THOMAZ GHILARDI NETTO

DETERMINAÇÃO DE COEFICIENTES PIEZOELETRICOS
PELA APLICAÇÃO DO NOVO
"METODO DIFERENCIAL INTERFEROMETRICO"

OK

12/1983/221
[REDACTED]
1-1-1983

(Tese apresentada ao Instituto
de Física e Química de São
Carlos - USP, para obtenção de
título de "MESTRE EM FÍSICA")

I.F.Q.S.C.

Departamento de Física e Ciências dos Materiais

São Carlos

1973

- INSTITUTO DE FÍSICA E QUÍMICA DE SÃO CARLOS - USP -
Departamento de Física e Ciências dos Materiais
- BIBLIOTECA -

Dedico:

"As memórias de meu pai e meu sogro"

a minha mãe,

meus irmãos,

minha esposa,

respectivas famílias

e aos meus filhos Renato e Regiane.

Agradeço

a minha mãe pela palavra empenhada e pelo muito de si oferecido para que isto fosse possível,

de um modo muito especial ao meu orientador prof. Robert L. Zimmerman pelas idéias e valiosas discussões que permitiram iniciar e terminar êste trabalho,

aos professores do Instituto de Física e Química de São Carlos na pessoa do professor Sérgio Mascarenhas que me trilhou para este campo de investigação,

ao prof. G. Köberle do Departamento de Ortopedia da Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto pelas idéias e discussões,

aos diretores da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto, da qual faço parte, por permitirem a realização deste trabalho fora de Ribeirão Preto,

ao prof. Thomaz Bitelli, pelo seu apoio e incentivo na época mais importante de minha vida universitária,

ao bolsista Wilson Venturini pelas valiosas colaborações na realização deste trabalho,

aos colegas e funcionários do Instituto de Física e Química de São Carlos e da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho,

ao Carlos Alberto Simone e Paulo R.S. Beatrice pela confecção das figuras,

a Maria Helena Paiva Scandiuzzi pelo serviço de datilografia,

a Marisa, minha esposa, pela dedicação, compreensão e constante incentivo.

P R E F Á C I O

Todos os trabalhos com materiais não-cristalinos, em determinações quantitativas de coeficientes Piezoelétricos (1, 11, 12, 14, 16) foram realizados utilizando os métodos aplicados por Fukada em seu trabalho com madeira no ano de 1955 (11).

O objetivo principal deste trabalho foi o desenvolvimento de um novo método interferométrico, utilizando o interferômetro Fabry-Perot, capaz de detectar variações de comprimento extremamente pequenas, com precisão da ordem de um angstrom. Assim sendo, o "Método Diferencial Interferométrico", além de lançar uma nova forma em determinações de coeficiente piezoelétrico inverso, possibilitará inúmeras aplicações em avaliações de deformações infinitesimais.

No capítulo I são apresentados alguns tópicos conceituais indispensáveis para a compreensão do trabalho. Procurou-se, na medida do possível, apresentar uma linguagem acessível, sendo que este trabalho poderá ser útil a pessoas ligadas a outras áreas.

O capítulo II é dedicado ao sistema de medidas, bem como ao método utilizado.

No capítulo III é feita a enumeração dos resultados através de tabelas e gráficos, enquanto o capítulo IV é dedicado à discussão dos resultados.

I N D I C E

PREFÁCIO	iv
CONTRIBUIÇÕES ORIGINAIS	viii
RESUMO	ix
ABSTRACT	x

Capítulo I. INTRODUÇÃO

I.1- Histórico	1
I.2- Tensão	2
I.3- Deformação	3
I.4- Notação de tensões e deformações	5
I.5- Efeito piezoelétrico direto	7
I.6- Efeito piezoelétrico indireto	8
I.7- Eletrostricção	9
I.8- Discussão dos efeitos piezoelétricos	10
I.9- Nomenclatura e sistema de referência para amostra de osso	12

Capítulo II. METODO EXPERIMENTAL UTILIZADO NA APLICAÇÃO DAS TENSÕES E NAS DETERMINAÇÕES DAS DEFORMAÇÕES

II.1- Sistema de medida	14
II.1.1- Aplicação da tensão	15

II.1.2- Obtenção Quatitativa das Deformações	17
II.1.2.1- Interferometro	17
II.1.2.2- Método Diferencial Interfero- métrico	21
II.2- Amostras.....	32
II.2.1- Preparação das amostras	32
II.2.2- Cuidado especial na preparação	33
Capítulo III. RESULTADOS	
III.1- Determinação dos coeficientes	35
III.1.1- Determinações dos coeficientes em osso..	37
III.1.2- Determinações dos coeficientes em cola geno (osso descalcificado por proces so químico	39
III.1.3- Determinações dos coeficientes em cola geno nativo (tendão de Aquilles)	40
Capítulo IV. CONCLUSÕES	50
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	52
BIBLIOGRAFIA	53
APENDICE	56

- A concretização deste trabalho foi possível graças ao:

I.F.Q.S.C.

- Patrocinada por:

F.F.C.L.R.P.

CAPES

CNP_q

FAESP

BNDE-FUNTEC

OEA

CONTRIBUIÇÕES ORIGINAIS

A maior contribuição original deste trabalho é o desenvolvimento do "MÉTODO DIFERENCIAL INTERFEROMETRICO", o qual permite detectar deformações da ordem de angstroms.

Determinações de alguns coeficientes piezoelétricos utilizando o novo método.

R E S U M O

Utilizando o Interferômetro Fabry-Perot desenvolveu-se um novo método interferométrico capaz de detectar variações de comprimento com precisão da ordem de angstroms.

Aplicando o referido método determinou-se alguns coeficientes piezoelétricos através do efeito piezoelétrico inverso. A grandeza dos coeficientes em 10^{-12} m/V encontrados foram: em osso $d_{12} = 0,05$; $d_{13} = 0,07$; $d_{14} = 0,23$, em colágeno (osso descalcificado) $d_{13} = 0,15$; $d_{14} = 0,98$ e finalmente em colágeno nativo (tendão de Aquilles) $d_{13} = 0,17$; $d_{14} = 1,75$.

ABSTRACT

Utilizing a "Fabry-Perot Interferometer" a new interferometric method has been developed, capable of detecting length variations with a precision of a few Angstroms.

Determinations made by this method of the inverse piezoelectric effect, show the following results in 10^{-12} m/V: for bone $d_{12} = 0,05$; $d_{13} = 0,07$; $d_{14} = 0,23$, collagen (decalcified bone) $d_{13} = 0,15$; $d_{14} = 0,98$ and for native collagen (Achilles tendon) $d_{13} = 0,17$; $d_{14} = 1,75$.

C A P Í T U L O I

INTRODUÇÃO

I. 1- HISTÓRICO

Seguindo uma suposição de Coulomb, que eletricidade poderia ser produzida por pressão, primeiramente Hatty e mais tarde A.C. Becquerel realizaram experiências nas quais certos cristais, mostravam efeitos elétricos quando era aplicada uma compressão.

Em 1880 os irmãos Pierre e Jacques Curie descobriram que certos cristais, quando sujeitos a tensão mecânica, desenvolviam em suas faces cargas negativas e positivas, sendo que estas cargas eram proporcionais à pressão e quando esta era retirada, as cargas desapareciam. Este efeito foi primeiro estudado nos seguintes cristais; turmalina, calamina, cana-de-açúcar, clorato de sódio, ácido tartárico e quartzo(4).

No ano de 1881 Lippmann, baseado em termodinâmica, predisse o efeito piezoelétrico indireto. No final deste mesmo ano os irmãos Curie verificaram o efeito inverso e mostraram que os valores dos coeficientes direto e inverso para o quartzo, eram os mesmos. Estes dois efeitos relacionam-se por leis termodinâmicas.

