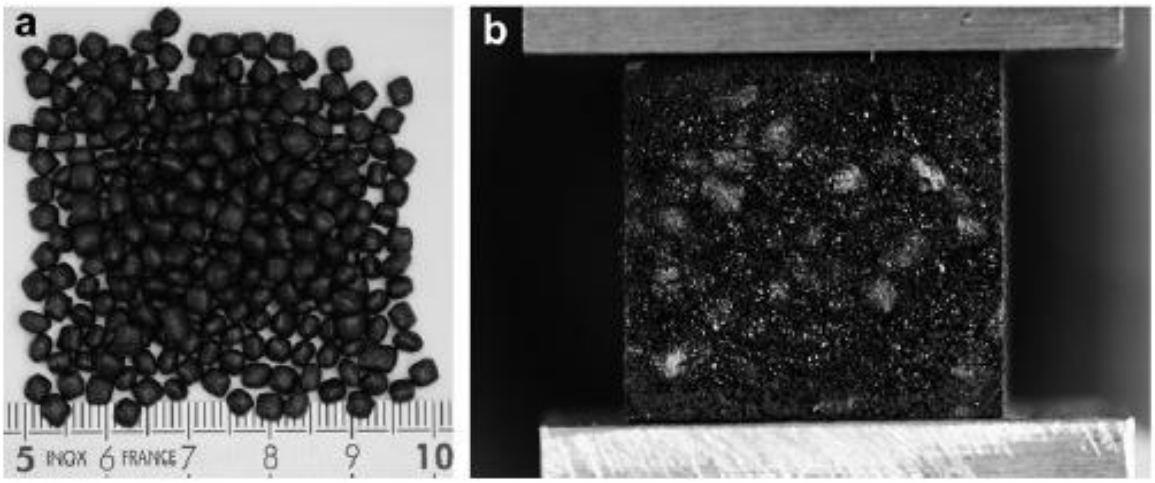

Figura 3.25 – Espuma de polipropileno. (a) Grânulos. (b) Amostra de densidade 90kg/m³ sob compressão [MAHEO, 2012].

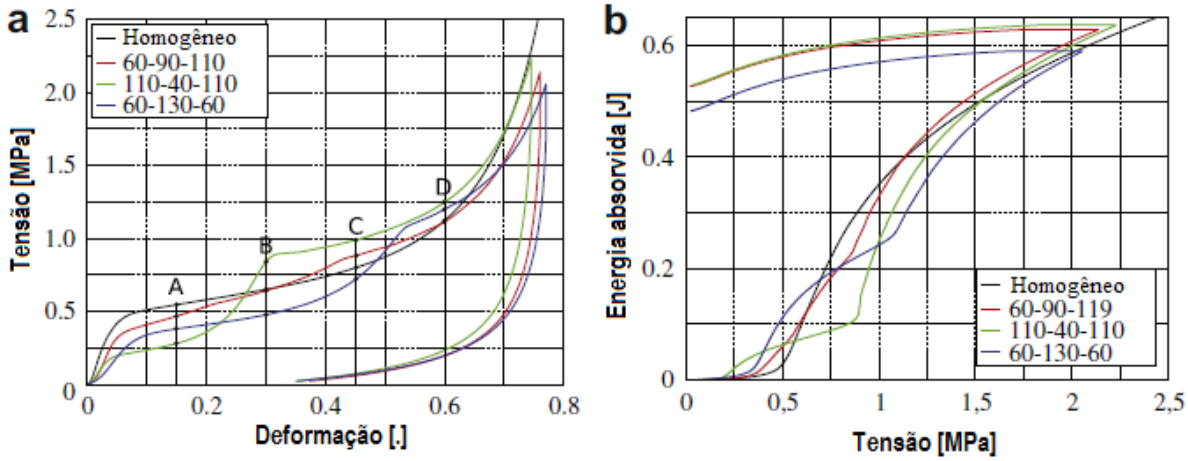

Figura 3.26 – Comparação entre vários tipos de espumas multi-camada sob testes de compressão quase-estáticos (dispositivo Zwick padrão). (a) Curvas tensão-deformação. (b) Curvas energia-tensão [MAHEO, 2012] adaptada.

Testes dinâmicos de compressão foram realizados com o dispositivo volante *flywheel*, permitindo aplicar uma taxa de deformação quase-constante ao longo do ensaio (Figuras 3.27 a 3.30).

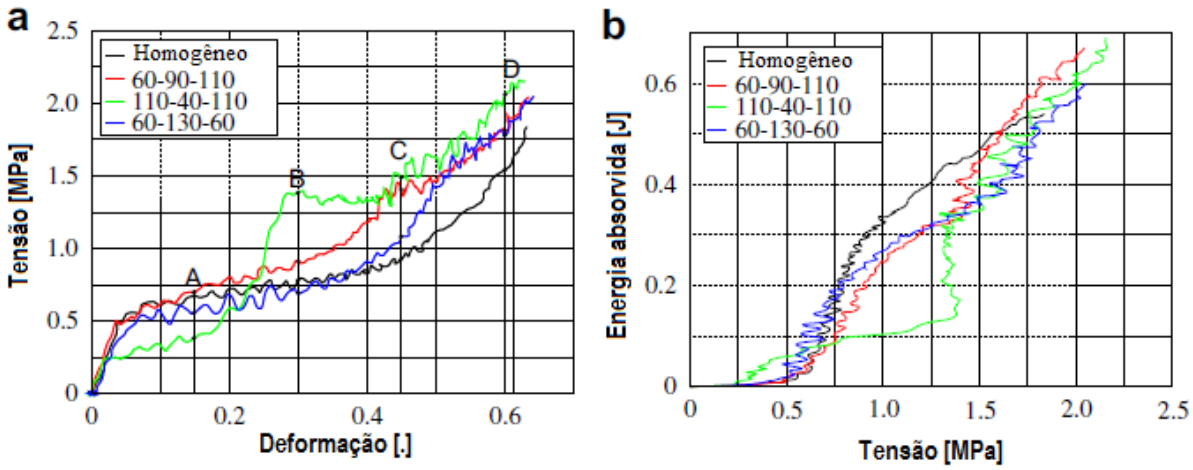

Figura 3.27 – Comparação entre vários tipos de espumas multi-camada sob testes de compressão dinâmicos (dispositivo *flywheel*). (a) Curvas tensão-deformação. (b) Curvas energia-tensão [MAHEO, 2012], adaptada.

Foi demonstrado que espumas gradualmente densas, como a "60-90-100", permitem absorção progressiva da energia de impacto. Devido à grande diferença de densidade entre as camadas, o patamar de absorção de energia é interrompido, e, é possível notar que a duração do patamar de tensão é diretamente relacionada à espessura de sua camada correspondente [MAHEO, 2012].

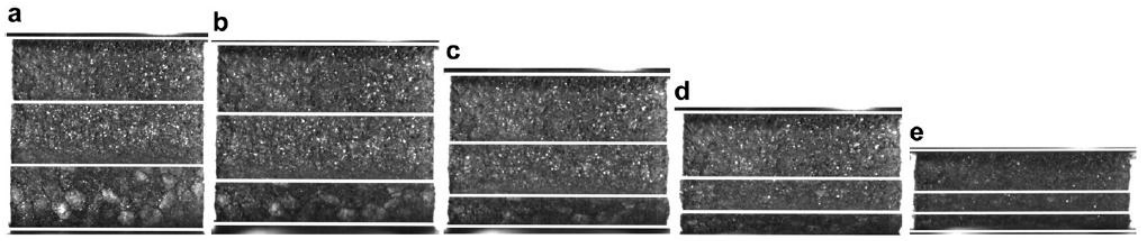

Figura 3.28 – Amostra 60-90-110 submetida a teste de compressão dinâmico.
(a) Inicial (b) ε = 15% (c) ε = 30% (d) ε = 45%, (e) ε = 60% [MAHEO, 2012].

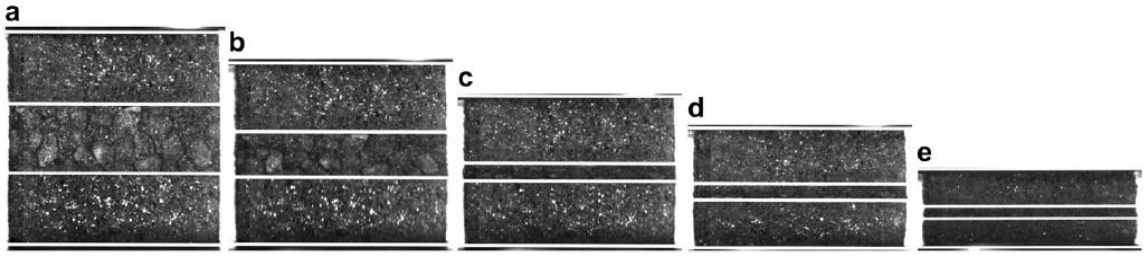

Figura 3.29 – Amostra 110-40-110 submetida a teste de compressão dinâmico.
(a) Inicial (b) ε = 15% (c) ε = 30% (d) ε = 45%, (e) ε = 60% [MAHEO, 2012].

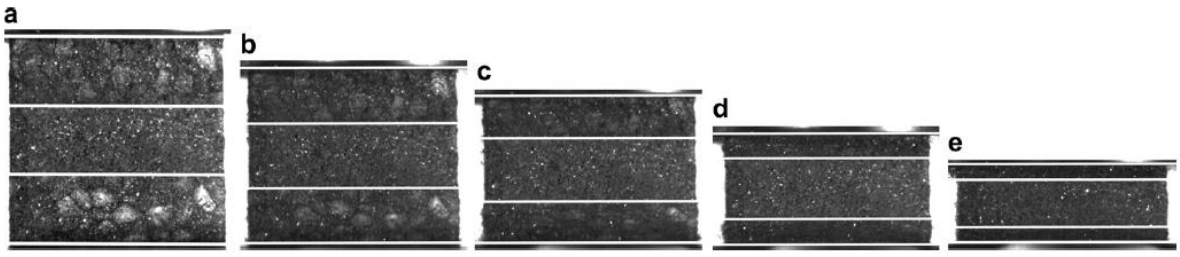

Figura 3.30 – Amostra 60-130-60 submetida a teste de compressão dinâmico.
(a) Inicial (b) ε = 15% (c) ε = 30% (d) ε = 45%, (e) ε = 60% [MAHEO, 2012].

A deformação é localizada primeiramente nas camadas menos densas da espuma. Após uma longa fase de densificação das camadas menos densas, a deformação é distribuída nas camadas mais densas. De fato, a amostra "60-90-110" (curvas vermelhas nas Figuras 3.26 e 3.27), na qual a densidade aumenta gradualmente, parece ser a melhor adaptada para impactos, onde é necessária absorção gradual de energia [MAHEO, 2012].

A patente US 6,991,446 B2 [BYMA, 2006] apresenta um método para produzir um único objeto com diferentes densidades e se encontra descrita a seguir.

A Figura 3.31 ilustra um molde (10) que pode ser usado para fabricação de um artefato com densidade múltipla. O molde inclui uma parte inferior (12), que contém a cavidade do molde (16), orifício para injeção (18), e, orifícios para vapor (20); também inclui a parte superior (14, tracejada).

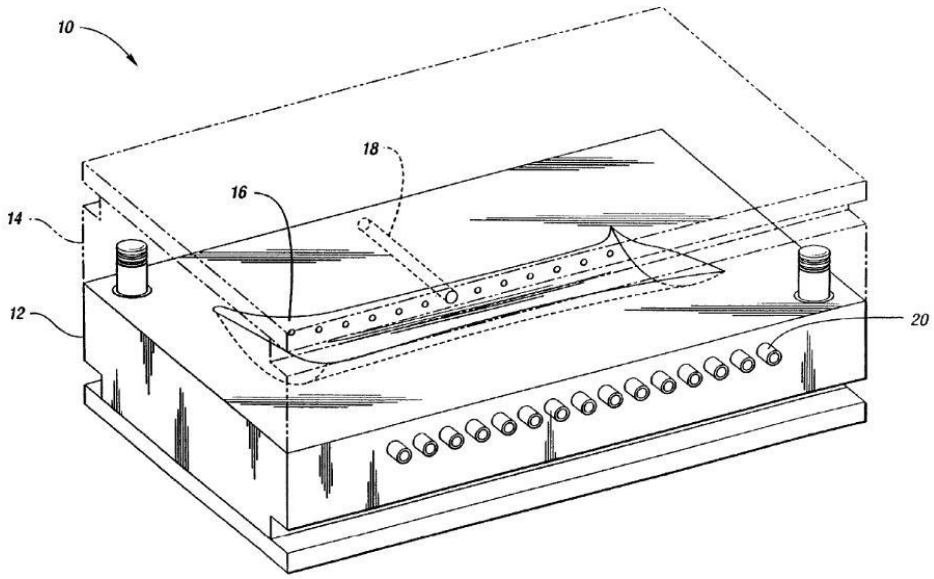

Figura 3.31 – Molde para produzir artefato com densidade múltipla [BYMA, 2006].

Um primeiro grupo de grânulos de EPP é colocado numa bolsa (de algum polímero com baixa temperatura de fusão, por exemplo, o polipropileno) ou rede, então inserida na cavidade do molde (de forma automatizada ou manualmente). Este recipiente age de forma a separar o primeiro grupo de grânulos dos demais a serem inseridos, e, deve ser dimensionado de acordo com a área de densidade pretendida, se ajustando na cavidade do molde. A bolsa se funde para permitir o contato entre os grupos de grânulos, mantendo ainda assim separação entre os grupos, definindo duas áreas com diferentes densidades. A bolsa também pode ser uma rede com buracos suficientemente pequenos para reter os grânulos e suficientemente grandes para permitir contato parcial com os grânulos externos à bolsa, a fim de garantir fusão apropriada entre os grupos. Nesta configuração, a rede não precisa ter ponto de fusão mais baixo que o EPP, além de possibilitar uma difusão mais adequada do vapor entre os grânulos confinados.

O molde então é fechado e o segundo grupo de grânulos (com diferente densidade) pode ser injetado na parte restante da cavidade através do orifício (18). Em seguida o molde recebe vapor dos orifícios (20). Isto fará com que os grânulos dilatem e se fundam, conectando os grupos de grânulos. Preferencialmente o vapor é administrado ao molde com 40psi a 60psi (2,8bar a 4,1bar) e 230ºF (110ºC) por 1 a 3 minutos e então 40psi a 60psi e 120ºF (49ºC) por 1 a 3 minutos. Isto faz com que os grupos de grânulos se unam, criando um único conjunto moldado. O vapor causa expansão adicional dos grânulos, forçando-os a se conformar no formato da cavidade. Os próprios grânulos bloqueiam os orifícios de vapor, cortando o fornecimento do vapor.

O molde então deve ser resfriado com o objeto produzido, com água ou através de técnicas convencionais até que o artefato se estabilize. Isto é feito para prevenir o artefato de entrar em colapso devido a vapor condensado aprisionado no interior durante o processamento. Então o objeto pode ser ejetado, de qualquer maneira apropriada (ejetores mecânicos ou ar comprimido). O molde pode incluir controles convencionais que permitam operação apropriada entre as duas partes do molde. Por exemplo, as partes (12 e 14) podem ser anexadas a duas plataformas montadas em tirantes. Uma plataforma pode ser estacionária e a outra móvel, possibilitando abertura e fechamento das partes (12 e 14). A atividade pode ser controlada hidraulicamente ou com ar comprimido. Preferencialmente, as densidades de cada grânulo devem estar entre 10kg/m³ e 120kg/m³. A adição de pó de carbono confere propriedades condutoras ao material.

Como mostrado na Figura 3.32 o artefato resultante (210) inclui uma porção interna (212) com uma densidade e porção externa (214) com outra densidade. Se desejado, a camada externa (216) pode ser ali anexada para propiciar um visual mais estético. Alternativamente, a camada externa (216) pode ser posicionada no molde (10) antes da injeção dos grânulos. O artefato é preso à parte estrutural (215) [BYMA, 2006].

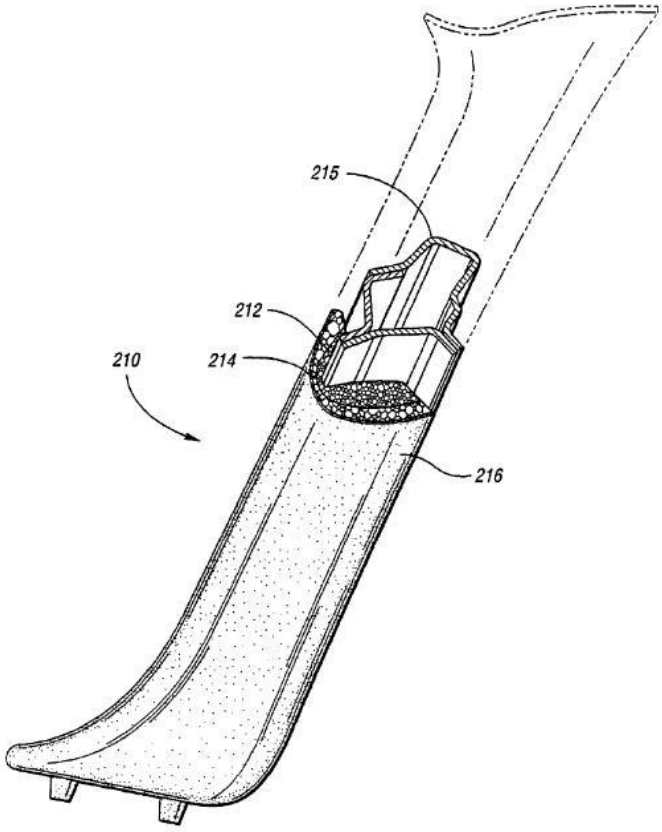

Figura 3.32 – Artefato de densidade múltipla [BYMA, 2006].

As principais vantagens em se produzir uma peça monomaterial em EPP são: melhores condições para reciclagem, redução do número de partes e redução do peso [SKAWINSKI, 2004; MCAULEY, 2003].

Outro processo comum para a produção de peças em EPP é a moldagem por compressão (embora pouco utilizada em escala industrial) (Figura 3.33). É um processo no qual o elastômero não curado é posicionado num molde aberto. O molde então é fechado e uma pressão é aplicada para que o material preencha as cavidades. Calor é aplicado e o elastômero vulcanizado, o molde então é aberto e a peça retirada [SKAWINSKI, 2004].

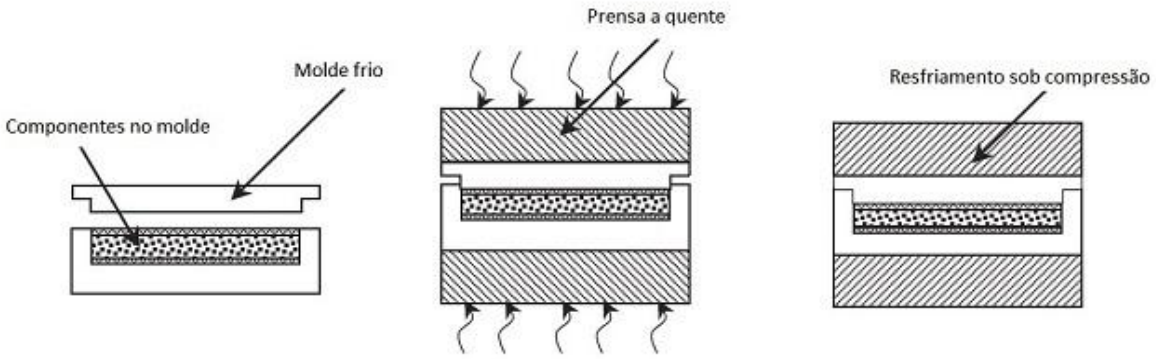

Figura 3.33 – Moldagem por compressão [SKAWINSKI, 2004], adaptada.

Pop-Iliev [POP-ILIEV, 2003] estudou maneiras de se processar o polipropileno expandido pelo processo de rotomoldagem, até então inédito. Para isso adotou uma estratégia a fim de obter morfologia satisfatória: controlar o fundido de forma a suprimir a coalescência celular, mantendo a temperatura o mais baixa possível durante o processamento.

Não foram encontradas na literatura informações sobre o comportamento do polipropileno expandido em processo de esterilização.

3.5 Aplicações do polipropileno expandido

As propriedades do EPP incluem boa resistência térmica, alta resistência química, bom isolamento. O alto ponto de fusão do PP o torna útil em aplicações térmicas. O PP não absorve água, mas é permeável ao seu vapor e outros gases.

Tem comportamento de deformação isotrópica, independente da direção do impacto; alta resiliência; excelente absorção a choques e resistência à compressão. É inodoro; 100% reciclável. Alta resistência mecânica em comparação ao reduzido peso.

Comparado com outros materiais expandidos (como PU e EPS) o EPP tem melhor acabamento superficial (propiciando conforto táctil) e melhores propriedades mecânicas (principalmente resistência à abrasão). Espumas de EPP são cada vez mais utilizadas no campo de proteção a ferimentos e segurança passiva, por sua capacidade de absorção de energia.

Inconvenientes do EPP: sofre degradação quando exposto a raios ultravioleta (embora seja possível realizar tratamento no processo de produção para minimizar este problema); a resistência ao impacto cai consideravelmente a baixas temperaturas; operacionalização difícil.

Produtos com EPP: embalagens, núcleo de pára-choques, pranchas de surf e similares, colchões, jaquetas salva-vidas, palmilhas, amortecedores para joelhos, acolchoamentos de impacto lateral, entre outros.

O aspirador de pó da Rowenta (Figura 3.34) pesa 3,2kg, cerca da metade do peso de um aspirador tradicional, é totalmente revestido com polipropileno expandido, diminui a quantidade de matéria prima necessária para fabricação, consome menos energia e é facilmente reciclado. Tem como principal atrativo o fato de não deixar marcas nos móveis, portas e rodapés, pois ao embater, deforma-se, mas retorna imediatamente a sua forma inicial.

Figura 3.34 – Aspirador de pó Rowenta [www.rowenta.com].

Cadeira infantil Seggiolina Pop (Figura 3.35), projetada pelo designer Enzo Mari, totalmente em EPP, é confortável e tem visual atraente para as crianças. Sua leveza facilita o transporte do objeto para onde a criança desejar, e diminui muito o risco de acidentes.

Figura 3.35– Cadeira Seggiolina Pop [www.magismetoo.com].

Poltrona Lyta (Figura 3.36): confortável e leve, é indicada para idosos.

