



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CARIRI  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**PLANO DE TRABALHO BOLSISTA I**

<b>Dados do plano de trabalho</b>	
<b>Título:</b>	<i>Síntese do biovidro baseado no sistema: <math>\text{SiO}_2\text{-CaO-Na}_2\text{O-P}_2\text{O}_5</math></i>
<b>Modalidade de bolsa:</b>	PIBIC
<b>Projeto de pesquisa:</b>	<i>Desenvolvimento de biovidros e vitrocerâmicas na região do Cariri – CE visando aplicações biomédicas.</i>

## **1. OBJETIVOS**

Sintetizar e caracterizar biovidros bioativos obtidos pelo método sol-gel a partir do sistema  $\text{SiO}_2\text{-CaO-Na}_2\text{O-P}_2\text{O}_5$ , com diferentes graus de cristalização, com fases cristalinas presentes que melhorem o desempenho mecânico do vidro original, visando uso desse material em aplicações médicas.

## **2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

O aluno executará uma pesquisa bibliográfica sobre o tema do projeto, e das técnicas e métodos que serão utilizados durante a execução do projeto. O que proporcionará aos mesmos fundamentos teóricos necessários para o entendimento de cada fase do projeto, e servirá de auxílio para as discussões dos resultados obtidos.

## **3. METODOLOGIA EXPERIMENTAL**

### **3.1 Síntese do Biovidro**

O biovidro com a composição (% mol) 45%  $\text{SiO}_2$ , 24,5%  $\text{Na}_2\text{O}$ , 24,5%  $\text{CaO}$ , 6%  $\text{P}_2\text{O}_5$  será sintetizado através do método sol-gel de acordo com o seguinte procedimento:

Em uma solução ácida mantida sob agitação constante e termostatzada na temperatura desejada, os precursores TEOS e TEP serão adicionados gota a gota até obtenção de uma solução clara. Em seguida o  $\text{NaNO}_3$  será adicionado lentamente até completa dissolução. E por último o  $\text{Ca(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  será lentamente adicionado, e deixado sob agitação por 1 h até a obtenção de um gel transparente. O gel obtido será mantido a 60°C por 12 horas, e seco a 200 °C/5 h e 700°C/2h. Depois de seco, o gel será moído para se obter um pó fino e depois ser físico e quimicamente caracterizados.

### **3.2 Caracterização dos Biovidros**

#### **3.2.1 Análise térmica**

Para determinação das temperaturas de transição vítrea, cristalização e fusão do cristal, serão realizadas análises por Calorimetria Exploratória de Varredura (DSC) no laboratório de caracterização da UFCA. A fim de se verificar também o tipo de cristalização ocorrida durante processo de tratamento térmico, para análise em DSC serão adotadas amostras em pó e em bulk, cujos resultados obtidos serão posteriormente comparados, e avaliado para verificação da ocorrência da cristalização superficial ou volumétrica das fases. As medidas serão realizadas em cadinho de platina até temperaturas de 1200 °C, com taxa de aquecimento de 15°C/min.

#### **3.2.2 Difrações de Raios-X (DRX)**

A cristalinidade dos pós e das VC serão estudados por DRX, em um difratômetro modelo XpertProMPD – Panalytical, usando um cromador de radiação de Cu ( $\text{CuK}\alpha$ ) de comprimento de onda  $\lambda = 0.15406$  nm. Os difratogramas serão obtidos com passo angular de 0,04°, e tempo de 12s/contagem na faixa de ângulos de difração  $2\theta = 10 - 60^\circ$ . As fases cristalinas serão identificados

pelo X'Pert High Score – Philips.

### 3.2.3 *Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV*

A morfologia dos pós e VC sintetizados será analisada por Microscópio Eletrônico de Varredura Quanta 450 FEG – FEI acoplado um microscópico de análise dispersiva de raios-x, operando 0 – 30 kv.

### 3.2.4 *Determinação da Densidade Relativa e Porosidade Aparente*

A densidade relativa aparente dos biovidros será determinada pelo método Arquimedes. Amostras em forma de pastilhas com dimensões de  $\varnothing$  12 mm x 2,5 mm aproximadamente, terão suas superfícies desbastadas com lixas de carbetto de silício (SiC) com granulometria até #800. Serão realizadas 10 medições por amostra.