Até a década de cinquenta, efeitos piezoelétricos com materiais não cristalinos eram encontrados em borracha, parafina, vidro, (4)(19)(20)(21), cabelo humano (22) e madeira (18).

Todos os trabalhos realizados até então eram

qualitativos e foi em 1955 que Fukada, com seu trabalho "Piezoelétricidade em Madeira" (11), fez a primeira medida quantitativa em materiais não-cristalinos para os efeitos direto e indireto, mostrando ainda a semelhança entre as propriedades piezoelétricas da madeira e materiais cristalinos.

Fukada e Yasuda em 1957, após terem publicado trabalho sobre fibras de seda (16), publicaram talvez um dos seus mais importantes trabalhos, mostrando as propriedades piezoelétricas em osso (1).

Após o trabalho pioneiro citado acima, o interesse pelas propriedades elétricas em osso tornou-se muito grande, surgindo com isto muitos trabalhos sobre o assunto tais como: Shamos e outros (13,23), Anderson, Eriksson (14), Fukada e Yasuda (12), Bassett (7) e nos últimos anos no I.F.Q. de São Carlos os de S.Mascarenhas (25,26), S.Mascarenhas e G.Köberle (27), H.Panepucci, S.Mascarenhas e C.Terrile (24) e Zimmerman, R.L. (3).

I. 2- TENSÃO

Considere-se um corpo de comprimento x_0 e seção transversal A , conforme fig. I. 1.

Denomina-se tensão a relação entre a força distribuída e a área da seção transversal.

Portanto tensão é força por unidade de área, ou seja no sistema MKS Newton/m^2 .

Pode-se considerar três tipos de tensão:

Com a força aplicada no sentido representado

na fig. I. 1 obtém-se uma tensão de tração; invertendo-se o sentido da força, obtém-se uma tensão de compressão. Finalmente no caso da face superior do corpo ser solicitada para a direita e a face inferior, ser solicitada para a esquerda, obtém-se a tensão de cisalhamento.

Convenciona-se que tensão de tração é negativa, tensão de compressão é positiva e tensão de cisalhamento, com rotação em torno de um determinado eixo, é positiva no sentido de um parafuso esquerdo (4).

Sabe-se que força por unidade de área é um vetor, mas para os casos de elasticidade e piezoeletricidade, as deformações são expressas em termos de pares de forças por unidade de área, as quais são as componentes de um tensor simétrico.

I. 3- DEFORMAÇÃO

O termo "deformação" refere-se às variações relativas da forma ou dimensão de um corpo. Para cada tipo de tensão aplicada, existe uma deformação correspondente. Assim sendo, tem-se a deformação de tração, conforme fig. I. 2, definida como a relação entre o aumento de comprimento e o comprimento original.

$$\text{Deformação de tração} = \frac{\Delta x}{x_0} \quad (\text{eq.1})$$

Quando é invertido o sentido da força, tem-se uma deformação

Fig. I.1 Tensão de Tração

Fig. I.2 Deformação (*)

Fig. I.3 Deformação de Cisalhamento (*)

* A linha contínua representa o estado inicial e a interrompida, o estado final

de compressão definida como sendo a relação entre o decréscimo de comprimento e o comprimento original.

Finalmente deve ser considerada a deformação de cisalhamento. Neste tipo de deformação a variação da forma é definida pelo ângulo θ , conforme fig. I.3, mas como normalmente na prática θ é muito pequeno, pode-se definir a deformação de cisalhamento como sendo aproximadamente a relação entre o deslocamento Δx e a dimensão y_0 , ou seja,

$$\text{Deformação de cisalhamento} = \frac{\Delta x}{y_0} \quad (\text{eq.2})$$

Vê-se que deformação é uma relação entre dois comprimentos, sendo portanto, um número adimensional.

I. 4- NOTAÇÃO DE TENSÕES E DEFORMAÇÕES

I.4. 1- COMPONENTES DAS TENSÕES

Condicionando que as tensões sejam homogêneas e que todas as partes do corpo estejam em equilíbrio estático, pode-se dar uma notação apropriada para as tensões. Estas são homogêneas, quando as forças que agem uniformemente sobre a superfície de um elemento de orientação e forma fixada, são independentes da posição do elemento no corpo.

Na fig. I.4 as letras maiúsculas indicam a direção da tensão e as minúsculas (índices) indicam a normal ao plano em que está sendo aplicada a tensão. Por exemplo, Z_z é a tensão de tração (se for negativa) ou a de compressão (se

Fig. I. 4- Representação das Tensões nas faces de um cubo.

for positiva), dirigida na direção z ; e X_y é a tensão de cisalhamento que daria uma rotação em torno de eixo z , a qual é positiva no sentido de um parafuso esquerdo.

Pela condição imposta anteriormente de que as tensões sejam homogêneas, as três componentes de tensão sobre cada face, passam pelo ponto médio desta.

Considerando um eixo paralelo a um dos três eixos de coordenadas e a condição de que todas as partes do corpo estejam em equilíbrio estático, conclui-se que as componentes normais e as componentes de cisalhamento sobre as faces deste eixo considerado, têm momento nulo (4, 9). Com isto, pode-se escrever $Y_z = Z_y$; $Z_x = X_z$ e $X_y = Y_x$. Assim sendo, o sistema de tensões reduz-se a seis componentes, ou sejam, X_x , Y_y e Z_z componentes de tensões normais e Y_z , Z_x e X_y componentes de tensões de cisalhamento.

I.4. 2- Componentes das deformações

As componentes de deformação são representadas por x_x , y_y e z_z , que são as deformações segundo os eixos principais, sendo positiva para a de tração e negativa para a de compressão, portanto uma deformação positiva corresponde a uma tensão negativa (4), e y_z , z_x e x_y , que são as deformações de cisalhamento. Por exemplo, x_y é a deformação de cisalhamento mostrada na fig. I. 3, positiva para uma rotação em torno do eixo no sentido de um parafuso direito.

Existe também uma notação devida a Kirchhoff que é comumente usada em literatura piezoelétrica e será utilizada neste trabalho. Para tensões X_1, X_2, X_3, X_4, X_5 e X_6 e para deformações, x_1, x_2, x_3, x_4, x_5 e x_6 , 1, 2, 3 referem-se às direções principais x, y, z e 4, 5, 6 respectivamente referem-se a cisalhamento em torno dos eixos x, y, z .

I. 5- EFEITO PIEZOELÉTRICO DIRETO

Sabe-se que, aplicando uma tensão mecânica em certos materiais, estes desenvolvem um momento elétrico, cuja grandeza é proporcional à tensão aplicada. Quando o sinal da tensão é invertido, inverte-se o sinal da polarização elétrica. Este efeito é conhecido como o efeito piezoelétrico direto. Conforme foi visto em I.2 a tensão, sendo um tensor, é especificada por nove componentes, que por razões de equilíbrio estático se reduzem a seis, enquanto a polarização de um cris

tal, sendo um vetor, é especificada por três componentes. É sabido que quando um cristal piezoelétrico está sob tensão X_j , cada componente de polarização P_i , está linearmente relacionada a todas as componentes X_j . Portanto o sistema de tensões total consiste de 18 diferentes termos, 6 componentes de tensões para cada componente de polarização. Este relacionamento pode ser escrito como (4, 9).

$$P_i = \sum_j d_{ij} X_j \text{ para } i = 1, 2, 3 \text{ e } j = 1, 2, \dots, 6 \quad (\text{eq.3})$$

I. 6- EFEITO PIEZOELÉTRICO INDIRETO

Quando um campo elétrico é aplicado em um cristal piezoelétrico, a forma do cristal sofre uma ligeira variação, ou seja, sofre uma deformação. Isto é conhecido como efeito piezoelétrico indireto e sua existência é uma consequência termodinâmica do efeito direto (4). As componentes do vetor E_i , intensidade de campo elétrico aplicado ao cristal, estão relacionadas com as componentes do tensor deformação, as quais descrevem a variação da forma.