Figura 3.36 – Poltrona Lyta [www.contemporist.com].

Case de guitarra Fort Epp (Figura 3.37): fornece excelente combinação de leveza e proteção para os instrumentos musicais.

Figura 3.37 – Case Fort Epp [www.lasido.com].

Aeromodelos X-Twin (Figura 3.38): revolucionaram o mercado ao utilizar o EPP, tornando sua linha de aeromodelos inquebrável, frente às inevitáveis colisões pelas quais passam estes "brinquedos".

Figura 3.38– Aeromodelo X-Twin [www.silverlit-flyingclub.com/xtwin.htm].

Sugestões para aplicações também podem ser encontradas nos catálogos dos fabricantes do material (Basf, JSP, The Dow, Trocellen) (Figuras 3.39 e 3.40).

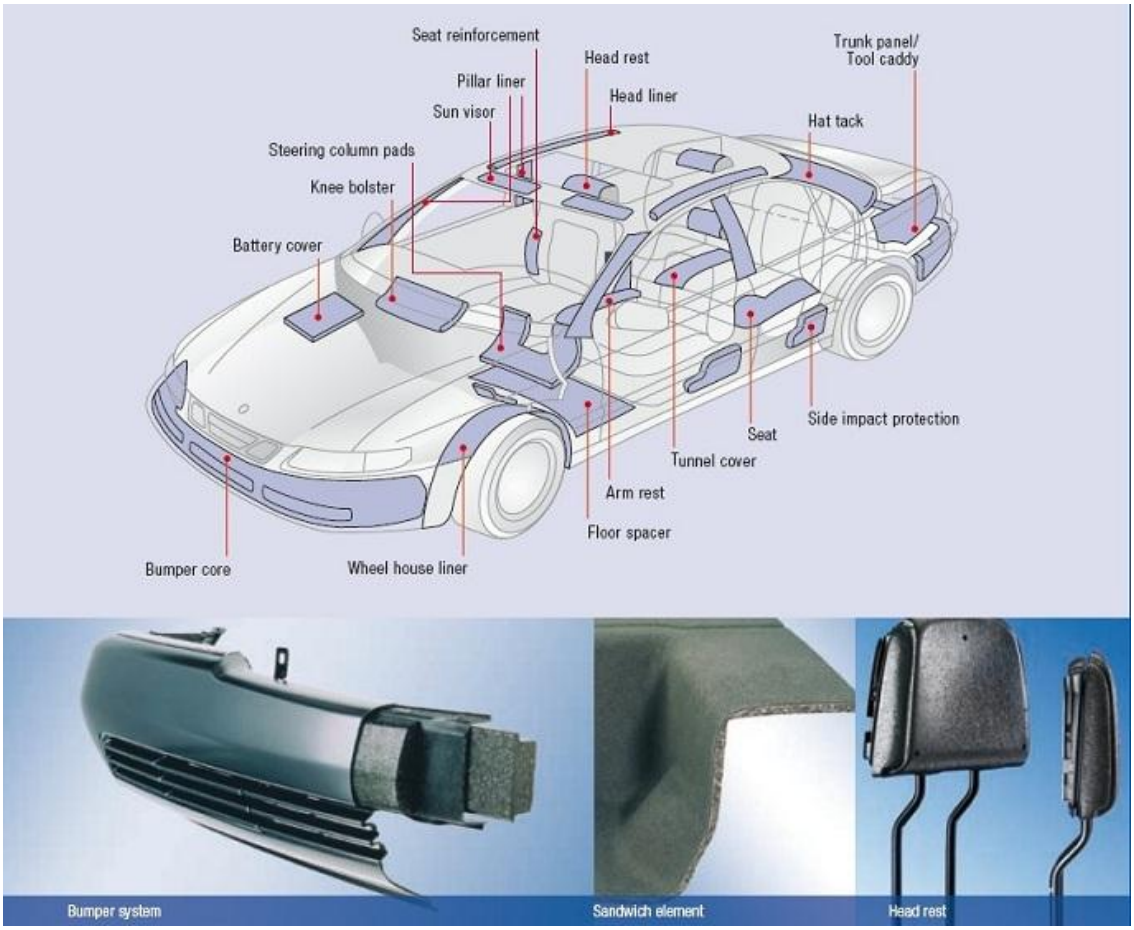

Figura 3.39 – Ilustração indicando partes automobilísticas já produzidas com o Neopolen® P (o EPP comercial da Basf) [www.neopolen.com].

Figura 3.40 – Volante em EPP [www.trocellen.com].

Há uma tendência em utilizar o EPP também em capacetes, como forma de melhorar a proteção contra impacto. Todos os testes realizados demonstram este material mais eficaz que o EPS neste quesito, material mais utilizado atualmente. O EPP é resiliente o bastante para permitir a inclusão de orifícios na estrutura (melhorando a ventilação) sem prejudicar a performance (segurança) [GILCHRIST, 1996; SHUAEIB, 2007; TAN, 2006].

Embora o EPP exista há algumas décadas, todos os produtos encontrados foram lançados comercialmente ao longo dos anos 2000.

Capítulo 4: Metodologia e procedimentos experimentais

O material escolhido para o projeto é o Neopolen® P, polipropileno expandido produzido pela Basf. Foram obtidas da empresa peças já processadas (injetadas), formatadas em blocos de 400mm x 300mm x 150mm (Figura 4.1). Grânulos de diferentes categorias e as condições de processamento geraram peças de diferentes densidades.

As normas ASTM D 3574 e ASTM D 3575 abordam metodologias de testes que se aplicam a materiais de células fechadas flexíveis feitos de polímeros de poliolefinas ou de misturas de polímeros de poliolefinas (categoria na qual se enquadra o EPP). Nelas estão baseados os testes conduzidos, descritos brevemente a seguir.

Figura 4.1 – Blocos de Neopolen® P.

4.1 Compressão definida

Este método para teste engloba a deflexão da amostra de espuma sob uma força de compressão, então observando o efeito na espessura da amostra após cessar o esforço. Vale ressaltar que nenhum dos testes de compressão mencionados na revisão bibliográfica se equivale a este, visto que compressão definida e resistência à compressão fornecem dados distintos.

Equipamento: dispositivo de compressão, consistindo de duas ou mais placas planas arranjadas de modo a estarem paralelas entre si, com a distância entre elas ajustável à deformação necessária de se aplicar à amostra. Neste projeto foi utilizada a prensa hidráulica Marconi MA098 (Figura 4.2). De acordo com a norma ASTM D 3575 os corpos de prova devem ter topos e bases de superfícies paralelas e lados essencialmente perpendiculares, além de espessuras de 50mm x 50mm x 25mm.

Procedimento: Foram testados três corpos de prova para cada amostra. Os valores relatados são a média dos observados. A espessura inicial do corpo de prova medida. O corpo de prova é posicionado no equipamento e deformado por compressão até 50% de sua espessura. O corpo de prova deformado é mantido no equipamento por 22 horas. Ao fim deste período, ele é removido. A espessura final é medida após um período de 24 horas de recuperação. Os testes foram realizados sob temperatura ambiente. A constante de deflexão por compressão definida calculada é expressa como porcentagem da espessura inicial conforme se segue (Equação 4.1):

$$C_d = \frac{(t_o - t_f)}{t_o} \times 100 \qquad \text{(Equação 4.1)}$$

Onde:

C_d = compressão definida expressa como porcentagem da espessura original;

t_o = espessura original (mm);

t_f = espessura após período de recuperação (mm).

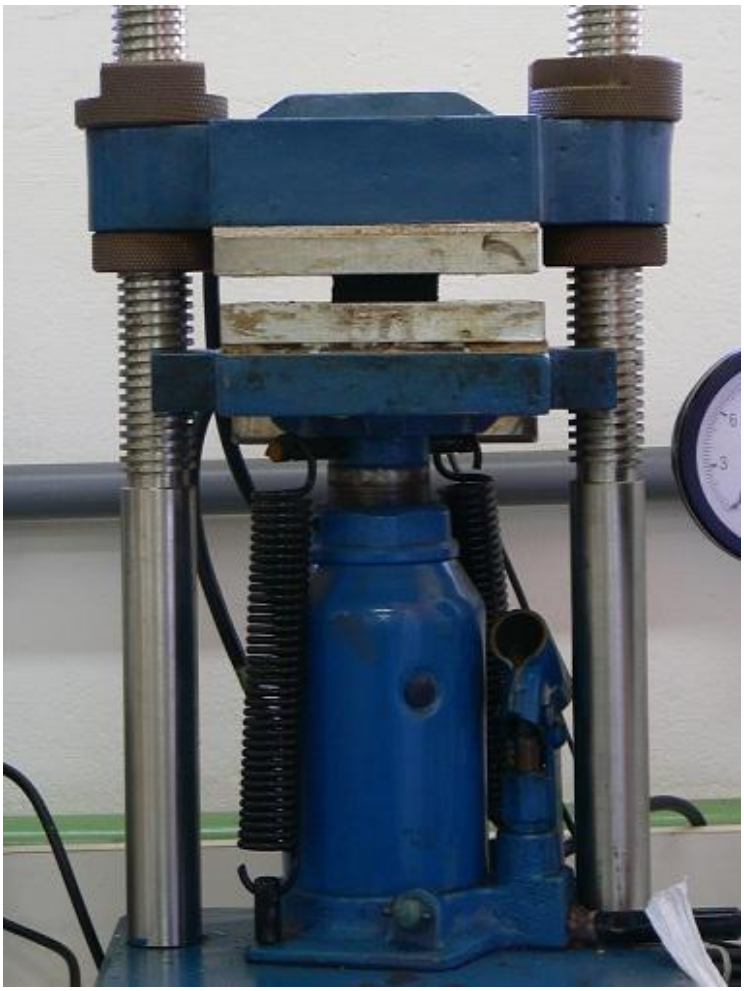

Figura 4.2 – Corpo de prova sob teste de compressão definida.

4.2 Envelhecimento/esterilização

Para averiguar a resistência do EPP aos processos de esterilização, visando aplicação hospitalar, foram feitas adaptações do teste de envelhecimento descrito na norma ASTM D 3574.

4.2.1 Envelhecimento/esterilização por calor úmido (autoclave):

Este teste consistiu em tratar os corpos de prova numa autoclave de vapor a baixa pressão e observar os efeitos nas propriedades da espuma.

Equipamento: Autoclave a vapor, ou reservatório semelhante, que pode ser controlado por termostato com tolerância de ±2ºC e capaz de suportar pressões de até 140 kPa. Neste projeto foi utilizada a autoclave Vitale 12/21.

Procedimento: A autoclave é preenchida com água fresca destilada. O termostato é ajustado de acordo com as condições desejadas para o teste (127ºC, conforme processo de esterilização). A autoclave é aquecida até que a água ferva. Os corpos de prova embalados individualmente em manta de esterilização Maxipack (Figura 4.3) são posicionados de modo toquem somente a base do recipiente a ser inserido na autoclave. A autoclave é fechada. Após o período de exposição (30 minutos, conforme processo de esterilização), o aquecimento é desligado, a pressão do vapor é liberada, e os corpos de prova removidos.

Figura 4.3 – Corpos de prova esterilizados e embalados.

4.2.2 Envelhecimento/esterilização por calor seco (estufa)

Este teste consistiu em expor corpos de prova a um forno e observar os efeitos nas propriedades da espuma. Neste projeto foi utilizada a estufa de secagem Hydrosan HY-4.

Equipamento: Forno tipo estufa (circula calor), capaz de manter 160±2ºC para exposição dos espécimes.

Procedimento: Expor os corpos de prova por uma hora a 160±2ºC. Remover os corpos de prova do forno e condicionar por não menos que 2 horas a 23±2ºC e 50±5% de umidade relativa do ar.

4.2.3 Envelhecimento/esterilização por ácido peracético

Teste não descrito nas normas e realizado com base nas instruções do fabricante do ácido peracético. Consistiu em expor os corpos de prova a uma solução de ácido peracético e observar os efeitos nas propriedades da espuma. Neste projeto foi utilizado o ácido peracético Sterilife SML11091, fórmula química: CH_3COOOH.

Equipamento: Recipiente e solução de ácido peracético.

Procedimento: Utilizar o produto em temperatura ambiente, entre 15ºC e 25ºC. Os artigos a serem submetidos ao processo de esterilização devem ser previamente limpos e secos. Imergir totalmente os artigos. Tempo de contato: 20 minutos.

4.2.4 Envelhecimento/esterilização por óxido de etileno

Este teste consiste em expor os corpos de prova ao gás Óxido de Etileno (EtO) numa câmara esterilizadora e observar os efeitos nas propriedades da espuma.

Equipamento: Câmara esterilizadora com mecanismos de controle.

Procedimento: A esterilização das amostras foi realizada pela empresa especializada em esterilização de artigos hospitalares Curar. O material passa pelas seguintes etapas: limpeza, enxágue, secagem, inspeção, empacotamento (em papel grau cirúrgico e filme plástico inerte, Figura 4.4), rotulagem, esterilização (preparo e umidificação, introdução do gás, exposição, evacuação do gás e injeções de ar para remover quaisquer partículas remanescentes de EtO) e armazenamento. O gás EtO infiltra nos pacotes (Figura 4.4), bem como no próprio EPP, eliminando todos os microorganismos.

Figura 4.4 – Corpos de prova esterilizados e embalados (EtO).

Cada corpo de prova é então testado para a propriedade investigada de acordo com o método apropriado (Equação 4.2).

$$\text{Taxa de envelhecimento, \%} = \frac{(P_o - P_f)}{P_o} \times 100 \qquad \text{(Equação 4.2)}$$

Onde:

P_o = média da propriedade inicial do corpo de prova;

P_f = média da propriedade do corpo de prova após teste.

4.3 Densidade

Este método abrange a determinação da densidade da espuma pelo cálculo da massa e volume de um corpo de prova de formas regulares.

Equipamento: neste projeto utilizaram-se a balança Gehaka BG 400PV e o paquímetro Fowler Pro-max.

Procedimento: A massa do corpo de prova é medida numa balança analítica de modo a permitir medição com tolerância de ±1%. As dimensões do corpo de prova são determinadas. As medidas são aferidas em três regiões em cada plano do corpo de prova. A densidade é calculada conforme a Equação 4.3:

$$D = \frac{m}{v} \qquad \text{(Equação 4.3)}$$

Onde:

D = densidade (kg/m³);

m = massa (kg);

v = volume (m³).

Procedimento realizado em todos os corpos de prova. Os valores relatados das amostras são a média dos observados.

Cada corpo de prova testado teve as aferições e dados coletados inseridos numa planilha conforme o modelo ilustrado na Figura 4.5.

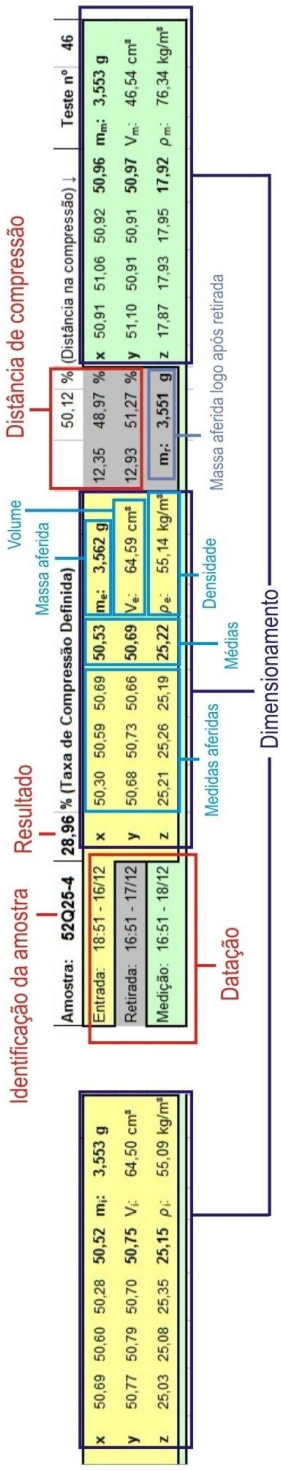

Figura 4.5 – Ilustração da planilha de coleta de dados.

Na identificação da amostra, os dois primeiros dígitos se referem à categoria de densidade do material, identificada nos blocos de Neopolen® P pela Basf. O terceiro dígito identifica qual o tipo de seção da amostra ("Q" para quadrangular e "C" para circular). O quarto e quinto dígitos identificam a espessura da amostra em milímetros. Os últimos dígitos, após o hífen, identificam individualmente cada corpo de prova.

A distância de compressão se refere à distância entre as placas da prensa: medidas foram colhidas ao início e ao final do teste, o equipamento cede por volta de 0.5mm ao longo das 22 horas de teste.

Os blocos foram cortados nas medidas dos corpos de prova nas oficinas da Universidade Fumec, de acordo com as normas e testes adotados, utilizando gabaritos e máquina serra de fita.

As amostras foram preparadas com dois tipos de seção: quadrangular e circular (Figura 4.6). Normas e testes variam a seção das amostras entre estes dois tipos e o objetivo ao gerar as mesmas com ambas as seções, mantendo a mesma área nas superfícies que recebem o esforço, é verificar se há diferenças significativas nos resultados entre seções.

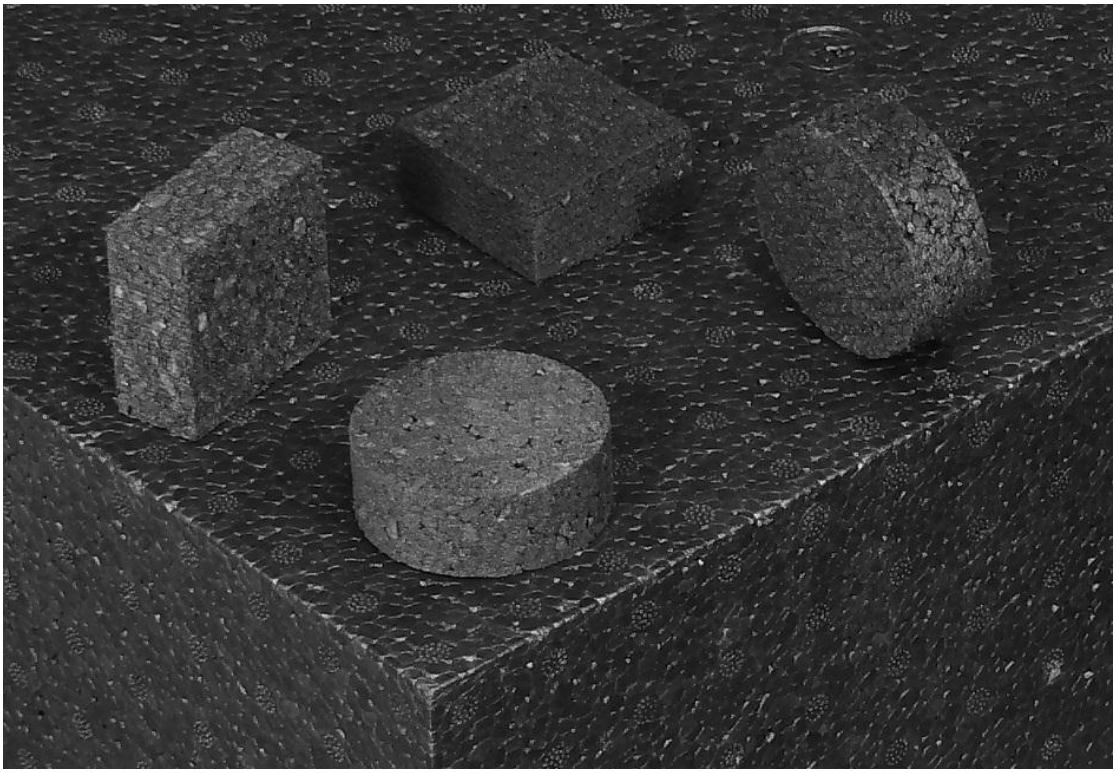

Figura 4.6 – Amostras com seções quadrangulares e circulares, espessuras de 25mm.

Os dimensionamentos foram aferidos nos corpos de prova nas seguintes etapas: anterior ao processo de esterilização (quando aplicado); processados / sem tratamento; após o teste.

Além de possuir procedimentos específicos para espumas de poliolefinas (categoria na qual o EPP se enquadra), a escolha pelas normas ASTM (American Society for Testing and Materials) se deu em função de serem comuns, utilizadas em artigos e catálogos de produtores do material, possibilitando assim fazer comparações entre resultados.

A Tabela IV.1 relaciona os corpos de prova para os testes de compressão definida realizados neste trabalho.

Tabela IV.1 – Relação de testes e corpos de prova.

Compressão definida								
Padrão		Autoclave	Estufa	Ácido Peracético	Re-teste A Padrão vs. Autoclave		Re-teste B Padrão vs. Óxido de Etileno	
22Q25-1	22C25-1	22Q25-4	22Q25-7	22C25-4	22Q25-1b	22Q25-4b	22C25-1c	22C25-2o
22Q25-2	22C25-2	22Q25-5	22Q25-8	22C25-5	22Q25-2b	22Q25-5b	22Q25-1c	22C25-3o
22Q25-3	22C25-3	22Q25-6	22Q25-9	22C25-6	22Q25-3b	22Q25-6b	22Q25-2c	22Q25-3o
28Q25-1	28C25-1	28C25-4	28Q25-4	28C25-7	28C25-1b	28C25-4b	28C25-1c	28C25-3o
28Q25-3	28C25-3	28C25-6	28Q25-6	28C25-9	28C25-3b	28C25-6b	28C25-2c	28Q25-1o
28Q25-2	28C25-2	28C25-5	28Q25-5	28C25-8	28C25-2b	28C25-5b	28Q25-3c	28Q25-2o
38Q25-1	38C25-1	38Q25-4	38C25-4	38Q25-7	38Q25-1b	38Q25-4b	38C25-2c	38C25-1o
38Q25-2	38C25-2	38Q25-5	38C25-5	38Q25-8	38Q25-2b	38Q25-5b	38C25-3c	38Q25-1o
38Q25-3	38C25-3	38Q25-6	38C25-6	38Q25-9	38Q25-3b	38Q25-6b	38Q25-3c	38Q25-2o
52Q25-1	52C25-1	52C25-4	52C25-7	52Q25-4	52C25-1b	52C25-4b	52C25-1c	52C25-3o
52Q25-2	52C25-2	52C25-5	52C25-8	52Q25-5	52C25-2b	52C25-5b	52C25-2c	52Q25-1o
52Q25-3	52C25-3	52C25-6	52C25-9	52Q25-6	52C25-3b	52C25-6b	52Q25-3c	52Q25-2o

4.4 Análise térmica

Amostras do Neopolen® P em suas quatro densidades estudadas foram submetidas a ensaios térmicos. A análise termogravimétrica (TGA) mede variações de peso num material em função da temperatura ou tempo, sob uma atmosfera controlada [KINZY, 2003]. A análise térmica diferencial (DTA) é a técnica na qual a diferença de temperatura entre uma substância e um material de referência é medida em função do tempo, com a substância e o material de referência submetidos a uma programação controlada de temperatura. A DTA é aplicada principalmente para identificar a temperatura inicial dos processos térmicos e qualitativamente caracterizá-los como endotérmico ou exotérmico, reversível ou irreversível, transição de primeira ordem ou de segunda ordem [SPEYER, 1994].