A porosidade aparente será determinada pelo método de absorção de água utilizando a equação I. Os corpos de prova serão pesados em balança analítica e em seguida colocados em água destilada por 24 h. A seguir, o peso úmido será obtido pela pesagem direta do corpo de prova úmido e o peso imerso será obtido pela pesagem deste quando imerso em água destilada.

### 3.2.5 *Propriedades Mecânicas*

#### 3.2.5.1 *Dureza Vickers (HV)*

A metodologia utilizada para a determinação dos valores de dureza das amostras seguirá a norma ASTM C 1327-99, a qual fornece o método de teste padrão para a obtenção da dureza Vickers de cerâmicas avançadas. Por razões estatísticas, serão realizadas cerca de 20 impressões Vickers nas superfícies de cada uma das amostras, utilizando-se e aplicando diferentes cargas de indentação (de 0,98N a 49N) durante 30 segundos.

Para a determinação das propriedades mecânicas, as superfícies das amostras serão lixadas com lixa de até 20  $\mu$ m e polidas com suspensões adiamantadas de 15, 9, 6, 3 e 1  $\mu$ m. Durante esta etapa, as amostras serão observadas em microscópio óptico, para a avaliação do processo de polimento, comportamento quanto aos riscos, poros e arrancamentos.

As impressões serão realizadas de tal forma que a distância entre os centros das impressões sejam superior a quatro vezes a diagonal da indentação (4 d), evitando qualquer possibilidade de interferência do campo de tensão da indentação anterior na nova indentação.

#### 3.2.5.2 *Tenacidade à Fratura ( $K_{IC}$ )*

A metodologia utilizada para a determinação da tenacidade à fratura por indentação Vickers das amostras seguirá a norma ASTM C 1421-99, a qual fornece o método de teste padrão para a obtenção da tenacidade à fratura de cerâmicas avançadas em temperatura ambiente. A medida do comprimento das trincas será realizada logo após o ensaio de dureza, buscando evitar o crescimento lento de trinca após a impressão, iniciado pelo campo de tensão que atua após o carregamento.

Após determinação dos valores de tenacidade à fratura, para observação de detalhes da indentação e das trincas formadas durante ensaio de indentação Vickers, a superfície das amostras serão primeiramente atacada com HNO<sub>3</sub> 0,5 M por 30 s, em seguida serão indentadas sob diferentes cargas de indentação e observadas por MEV.

#### 3.2.5.3 *Módulo de ruptura por flexão*

O módulo de ruptura por flexão será determinado por teste de flexão em 4 pontos, utilizando dispositivo com espaçamento entre os roletes de 20 e 10 mm, externo e interno, respectivamente, seguindo a norma ASTM C 1161-02.

#### 3.2.5.4 *Módulo de elasticidade*

Para a determinação dos módulos elásticos dos biovidros será empregado o método do pulso-eco (ultrassom), onde são determinadas as velocidades de propagação de pulsos mecânicos longitudinais e transversais nas amostras. As amostras serão confeccionadas em forma de pastilhas com dimensão de aproximadamente  $\varnothing$  12 mm x 2,5 mm, e suas superfícies serão desbastadas com lixas de SiC com granulometria até #800.

## 4

As atividades a serem realizadas pelo estudante são:

## AT1: Revisão bibliográfica

## AT2: Síntese do biovidro

### AT3: Análise térmica

#### AT4: Difração de Raios-x

## AT5: Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV

### AT6: Determinação da Densidade Relativa e Porosidade Aparente

AT7: *Durezza Vickers (HV)*

AT8: *Tenacidade à Fratura* ( $K_{IC}$ )

AT9: Módulo de ruptura por flexão

### AT10: Módulo de elasticidade

## AT11: Análise dos dados obtidos

## AT12: Participação em Eventos Científicos

## AT13: Relatório Final

## AT14: Preparação dos artigos para publicação

[illegible]