$$x_j = \sum_i d_{ij} E_i \quad i = 1, 2, 3 \text{ e } j = 1, 2, \dots, 6 \quad (\text{eq.4})$$

Considere-se agora um cristal piezoelétrico colocado em um campo elétrico de intensidade E , ao mesmo tempo sujeito a uma tensão mecânica X . Desta forma, desenvolverá no cristal uma polarização P e uma deformação x . Se nestas con

dições o campo e a tensão sofrerem uma variação infinitesimal dE e dX , a variação na energia dU , pode ser expressa como uma diferencial exata, $dU = PdE - XdX$. Considerando o processo reversível (4), escreve-se

$$\left(\frac{\partial P}{\partial X}\right)_E = - \left(\frac{\partial X}{\partial E}\right)_P \equiv -\delta \quad (\text{eq.5})$$

A equação acima expressa os efeitos piezoelétricos direto e indireto onde δ é o coeficiente piezoelétrico correspondente. Assim sendo, conclui-se que os coeficientes ligando o campo e a deformação ao efeito piezoelétrico indireto na eq.4 são os mesmos (9) que aqueles, ligando a tensão e a polarização ao efeito direto na eq.3.

I. 7- ELETROSTRICÇÃO (4)

Em um sentido mais geral, o termo eletrostricção é aplicado em dielétricos, para qualquer interação, entre um campo elétrico e a deformação do dielétrico no campo. Com esta ampla interpretação, a palavra inclui o fenômeno de piezoeletricidade; na verdade alguns textos chamam o efeito indireto de "ELETROSTRICÇÃO". Autoridades no assunto adotam este termo para os fenômenos nos quais a deformação independa da direção do campo e seja proporcional ao quadrado do campo. Como foi visto anteriormente, a deformação piezoelétrica é linearmente proporcional ao campo.

I. 8- DISCUSSÃO DOS EFEITOS PIEZOELETRICOS

Baseado no exposto até aqui, pode-se escrever a matriz piezoelétrica para os dois efeitos considerados.

Na tabela I.1 os coeficientes d_{11} , d_{22} e d_{33} são chamados coeficientes piezoelétricos longitudinais, os d_{12} , d_{13} , d_{21} , d_{23} , d_{31} e d_{32} são chamados de coeficientes piezoelétricos transversais. Da mesma forma os d_{14} , d_{25} , d_{36} são chamados de coeficientes piezoelétricos de cisalhamentos longitudinais e finalmente d_{15} , d_{16} , d_{24} , d_{26} , d_{34} e d_{35} são chamados de coeficientes piezoelétricos de cisalhamentos transversais. Por outro lado, de eq.5 tira-se que:

$$\frac{\partial P}{\partial X} = - d \text{ (coeficiente direto)}$$

$$\frac{\partial x}{\partial E} = d \text{ (coeficiente inverso)}$$

C.Ele trico	DEFORMAÇÃO		x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	x_6
	Pola- rização	Tensão	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6
			1	2	3	4	5	6
E_1	P_1	1	d_{11}	d_{12}	d_{13}	d_{14}	d_{15}	d_{16}
E_2	P_2	2	d_{21}	d_{22}	d_{23}	d_{24}	d_{25}	d_{26}
E_3	P_3	3	d_{31}	d_{32}	d_{33}	d_{34}	d_{35}	d_{36}

Tabela I. 1- Relacionando os dois efeitos piezoelétricos*

*Existem mais dois tipos de efeito piezoelétrico expressados pela equação $(\partial P / \partial x)_E = - (\partial X / \partial E)_x \equiv \epsilon$ a qual relaciona polarização com deformação e tensão com campo elétrico (4).

Na primeira expressão onde polarização é o momento elétrico por unidade de volume ou também densidade superficial de carga induzida por unidade área, chega-se a que a unidade do coeficiente piezoelétrico direto no sistema MKS é $\text{Coulomb/m}^2/\text{N/m}^2$ ou Coulomb/Newton e para coeficiente piezoelétrico indireto é m/m/N/Coulomb ou Coulomb/Newton .

Uma das conclusões, importantes, a que se chega, ao analisar os efeitos direto e inverso é a de que deve-se aplicar: tensão mecânica no efeito piezoelétrico direto, devendo-se medir densidade de carga; tensão elétrica ou campo elétrico no efeito piezoelétrico indireto, para medir deformação. Caso estas regras não sejam obedecidas, deverão ser levados em conta os tensores de suscetibilidade elétrica e de elasticidade.

Na fig. I.5 em g foi convencionalizada a direção z como sendo a da direção das fibras e para as direções x e y respectivamente as direções radiais e tangenciais da secção reta do cilindro de osso.

Em a observa-se uma deformação em z quando o campo é aplicado paralelamente a z, para obter-se o coeficiente d_{33} ; aplicando-se o campo paralelamente a y e x, obtém-se respectivamente d_{23} e d_{13} . Da mesma forma em b e c são observadas deformações em y e x, com os campos aplicados paralelamente a z, obtendo-se respectivamente d_{32} e d_{31} ; aplicando-se os campos nas outras duas direções obtém-se d_{22} , d_{12} , d_{11} e d_{21} .

I.9.- NOMENCLATURA E SISTEMA DE REFERÊNCIA PARA AS AMOSTRAS DE OSSO

Fig. I-5

A figura acima mostra o referencial da amostra no osso com as respectivas deformações e aplicações de campo elétrico. A linha contínua representa o corpo em sua forma original, o hachurado representa uma das duas faces opostas, em que o campo é aplicado. Finalmente a linha interrompida representa a deformação que o corpo experimenta ao ser aplicado o campo.

Nas figuras d, e e f são observadas as de formações de cisalhamento, quando os campos são aplicados res pectivamente a x, y e z para a obtenção dos coeficientes d_{14} , d_{26} e d_{35} .

Aplicando-se o campo elétrico nas outras duas direções, encontram-se os coeficientes restantes, ou sejam, d_{31} , d_{21} , d_{16} , d_{36} , d_{15} e d_{25} .

C A P Í T U L O I I

MÉTODO EXPERIMENTAL UTILIZADO NA APLICAÇÃO DAS TENSÕES ELÉTRICAS, BEM COMO, NAS DETERMINAÇÕES DAS DEFORMAÇÕES.

As aplicações das tensões elétricas foram feitas, utilizando-se um amplificador comandado por um oscilador de baixa frequência.

As deformações, sendo menores que $\lambda/2$, foram determinadas pela aplicação de um novo método interferométrico, utilizando o interferômetro "Fabry-Perot".

Sendo inevitáveis os efeitos de temperatura, e vibrações externas à experiência, a tensão foi aplicada ciclicamente com baixa frequência.

As deformações maiores, de origem não-piezoeétrica, não interferem no sinal, desde que não oscilem na frequência do campo aplicado, pois as deformações originadas por piezoeletricidade oscilam na frequência deste.

II. 1- SISTEMA DE MEDIDA

Para a determinação dos coeficientes piezoelétricos, baseados em piezoeletricidade inversa, deve-se aplicar uma diferença de potencial para se medir uma deformação. A aplicação deste potencial, bem como as medidas destas deformações, foram efetuadas com o arranjo experimental esquematiza-

do na fig. II.1 .

II.1.1- APLICAÇÃO DA TENSÃO

O campo elétrico foi obtido aplicando-se uma tensão nos eletrodos da amostra, os quais foram pintados com tinta de prata. Esta tensão foi conseguida através de um amplificador para alta tensão AC, munido de um pré-amplificador para baixa frequência, respectivamente representados na fig. II.1 por A e G. Estes amplificadores foram comandados pelo oscilador 202C da "HEWLETT PACKARD", representado na figura por O.

O sistema permite aplicação de voltagens de 0 a 20kV, embora as tensões utilizadas não ultrapassem 3kV. Estas tensões foram medidas com uma precisão de 10 a 20 por cento utilizando o osciloscópio Textronix modelo 547.