O material foi submetido à análise termogravimétrica num equipamento SDT 2960 Simultaneous DTA-TGA / TA Instruments, no Laboratório de Análises Térmicas (DEQUI/ICEB/UFOP). Entre 5,0mg e 6,5mg de cada amostra foram analisados. Foi utilizada uma velocidade de aquecimento de 10°Cmin-1 da temperatura ambiente até 600°C, em atmosfera de N^2. Amostras sem tratamento e amostras esterilizadas foram testadas.

4.5 Microscopia (MEV/SEM)

Observações microscópicas foram realizadas num equipamento MEV/SEM modelo JSM-5510, no Laboratório de Microscopia e Microanálises (DEGEO/UFOP) visando obter informações sobre o comportamento do material a partir de sua microestrutura. Amostras analisadas receberam recobrimento de carbono, tornando sua superfície condutora. Foram observadas amostras sem processo de envelhecimento e amostras esterilizadas.

4.6 Citotoxidade

Além de confirmar as propriedades mecânicas favoráveis do material, é preciso assegurar que sua inserção em ambiente hospitalar não acarrete riscos biológicos.

Os protocolos de testes da norma ASTM F 748 visam ser aplicados a materiais/dispositivos médicos com interação humana. Uma avaliação biológica dos materiais e dispositivos é abordada. A Tabela IV.2 lista os métodos de teste versus materiais (dispositivos) de acordo com sua aplicação.

O objetivo desta prática é proporcionar orientação ao pesquisador na seleção de procedimentos adequados para a seleção de materiais novos ou modificados, recomendando testes biológicos suficientes para estabelecer um nível de confiança com relação à resposta biológica de um material ou dispositivo, e ao mesmo tempo evitar testes desnecessários.

As aplicações do EPP neste caso se enquadram como dispositivos externos de contato com partes intactas do corpo (External Devices - Intact Surfaces), por exemplo, eletrodos, próteses externas, vestimentas, monitores, entre outros.

Assim sendo é recomendado efetuar teste para determinação biológica da citotoxidade *in vitro* do material, onde se avaliam os efeitos produzidos pelo contato do mesmo com células de tecido conjuntivo de camundongos (fibroblastos de linhagem celular L-929). Dois métodos são comumente utilizados, o teste de contato direto (ASTM F 813) e o teste de difusão em ágar (ASTM F 895). Em ambos os casos as amostras são comparadas com testes de controle positivo (normalmente luvas de látex) e negativo (normalmente polietileno de alta densidade).

N.A.: Termo também usualmente grafado como "citotoxicidade", (Anexos II e III).

Os ensaios de citotoxidade foram encomendados ao Banco de Células do Rio de Janeiro (Anexos II e III).

Tabela IV.2 – Testes de biocompatibilidade para polímeros [ASTM F 748], adaptada.

Classificação do Material ou Dispositivo e Aplicação	Ensaios Aplicáveis													
	Citotoxicidade de Cultura Celular	Sensibilização	Irritação Intradérmica	Irritação da membrana mucosa	Toxicidade Sistêmica, Aguda ou Subcrônica	Compatibilidade Sanguínea	Hemólise	Teste de Pirogênio	Implante de Curto prazo	Implante de Longo prazo	Resposta Imune	Genotoxicidade	Carcinogenicidade
Dispositivos externos													
Superfícies intactas (a todo momento)	x	x	x										
Superfícies abertas													
Intraoperatórias	x	x	x										
Curto prazo	x	x	x		x								
Crônicas	x	x	x		x							x	
Dispositivos externos em contato com:													
Canais naturais intactos													
Intraoperatórios	x	x	x	x									
Curto prazo	x	x	x	x	x				x		x		x
Crônicos	x	x	x	x	x				x		x	x	x
Tecidos corporais e fluidos													
Intraoperatórios	x	x	x		x			jA					
Curto prazo	x	x	x		x			jA	x		x		
Crônicos	x	x	x		x			jA	x		x	x	x
Fluxo sanguíneo, indireto													
Intraoperatório	x	x	x		x	x	x	x					
Curto prazo	x	x	x		x	x	x	x					
Crônico	x	x	x		x	x	x	x			x	x	
Fluxo sanguíneo, direto													
Intraoperatório	x	x	x		x	x	x	x					
Curto prazo	x	x	x		x	x	x	x	x		x		
Crônico	x	x	x		x	x	x	x	x		x	x	x
Dispositivos implantados em contato principal com:													
Osso/Tecido/Fluido													
Intraoperatório	x	x	x		x								
Curto prazo	x	x	x		x			x	x				
Crônico	x	x	x		x			x	x	x	x	x	x
Sangue													
Intraoperatório	x	x	x		x	x	x	x					
Curto prazo	x	x	x		x	x	x	x	x			x	x
Crônico	x	x	x		x	x	x	x	x	x	x	x	x

Capítulo 5: Resultados e discussões

5.1 Propriedades mecânicas

Quatro categorias de densidade foram examinadas ao longo dos experimentos, a Tabela V.1 apresenta a média das densidades aferidas em todos os corpos de prova testados (antes de qualquer tratamento). Para efeitos de nomenclatura, as densidades indicadas pela fabricante Basf foram mantidas.

Tabela V.1 – Densidade geral dos corpos de prova.

Categoria da amostra	ρ 22	ρ 28	ρ 38	ρ 52
Densidade aferida (kg/m³)	24,2 ±1,2	27,7 ±1,5	39,2 ±2,5	53,8 ±1,7

A Tabela V.2 mostra os resultados dos testes de compressão definida e densidade dos corpos de prova com seções quadrangulares e circulares. Neste caso não houve qualquer processamento do EPP após o corte dos blocos nas dimensões apropriadas. Esta condição está definida como "Padrão" nas tabelas seguintes.

Tabela V.2 – Compressão definida com seções quadrangulares e circulares.

Categoria da amostra		ρ 22		ρ 28		ρ 38		ρ 52	
		Seção		Seção		Seção		Seção	
		Quadrangular	Circular	Quadrangular	Circular	Quadrangular	Circular	Quadrangular	Circular
Valores dos corpos de prova	C_d (%):	**32,3**	**33,0**	**31,5**	**31,5**	**30,2**	**30,6**	**27,8**	**29,8**
	ρ (kg/m³):	23,4	23,9	28,3	26,9	38,6	38,2	53,9	52,6
	C_d (%):	**31,1**	**32,8**	**30,3**	**30,3**	**28,3**	**28,9**	**28,9**	**28,5**
	ρ (kg/m³):	25,3	23,6	28,5	29,2	39,7	41,6	55,5	52,2
	C_d (%):	**32,1**	**33,1**	**29,1**	**31,3**	**28,7**	**29,4**	**30,3**	**29,5**
	ρ (kg/m³):	25,1	24,0	27,3	27,9	38,6	40,1	54,7	52,3
Médias da seção	C_d (%):	**31,8**	**33,0**	**30,3**	**31,0**	**29,1**	**29,6**	**29,0**	**29,2**
	ρ (kg/m³):	24,6	23,8	28,0	28,0	39,0	40,0	54,7	52,4
Variação da C_d entre seções:		**3,4%**		**2,4%**		**1,9%**		**0,9%**	
Variação da ρ entre seções:		-3,4%		0,0%		2,5%		-4,4%	
Médias entre seções	C_d (%):	**32,4**		**30,7**		**29,4**		**29,1**	
	ρ (kg/m³):	24,2		28,0		39,5		53,5	

C_d (%): taxa de compressão definida

ρ (kg/m³): densidade

Os resultados apontam um aumento nas taxas médias de compressão definida nas amostras de seção circular, que se torna mais discreto à medida que a densidade aumenta. As densidades também apresentam pequenas variações, de forma aleatória e dentro das variações normais entre corpos de prova.

Segundo estudos de fisiologia, a densidade máxima de um assento para ser ergonomicamente confortável deve ser de 50kg/m³ com uma compressão na faixa de até 3cm [LEÃO, 2002]. A faixa de densidade entre 20kg/m³ e 30kg/m³ do Neopolen® P seguramente fornece conforto tátil. Os resultados obtidos nos testes de compressão definida "Padrão" são condizentes com os publicados pela fabricante (Tabela V.3). Estas taxas representam a deformação residual de compressão após cessar o esforço. São importantes para o dimensionamento de projetos de produtos com o material.

Ainda na Tabela V.3 encontramos valores da Basf para testes de resistência à compressão; representando a força necessária para deformar o material. Também são valores importantes para determinar a espessura do material em projetos, tomando como referência a carga do usuário de acordo com seus pontos de apoio.

Tabela V.3 – Propriedades de compressão do Neopolen® P [BASF, 2008], adaptada.

Propriedades físicas do Neopolen® P (valores de referência)							
Propriedade		Unidade	Densidade do material [kg/m³] conforme ISO 845 (densidade do cerne)				
			20	40	60	80	100
Tensão de compressão	a 10% de deformação	[kPa]	70	180	310	480	680
	a 25% de deformação		80	220	370	550	750
	a 50% de deformação		150	330	550	810	1100
Compressão definida (50%, 22h, 23°C) 24h após alívio de tensão		[%]	30	28	26	25	25

No caso de projetos que necessitem maior capacidade estrutural, peças menos densas podem ser acopladas por encaixe a peças mais densas, portanto mais resistentes, de forma a produzir um objeto monomaterial.

As amostras submetidas à esterilização por calor seco (estufa de secagem Hydrosan HY-4) não resistiram ao processo (1h a 160ºC), tendo perdido completamente a forma, com ocorrência de fusão parcial ou total. Assim sendo, este processo não é aplicável a produtos Neopolen® P.

As amostras submetidas ao processo de esterilização por calor úmido (autoclave) também sofreram modificações em sua estrutura dimensional, embora de forma menos drástica, conforme dados da Tabela V.4. Ocorre redução no volume das amostras, exceto na categoria ρ52, onde ocorre pequeno aumento do volume final. A diferença mais relevante

ocorre na ρ28 onde o volume final é reduzido a 78,3% do volume inicial. Como não ocorre alteração na massa, a densidade é afetada proporcionalmente.

Tabela V.4 – Efeitos da esterilização por autoclave.

Categoria da amostra		ρ 22	ρ 28	ρ 38	ρ 52
Volume (cm³)	Inicial	63,0	63,2	62,5	66,8
	Após esterilização	54,1	49,4	60,2	67,6
Densidade (kg/m³)	Inicial	24,2	27,9	38,4	54,8
	Após esterilização	28,2	35,7	39,9	54,1
Taxa de Envelhecimento	Volume (cm³)	14,2%	21,7%	3,6%	-1,3%
	Densidade (kg/m³)	-16,6%	-27,8%	-3,8%	1,3%

As amostras submetidas ao processo de esterilização por ácido peracético não apresentaram alterações em suas dimensões. Entretanto, devido à estrutura porosa do polímero, parte do líquido peracético é aprisionado e possivelmente absorvido. Isto é verificado observando a massa das amostras. Durante o teste de compressão definida a maior parte do líquido é expelido do corpo de prova e evapora (não há umidade aparente ao toque). Apenas amostras ρ52 apresentam as mesmas massas iniciais e finais, enquanto ρ28 apresenta maior ganho de peso, implicando maior retenção de líquido peracético (Tabela V.5).

Tabela V.5 – Alterações de massa após esterilização por ácido peracético.

Categoria da amostra	ρ 22	ρ 28	ρ 38	ρ 52
Massa inicial (g)	1,500	1,754	2,438	3,534
Massa final (g)	1,508	1,769	2,446	3,534
Ganho de massa (g)	0,008	0,014	0,009	0,000

Após estes processos de esterilização as amostras foram testadas e os resultados apresentados na Tabela V.6. Corpos de prova “Padrão” e “Autoclave” foram re-testados. Amostras se tornam proporcionalmente mais recuperativas a cada exercício de compressão, pois ficam gradativamente mais densas.

Tabela V.6 – Taxas de compressão definida e envelhecimento.

Categoria da amostra	Padrão	Autoclave		Ácido Peracético		Re-teste A		
						Padrão	Autoclave	
	C_d (%)	C_d (%)	P_{Cd} (%)	C_d (%)	P_{Cd} (%)	C_d (%)	C_d (%)	P_{Cd} (%)
ρ 22	32,4	31,0	4,3	30,1	7,1	29,9	26,5	11,4
ρ 28	30,7	26,5	13,7	29,8	2,9	27,2	24,6	9,4
ρ 38	29,4	24,8	15,6	26,9	8,5	22,9	22,5	1,7
ρ 52	29,1	27,4	5,8	27,4	5,8	21,5	20,7	3,7

C_d (%): taxa de compressão definida

P_{Cd} (%): taxa de envelhecimento da compressão definida

A taxa de compressão definida (C_d) do polipropileno expandido é proporcional à densidade. Quanto mais denso o material, menor a taxa C_d e melhor a sua recuperação dimensional. Ciclos de esterilização em autoclave (calor úmido) reduzem (C_d) do polipropileno expandido, o que implica numa melhor recuperação do material. Entretanto, como a densidade aumenta, seguidas esterilizações diminuiriam consideravelmente o desempenho ergonômico do EPP.

A esterilização através de ácido peracético se mostra conveniente, pois não acarreta significativas alterações dimensionais, mecânicas, ou na densidade. Entretanto, há de se observar que parte do líquido permanece retido na estrutura porosa do material. Portanto, um produto sem acabamento apropriado não deve ser utilizado em interações com humanos logo após a esterilização, pois resquícios do líquido são danosos (deve-se evitar contato com olhos e pele).

Embora não planejado inicialmente neste projeto, após mais de um ano, tornou-se viável esterilizar também o EPP com óxido de etileno (EtO), pela Curar. Esta empresa presta serviços exclusivamente a instituições de saúde e abriu exceção, no caso da averiguada intenção acadêmica deste procedimento.

O material sofreu alterações dimensionais ao passar pela esterilização com óxido de etileno (Tabela V.7), ainda que menos acentuadas em relação ao procedimento com autoclave. O encolhimento se dá de forma progressiva até quase desaparecer na categoria ρ38. Ocorre aumento significativo do ramificado em ρ52, o que condiz com o efeito descrito na norma [ASTM F 2042]. Assim como no procedimento com autoclave, não ocorre alteração na massa e a densidade é afetada proporcionalmente.

Tabela V.7 – Efeitos da esterilização por EtO.

Categoria da amostra		ρ 22	ρ 28	ρ 38	ρ 52
Volume (cm³)	Inicial	59,2	59,2	60,2	57,9
	Após esterilização	53,6	55,2	59,3	61,6
Densidade (kg/m³)	Inicial	25,4	30,3	42,1	61,1
	Após esterilização	28,1	32,5	42,7	57,4
Taxa de Envelhecimento	Volume (cm³)	9,5%	6,8%	1,5%	-6,4%
	Densidade (kg/m³)	-10,6%	-7,3%	-1,4%	6,1%

Os ensaios de compressão definida após a esterilização com EtO foram realizados em corpos de prova previamente já testados (sem processamento) pois não haviam mais corpos de prova virgens disponíveis. Para estabelecer um parâmetro seguro de comparação com o processo de esterilização por EtO, amostras designadas como padrão também foram re-testadas (Tabela V.8). Por se tratarem de ensaios em amostras que já passaram pelo procedimento de compressão, as amostras apresentam densidade maior que a inicial de fábrica.

Tabela V.8 – Taxas de compressão definida e envelhecimento (Re-teste B).

Categoria da amostra	Re-teste B					
	Padrão		Óxido de Etileno			
	C_d (%)	ρ (kg/m³)	C_d (%)	ρ (kg/m³)	P_{Cd} (%)	Dρ (%)
ρ 22	22,7	26,3	28,1	28,1	-23,2	-6,8
ρ 28	26,5	29,8	22,4	32,5	15,3	-9,1
ρ 38	22,1	43,6	22,2	42,7	-0,3	1,9
ρ 52	18,1	59,6	22,7	57,4	-25,4	3,6

C_d (%): taxa de compressão definida
ρ (kg/m³): densidade
P_{Cd} (%): taxa de envelhecimento da compressão definida
Dρ (%): diferença de densidade

As amostras ρ52 tem menor taxa de compressão definida sem processamento. A diminuição da densidade torna o material menos recuperativo, em concordância com o que foi observado anteriormente. Amostras ρ38 apresentam poucas diferenças tanto na taxa de

envelhecimento volumétrico quanto na taxa de envelhecimento da compressão definida. O procedimento EtO aumenta a densidade de $\rho 28$ e torna a categoria mais recuperativa. Na categoria $\rho 22$ a situação é distinta: a esterilização EtO, mesmo tendo aumentado a densidade, não tornou as amostras mais recuperativas, o que contraria o efeito observado em testes anteriores. Isto aponta uma possível degradação nas propriedades mecânicas do material pelo óxido de etileno, já que a espuma se apresenta significativamente mais recuperativa sem processamento.

Amostras padrão re-testadas possibilitaram comparar performances, transcorridos 6 meses (Re-teste A) e 20 meses (Re-teste B) após ensaio inicial. Pode-se observar na Figura 5.1 que a taxa de recuperação dimensional diminui drasticamente no intervalo entre 6 e 20 meses de alívio de tensões aplicadas, e, como observado por [ZHANG, 2010], o EPP não recupera completamente sua forma inicial após significativa compressão.

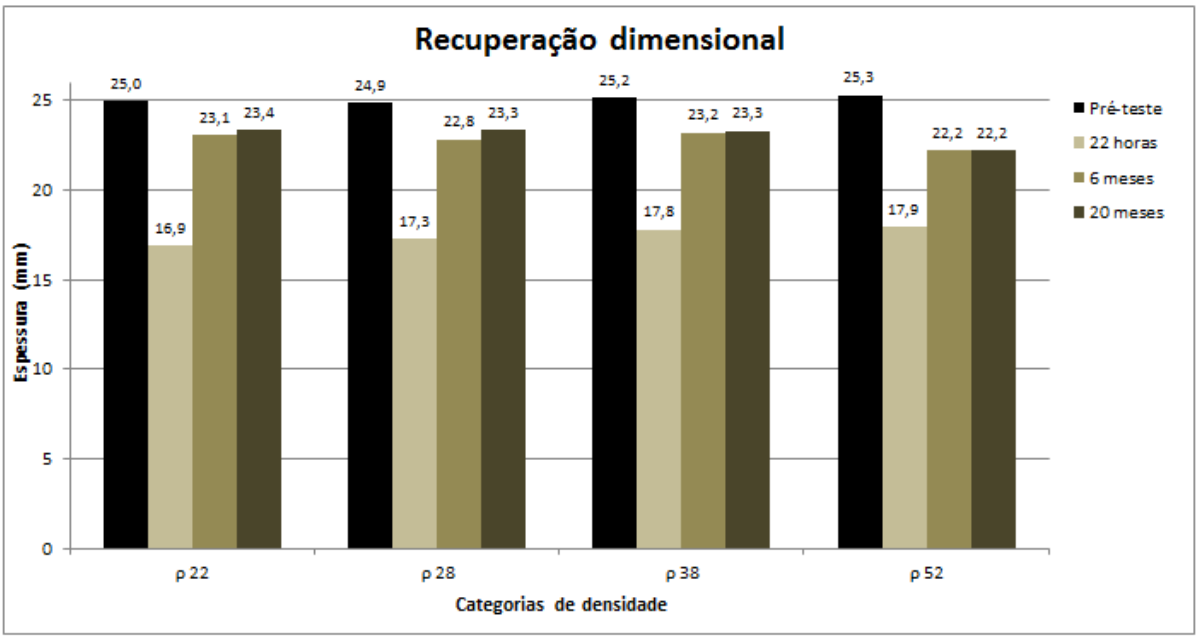

Figura 5.1 – Recuperação dimensional em função do tempo de alívio de tensões.

Mesmo sem grandes alterações nas densidades, maior distância temporal entre exercícios de compressão tende a tornar o EPP mais recuperativo, com taxas de envelhecimento da compressão definida (P_{Cd}) em função do tempo decorrido expressivas, nas categorias $\rho 22$ e $\rho 52$ (Tabela V.9).

Tabela V.9 – Compressão definida: Re-teste A vs. Re-teste B.

Categoria da amostra	Padrão - Re-teste A		Padrão - Re-teste B		
	C_d (%)	ρ (kg/m³)	C_d (%)	ρ (kg/m³)	P_{Cd} (%)
ρ 22	29,9	26,0	22,7	26,3	24,1
ρ 28	27,2	29,5	26,5	29,8	2,6
ρ 38	22,9	42,1	22,1	43,6	3,5
ρ 52	21,5	58,4	18,1	59,6	15,8

C_d (%): taxa de compressão definida
ρ (kg/m³): densidade
P_{Cd} (%): taxa de envelhecimento da compressão definida

Amostras “Padrão” (virgens) tiveram seu pior desempenho no primeiro exercício de compressão, conforme Figura 5.2. O EPP tende a se tornar mais recuperativo a exercícios de compressão com o aumento da densidade e quando submetidos a processos de esterilização.