Embora a resistência das amostras seja altíssima, deve-se tomar cuidado especial para que as mesmas não se tornem condutoras e conseqüentemente não sofram variações na temperatura. Para atenuar estes efeitos, as experiências foram realizadas com amostras bem secas. A aparelhagem permite observar, se a amostra está ou não conduzindo, pois qualquer variação no comprimento da amostra altera o número de franjas por unidade de tempo.

Fig.11.1 -Diagrama de blocos para experiências com

PIEZOELETRICIDADE
e
ELETROSTRICÇÃO

L - LASER
B - ELEMENTO P_z FIXO A UM DOS ESPELHOS
C - SUPORTE DA AMOSTRA FIXO AO OUTRO
ESPELHO COM DISPOSITIVO PARA ALI-
NHAMENTO DOS MESMOS
D - DETECTOR FOTO-DIODO
FP - INTERFERÔMETRO FABRY-PEROT

E - REGISTRADOR - X Y RECORDER
F - AMPLIFICADOR SINCRONO
T - OSCILOSCÓPIO "TEKTRONIX"
O - OSCILADOR
A - AMPLIFICADOR DE ALTA TENSÃO
G - PRE-AMPLIFICADOR

II.1.2- OBTENÇÃO QUANTITATIVA DAS DEFORMAÇÕES

Foi definido no capítulo I que deformação é a relação existente entre a variação de comprimento de um corpo e o comprimento inicial deste. Assim sendo, devem-se fazer dois tipos de medidas: uma delas é a medida do comprimento original, que pode ser efetuada com um instrumento comum, tal como um paquímetro. A outra, extremamente pequena, é a variação do comprimento da amostra. Sendo esta uma grandeza menor que a metade do comprimento da onda da luz utilizada, houve necessidade de se desenvolver um novo método de interferometria, que é um dos motivos principais deste trabalho.

II.1.2.1- INTERFERÔMETRO

a) Interferômetro "Fabry-Perot" .

Este é um aparelho bem conhecido que se baseia em franjas produzidas por interferências múltiplas. A luz incidente nas placas semiprateadas, reflete-se para trás e para frente entre as mesmas, de forma que parte da luz incidente perde-se em cada reflexão. As franjas circulares que resultam de uma fonte monocromática cônica, podem ser observadas no infinito colocando-se uma lente entre a fonte de luz e o foto-detector respectivamente L e D na fig.II.1 (28). A luz atingindo a área central do detector, mostra um máximo cada vez que o espaço entre os espelhos varia de $\lambda/2$. Para que as determinações sejam altamente precisas e não influ-

am nas medidas, as placas do interferômetro devem estar alinhadas (rigorosamente paralelas).

Antes de cada experiência deve-se determinar a "Finesse" do interferômetro pois o poder de resolução do interferômetro é diretamente proporcional a esta. "Finesse" é a razão da distância entre dois pontos de intensidade máxima e a largura da franja em seu ponto médio (2) conforme fig. II.2.

b) Interferômetro "Fabry-Perot Diferencial"

O interferômetro Fabry-Perot citado acima mede variações aproximadamente maiores que $\lambda/2$.

As medidas deste trabalho foram feitas utilizando-se o interferômetro "Fabry-Perot Diferencial" desenvolvido no Instituto de Química e Física de São Carlos (29). O interferômetro tem uma das placas ligada a um suporte com encaixes apropriados, cuja finalidade é a de prender devidamente a amostra fig. II.1 em B.

Este suporte inicialmente apresentou problemas de ressonância mecânica, a qual após varias tentativas desapareceu com uma simples modificação no suporte e nos encaixes da amostra. As curvas da fig. II.1a mostram a solução do problema.

A outra placa permanece fixa a um elemento piezoelétrico. Com um "etalon de finesse" 10 conseguem-se precisões até a ordem de $1 \text{ \AA}$. Desde que o campo elétrico é aplicado sinusoidalmente, a distância entre os espelhos também varia sinusoidalmente; com isto, o instrumento fica insensível a movimentos térmicos e variações externas à experiência.

Fig.II-1a - Coefficiente piezoelétrico em Função da Frequência

Na Curva E, experiência realizada antes de ser modificado o suporte, evidencia pontos de ressonância mecânica. Na curva C, medidas realizadas com o novo suporte, pode-se ver que a variação da frequência não influenciou no coeficiente piezoelétrico.

Fig. II-2

Figura mostrando duas franjas consecutivas das quais se pode determinar a "Finesse"

Fig. II-3

Esquema do circuito que transforma o sinal luminoso em elétrico

① DETECTOR FOTO-DIODO ; ② - TRANSISTOR
Quadrilátero interrompido → Entrada do Registrador

Fig. II-4

Figura mostrando uma representação das franjas quando os dois espelhos se movimentam em frequências diferentes

c) Foto-detector

Para transformar o sinal luminoso em sinal elétrico utilizou-se o circuito amplificador na fig. II.3, o qual consta, de um foto-detector, de um transistor 2N718 (npn) e de uma resistência característica do transistor utilizado. Os componentes são representados por 1, 2 e 3 na figura.

II.1.2.2- MÉTODO DIFERENCIAL INTERFEROMÉTRICO

Com a montagem da fig. II.1, e utilizando o fato de que a intensidade de luz transmitida pelo interferômetro depende da distância entre os espelhos e que a variação desta transmissão é proporcional à variação do comprimento da amostra, desenvolveu-se um novo método de interferometria. A precisão do método é da ordem de angstrom.

II.1.2.2.1- MÉTODO PROPRIAMENTE DITO

Basicamente o método consiste na aplicação de uma voltagem alternada (frequência de 50 Hz convenientemente escolhida) nos eletrodos da amostra(fig. II.1 em B), a qual provoca variações infinitesimais no comprimento da mesma, devido a efeito piezoelétrico.

Estas variações oscilam em fase com o sinal aplicado, provocando uma translação nas franjas conforme (fig. II.4 . A amplitude destas variações transmitidas pelo interfe

rômetro dependem da intensidade de luz transmitida pelo mesmo. Assim sendo, a mesma atinge valores nulos quando a intensidade assume valores nulos ou máximos, e valores máximos quando a intensidade assume valores intermediários, tanto na subida como na descida da curva que estão representadas teoricamente na fig. II.5 em a e b ou experimentalmente na fig. III.1 respectivamente em e e f.

Pode-se ver que esta função é a derivada da intensidade de luz em relação à voltagem aplicada. Lançando os valores da intensidade de luz em função da amplitude do sinal da amostra, obtém-se o gráfico da fi. II.6 . Estas curvas foram obtidas na presente experiência pelo registrador "X-Y RECORDER-7004B HEWLETT PACKARD" fig. II.1 em E.

Foi comprovado conforme mostra a fig. II.7 que a amplitude do sinal da amostra dI/dV é diretamente proporcional à intensidade de luz transmitida pelo interferômetro, portanto

$$dI/dV \propto I \quad (\text{eq. II.1})$$

Por outro lado, sabe-se que a intensidade de luz transmitida é proporcional à intensidade de luz do LASER e da "finesse", assim sendo

$$I = C_1 F I_L \quad (\text{eq. II.2})$$

onde C_1 é uma constante de proporcionalidade.

Fig. II.5 - (a) Representa a intensidade de luz transmitida pelo interferômetro em função da distância entre os espelhos. (b) Representa a variação da intensidade de luz em relação à voltagem em função da distância entre os espelhos quando é a plicado o campo.

Fig. II.6 - Representa a amplitude do sinal da amostra em função da intensidade de luz transmitida pelo interferômetro.

Fig. II.7 - Gráfico mostrando a linearidade entre o sinal enviado pela amostra e a intensidade de luz transmitida pelo interferômetro.

Sabe-se também que a variação da intensidade de luz transmitida é proporcional a variação do comprimento da amostra, assim sendo pode-se escrever

$$\Delta I = C_2 F I_L \Delta x \quad (\text{eq. II.3})$$

sendo C_2 também uma constante de proporcionalidade.

Quando a voltagem é aplicada nos eletrodos da amostra, por efeito piezoelétrico a amostra varia de comprimento, variando a intensidade de luz transmitida pelo interferômetro, assim sendo

$$\frac{dI}{dV} = C_2 F I_L \frac{dx}{dV} \quad (\text{eq. II.4})$$

Fazendo as grandezas dependentes do instrumento constantes, e ainda sabendo que I e dI/dV normalmente permanecem constante no tempo, conclui-se que:

$$\frac{dI}{dV} = C \frac{dx}{dV} \quad (\text{eq. II.5})$$

onde dx/dV desprezando as dimensões é o coeficiente piezoelétrico.

Caso a intensidade transmitida não permaneça constante no tempo pode-se levar em conta esta intensidade. Uma equação mais geral seria dado por

$$dI/dV/I = C dx/dV \quad (\text{eq. II.6})$$

ou seja, a razão entre a variação de intensidade de luz transmitida pelo interferômetro em relação a voltagem aplicada e a intensidade de luz transmitida é diretamente proporcional a variação de comprimento da amostra em relação a voltagem.

II.1.2.2.2-SISTEMA DE DETECÇÃO SÍNCRONO E FILTRAGENS DO SISTEMA

Conforme já foi visto, a amostra sob ação do campo elétrico oscila em fase com o sinal aplicado em seus eletrodos. Este sinal é enviado ao detector síncrono "Two Phase Lock-in Amplifier" PAR modelo JB6, representado na fig. II.1 por F. Este detector consiste basicamente de um amplificador síncrono, o qual compara o sinal de entrada com o de referência. Este sinal vem do oscilador, que

Fig. II 8 - Filtro Elettronico - RC
Mostrando as devidas Filtragens

comanda o amplificador de alta tensão citado em II.1.1.

A leitura final consiste somente da parte do sinal que estiver em fase com a referência. Com isto, toda espécie de sinal, que não estiver em fase com a referida frequência, não será detectado. Esta é uma grande contribuição para a precisão do método e a certeza de que as variações infinitesimais de comprimento são devidas ao sinal aplicado nos eletrodos da amostra.

Devido a interferências de vários tipos, houve necessidade de se introduzirem filtragens no sistema. Uma para que se pudesse detectar o sinal enviado pela amostra e outras para um melhor refinamento nas medidas efetuadas.

Inicialmente introduziu-se um filtro eletrônico, conforme esquema da fig. II.8, o qual interliga o foto-detector, registrador e o amplificador síncrono. O capacitor de $0,47 \mu\text{F}$, devidamente calculado, deixa passar alta frequência (50 Hz). Da mesma forma o capacitor de $10 \mu\text{F}$ na entrada y do registrador deixa registrar apenas frequências baixas (ordem 2×10^{-2} Hz), e a resistência de $10\text{K}\Omega$ não permite que o sinal vá a terra. Enquanto isso o amplificador síncrono seleciona e manda para o x do registrador o sinal também mostrado na fig. II.8, que já foi comentado anteriormente. As resistências de $54\text{K}\Omega$ e $1\text{M}\Omega$, respectivamente representadas nas entradas do amplificador e registrador, são resistências internas e foram consideradas nos cálculos desta filtragem.

Além disso, devido à alta sensibilidade do sistema, houve necessidade de um filtro mecânico. Assim sendo, o

interferômetro e o detector estão montados sôbre uma plataforma, a qual está suspensa por molas, com freqüência de 1,5Hz , sobre uma mesa. Os pés desta são suportados por câmaras de ar também de freqüência 1,5Hz. O objetivo desta blindagem é o de filtrar vibração mecânica de freqüências maiores de 1,5Hz.

Ultimamente, após muito trabalho, conseguiu-se descobrir que vibrações de origem acústica interferiam nas medidas, tornando-as imprecisas . Para eliminar estas vibrações, foi construída uma caixa, de madeira apropriada, forrada internamente com lã de vidro que protege o interferômetro atenuando tais interferências.

Todo o sistema é ainda protegido por isopor para que deslocamentos de ar e variações de temperatura não afetem as medidas. Futuramente esta proteção de isopor poderá ser substituída por um material que seja ao mesmo tempo isolante térmico e acústico.

II.1.2.2.3- CALIBRAÇÕES DO SISTEMA

Conforme pôde-se ver no desenvolvimento do Método Diferencial, a amplitude das variações de comprimento transmitida pelo interferômetro, tinha valores máximos quando a intensidade de luz assumia valores intermediários.

Assim sendo, o problema seria muito mais prático se a franja fosse fixada em seu ponto intermediário (31).

Neste trabalho as determinações foram efetuadas com o sinal recebido da amostra, modulado por um sinal de baixa frequência, devido à variação de um dos espelhos. Esta variação pode ser realizada de duas formas:

A primeira, com a aplicação de uma voltagem dente de serra de 148volts no elemento piezoelétrico; a distância entre as placas do interferômetro varia de zero até um valor máximo. Esta variação permite a passagem de franjas no interferômetro com uma frequência regulável, normalmente da ordem de 2.10^{-2} Hz. Neste caso os dois espelhos oscilam: o que está fixo ao elemento piezoelétrico na frequência anterior e o outro em fase com a frequência da voltagem aplicada nos eletrodos da amostra.

A segunda utilizando a própria amostra, pois, osso ou colágeno, quando desidratados, absorvem água, variando de tamanho. Desta forma consegue-se fazer o espelho, em que está ligado o suporte fig. II.1 em C, oscilar em duas frequências distintas.

Utilizando o elemento piezoelétrico pode-se determinar o fator de calibração do sistema. Esta calibração foi efetuada através do esquema da fig. II.9, e que consiste em aplicar uma diferença de potencial CA de frequência idêntica utilizada na obtenção do campo elétrico aplicado na amostra em estudo. Em outras palavras, cada volt aplicado no elemento piezoelétrico corresponde uma deflexão proporcional no registrador, semelhante a fig. II.6, e que pode ser vista na fig. III.1 em a e a₁. Desta forma, o registrador fornece as medidas re

Fig.11-9 Diagrama de blocos para a calibração do sistema

L - LASER

B - ELEMENTO P. FIXO A UM DOS ESPELHOS

C - SUPORTE DA AMOSTRA FIXO AO OUTRO
ESPELHO COM DISPOSITIVO PARA ALI-
NHAMENTO DOS MESMOS

D - DETECTOR FOTO-DIODO

E - REGISTRADOR - X Y RECORDER

F - AMPLIFICADOR SÍNCRONO

T - OSCILÓSCOPIO "TEKTRONIX"

O - OSCILADOR

FP - INTERFERÔMETRO FABRY-PEROT

lativas ao efeito em unidades de comprimento. Assim deve-se obter um fator que relacione estas grandezas fornecidas pelo registrador, com a variação de comprimento do elemento piezoelétrico por unidade de voltagem nele aplicada.

Obtém-se este fator em angstrom/volts, relacionando-se a distância em centímetros no registrador e o valor da diferença de potencial entre dois pontos extremos da tensão dente de serra, com a distância em centímetros de uma franja completa e a metade do comprimento de onda da luz do LASER.

O valor encontrado para este fator foi de $54,5 \text{ \AA}/\text{V}$.

Portanto a deflexão proporcional do registrador corresponde a cada volt aplicado no elemento piezoelétrico, e este último valor fornecem um fator, que permite transformar as leituras de centímetro para angstrom.

A fonte de luz utilizada foi um LASER He-Ne - 190 da "Optics Technology Inc" de comprimento de onda igual a $6328 \text{ \AA}$, representado na fig. II.1, por L.