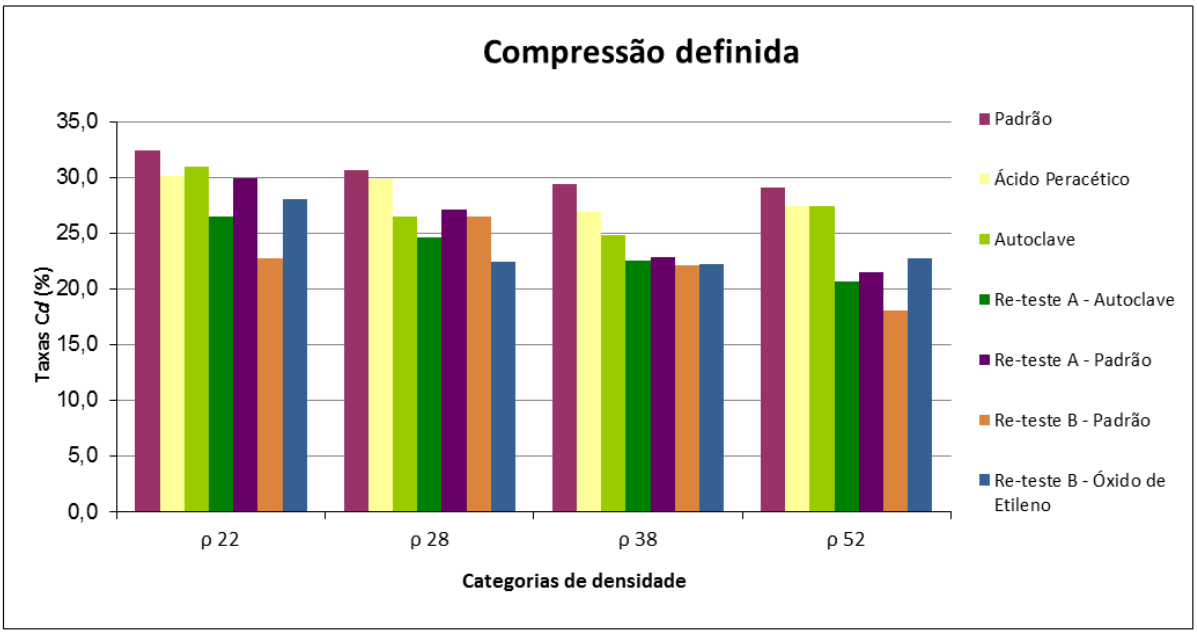

Figura 5.2 – Gráfico de taxas de compressão definida aferidas.

A Figura 5.3 apresenta um gráfico geral, relacionando as taxas de compressão definida com as densidades aferidas em todos os corpos de prova testados. Repetidos exercícios de compressão tendem a direcionar os ensaios mais à esquerda do gráfico, posicionamento que significa um regime mais recuperativo das amostras, diminuindo o grau de deformação

plástica residual. Testes em amostras esterilizadas com ácido peracético se aproximam da condição "Padrão", pois pouco contribuem para tornar o EPP mais recuperativo, principalmente em densidades mais altas. O processamento EtO parece contribuir mais para a recuperatividade em densidades menores, enquanto a autoclavagem parece influenciar mais a faixa intermediária das densidades estudadas.

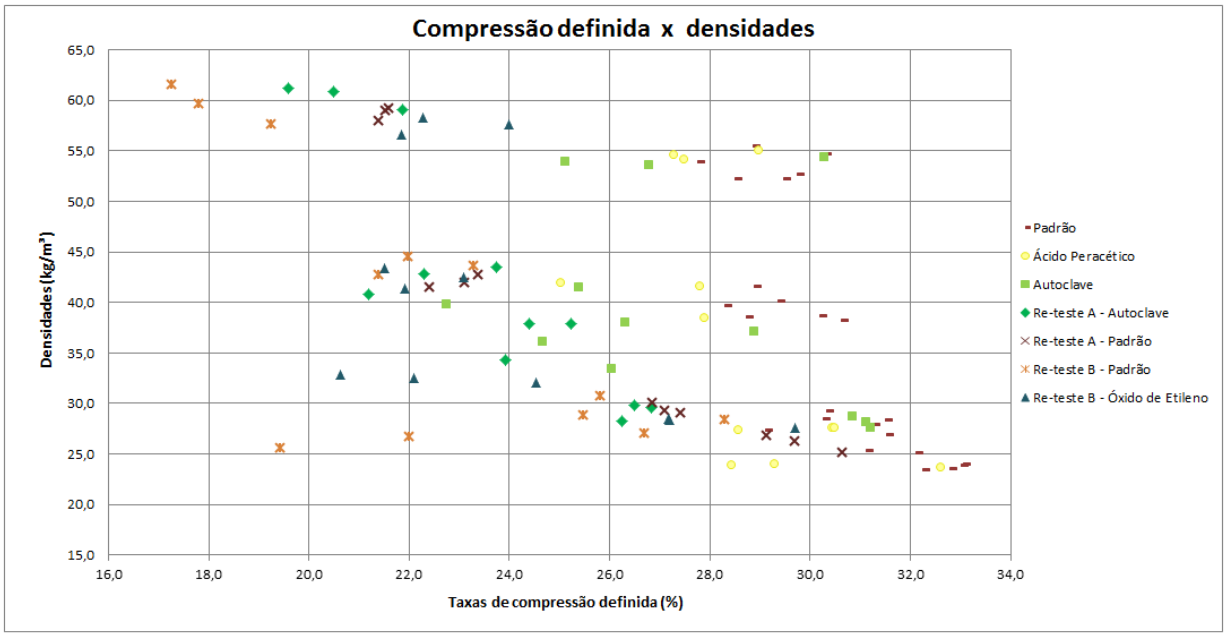

Figura 5.3 – Gráfico: Compressão definida vs. densidades.

5.2 Propriedades térmicas

As Figuras 5.4 a 5.11 apresentam as curvas resultantes das análises térmicas das amostras de Neopolen® P e fornecem informações a respeito da estabilidade térmica, a temperatura de trabalho adequada e o ponto em que passa a ocorrer degradação do material. Foram analisadas amostras sem tratamento, após esterilização em autoclave e após esterilização com ácido peracético, agrupadas de duas maneiras distintas. As curvas DTG (Figuras 5.4 e 5.5) apontam a faixa de temperatura em que a perda de massa ocorre com maior velocidade. Curvas DTA (Figuras 5.6 e 5.7) marcam as transições do EPP. A temperatura de fusão do material em torno de 150°C torna compreensível o fato do EPP não suportar procedimento de esterilização por calor seco (1h a 160ºC).

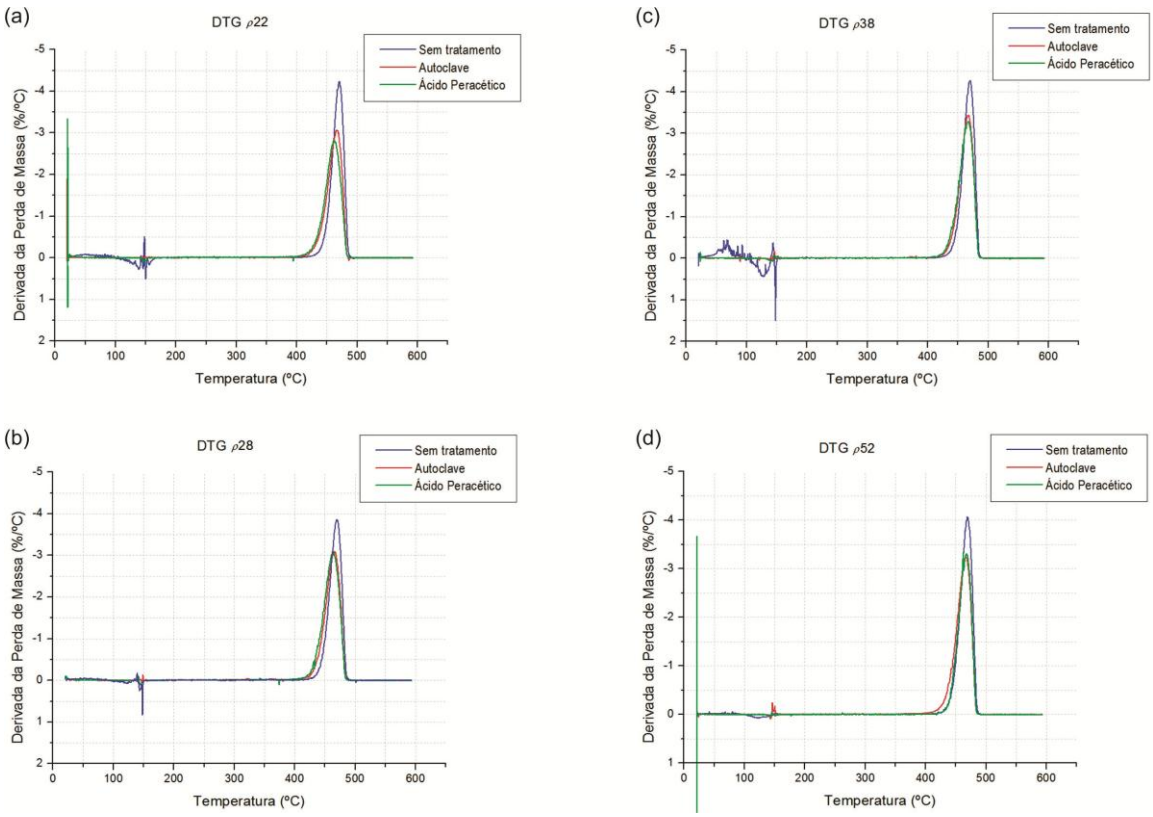

Figura 5.4 – Curvas de DTG das amostras (a) ρ22, (b) ρ28, (c) ρ38, (d) ρ52, submetidas a diferentes condições.

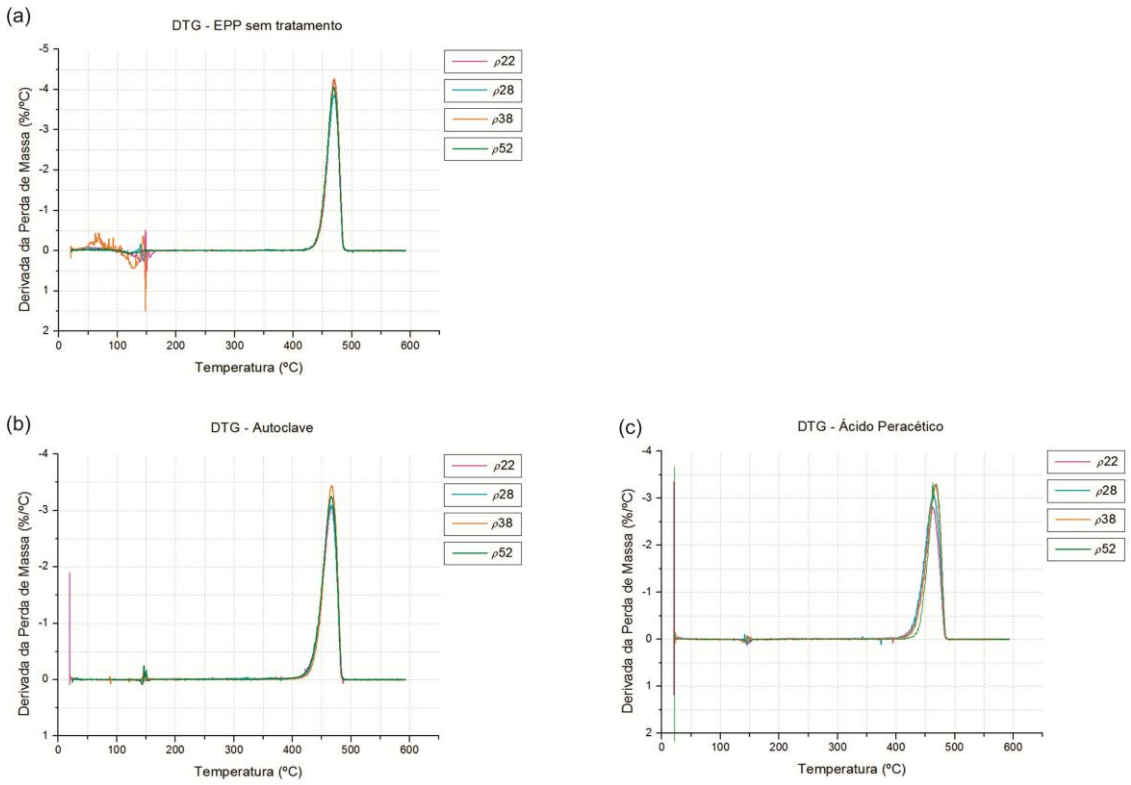

Figura 5.5 – Curvas de DTG de cada tipo de amostra (a) sem tratamento, (b) esterilizada em autoclave, (c) esterilizada por ácido peracético.

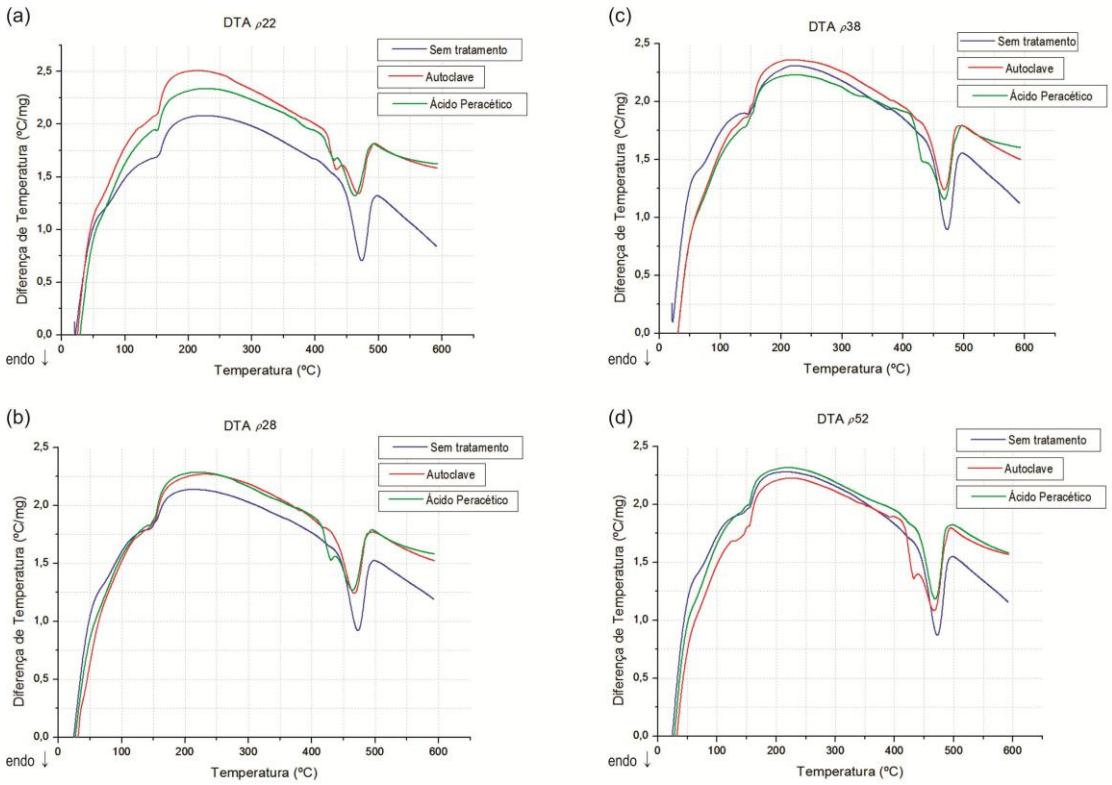

Figura 5.6 – Curvas de DTA das amostras (a) *ρ*22, (b) *ρ*28, (c) *ρ*38, (d) *ρ*52, submetidas a diferentes condições.

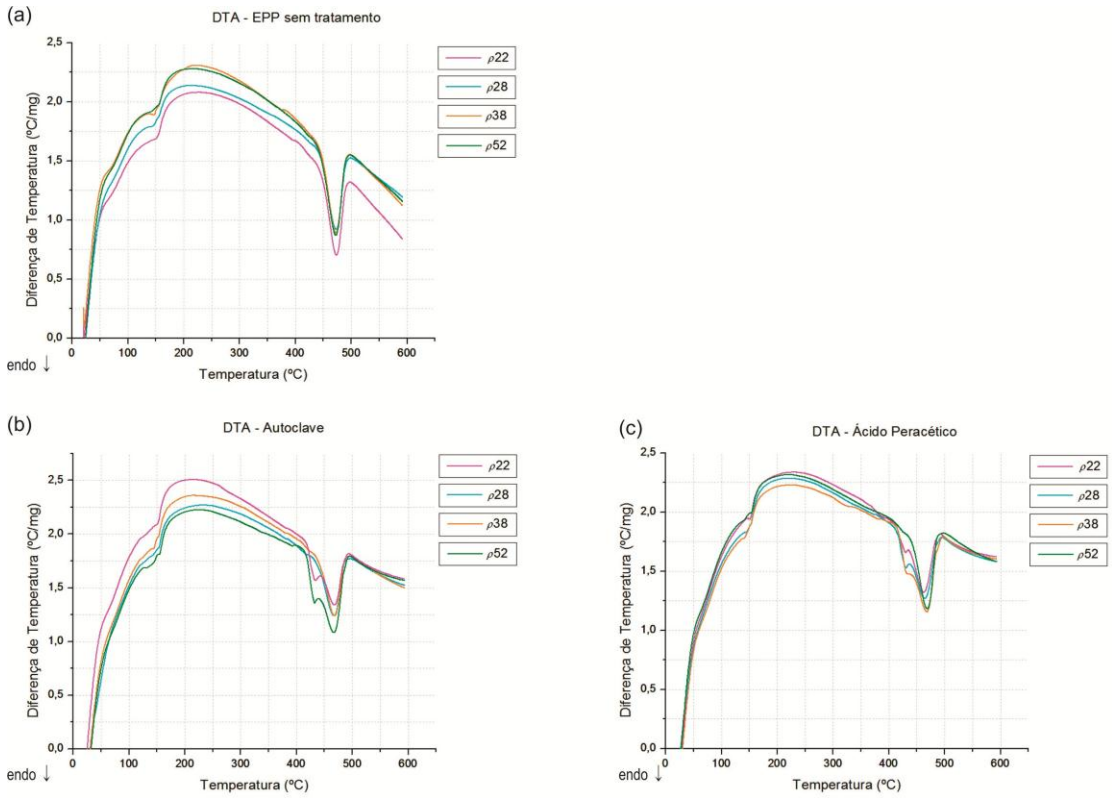

Figura 5.7 – Curvas de DTA de cada tipo de amostra (a) sem tratamento, (b) esterilizada em autoclave, (c) esterilizada por ácido peracético.

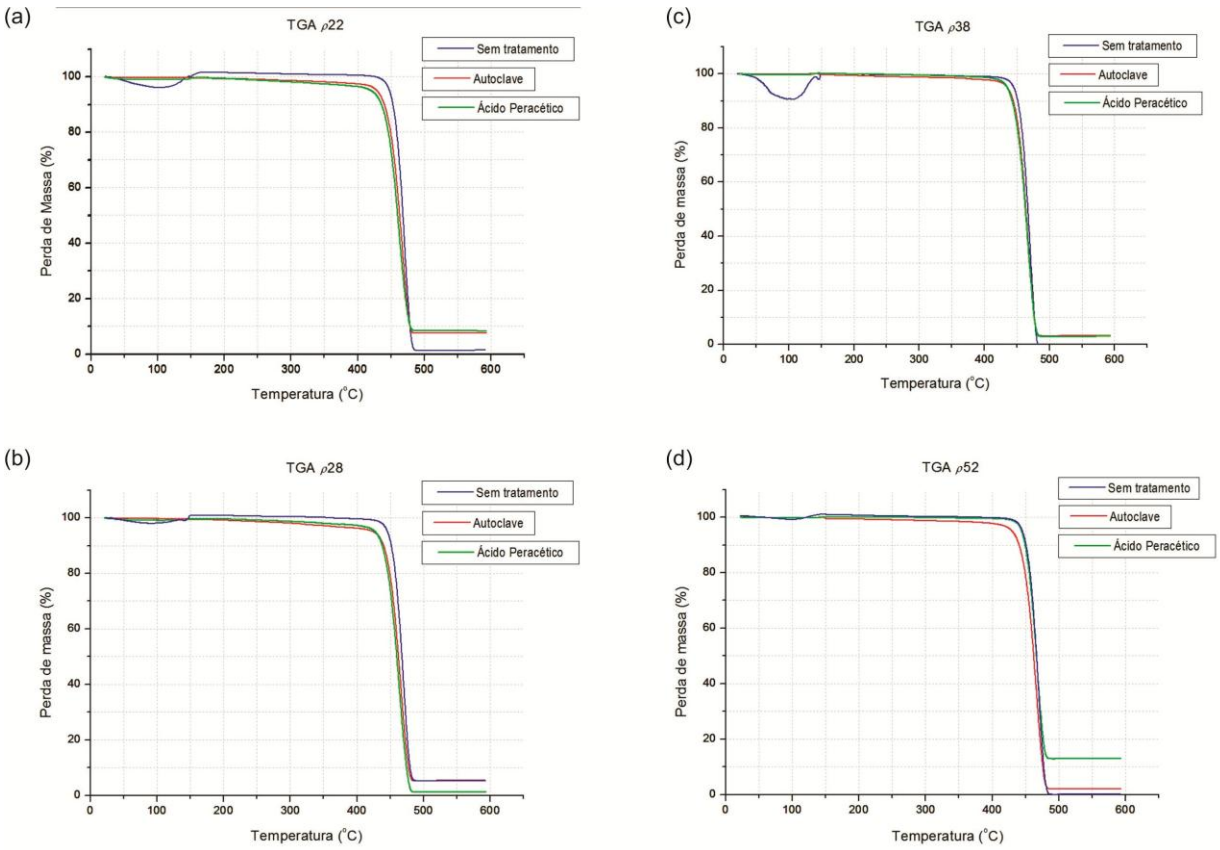

Figura 5.8 – Curvas de TGA das amostras (a) ρ22, (b) ρ28, (c) ρ38, (d) ρ52, submetidas a diferentes condições.

A Figura 5.9 aponta a ocorrência de um evento térmico logo no início do aquecimento do material em todas as densidades, com perda de massa inicial até 100°C e posterior ganho de massa em até aproximadamente 150ºC, quando o EPP adquire estabilidade, que perdura até pouco mais de 400ºC. Estas análises foram repetidas para confirmação dos resultados. Tal evento pode estar relacionado ao desprendimento de elementos voláteis, resíduos gasosos oriundos do processamento do material [KOLESKI, 2007]. Apesar de ser incomum a perda de massa e recuperação da mesma durante um ensaio de TGA, em atmosfera inerte, podemos apenas pressupor e sugerir que os gases liberados com o início do aquecimento reagem com a cadeia carbônica gerando um ganho de massa inicial, já que a empresa não forneceu informações a respeito dos agentes expansores utilizados na obtenção desse EPP.