Para verificar, se a deformação é positiva ou negativa, utiliza-se o sentido em que a curva da fig. II.6 é traçada.

Finalmente conclui-se que o Método Diferencial Interferométrico possibilita determinações da ordem de um angstrom, cuja razão com o comprimento inicial fornece a deformação, quando o campo elétrico é aplicado nos eletrodos da amostra.

II. 2- AMOSTRAS

Tecido ósseo é constituído principalmente de fibras proteicas (colageno) altamente orientadas e cristais inorgânicos (hidroxiapatita), tudo embebido em uma substância fundamental amorfa (34).

Ossos longos, tais como fêmur e tíbia, têm a forma de um cilindro. São ocos na sua parte central e constituídos de osso duro, compacto, chamado osso cortical. As extremidades desses ossos longos são constituídas de tecido ósseo esponjoso menos resistente do que o cortical devido a sua disposição trabecular. As medidas neste trabalho foram feitas em amostras de fêmures de boi, utilizando o referencial da fig. I.5 em g.

II.2.1- PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

O suporte fixo a um dos espelhos do interferômetro foi construído com a finalidade de prender amostras - com aproximadamente 5,00cm de comprimento. Esta ordem de grandeza teve como objetivo principal favorecer a determinação da deformação. Por outro lado, com o mesmo objetivo, a distância entre as faces em que os campos elétricos eram aplicados tinham valores da ordem de 2 a 3mm.

Por este motivo as amostras, quando possível, foram preparadas totalmente com o material a ser estudado, quando não, foram completadas com vidro ou alumínio. Estas foram

cortadas, de fêmur de boi conseguido em açougue, aproximadamente de tamanho igual a 5,00 x 2,00 x 0,20cm.

Para obtenção de colágeno a amostra de osso foi deixada em uma solução HCl durante aproximadamente uma semana. Esta solução dissolve a parte inorgânica do osso. Após isto, a mesma foi secada no vácuo de um dissecador, prensada em um dispositivo para que não sofresse contração. As amostras quando levadas diretamente à estufa, fundem-se, quebrando com facilidade e tendo aparência de goma-laca.

Normalmente, antes das medidas, as amostras foram deixadas em estufa a 60°C com a finalidade de dificultar e feitos de condução.

II.2.2- CUIDADO ESPECIAL NA PREPARAÇÃO

Nas determinações dos coeficientes piezoelétricos, são raros, os que na realidade resultam de efeitos puramente em uma direção. Geralmente as medidas são resultantes de efeitos de duas ou mais direções.

Com finalidade de evitar, ou melhor, atenuar estes erros, as amostras devem ser cortadas de tal forma que dificultem os efeitos nas direções indesejadas e facilitem o sinal na direção, em que se vai medir. Exemplo: nas determinações de deformações de cisalhamento, amostras devem ter o menor comprimento possível, dificultando assim o efeito piezoelétricolongitudinal. Por outro lado a largura deve ser maior

possível, pois o coeficiente piezoelétrico de cisalhamento longitudinal depende da distância entre os dois pontos em que es tá apoiada a amostra para o giro.

Quando os coeficientes diferem de zero e as atenuações são inevitáveis, devem ser feitas correções. Uma destas correções está feita no apêndice A.

C A P Í T U L O I I I

RESULTADOS

III. 1- DETERMINAÇÃO DOS COEFICIENTES

Aplicando o que foi visto nos dois capítulos anteriores, pode-se determinar os coeficientes piezoelétricos.

Conforme já foi afirmado, a aplicação de um campo elétrico nas faces da amostra, devido ao efeito piezoelétrico inverso, provoca variação na grandeza ou forma da mesma. Com esta variação o sinal da amostra, em fase com a tensão elétrica aplicada é registrado conforme fig. III.1, que é uma cópia do original. Nesta figura são apresentadas curvas em vários potenciais, tais como b, c, d, e b_1 onde b é a medida feita na seqüência normal da experiência, e b_1 medida efetuada no final da experiência. A curva da fig. III.1 em a e a_1 , medidas efetuadas respectivamente antes e após a realização da experiência, foi conseguida utilizando o esquema da fig. II.9, onde se aplicou no elemento piezoelétrico uma tensão de 1,3V cuja freqüência é idêntica à aplicada nas amostras. Portanto, sabendo que 1,3V provoca esta variação no elemento piezoelétrico, e, ainda, que para cada volt aplicado o elemento sofre uma variação aproximadamente de $54,5 \overset{\circ}{\text{Å}}$ (II.1.2.2.3), consegue-se um fator que transforma a variação de comprimento da amostra em centímetros, no registrador, para angstroms.

Fig.III - 1

Curvas originais registradas pelo "X Y RECORDER 7004 B HEWLETT PACKARD". As curvas b,c,d e b₁ representam proporcionalmente a variação da amostra sob ação das diversas voltagens, sendo que em b₁ as medidas foram realizadas no final da experiência. As curvas a e a₁ são as calibrações antes e depois de as medidas serem efetuadas. A função em l(e) representa a intensidade de luz transmitida pelo interferômetro em função da distância entre os espelhos. Em l(f) representa a amplitude do sinal da amostra em função da variação da distância entre os espelhos quando o campo é aplicado.

Esta experiência foi realizada com amostra de colageno na determinação do coeficiente d_{14} .

Assim sendo, conseguindo um número razoável de curvas e calculando os valores das deformações, pode-se traçar a curva destes valores em função dos respectivos campos e létricos. Com este gráfico mostra-se que a deformação é diretamente proporcional ao campo elétrico, onde a constante de proporcionalidade representa fisicamente o coeficiente piezoe létrico da amostra.

Com a finalidade de utilizar o "Método Diferencial Interferométrico" foram feitas determinações de alguns coeficientes piezoelétricos em osso e colágeno.

III.1.1 DETERMINAÇÕES DOS COEFICIENTES EM OSSO

III.1.1.1 DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTES PIEZOELETRICO DE CISALHAMENTO LONGITUDINAL d_{14} .

Conforme fig. I.5 em d aplicou-se um campo paralelo ao eixo x e mediu-se a deformação de cisalhamento em torno do mesmo eixo. O valor obtido, conforme tabela 1, foi tirado de uma média dos valores medidos. Na fig. III.2 estão representados os valores da deformação de cisalhamento em função do campo elétrico.

III.1.1.2 DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE d_{14}^*

Representa-se d_{14}^* como sendo o coeficiente obtido através de deformação biaxial, a qual foi conseguida girando-se a amostra de 45° com a direção da fibra (30). Esta deformação equivale à deformação de cisalhamento para se obter o coeficiente d_{14} do item anterior (no apêndice A comenta-se este coeficiente). Coeficiente cujo valor foi obtido da mesma forma que o item anterior conforme fig. III.3.

III.1.1.3 DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE PIEZOELETRICO LONGITUDINAL d_{13} .

Semelhante à fig. I.5 em (a) pode-se aplicar o campo paralelamente ao eixo x e medir a deformação no eixo z para obter-se o coeficiente d_{13} , conforme fig. III.4.

III.1.1.4 DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE PIEZOELETRICO TRANSVERSAL d_{12} .

A determinação do coeficiente d_{12} foi feita aplicando-se o campo paralelamente ao eixo x e medindo a deformação na direção y conforme fig. I.5 em b. Na fig. III.5 está representada a deformação em função do campo elétrico.

III.1.2 DETERMINAÇÕES DOS COEFICIENTES EM COLAGENO" (osso descalcificado por processo químico)

III.1.2.1 DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE PIEZOELETRICO DE CISALHAMENTO LONGITUDINAL d_{14} .

Repetindo o que foi feito, para o osso, no ítem III.1.1.1 conseguiu-se determinar o coeficiente d_{14} para amostra de colageno conforme tabela III.1 e o gráfico da deformação em função do campo na fig. III.6.