Os processos de esterilização realizados neutralizam este evento, conferindo maior estabilidade térmica ao polipropileno expandido, conforme observado nas Figuras 5.9 e 5.10, já que a perda de massa passa a ocorrer em apenas uma etapa de degradação. Após procedimento em autoclave as curvas permanecem constantes até aproximadamente 400ºC, quando passa a ocorrer perda brusca de massa do material. Com a utilização de ácido

peracético o EPP começa a apresentar pequena perda de massa em temperaturas mais baixas, nas amostras menos densas, a partir de 200ºC. A perda brusca de massa também passa a ocorrer a partir de 400ºC.

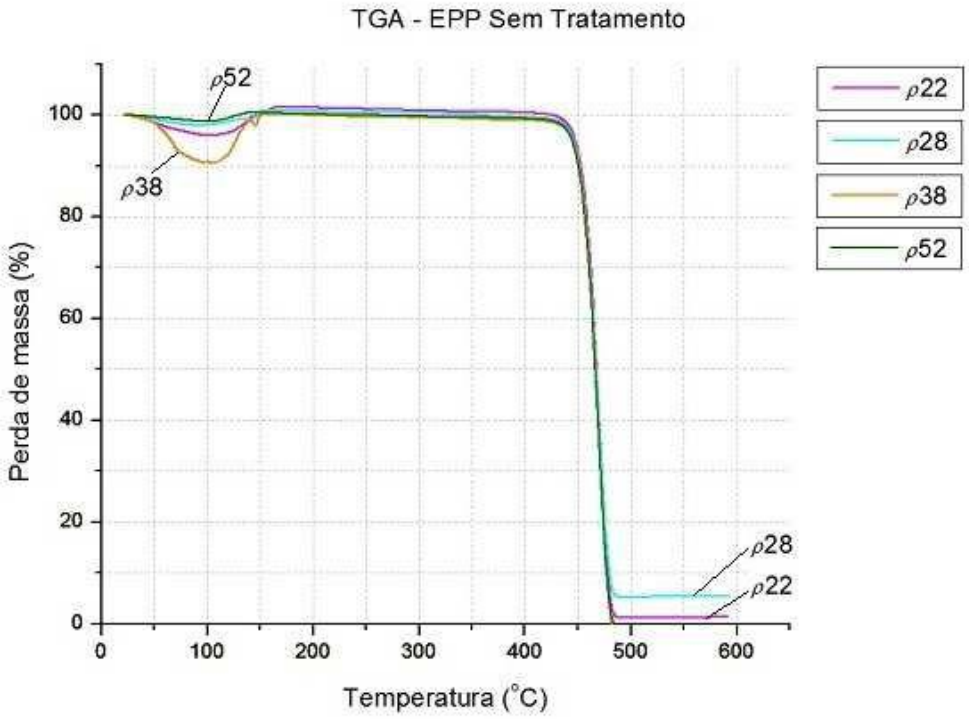

Figura 5.9 – Curva de TGA para EPP sem tratamento.

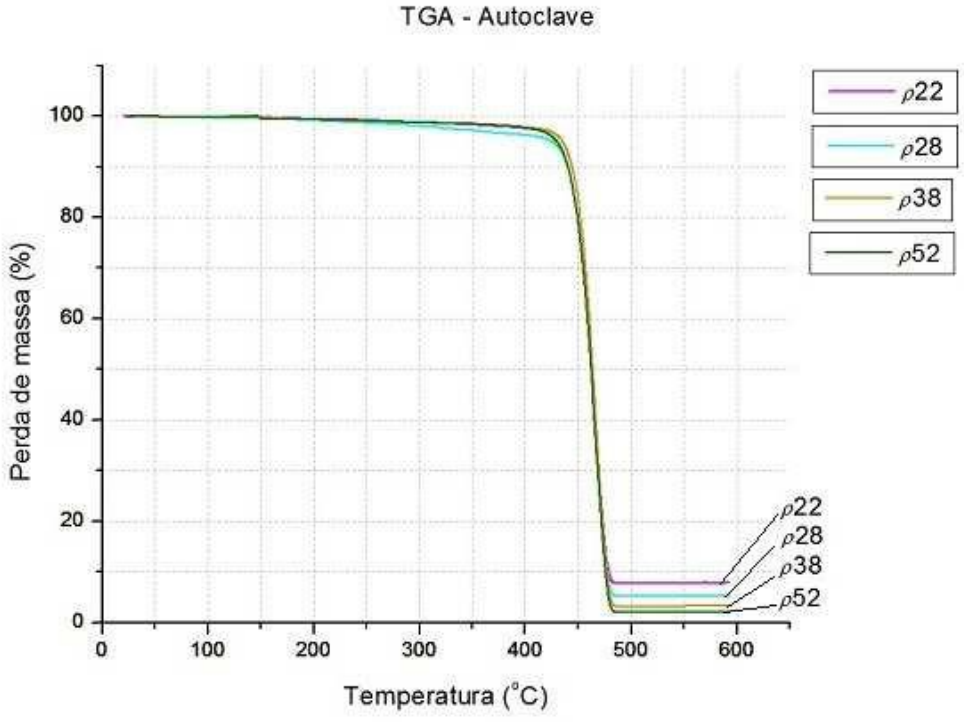

Figura 5.10 – Curva de TGA para EPP após esterilização em autoclave.

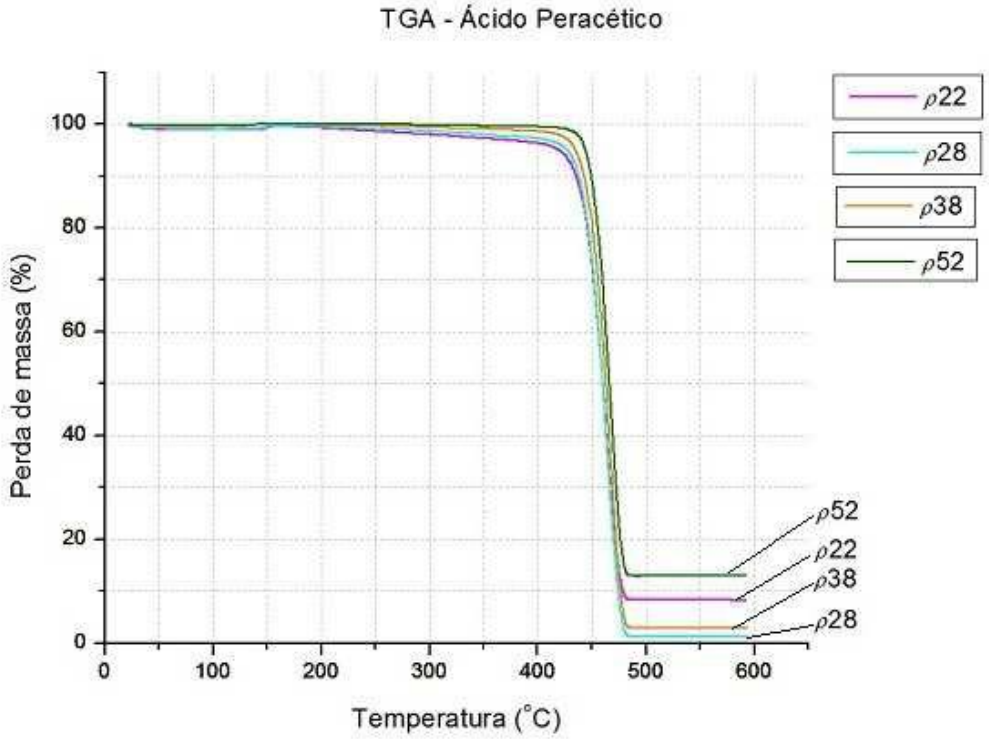

Figura 5.11 – Curva de TGA para EPP após esterilização com ácido peracético.

De modo geral as amostras apresentaram massa residual diferente, com as amostras de maior densidade apresentando menor teor de resíduo. Isso pode estar relacionado ao fato das espumas mais densas serem formadas por células menores, contendo menor teor de agente de expansão, gerando um número maior de células, fazendo com que após o processo de aquecimento o resíduo gerado seja menor. Os processos de esterilização acarretam uma quantidade maior de resíduo ao final da análise termogravimétrica, de modo geral mais acentuada com o uso de ácido peracético.

5.3 Microscopia eletrônica

A análise com microscópio eletrônico de varredura possibilitou observar a estrutura mesoscópica dos grânulos de EPP, com a presença de células parcialmente abertas, com parede celular e uma arquitetura baseada em arestas (Figura 5.12). Formas hexagonais e pentagonais irregulares das arestas celulares predominam na cadeia de cápsulas de ar.

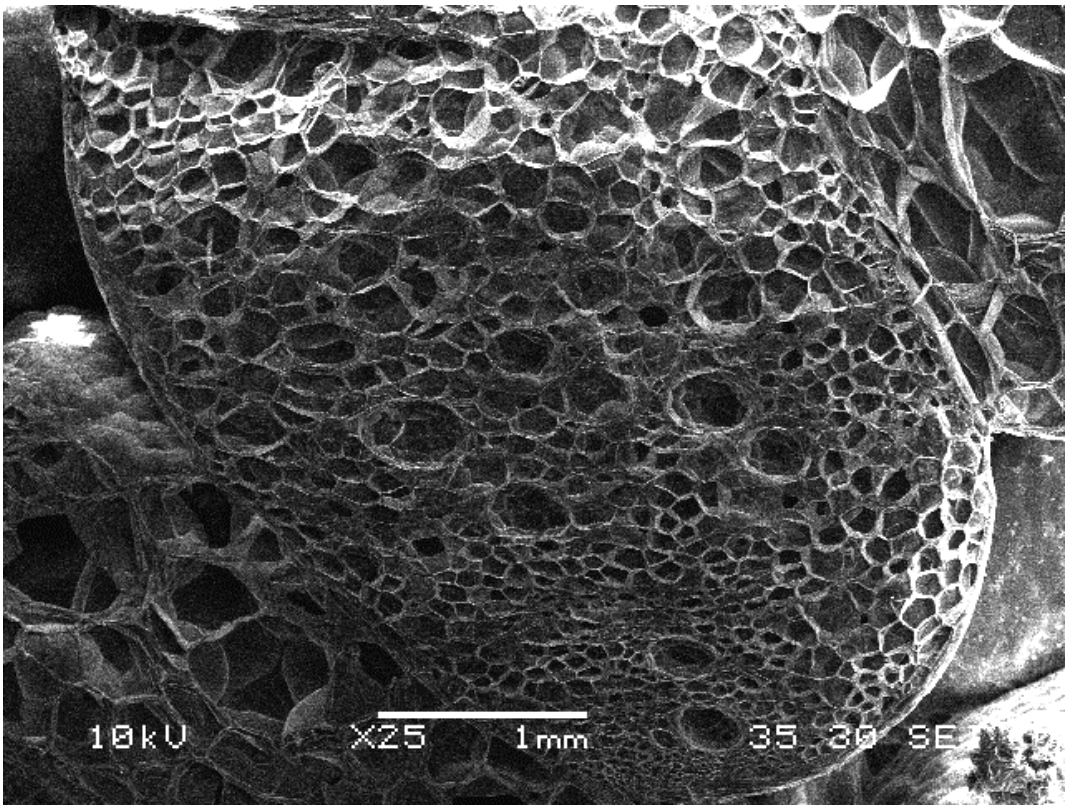

Figura 5.12 – EPP ρ22, tratado com líquido peracético.

A amostra mais densa (ρ52) apresenta cadeias mais desordenadas no grânulo, ainda que tenha estrutura mais homogênea a nível macroscópico. Isso se deve à fusão mais intensa dos grânulos, que inclusive dificulta identificar claramente a junção das paredes (o contorno) dos mesmos (Figura 5.13). As paredes e arestas poliméricas mais espessas também tornam a estrutura interna dos grânulos mais parecida com a estrutura periférica de junção.

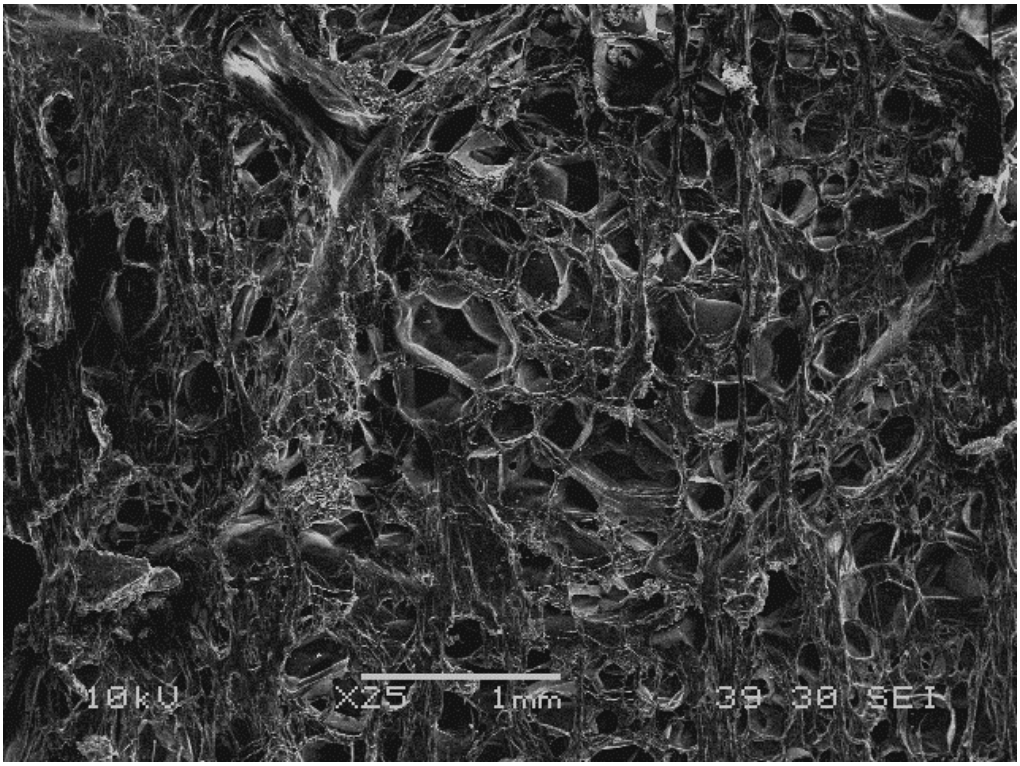

Figura 5.13 – EPP ρ52, sem tratamento.

A fusão superficial entre grânulos geralmente apresenta um vão central, principalmente em amostras menos densas (Figura 5.14a).

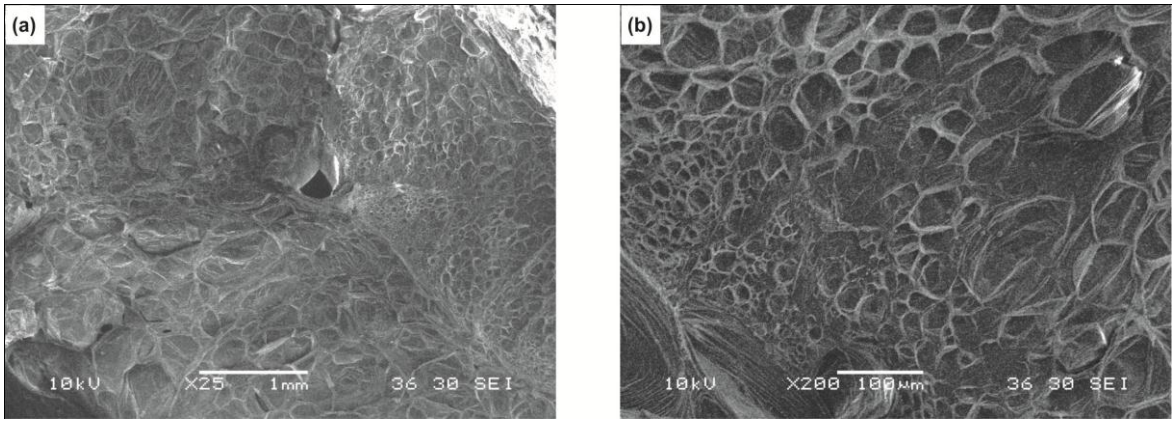

Figura 5.14 – EPP ρ22, tratado em autoclave: (a) estrutura de junção entre grânulos, (b) estrutura geométrica do núcleo de um grânulo.

Beverte [BEVERTE, 2004] observou através de micrografias REM que uma porção definida de grânulos (diferente para cada categoria) possui uma camada externa de polímero sólido (Figura 5.15). Grânulos de peças Neopolen® P menos densas perfazem cerca de 5% deste tipo; enquanto que nas peças Neopolen® P mais densas, esta parede externa aparece em aproximadamente 80% dos grânulos.

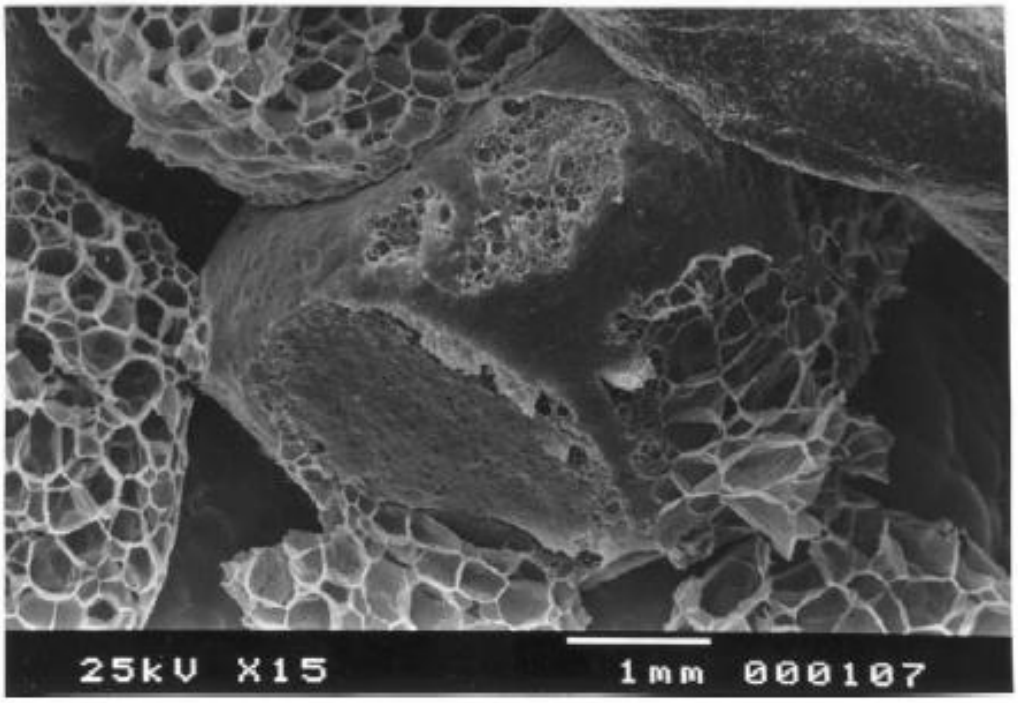

Figura 5.15 - Micrografia REM (Microscópio Eletrônico de Reflexão - MER) de Neopolen® P N-9210 [BEVERTE, 2004].

Tal efeito foi de fato observado (Figura 5.16). Na mesma micrografia também nota-se a presença de espaço vazio na conexão entre grânulos. Estes vãos intergranulares são os principais responsáveis pela porosidade do EPP.

A porosidade também está relacionada ao grau de células abertas presente nas espumas, resultantes do método de processamento empregado na fabricação do material [MAIER, 1998].

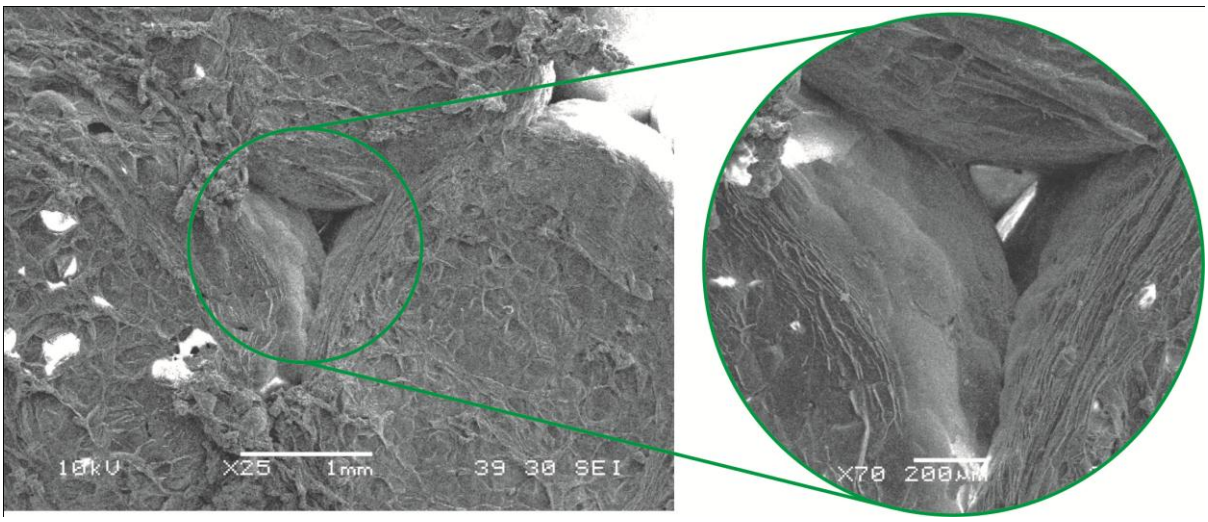

Figura 5.16 – EPP ρ38, sem tratamento.

Também foram observadas aglomerações poliméricas na superfície do material, sólidas ou densas (Figura 5.17), provavelmente oriundas de porções onde a nucleação foi imperfeita durante o processamento dos grânulos de EPP.

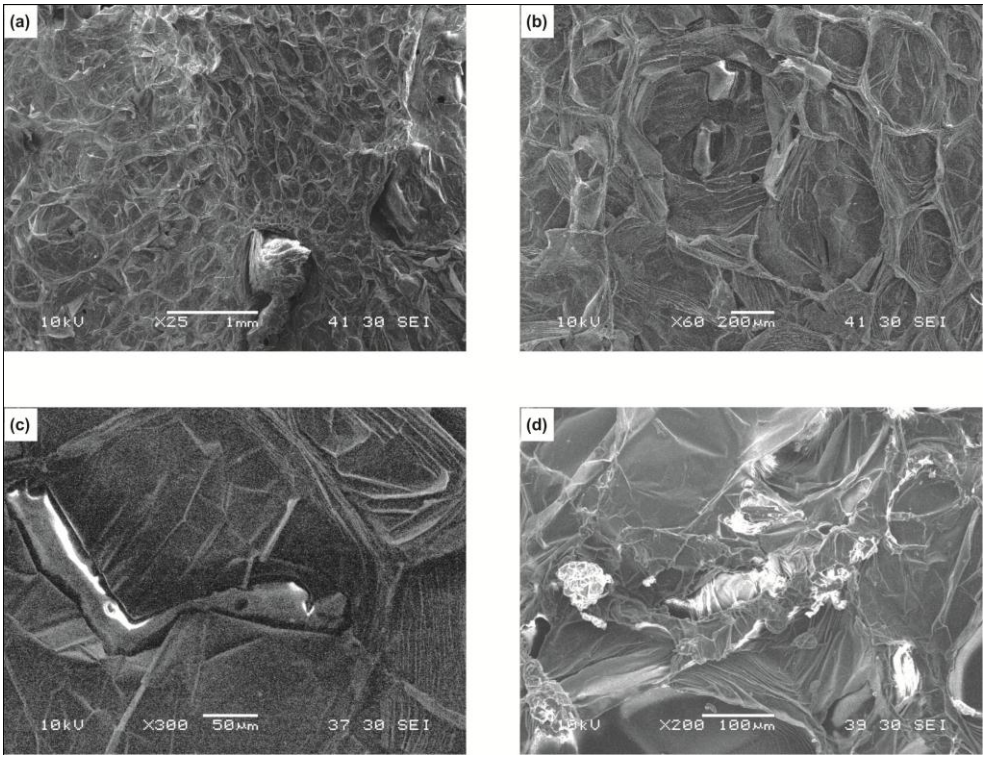

Figura 5.17 – Aglomerações poliméricas presentes no EPP (a) ρ22, sem tratamento, (b) ρ22, sem tratamento, (c) ρ28, líquido peracético, (d) ρ52, sem tratamento.

A esterilização em autoclave altera significativamente a estrutura do EPP: o material se contrai, gerando uma aparência murcha na estrutura polimérica (Figura 5.18b). Sob uma magnificação maior é possível observar o dano nas paredes e arestas celulares, como na Figura 5.19b onde a membrana celular sofreu deformação e se tornou inclusive mais visível.

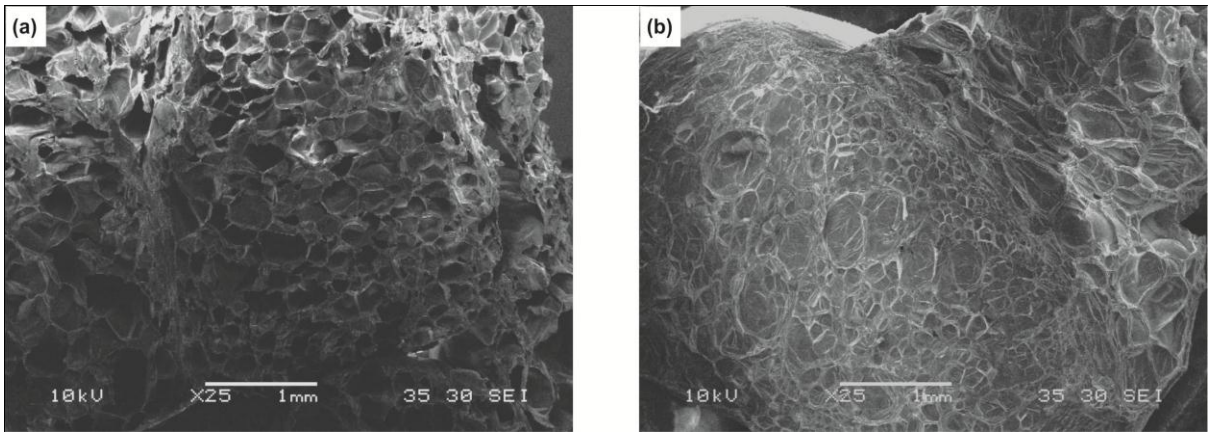

Figura 5.18 – EPP ρ28, aumento x25 (a) sem tratamento, (b) tratado em autoclave.

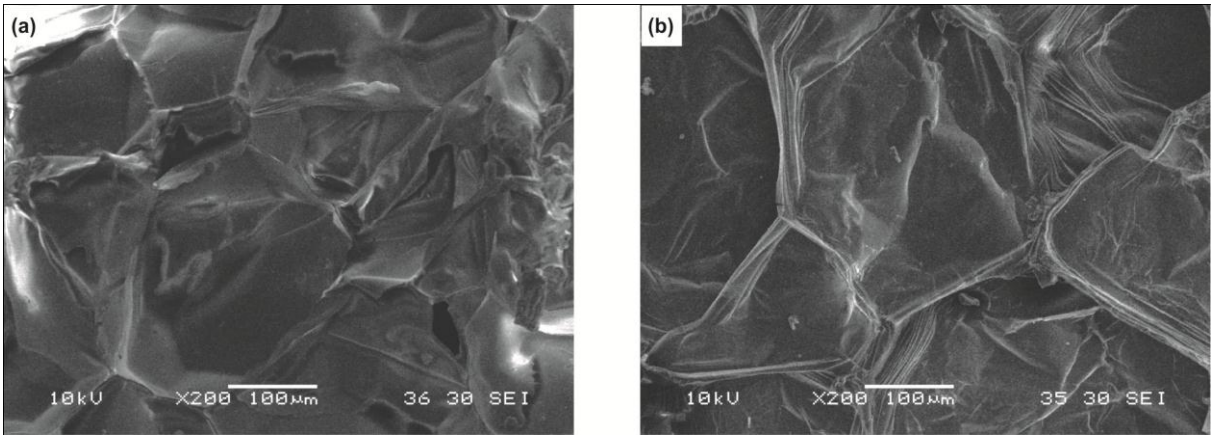

Figura 5.19 – EPP ρ28, aumento x200 (a) sem tratamento, (b) tratado em autoclave.

Tal efeito também foi observado em amostra tratada com ácido peracético, que danifica as paredes e arestas celulares, fazendo-as parecerem trincadas (Figura 5.20), mas não altera o volume dos corpos de prova.

Estas avarias na estrutura polimérica, causadas pelos processos de esterilização estudados, paradoxalmente tornam o material mais recuperativo, conforme observado nos experimentos de compressão definida.

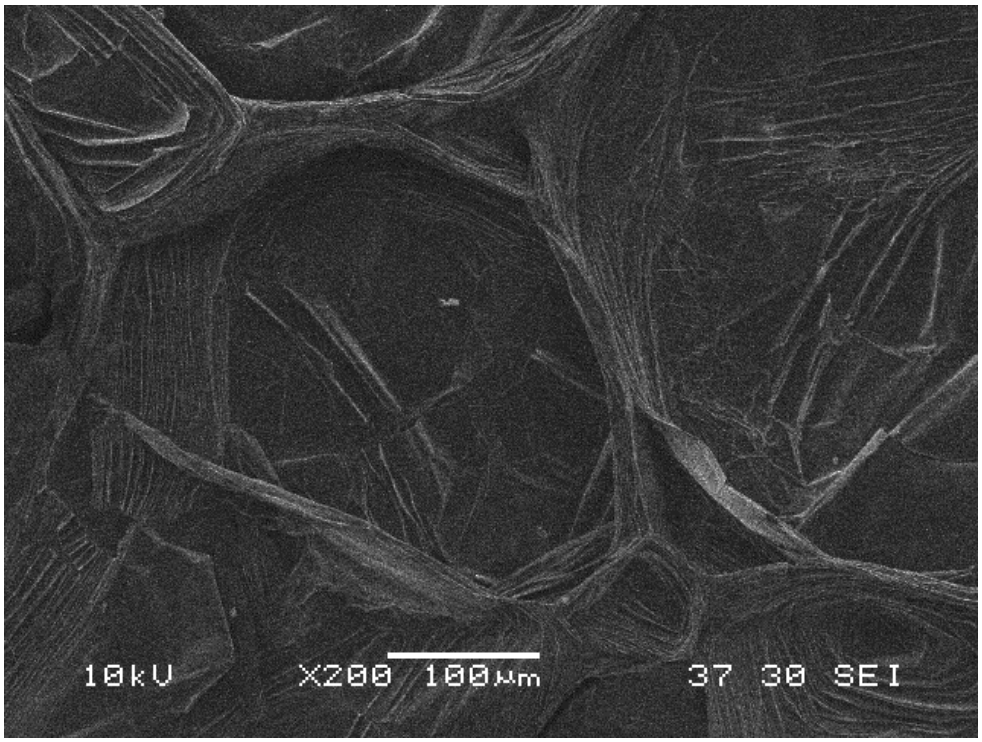

Figura 5.20 – EPP ρ28, aumento x200, tratado com ácido peracético.

A Figura 5.21 ilustra a macroestrutura de cada densidade do Neopolen® P, foi obtida com um scanner HP Scanjet 2400. Na parte superior vemos a superfície do material, formada contra a parede do molde de injeção. Moldado sob calor e pressão, o material estabelece sua forma pela fusão superficial dos grânulos de EPP. Nota-se que quanto menores os grânulos, maior a densidade final da peça.

A parte inferior da Figura 5.21 mostra a macroestrutura interna dos blocos de Neopolen® P. Nota-se maior porosidade e presença de espaços vazios em ρ28, o que explica a maior retenção de líquido e alta redução do volume nos processos de esterilização por ácido peracético e autoclave realizados na amostra. A presença de espaços vazios sob alta temperatura (127ºC) favorece a aproximação das cadeias poliméricas.

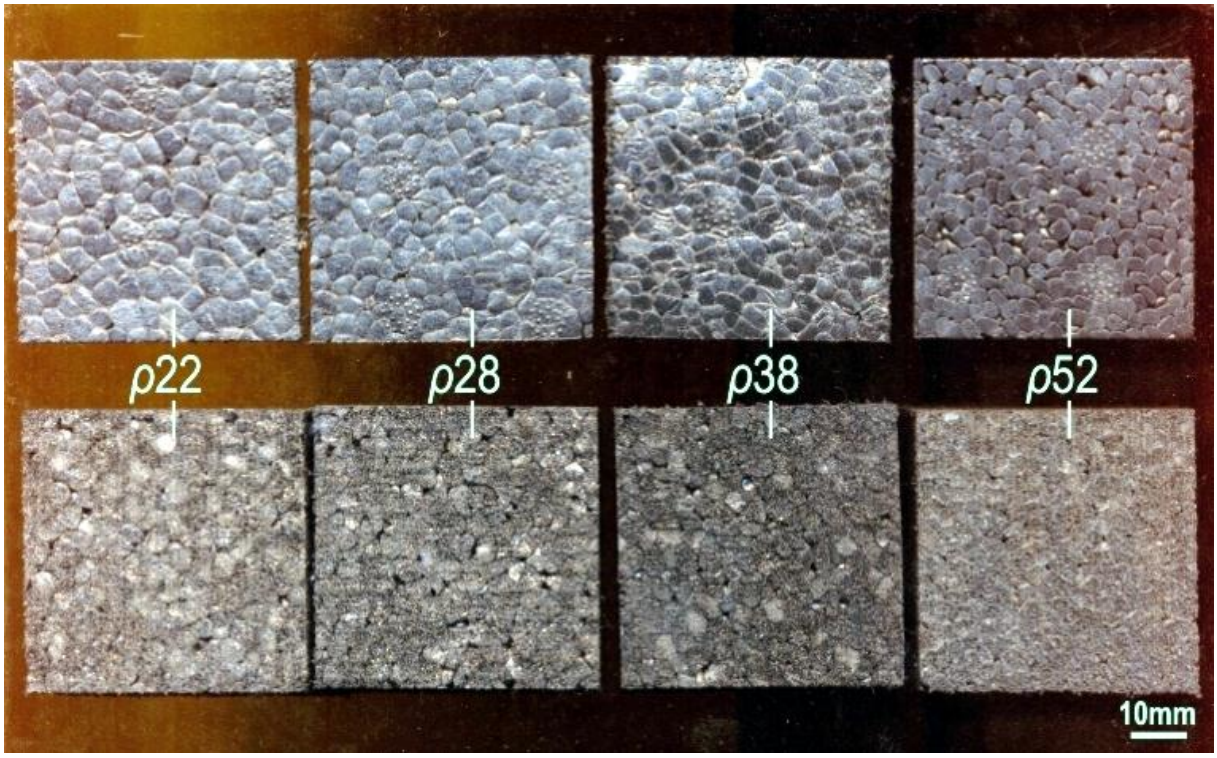

Figura 5.21 – Macroestrutura do Neopolen® P.

5.4 Ensaios de citotoxidade

Amostras da categoria ρ22 foram as escolhidas para serem submetidas ao teste de citotoxidade, pois apresentam melhores características ergonômicas para contato direto com a pele. “Entende-se por citotoxicidade a capacidade intrínseca do material de promover alteração metabólica de células em cultura, podendo esta culminar ou não em morte celular” (Anexos II e III).

O método deste ensaio *in vitro* segue a norma [ASTM F 895] e consiste basicamente em incubar o material em placas de cultura junto com uma monocamada celular e uma camada de ágar nutritivo (Figura 5.22). O potencial de citotoxidade é avaliado observando se a monocamada celular é afetada pela exposição ao material estudado, adotando materiais de controle positivo e negativo como referência.

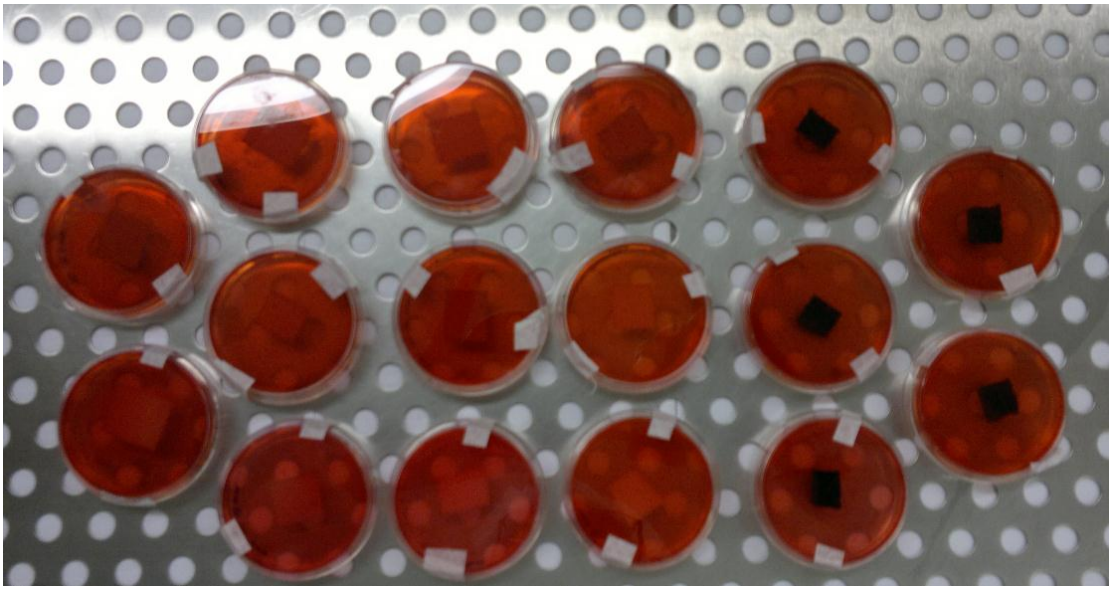

Figura 5.22 – Placas do ensaio de citotoxidade tempo zero (Anexo II).

Devido a um mal entendido, o primeiro ensaio de citotoxidade foi realizado de forma incorreta, pois amostras enviadas ao BCRJ sem esterilização foram consideradas como estéreis e prontas para serem submetidas ao procedimento, o que gerou um resultado inválido para o teste (Anexo II). Ainda assim, este ensaio serve para evidenciar que, mesmo se um material não for intrinsicamente citotóxico, as condições a que foi exposto podem torná-lo um risco em aplicações hospitalares sem a limpeza adequada. Infelizmente só houve registro fotográfico do primeiro ensaio.

Um segundo ensaio foi encomendado ao BCRJ e desta vez as amostras foram enviadas já esterilizadas por EtO, segundo recomendação da instituição. As amostras de EPP não reagiram com a monocamada celular, apresentando resultado negativo em todos os experimentos. Assim, o material Neopolen® P estudado não apresenta citotoxidade (Anexo III), uma característica que contribui para a aplicabilidade do material em ambientes hospitalares.

Geralmente, materiais que apresentam citotoxidade não são submetidos a outros exames de biocompatibilidade e tampouco aplicados em dispositivos de interação com humanos [ASTM F 748].

O resultado negativo também aponta a eficácia da esterilização adotada, que não deixa resíduos de óxido de etileno na matriz polimérica do EPP, que caso presentes, reagiriam positivamente no ensaio.

Capítulo 6: Conclusões

1- O polipropileno expandido apresenta características de amortecimento favoráveis para o desenvolvimento futuro de projetos de produto para instituições de saúde, visando aplicação em equipamentos que possam trazer uma melhor interação com o usuário (paciente ou profissional), desde que considerada a influência dos processos de esterilização no material.

2- Ensaios de compressão definida conduzidos no material sem tratamento ("Padrão"), com amostras de quatro densidades distintas mostram que quanto mais densa a espuma, maior seu potencial de recuperação dimensional. Amostras de menor densidade apresentam características que podem proporcionar conforto ergonômico. Aplicações da espuma em suas densidades maiores podem fornecer boa qualidade estrutural, se bem dimensionadas. Objetos podem ter sua funcionalidade otimizada, utilizando espumas em camadas de densidade gradual.

3- O material apresenta ressalvas quanto aos processos de esterilização a serem empregados no caso de utilização em ambiente hospitalar. Procedimento em estufa não é aplicável. Esterilização em autoclave provoca alterações dimensionais no material, principalmente encolhimento em densidades menores. A categoria mais estável ao procedimento é ρ52, onde ocorre discreto aumento do volume (e ainda assim as amostras apresentam menores taxas de compressão definida do que aquelas sem processamento). Seguidos ciclos de autoclavagem podem comprometer o desempenho ergonômico do EPP.

4- Esterilização com óxido de etileno prejudica menos a estabilidade dimensional do EPP nas densidades mais baixas. A categoria mais estável ao processo com EtO é ρ38, que tem densidade e desempenho mecânico pouco afetados. A categoria ρ52 apresenta aumento significativo no volume, a energia fornecida pelo calor em processos físicos de esterilização impulsiona as cadeias poliméricas a se afastarem, o que não ocorre em densidades menores. O resultado do envelhecimento com EtO nas amostras ρ22 apresenta um comportamento (aumento da taxa de compressão definida mesmo com o aumento da densidade) que contraria a tendência observada nos demais experimentos, o que pode indicar degradação do material pelo processo de esterilização.

5- Procedimentos em autoclave e com óxido de etileno são aplicáveis, mas cuidado nos projetos é imprescindível, possíveis alterações dimensionais devem ser levadas em conta para que não se tornem drásticas.

6- O processo de esterilização com ácido peracético só deve ser aplicado a produtos com acabamento superficial isento de porosidades. É um método que não acarreta alterações dimensionais no EPP e reduz discretamente a taxa de compressão definida em todas as densidades observadas.

7- O EPP apresenta comportamento pseudo-elástico, já que mesmo recuperando grande parte de sua forma inicial, apresenta um grau de deformação residual. Submetido a seguidos exercícios de compressão o material se mostra proporcionalmente mais recuperativo, pois a espuma se torna mais densa e a deformação plástica principal é estabelecida no primeiro exercício de compressão. Embora seja determinante, não apenas a densidade define a recuperatividade da espuma. Qualquer esforço ou processo de envelhecimento pode atuar como encruamento do EPP. Recomenda-se o amaciamento mecânico em produtos industriais, a fim de estabelecer um padrão de qualidade.

8- O ensaio de citotoxidade *in vitro* apresentou potencial de citotoxidade negativo no EPP, característica geralmente adequada em ambiente hospitalar, salvo projetos específicos onde tal característica seja intrinsicamente desejável (dispositivos bioativos e biointerativos). Este ensaio fornece a primeira informação relevante de um material quanto a sua segurança para emprego em ambientes hospitalares.

9- Os processos de esterilização estudados contribuem para a estabilidade térmica do polipropileno expandido. Esterilização com ácido peracético diminui a resistência térmica do material nas densidades mais baixas, efeito que se torna mais discreto com o aumento da mesma. O procedimento em autoclave mantém esta propriedade praticamente inalterada.

10- Através do MEV foi possível observar a estrutura das espumas de EPP em escala mesoscópica. Grânulos são formados por centenas de cápsulas gasosas confinadas por uma carcaça de arestas e paredes poliméricas interligadas, geralmente fechadas. A fusão superficial entre grânulos cria uma estrutura secundária visível em escala macroscópica. Os processos de esterilização afetam esta estrutura, acarretando flambagem e/ou estiramento na carcaça polimérica.

11- Estas propriedades estudadas são importantes para capacitar a fabricação de produtos contendo um conjunto de atributos pré-designados de acordo com a demanda. Os experimentos realizados apresentam características do polipropileno expandido que contribuem para soluções projetuais visando ergonomia (recuperatividade dimensional, bom amortecimento, conforto tátil) e segurança biológica (inerte, esterilizável) em ambientes hospitalares.

Capítulo 7: Sugestões para trabalhos futuros

1- Proceder o polipropileno expandido para testes laboratoriais de sensibilização e irritação cutânea com animais.

2- Replicar testes específicos que garantem a segurança química do PP no EPP, por exemplo, ensaios que buscam relações entre câncer e polímeros.

3- Realizar novos testes de análise térmica sob atmosferas distintas, incluindo amostras tratadas por EtO.

4- Conduzir testes de resistência à compressão em amostras tratadas por ciclos de esterilização e não-tratadas, gerando assim mais informações de utilidade projetual. Além disso, este ensaio é frequentemente empregado e permitiria traçar um paralelo com resultados obtidos por diversos autores. Estes ensaios, embora inicialmente planejados não puderam ser realizados por dependerem da disponibilidade do laboratório de outra instituição.