III.1.2.2 DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE d_{14}^*

Mediu-se também para o colageno a deformação a 45° com a direção do eixo da fibra, obtendo-se o valor mostrado na tab. III.1. Na fig. III.7 está representado um dos valores obtidos.

III.1.2.3 DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE d_{13}

Foi determinado o coeficiente d_{13} da mesma forma que para o osso, e cujo valor está na tabela III.1 e representado na fig. III.8.

III.1.3 DETERMINAÇÕES DOS COEFICIENTES EM COLAGENO NATIVO (tendão de Aquiles).

III.1.3.1 DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE d_{13}

A determinação deste coeficiente foi realizada de forma idêntica aos anteriores e seu valor, retirado da fig. III.9 está na tabela III.1.

III.1.3.2 DETERMINAÇÃO DO COEFICIENTE d_{14}

Repetindo o que foi feito nos itens anteriores para osso e colágeno descalcificado conseguiu-se determinar o coeficiente d_{14} para amostra de tendão bovino, (vide tabela III.1 e a curva da fig. III.10).

Tabela III.1 - CONSTANTES PIEZOELÉTRICAS DE OSSO E COLAGENO
(10^{-12} m/V ou C/N)

COEFICIENTES	d_{12}	d_{13}	d_{14}	d_{14}^*
Osso Bovino	$0,05 \pm 0,01$	$0,07 \pm 0,01$	$0,23 \pm 0,01$	$0,12 \pm 0,01$
Valores Bibliog.	0,04 (14)	0,08 (14)	0,20 (32)	0,10 (32)
Colágeno *		$0,16 \pm 0,02$	$0,98 \pm 0,03$	$0,48 \pm 0,03$
Valores Bibliog.				
Tendão Bovino **		$0,17 \pm 0,01$	$1,75 \pm 0,03$	
Valores Bibliog.			2,0 (32)	

* Osso descalcificado por processo químico

** Colágeno nativo

Fig. III - 2 DEFORMAÇÃO EM FUNÇÃO DO CAMPO ELETRICO

Amostra de osso (5,00cm por 1,96cm por 0,20cm) com a medida da deformação de cisalhamento em torno do eixo $\underline{x}$ e com o campo paralelo a êste.

Fig. III-3 DEFORMAÇÃO EM FUNÇÃO DO CAMPO ELÉTRICO
 Amostra de osso (4,05cm x 1,89cm x 0,25cm) onde a direção da medida da deformação faz 45° com o eixo de orientação das fibras.

Fig.III - 4 - DEFORMAÇÃO EM FUNÇÃO DO CAMPO ELETRICO

Amostra de osso (4,60 por 1,87cm por 0,24cm) com a medida da deformação na direção z e com o campo paralelo a x.

Fig. III - 5 DEFORMAÇÃO EM FUNÇÃO DO CAMPO ELETRICO

Amostra de osso (3,76cm por 1,14cm por 0,23cm) com a medida da deformação na direção y e com o campo paralelo a x .

Fig.III - 6 - DEFORMAÇÃO EM FUNÇÃO DO CAMPO ELETRICO

Amostra de colageno (4,60 por 1,53cm por 0,18cm) com a deformação de cisalhamento em torno do eixo x e com o campo paralelo a este valor:

Fig. III-7 DEFORMAÇÃO EM FUNÇÃO DO CAMPO ELETRICO

Amostra de colageno (3,45cm por 1,58cm por 0,10cm) onde a direção da medida da deformação faz 45° com o eixo de orientação das fibras.

Fig.III - 8 DEFORMAÇÃO EM FUNÇÃO DO CAMPO ELÉTRICO

Amostra de colágeno (5,00cm por 0,86cm por 0,20cm) com a medida da deformação na direção z e com o campo paralelo a x.

Fig.III - 10 - DEFORMAÇÃO EM FUNÇÃO DO CAMPO ELETRICO

Amostra de colagene nativo (4,70 por 0,80cm por 0,19cm) com a medida da deformação na direção z e com o campo paralelo a x.

C A P Í T U L O I V

CONCLUSÕES

Após o sucesso obtido nas determinações dos coeficientes Piezoelétricos, conclui-se que o método diferencial interferométrico, utilizando o " Interferometro Fabry-Perot Diferencial ", possibilita determinações com precisão de $1 \text{ \AA}^0$. O instrumento permite trabalhar numa faixa de frequências que vai aproximadamente, de 2 a 100 Hz, conforme fig.II.1a, podendo ser aferido para frequências superiores.

Os valores dos coeficientes piezoelétricos medidos, conforme tabela 1, estão de acordo com os valores bibliográficos existentes.

A alta sensibilidade do método permite avaliar flutuações na ordem de grandeza do efeito piezoelétrico, provocadas pelo meio ambiente, notadamente em biomateriais, tais como temperatura, absorção de água e outras.

O método permite medir variações de comprimento da ordem de grandeza referida acima, desde que estas variações sejam oscilantes e em fase com os efeitos que as provocam.

Outro ponto que chama a atenção, e que é evidenciado pela tabela 1, é a diferença entre os valores para o colágeno descalcificado e o colágeno nativo. Isto pode ser devido ao tratamento químico utilizado na descalcificação do os

so e consequente obtenção de colágeno. Esta afirmação poderia ser motivação para um outro trabalho.

Confirmou-se quantitativamente a afirmação de Fukada e Yassuda (1), que o efeito Piezoelétrico é bem menor em osso íntegro do que quando descalcificado.

Finalmente pelo que foi explanado no apêndice A, pode-se concluir que: deve-se preferivelmente determinar o coeficiente d_{14} pelo corte a 45° com o eixo da fibra. Sendo que os pontos de contacto devem situar-se na linha central conforme fig. A.2 . Em caso de se usar o corte da fig. A.3 deve-se cortar a amostra com a_2 , tão próximo de a_3 quanto possível. Isto prende-se ao fato, particularmente para os exemplos citados, de que na equação A.1 o coeficiente d_{14} depende da razão entre estes coeficientes geométricos. No caso da equação A.3, mesmo com o contacto feito em sua linha central, os coeficientes d_{12} e d_{13} quando diferentes de zero contribuirão na determinação de d_{14} .

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

No presente trabalho as determinações dos coeficientes piezoelétricos foram efetuadas sempre nas mesmas condições, ou seja temperatura aproximadamente constante e amostras praticamente secas. Assim sendo sugere-se:

1) Efeito piezoelétrico inverso e absorção de água em osso e colágeno,

2) Efeito piezoelétrico inverso em colágenos de vários tipos.

B I B L I O G R A F I A

- (1) FUKADA, E. & YASUDA, E. J. Phys. Soc. Japan, 12, 1158 (1957).
- (2) MAX BORN - Principles of Optics - pg. 327 (1959).
- (3) ZIMMERMAN, R.L. - Ciência e Cultura, 24, 261, (1972).
- (4) CADY - "Piezoelectricity" - McGraw-Hill (1946).
- (5) M. FRANÇON - Optical Interferometry - Academic Press (1968).
- (6) HOLLINGSWORTH - Vectors, Matrices, and Group Theory - Mac Graw-Hill.
- (7) BASSETT, L.A.C. - Journal of Biomechanics, 5, 180 (1972).
- (8) BRUNO ROSSI - "Fundamentos de Optica" - Editorial Reverte, S.A.
- (9) J.F. NYE. M.A. - "Physical Properties of Crystals" - Oxford (1964).
- (10) RAMACHANDRAN, G.N. & NARTHA, G. - Nature 174, 269 (1954).
- (11) FUKADA, E. - Journal of the Physical of Japan, 10, 149 - (1955):
- (12) FUKADA, E. - Japanese Journal of Applied Physics, 3 117 (1964).