5- Produzir e testar corpos de prova com densidade progressiva, buscando aliar conforto a qualidade estrutural. Moldes foram produzidos para este fim na Oficina São Judas Tadeu em Ouro Preto, mas tais testes não puderam ser empreendidos. Certamente o trabalho de [MAHEO, 2012] supriu um grau desta carência.

O plano seria utilizar grânulos não processados (injetados) de polipropileno expandido para confeccionar as amostras, depositando os mesmos nos moldes e submetendo estes à moldagem por compressão, utilizando prensa e estufa. Infelizmente tais grânulos não puderam ser obtidos. Experimentos informais com pérolas de PP e camadas cortadas de EPP não apresentaram sucesso. O EPP já processado não fundiu suas superfícies satisfatoriamente, enquanto o PP se fundiu, penetrou e aderiu às estreitas cavidades metálicas do molde, inclusive comprometendo seu funcionamento.

As Figuras 6.1 a 6.5 ilustram a elaboração e os moldes construídos, seguindo dimensões para gerar corpos de prova conforme as normas.

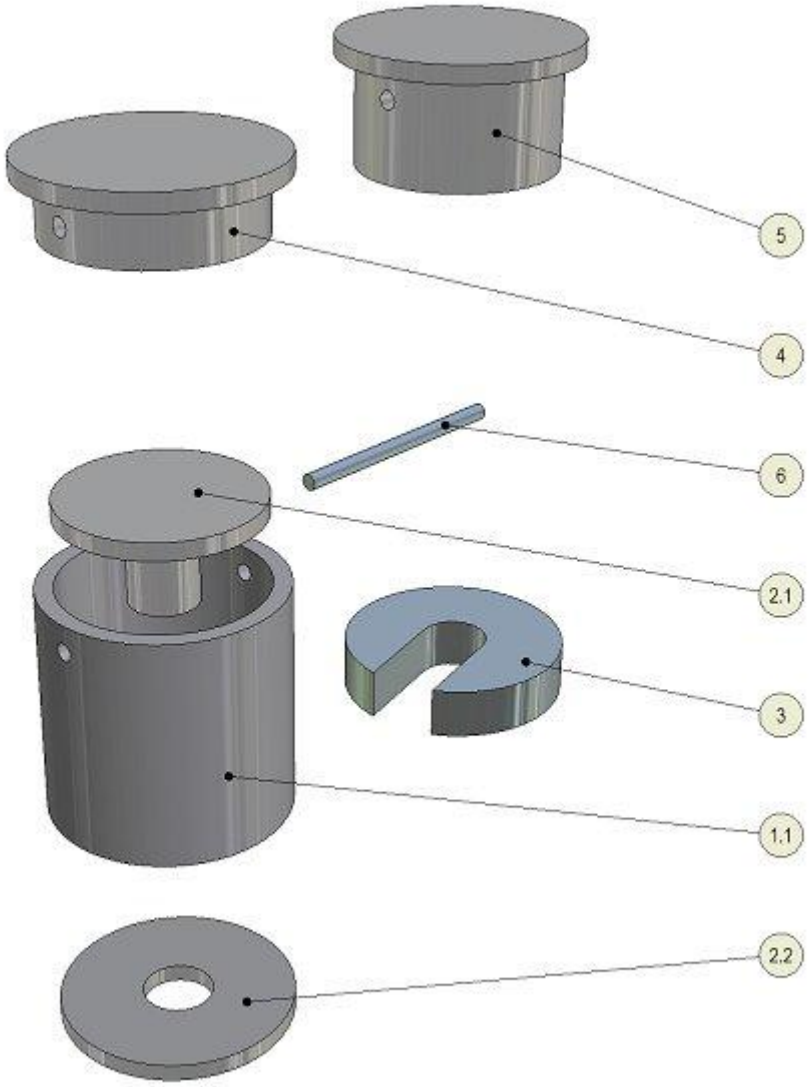

Figura 6.1 – Peças para confecção do molde.

Peça 1.1: Base do molde acomoda o corpo de prova.

Peças 2.1 e 2.2: essas peças são soldadas atravessando a Base, formando o Êmbolo, para facilitar ejeção dos corpos de prova.

Peça 3: Trava do Êmbolo, o mantém fixo durante processamento do corpo de prova.

Peças 4 e 5: Tampas de diferentes dimensões para produzir diferentes corpos de prova.

Peça 6: Trava, evita que a Tampa se mova devido à pressão interna.

Figura 6.2 – Molde para produção de corpos de prova em seção circular, em posição de processamento, vista translúcida.

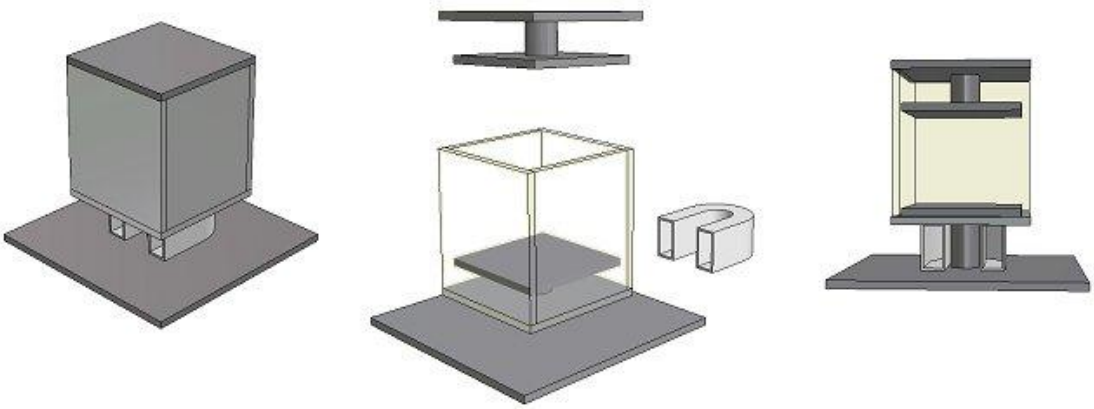

Figura 6.3 – Molde para produção de corpos de prova em seção quadrangular, mecanismo semelhante ao modelo anterior.

Figura 6.4 – Fotografia dos moldes fechados.

Figura 6.5 – Fotografia dos moldes em posição de ejeção.

Referências

- **[ALEXANDRE, 1998]** ALEXANDRE, Neusa Maria Costa. Aspectos ergonômicos relacionados com o ambiente e equipamentos hospitalares. Rev.latino am.enfermagem, Ribeirão Preto, v. 6, n. 4, p. 103-109, outubro 1998.
- **[ASTM D 3574]** Standard Test Methods for Flexible Cellular Materials - Slab, Bonded, and Molded Urethane Foams. ASTM D 3574 - 2003.
- **[ASTM D 3575]** Standard Test Methods for Flexible Cellular Materials Made From Olefin Polymers. ASTM D 3575 - 2000.
- **[ASTM F 748]** Standard Practice for selecting Generic Biological Test Methods for Materials and Devices. ASTM F 748 - 2004.
- **[ASTM F 813]** Standard Practice for Direct contact Cell Culture Evaluation of Materials for Medical Devices. ASTM F 813 - 2001.
- **[ASTM F 895]** Standard Test Method for Agar Diffusion Cell Culture Screening Cytotoxicity. ASTM F 895 - 2001.
- **[ASTM F 2042]** Standard Guide for Silicone Elastomers, Gels, and Foams Used in Medical Applications Part II - Crosslinking and Fabrication. ASTM F 2042 - 2000.
- **[BASF, 1995]** BASF. Catálogo de informações técnicas Neopolen® P. 1995.
- **[BASF, 2008]** BASF. Catálogo de informações técnicas Neopolen® P. Dezembro, 2008.
- **[BEVERTE, 2004]** BEVERTE, Ilze. Deformation of Polypropylene Foam Neopolen® P in Compression. Journal of Cellular Plastics, Volume 40. 2004.
- **[BOUIX, 2009]** BOUIX, R.; VIOT, P.; LATAILLADE, J. Polypropylene foam behaviour under dynamic loadings: Strain rate, density and microstructure effects. International Journal of Impact Engineering 36. Elsevier Science Ltd. 2009.
- **[BYMA, 2006]** BYMA, G.B.; CRISTEA, B.A.; MÜHLBACHER, R., inventores; LEAR, depositante. Multiple density interior trim substrate and method and system for making same. US patent 6,991,446 B2. 2006.
- **[CHODÁK, 1999]** CHODÁK, Ivan. Crosslinking of polypropylene. In: KARGER-KOCSIS, József. Polypropylene - An A-Z reference. Kluwer Academic Publishers. 1999.
- **[DENZER, 1999]** DENZER, R.; MÖLLER, F.; MAIER M. Modelling of the compression behavior of polypropylene. In: KARGER-KOCSIS, József. Polypropylene - An A-Z reference. Kluwer Academic Publishers. 1999.

- **[DINIZ, 2003]** DINIZ, Raimundo Lopes. Tese de Doutorado. Avaliação das demandas física e mental no trabalho do cirurgião em procedimentos eletivos. 2003.
- **[GILCHRIST, 1996]** GILCHRIST, A.; MILLS, N.J. Protection of the side of the head. Elsevier Science Ltd. UK. 1996.
- **[KINZY, 2003]** KINZY, S.; FALCONE, R. Thermogravimetric Analysis of Polymers. In: LOBO, H.; BONILLA, José. Handbook of Plastics Analysis. New York, Basel: Marcel Dekker Inc. 2003.
- **[KOCH, 1996]** KOCH, Rosi M.; MOTTA, Helena S.; WALTER, Reni L. Técnicas Básicas de Enfermagem. 14ª Edição. Ed. Florence. 1996.
- **[KOLESKI, 2007]** KOLESKI, S.D.; BALLESTERO, S.D. Redução do impacto ambiental pela reciclagem de resíduos de polipropileno expandido na produção de autopeças. Rev. biociên., Taubaté, v.13, n.3-4, p.169-177, jul/dez. 2007.
- **[LEÃO, 2002]** LEÃO, Rosemary Dutra; PERES, Cláudio Cezar. Noções sobre dort, lombalgia, fadiga, antropometria, biomecânica e concepção do posto de trabalho. Manual de aplicação da Norma Regulamentadora 17. 2. ed. Brasília: Ministério do Trabalho e Emprego. 2002.
- **[LEE, 2005]** LEE, L.J.; ZENG, C.; CAO, X.; HAN, X.; SHEN, J.; XU, G. Polymer nanocomposite foams. Composites Science and Technology 65. USA. 2005.
- **[LEE, 2007]** LEE, S.T.; PARK, C.B.; RAMESH, N.S. Polymeric Foams: Science and Technology. Taylor & Francis Group. 2007.
- **[MAHEO, 2012]** MAHEO, L.; VIOT, P. Impact on multi-layered polypropylene foams. International Journal of Impact Engineering, 1-10. 2012.
- **[MAIER, 1998]** MAIER, C; CALAFUT, T.; Polypropylene: The Definitive User's Guide and Databook. Plastics Design Library. 1998.
- **[MCAULEY, 2003]** MCAULEY, J. Global Sustainability and Key Needs In Future Automotive Design. Environ. Sci. Technol. USA. 2003.
- **[MOREAU, 2004]** MOREAU, Y.M.; MILLS, N.J. Rapid hydrostatic compression of low density polymeric foams. Polym. Test. 23(3). 2004.
- **[OZTURK, 2011]** OZTURK, U.E.; ANLAS, G. Hydrostatic compression of anisotropic low density foams under multiple loadings and unloadings. Polymer Testing 30. Elsevier Science Ltd. 2011.

- **[PARK, 2002]** PARK, C.B.; NAGUIB, H.E.; PANZER, U.; REICHELT, N. Strategies for Achieving Ultra Low-Density Polypropylene Foams. Polymer Engineering and Science, Vol. 42, No. 7, July, 2002.
- **[POP-ILIEV, 2003]** POP-ILIEV, R.; LIU, F.; LIU, G.; PARK, C.B. Rotational Foam Molding of Polypropylene with Control of Melt Strength. Advances in Polymer Technology, Ontario, Canada, Vol. 22, No. 4, 280–296, Wiley Periodicals, 2003.
- **[RÄTZSCH, 1999]** RÄTZSCH, M.; BUCKA, H; PANZER, U. Polypropylene Foams. In: KARGER-KOCSIS, József. Polypropylene - An A-Z reference. Kluwer Academic Publishers. 1999.
- **[RIGOSI, 1999]** RIGOSI, G.L.; GUIDETTI G.P. Anticorrosion coatings with polypropylene. In: KARGER-KOCSIS, József. Polypropylene - An A-Z reference. Kluwer Academic Publishers. 1999.
- **[SHUAEIB, 2007]** SHUAEIB, F.M.; HAMOUDA, A.M.S.; WONG, S.V.; UMAR R.S.R.; AHMED, M.M.H.M. A new motorcycle helmet liner material: The finite element simulation and design of experiment optimization. Materials and Design 28. Malaysia. 2007.
- **[SILVA, 2006]** SILVA, André Luiz dos Santos. Dissertação de Mestrado. Capacidade de absorção de energia de tubos de compósitos submetidos à compressão. 2006.
- **[SKAWINSKI, 2004]** SKAWINSKI, O.; BINETRUY, C.; KRAWCZAK, P.; GRANDO, J.; BONNEAU, E. All-thermoplastic Composite Sandwich Panels – Part I: Manufacturing and Improvement of Surface Quality. Journal of Sandwich Structures and Materials, France, Vol. 6, September, 2004.
- **[SOUZA, 2006]** SOUZA, F.E.O. Estação Ogel: Estação de trabalho para atividade dinâmica. Trabalho final de graduação - Design de Produto; Universidade Fumec. Belo Horizonte. 2006.
- **[SPEYER, 1994]** SPEYER, R.F. Thermal Analysis of Materials. School of Materials Science and Engineering – Georgia Institute of Technology. Marcel Dekker, Inc. 1994.
- **[TAN, 2006]** TAN, F.L.; FOK S.C. Cooling of helmet with phase change material. Applied Thermal Engineering 26. United Arab Emirates. 2006.
- **[VIOT, 2008]** VIOT, P.; PLOUGONVEN, E.; BERNARD, D. Microtomography on polypropylene foam under dynamic loading: 3D analysis of bead morphology evolution. Composites, Part A 39. 2008.

- **[WITT, 1996]** WITT, M.; HAHN, K; LORENZ, M., inventores; BASF, depositante. Preparation of expandable thermoplastic polymers by post-impregnation. US patent 5,561,170. 1996.
- **[ZHANG, 2010]** ZHANG, X.F.; ANDRIEUX, F.; SUN, D.Z. Pseudo-elastic description of polymeric foams at finite deformation with stress softening and residual strain effects. Materials and Design 32. Elsevier Science Ltd. 2010.

Associação Técnico Científica Paul Ehrlich – APABCAM
Programa Avançado de Biologia Celular Aplicado à Medicina
Banco de Células do Ro de Janeiro - BCRJ
INMETRO – Pólo Tecnológico

Laudo Técnico

Laudo. 002.12. 2012

Análise de Citotoxidade *In vitro*

1. Dados do Solicitante.

RAZÃO SOCIAL	**FRANCISCO EMMANUEL OLIVEIRA E SOUZA**
CNPJ ou CPF	014.344.326-70
ENDEREÇO NOTA FISCAL	**Rua do Caminho Novo, 175 - Passagem**
CIDADE	**Mariana**
ESTADO	**Minas Gerais**
CEP	**35421-000**
Email	**fsouza3@yahoo.com.br**
Contato	**(31)9765.6815**

2. Dados da Amostra

Produto	**Polipropileno expandido EPP**
Composição	**[-CH(CH3)CH2-]n**
Condições de armazenamento	**Manter em local limpo e seco.**
Informações técnicas	**O polipropileno expandido é um tipo de termoplástico cujo estado se apresenta espumoso.**
Estéril	**(X) SIM ( ) Não**
Método de esterilização	**Óxido de etileno – empresa Curar data fevereiro /2012**
Lote:	**0902**
Quantidade enviada	**cinco embalagens individuais**

Data de recebimento: 06 de março de 2012

Meio de Transporte: Correio

Condições do envio: em caixa de papelão a temperatura ambiente.

Embalagem da amostra: a amostra estava acondicionada em embalagem especial para esterilização com rótulo da empresa CURAR com as seguintes informações:

Setor:

P4968

Processo: VS/REPROC GC

Data: 9/2/2012 **Lote:** 0902

RT; COREN MG 44.868

Validade Sugerida 990 dias)

Dados complementares da amostra:

Informações enviadas por e-mail pelo cliente em 8 de dezembro de 2011.

Material: Sterilife SML1109139

Composição: mistura estabilizada de ácido peracético (0,2%), peróxido de hidrogênio (7%), ácido acético, adjuvante anti-corrosivo, estabilizante e água.

Método de esterilização: utilizar o produto em temperatura ambiente, entre 15ºC e 25ºC. Os artigos a serem submetidos ao processo de esterilização devem ser previamente limpos e secos. Imergir totalmente os artigos (em recipiente plástico, por exemplo PE, PP ou PET; algumas ligas metálicas podem sofrer corrosão). Tempo de contato: 20 minutos. Retirar e secar o material à temperatura ambiente.

Armazenagem: manter em temperatura acima de 0ºC e não superior a 30ºC. Deve ser mantido em local seco e ventilado, afastado da luz solar direta, fontes de calor, materiais incompatíveis, combustíveis e gases comprimidos.

Material: Neopolen P (Basf)

Composição: a produção industrial do polipropileno expandido se inicia a partir da destilação do óleo cru (petróleo) de onde se produz a nafta que, em um processo físico-químico de craqueamento, origina compostos aromáticos (benzeno, tolueno e xilol) e oleofinas (etileno, butadieno e propileno). A polimerização do propileno (P) vai produzir o polipropileno (PP) que, por meio de reações físicas provocam a expansão do material, gerando o polipropileno expandido (EPP). O polipropileno expandido é um tipo de termoplástico propileno (PP) que sofre uma reação de polimerização, transformando-se em polipropileno e a seguir, o processo de granulação por meio de uma reação física de alta pressão e temperatura, provocando a expansão do material

plástico e gerando um material cujo estado se apresenta espumoso. Sua formula química é [-CH(CH3)CH2-]n, semelhante à do polipropileno comum.

Ensaio Microbiológico da Amostra

Metodologia:

O teste consiste em avaliar a presença de contaminantes microbiológicos que podem prejudicar as análises de citotoxidade, foi utilizado os seguintes meios de cultura:

Caldo TSB

Caldo BHI

Procedimentos:

Em cabine de segurança biológica, a amostra foi aberta e com o auxílio de tesoura e pinça a amostra foi cortada em pedaços medindo cerca de 0,5 x 1,0 cm e colocados dentro dos tubos contendo os meios de cultura. Os tubos foram armazenados em estufa a 37ºC por 96 horas.

Resultados:

AMOSTRAS	DUPLICATA	RESULTADO 24 HORAS
Meio TSB	1	Negativo
	2	Negativo
Meio BHI	1	Negativo
	2	Negativo
Controle	1	Negativo
	2	Negativo

Conclusão: negativo

Ensaio de Potencial de Citotoxicidade *In vitro.*

Introdução

A utilização de culturas de células *in vitro* torna-se cada vez mais uma prática comum nos laboratórios de controle de qualidade. Com o estabelecimento de uma gama de linhagens animais e humanas, pôde-se testar uma série de produtos, desde drogas a material plástico, com intuito de avaliar o potencial de citotoxicidade. Testes *in vitro* vêm substituindo os ensaios *in vivo*, principalmente pelo seu custo reduzido, alta reprodutibilidade e facilidade de realização.

Entende-se por citotoxicidade a capacidade intrínseca do material de promover alteração metabólica de células em cultura, podendo esta culminar ou não em morte celular.

Existem vários métodos e modelos de teste de citotoxicidade. A utilização dos mesmos depende da categoria de citotoxicidade a ser avaliada e do produto em questão.

O método escolhido, "Agar Overlay Diffusion Test" (teste de difusão sobre camada de agar), constitui método ideal para amostragem sólida e cuja eficácia é comprovada. Tal teste é sugerido pelo Ministério da Saúde[1], além de outros organismos internacionais.

Metodologia:

O teste consiste em se colocar sobre uma monocamada celular (Linhagem NCTC clone 929 - BCRJ noCR107) uma fina camada de ágar nutritivo (0,9% ágar em meio DMEM pH7,4 com Hepes e Bicarbonato de Sódio, isotônico) uma amostra de área ou massa conhecida. A monocamada é preparada fazendo-se um inóculo de 5mL de suspensão celular contendo $1,3x10^5$ células/mL em placa de cultura de 60mm de diâmetro e incubando-se a mesma por 48h em estufa a 37^oC e 5% de CO_2. Após adicionado o agar e amostra, incuba-se novamente as células por 24h, realizando a leitura dos resultados, então.

A leitura é feita macroscopicamente e microscopicamente. Macroscopicamente, observa-se o chamado *halo de morte*, ou a diminuição na opalescência do fundo da placa de cultura ao redor da amostra. Tal mudança refere-se a morte celular. Microscopicamente, observa-se se tal mortalidade foi acompanhada de lise celular.

Do primeiro parâmetro temos o *índice de zona (diâmetro do halo)*. Do segundo, o *índice de lise (percentual de células lisadas)*. *Índice de Resposta* é representado como o índice de zona/

	Índice de Zona	Índice de Lise
0	Nenhuma zona sob e ao redor da amostra	nehuma lise
1	zona limitada sob a amostra	menos que 20%
2	zona não maior de 2 mm	menos que 40%
3	zona maior que 2mm e menor que 10mm	menos que 60%
4	zona entre 10 e 20mm	menos que 80%
5	zona maior que 20mm	mais que 80%

[1] **Diário Oficial da União, Segunda Feira, 7 de Janeiro de 1991, seção I, página 299**

Segundo convenciona-se o teste, o material só é aprovado no ensaio quando o resultado for igual ao controle negativo.

Todo e qualquer teste foi realizado em paralelo com um controle positivo (papel de antibiograma embebido em solução de Azida Sódica 20% em tampão fosfato isotônico pH neutro - PBS), um controle negativo (apenas papel de antibiograma) e um controle sem acréscimo de qualquer material, para avaliar erros na metodologia.

1- Procedimento

Em cabine de segurança biológica, o material foi aberto da embalagem e colocado em placa de petri, com o auxílio de tesoura e pinça estéril cortou-se a amostra em pedaços e foi colocada no centro das placas contendo o meio semi-sólido, com n de 5 para a amostra, n de 5 para o controle negativo, n de 3 para o controle do ácido peracético, foi usado papel de filtro embebido, n de 3 para o controle do ácido peracético, foi usado papel de filtro embebido e seco em estufa de 45º C em condições de esterilidade e n de 3 para o controle positivo papel de filtro embebido com azida sódica.

Figura 1: Placas do ensaio de citotoxidade tempo zero.

Resultados:

SISTEMAS	REPLICATA	RESULTADO
Controle Negativo (Papel de filtro)	1 2 3	Negativo Negativo Negativo
Controle Positivo (Azida Sódica)	1 2 3	Positivo Positivo Positivo
Amostra	1 2 3 4 5	Negativo Negativo Negativo Negativo Negativo

Avaliação:

Foram realizados três experimentos e em todos não foi observado halo de morte indicando lise celular

Conclusões:

A AMOSTRA NÃO APRESENTOU CITOTOXIDADE NO TESTE AGAR OVERLAY

Rio de Janeiro, 15 de junho de 2012.

Sem mais,

Atenciosamente,

Antonio M. Monteiro
Curador do BCRJ
Banco de Células do Rio de Janeiro
Associação Técnico Científica Paul Ehrlich
Inmetro
Rua Nossa Senhora das Graças 50 – Pólo Tecnológico – Prédio 32
Xerém – Duque de Caxias – Rio de Janeiro
CEP 25.250-020
Tel. / Fax. Administração 55 21 2145.33.37 Laboratório 2145.33.38
e-mail: bcrj@hucff.ufrj.br - cellbank@hucff.ufrj.br
HP: http://www.bcrj.hucff.ufrj.br/

Associação Técnico Científica Paul Ehrlich – APABCAM
Programa Avançado de Biologia Celular Aplicado à Medicina
Banco de Células do Ro de Janeiro - BCRJ
INMETRO – Pólo Tecnológico

Laudo Técnico

Laudo. 001.12. 2011

Análise de Citotoxidade *In vitro*

1. Dados do Solicitante.

RAZÃO SOCIAL	**FRANCISCO EMMANUEL OLIVEIRA E SOUZA**
CNPJ ou CPF	014.344.326-70
ENDEREÇO NOTA FISCAL	**Rua do Caminho Novo, 175 - Passagem**
CIDADE	**Mariana**
ESTADO	**Minas Gerais**
CEP	**35421-000**
Email para envio da nota fiscal	**fsouza3@yahoo.com.br**
Contato	**(31)9765.6815**

2. Dados da Amostra

Produto	**Polipropileno expandido**
Composição	**[-CH(CH3)CH2-]n**
Condições de armazenamento	**Manter em local limpo e seco.**
Informações técnicas	**O polipropileno expandido é um tipo de termoplástico cujo estado se apresenta espumoso.**
Estéril	**(X) SIM ( ) Não**
Método de esterilização	**Imersão em ácido peracético (lote: 0126209321).**
Lote:	**P9225**
Quantidade enviada	**Aproximadamente 3 gramas.**
Obs:	**O cliente informou que a amostra estava estéril segundo procedimentos realizados pelo próprio.**

Data de recebimento: 01 de dezembro de 2011

Meio de Transporte: Correio

Condições do envio: em caixa de papelão a temperatura ambiente que continha a amostra e o ácido usado na esterilização.

Embalagem da amostra: a amostra estava acondicionada em saco plástico similar ao usado em mercados de gêneros alimentícios, ver figuras 1 e 2.

Nota: o saco que envolvia a amostra não é uma embalagem esterilizável e é impróprio para manter as condições mínimas de esterilidade, não tinha lacre e estava fechado apenas com um nó.

Embalagem do ácido: estava acondicionado em um frasco plástico com tampa de rosca, aparentemente usado para comercialização de alguma bebida, com um esparadrapo selando a tampa, ver figuras 1 e 2.

Figura 1: foto da embalagem da amostra e do ácido peracético.

Figura 2: foto da embalagem da amostra e do ácido peracético.

Dados complementares da amostra:

Informações enviadas por e-mail pelo cliente em 8 de dezembro de 2011.

Material: Sterilife SML1109139

Composição: mistura estabilizada de ácido peracético (0,2%), peróxido de hidrogênio (7%), ácido acético, adjuvante anti-corrosivo, estabilizante e água.

Método de esterilização: utilizar o produto em temperatura ambiente, entre 15ºC e 25ºC. Os artigos a serem submetidos ao processo de esterilização devem ser previamente limpos e secos. Imergir totalmente os artigos (em recipiente plástico, por exemplo PE, PP ou PET; algumas ligas metálicas podem sofrer corrosão). Tempo de contato: 20 minutos. Retirar e secar o material à temperatura ambiente.

Armazenagem: manter em temperatura acima de 0ºC e não superior a 30ºC. Deve ser mantido em local seco e ventilado, afastado da luz solar direta, fontes de calor, materiais incompatíveis, combustíveis e gases comprimidos.

Material: Neopolen P (Basf)

Composição: a produção industrial do polipropileno expandido se inicia a partir da destilação do óleo cru (petróleo) de onde se produz a nafta que, em um processo físico-químico de craqueamento, origina compostos aromáticos (benzeno, tolueno e xilol) e oleofinas (etileno, butadieno e propileno). A polimerização do propileno (P) vai produzir o polipropileno (PP) que, por meio de reações físicas provocam a expansão do material, gerando o polipropileno expandido (EPP). O polipropileno expandido é um tipo de termoplástico propileno (PP) que sofre uma reação de polimerização, transformando-se em polipropileno e a seguir, o processo de granulação por meio de uma reação física de alta pressão e temperatura, provocando a expansão do material plástico e gerando um material cujo estado se apresenta espumoso. Sua formula química é [-CH(CH3)CH2-]n, semelhante à do polipropileno comum.

Ensaio Microbiológico da Amostra

Metodologia:

O teste consiste em avaliar a presença de contaminantes microbiológicos que podem prejudicar as análises de citotoxidade, foi utilizado os seguintes meios de cultura:

Caldo TSB

Caldo BHI

Procedimentos:

Em cabine de segurança biológica, a amostra foi aberta e com o auxílio de tesoura e pinça a amostra foi cortada em pedaços medindo cerca de 0,5 x 1,0 cm e colocados dentro dos tubos contendo os meios de cultura. Os tubos foram armazenados em estufa a 37ºC por 96 horas.

Resultados:

AMOSTRAS	DUPLICATA	RESULTADO 24 HORAS
Meio TSB	1 2	Positivo Positivo
Meio BHI	1 2	Positivo Positivo
Controle	1 2	Negativo Negativo

Conclusão: a amostra apresentou turvação em 24 horas, indicando contaminação, ver figuras 3 e 4.

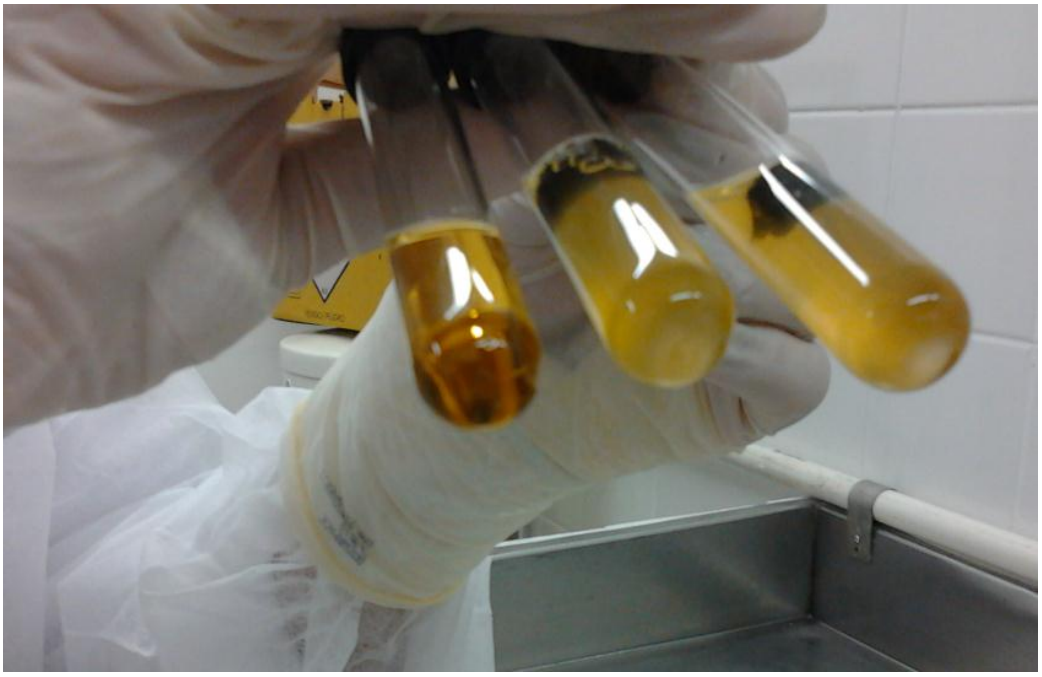

Figura 3: Prova de esterilidade da amostra apresentando contaminação com 24 horas.

Figura 4 : Prova de esterilidade da amostra apresentando contaminação com 24 horas.

Ensaio de Potencial de Citotoxicidade *In vitro.*

Introdução

A utilização de culturas de células *in vitro* torna-se cada vez mais uma prática comum nos laboratórios de controle de qualidade. Com o estabelecimento de uma gama de linhagens animais e humanas, pôde-se testar uma série de produtos, desde drogas a material plástico, com intuito de avaliar o potencial de citotoxicidade. Testes *in vitro* vêm substituindo os ensaios *in vivo*, principalmente pelo seu custo reduzido, alta reprodutibilidade e facilidade de realização.

Entende-se por citotoxicidade a capacidade intrínseca do material de promover alteração metabólica de células em cultura, podendo esta culminar ou não em morte celular.

Existem vários métodos e modelos de teste de citotoxicidade. A utilização dos mesmos depende da categoria de citotoxicidade a ser avaliada e do produto em questão.

O método escolhido, "Agar Overlay Diffusion Test" (teste de difusão sobre camada de agar), constitui método ideal para amostragem sólida e cuja eficácia é comprovada. Tal teste é sugerido pelo Ministério da Saúde[1], além de outros organismos internacionais.

Metodologia:

O teste consiste em se colocar sobre uma monocamada celular (Linhagem NCTC clone 929 - BCRJ noCR107) uma fina camada de ágar nutritivo (0,9% ágar em meio DMEM pH7,4 com Hepes e Bicarbonato de Sódio, isotônico) uma amostra de área ou massa conhecida. A monocamada é preparada fazendo-se um inóculo de 5mL de suspensão celular contendo $1,3x10^5$ células/mL em placa de cultura de 60mm de diâmetro e incubando-se a mesma por 48h em estufa a 37^oC e 5% de CO_2. Após adicionado ágar e amostra, incuba-se novamente as células por 24h, realizando a leitura dos resultados, então.

A leitura é feita macroscopicamente e microscopicamente. Macroscopicamente, observa-se o chamado *halo de morte*, ou a diminuição na opalescência do fundo da placa de cultura ao

[1] **Diário Oficial da União, Segunda Feira, 7 de Janeiro de 1991, seção I, página 299**

redor da amostra. Tal mudança refere-se a morte celular. Microscopicamente, observa-se se tal mortalidade foi acompanhada de lise celular.

Do primeiro parâmetro temos o *índice de zona (diâmetro do halo)*. Do segundo, o *índice de lise (percentual de células lisadas)*. *Índice de Resposta* é representado como o índice de zona/índice de lise.

	Índice de Zona	Índice de Lise
0	Nenhuma zona sob e ao redor da amostra	nehuma lise
1	zona limitada sob a amostra	menos que 20%
2	zona não maior de 2 mm	menos que 40%
3	zona maior que 2mm e menor que 10mm	menos que 60%
4	zona entre 10 e 20mm	menos que 80%
5	zona maior que 20mm	mais que 80%

Segundo convenciona-se o teste, o material só é aprovado no ensaio quando o resultado for igual ao controle negativo.

Todo e qualquer teste foi realizado em paralelo com um controle positivo (papel de antibiograma embebido em solução de Azida Sódica 20% em tampão fosfato isotônico pH neutro - PBS), um controle negativo (apenas papel de antibiograma) e um controle sem acréscimo de qualquer material, para avaliar erros na metodologia.

1- Procedimento

Em cabine de segurança biológica, o material foi aberto da embalagem e colocado em placa de petri, com o auxílio de tesoura e pinça estéril cortou-se a amostra em pedaços e foi colocada no centro das placas contendo o meio semi-sólido, com n de 5 para a amostra, n de 5 para o controle negativo, n de 3 para o controle do ácido peracético, foi usado papel de filtro embebido, n de 3 para o controle do ácido peracético, foi usado papel de filtro embebido e seco em estufa de 45º C em condições de esterilidade e n de 3 para o controle positivo papel de filtro embebido com azida sódica.

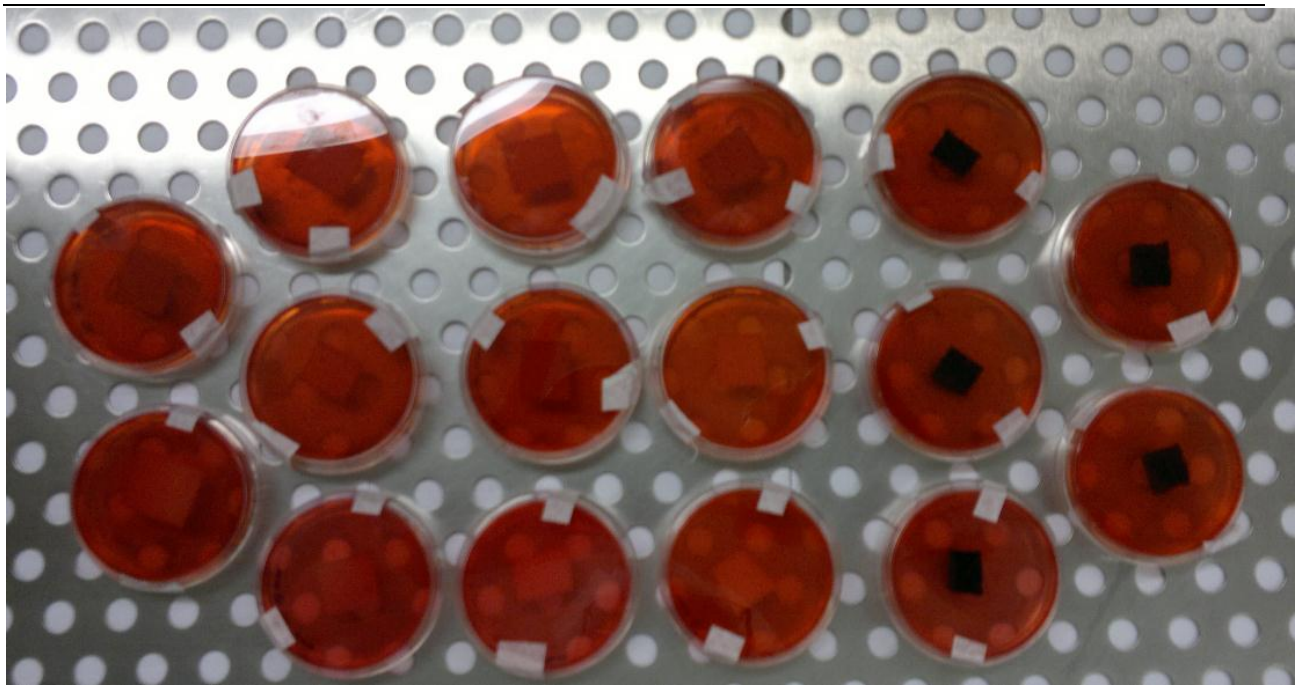

Figura 5: Placas do ensaio de citotoxidade tempo zero.

Resultados:

SISTEMAS	REPLICATA	RESULTADO
Controle Negativo (Papel de filtro)	1 2 3	Negativo Negativo Negativo
Controle Positivo (Azida Sódica)	1 2 3	Positivo Positivo Positivo
Amostra	1 2 3 4 5	Contaminado Contaminado Contaminado Contaminado Contaminado
Controle aido peracético (papel embebido)	1 2 3	Positivo Positivo Positivo
Controle ácido peracético (papel embebido e seco)	1 2 3	Negativo Negativo Negativo

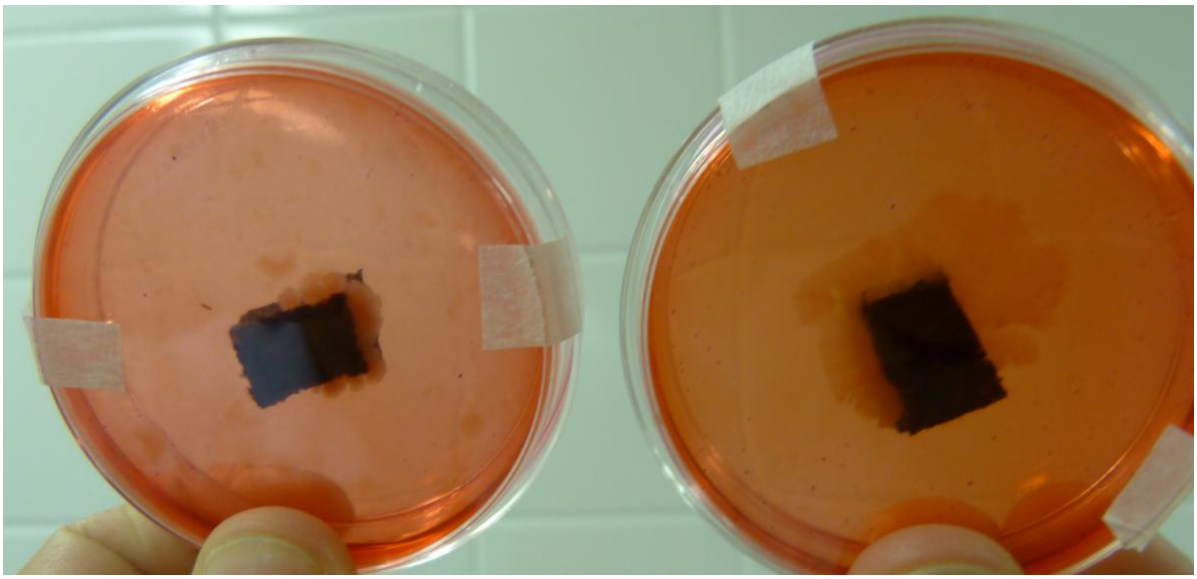

Figura 6: Placas contaminadas do ensaio de citotoxidade da amostra com 24 horas.

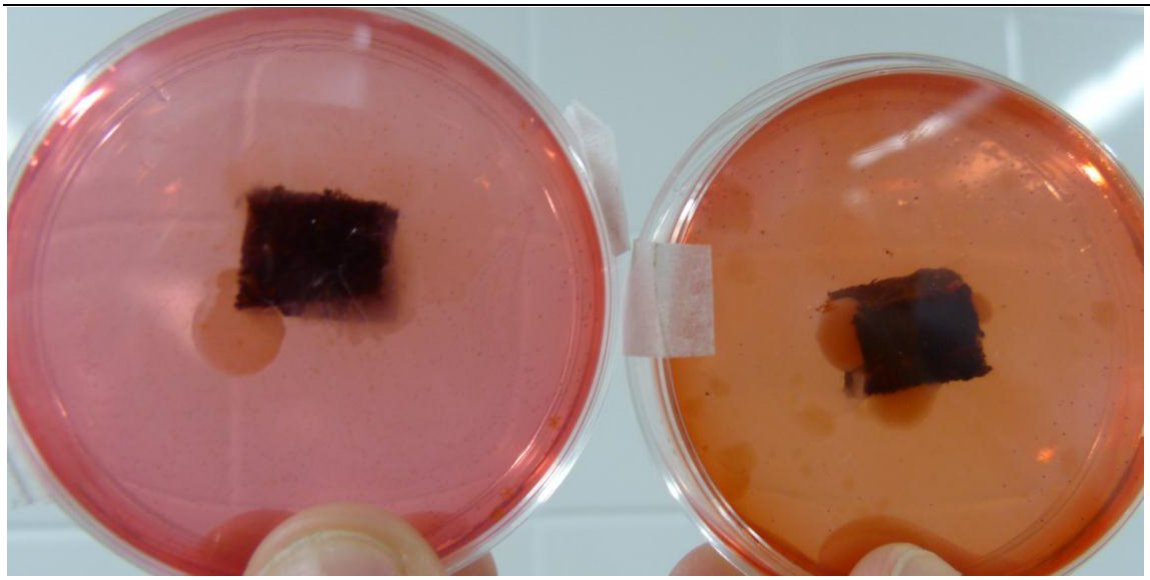

Figura 7: Placas contaminadas do ensaio de citotoxidade da amostra com 24 horas.

Avaliação:

Com relação à amostra não foi possível avaliar a citotoxidade devido à presença de contaminantes, ver figuras 6 e 7.

O ácido usado para esterilizar a amostra apresentou formação de halo (índice de lise) no sistema indicando toxidade em ambos os sistemas usados.

Conclusões:

1- A amostra apresentou contaminação microbiológica que prejudicou a análise de citotoxidade, ver figuras 6 e 7.
2- O sistema ácido peracético (sistema papel embebido) apresentou toxidade com formação de halo (lise celular).
3- O sistema com o ácido peracético (sistema papel embebido e seco em estufa) não apresentou citotoxidade.

A eficiência da metodologia utilizada pelo cliente para esterilizar e manter a amostra estéril deve ser revista, se o material foi esterilizado pelo ácido a embalagem não foi capaz de manter esta esterilidade. Sugerimos a repetição dos ensaios com as devidas alterações para esterilidade da amostra.

Rio de Janeiro, 16 de dezembro de 2011.

Sem mais,

Atenciosamente,

Antonio M. Monteiro
Curador do BCRJ
Banco de Células do Rio de Janeiro
Associação Técnico Científica Paul Ehrlich
Inmetro
Rua Nossa Senhora das Graças 50 – Pólo Tecnológico – Prédio 32
Xerém – Duque de Caxias – Rio de Janeiro
CEP 25.250-020
Tel. / Fax. Administração 55 21 2145.33.37 Laboratório 2145.33.38
e-mail: bcrj@hucff.ufrj.br - cellbank@hucff.ufrj.br
HP: http://www.bcrj.hucff.ufrj.br/