- (13) SHAMOS, M.H. Lavine, L.S. & Shamos, M.I - Nature, 197, 81 (1963).
- (14) ANDERSON, J.C., & ERIKSSON, C., Nature, 227, 491 (1970).
- (15) BONFIELD, W. & L.I., C.H., Journal of Applied Physics, - 38, 2450 (1967).
- (16) FUKADA, E. - J. Phys. Soc. Japan, 12, 1301 (1956).
- (17) FUKADA, E. & TAKASHITA, S. - Japan J. Appl. Phys., 8, 960 (1969).
- (18) BAZHENOV, V.L. & KONSTANTINOV, V.P. - Doklady Akad. Nauk S.S.S.R, 71 282 (1950); chem. Abst. 45 2747 (1951).
- (19) BRAM, K.R. - Proc. Phy. Soc. 36, 8 (1924).
- (20) RICHARDS, H.F. - Phys. Rev. 22, 122 (1923).
- (21) SHUBNIKOV, A. & BRUNORSKY, B. - Bull Acad. Sci. Leningrad 367 (1928).
- (22) BASSET, C. & BECKER, R, - Science 137, 1063 (1962).
- (23) SHAMOS, M. & LEVINE, L. - Nature 213, 267 (1967).
- (24) PANEPUCCI, H., Mascarenhas, S. & Terrile, C. - Presented to the 1st Latin-American Conference on Medical Physics and Radiation Protection - February 28th to March 3rd (São Paulo, 1972).
- (25) MASCARENHAS, S. - Proceedings of the I Latin-American - Conference on Medical Physics and Radiation

Protection, Univ. of S.Paulo, (1972).

- (26) MASCARENHAS, S. - Proceedings of the 1st Latin-American conference on Medical Physics and Radiation - Protection.
- (27) MASCARENHAS, S. & KOBERLE, G. - Proceedings of the 1st Latin-American conference on Medical Physics and Radiation Protection.
- (28) FRANÇON - Krauzman-Mathieu May - Experiments in Physical optics - Gordon and Breach - pg. 51.
- (29) VENTURINI, W. e Zimmerman, R.L. - Ciência e Cultura, 25, 79: (1973).
- (30) MASON, W.P. - "Cristal Physics of Interaction Processes" Academic Press - pg. 56 (1966).
- (31) HOLLAND, L.R. e Zimmerman, R.L. - Ciência e Cultura, 25, 80: (1973)
- (32) FUKADA, E. - Recent Research on the Piezoelectricity of Polymers Electrets charge storage and Transport in Dielectrics - Edited by Martin M. Perlman - (1973).
- (33) BOURNE - The Biochemistry and Physiology of Bone - Second Edition - Volume I - Academic Press - (1972).
- (34) PRISCHARD, J.J. - General Anatomy and Histology of Bone. In Bourne, G.H: The Biochemistry and Physiology of Bone. Academic Press Inc. New York. (1956).

A P E N D I C E A

CORREÇÕES GEOMÉTRICAS RELATIVAS À MONTAGEM DAS AMOSTRAS

Quanto a aplicação da tensão elétrica, não existe ambiguidade, porque os eletrodos determinam completamente a direção do campo elétrico. Por outro lado a deformação é determinada perpendicularmente ao campo, na direção do eixo optico fig. A.1, envolvendo um ou mais coeficientes piezoelétricos, dependendo das dimensões e da forma em que é cortada a amostra.

Fig. A.1

$$\Delta x_j = \Delta E_i (a_1 d_{ij} + a_2 d_{ij} + \dots)$$

onde $a_1, a_2 \dots$ são os coeficientes geométricos, i representa a direção do campo elétrico, sempre aplicado ao longo de uma das direções principais e j a direção das deformações. Por e-

xemplo: se x for na direção 3, e a amostra tiver somente contactos na linha central fig. A.2 , a determinação de d_{13} será limpa sem contribuição do coeficiente d_{14} , ou seja

$$x_3 = \frac{\Delta x}{a_3} = E_1 d_{13}$$

Fig. A. 2

Quando uma amostra é cortada para fornecer o coeficiente d_{14} , o contacto é feito nos cantos conforme fig.A3.

Fig. A. 3

Pela figura pode-se ver que a variação de com

primento para este caso é provocada por duas deformações, ou seja

$$x_4 = d_{14} E_1 \quad \text{e} \quad x_3 = d_{13} E_1$$

ou

$$\Delta x = a_2 d_{14} E_1 + a_3 d_{13} E_1$$

$$x'_4 = E_1 (d_{14} + \frac{a_3}{a_2} d_{13}) = E_1 d'_{14}$$

$$d'_{14} = d_{14} + \frac{a_3}{a_2} d_{13} \quad (\text{eq. A.1})$$

d'_{14} correspondendo ao coeficiente determinado pelo instrumento.

Quanto ao sinal, deve ser levado em conta a convenção comentada no item I.4.2.

A contribuição do coeficiente d_{15} foi desprezada devido a pequena espessura da amostra.

Outra geometria muito usada utiliza amostras cortada a 45° com o eixo 3, onde a contribuição do coeficiente d_{14} é mais favorecida.

Por definição deformação é

$$\theta = \frac{\Delta a_2}{a_3} \quad (\text{eq. A.2})$$

Pela fig.A.4 conclui-se que

$$\Delta a_2 = \sqrt{2} \Delta D$$

$$\text{e} \quad a_3 = D / \sqrt{2}$$

Substituindo estes valores na eq. A.2 encontra-se

$$x_4 = 2 x_4^*$$

Por definição também tem-se

$$x_4 = d_{14} E_1 \quad \text{e} \quad x_4^* = d_{14}^* E_1$$

$$\therefore d_{14}^* = \frac{d_{14}}{2}$$

Fig. A.4

Por outro lado, considerando que a amostra é colocada no interferômetro para medir a deformação na direção 3^* conforme fig.A.4, poderá haver contribuições das deformações x_3 e x_2 . Portanto pela definição de deformação longitudinal

$$x_3 = \frac{\Delta a_3}{a_3} \quad \text{mas pela fig.A.5}$$

$$\Delta a_3 = \Delta a_3^* \sqrt{2} \quad \text{e} \quad a_3 = \frac{a_3^*}{\sqrt{2}}$$

Relacionando estas equações chega-se que

$$x_3 = 2 x_3^*$$

FIG. 5.

por outro lado

$$x_3 = d_{13} E_1 \quad x_3^* = d_{13}^* E_1$$

$$\frac{x_3}{x_3^*} = \frac{d_{13}}{d_{13}^*}$$

$$d_{13}^* = d_{13}/2$$

Mas, conforme fig.A.5 pode-se ver que entra em jogo também a deformação x_2 com sinal trocado, ou seja

$$x_2 = \frac{\Delta a_2}{a_2} \quad e \quad x_2^* = \frac{\Delta a_2^*}{a_2^*}$$

Pela fig. A.5

$$\Delta a_2 = \sqrt{2} \Delta a_2^* \quad e \quad a_2 = \frac{a_2^*}{\sqrt{2}}$$

Substituindo temos

$$x_2 = 2 x_2^*$$

mas

$$x_2 = d_{12} E_1 \quad e \quad x_2^* = d_{12}^* E_1$$

assim sendo,

$$d_{12}^* = \frac{d_{12}}{2}$$

$$d_{14}' = d_{14}^* + d_{13}^* + d_{12}^*$$

onde d_{14}' é o valor do coeficiente determinado pelo método.

Substituindo os valores encontrados chega-se

$$d_{14}' = \frac{d_{14}}{2} + \frac{d_{13}}{2} + \frac{d_{12}}{2} \quad (\text{eq. A.3})$$

∴ se os coeficientes d_{12} e d_{13} forem nulos conforme Fukada (1)

$$d_{14}' = \frac{d_{14}}{2}$$

Assim sendo o valor do coeficiente, quando o corte da amostra faz 45° com o eixo 3, é metade do valor quando se determina o coeficiente com os contactos nos cantos fig. A.3 .