



II CONPESQ
Congresso de Pesquisa,
Pós-Graduação e Inovação

Os novos rumos da ciência pós-pandemia

12 a 16 de abril de 2021 Universidade Federal do Cariri - UFCA

**CARACTERIZAÇÃO DO PRECURSOR DA
VITROCERÂMICA BASEADA NO SISTEMA $\text{SiO}_2\text{-CaO-Na}_2\text{O-}$
 P_2O_5**

Julie Anne Pereira Cavalcante¹

Mestranda em Ciência de Materiais – UFPE
Graduada em Engenharia de Materiais – UFCA

Alessandra de Sousa Lima²

Mestranda em Ciência de Materiais – UFPE
Graduada em Engenharia de Materiais – UFCA

Francisca Maria Martins Pereira³

Professora Orientadora – UFCA

RESUMO

As biocerâmicas são materiais importantes devido, principalmente, as suas propriedades como biocompatibilidade, resistência à abrasão e excelente estética. Dentro dessa classe dois tipos de materiais apresentam um desempenho clínico muito satisfatório, são os vidros e os vitrocerâmicos bioativos, os quais são mais promissores devido às suas notáveis características de interação com os tecidos vivos. O presente trabalho teve como objetivo sintetizar, através do método sol-gel, e caracterizar, através do método de Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), o pó precursor da vitrocerâmica baseado no sistema $\text{SiO}_2\text{-Ca}_2\text{O-Na}_2\text{O-P}_2\text{O}_5$, usando metassilicato de sódio ($\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) como fonte de sílica. O pó cerâmico obtido foi envelhecido por cinco dias à temperatura ambiente e seco à $60^\circ\text{C}/72\text{ h}$, e sinterizado até $1000^\circ\text{C}/2\text{h}$. Em seguida foi caracterizado por FTIR para se obter informações sobre os grupos funcionais presentes. Os dados de FTIR mostraram as bandas características de vidro de silicatos. O metassilicato de sódio mostrou ser um precursor alternativo viável de baixo custo para síntese sol-gel de biovidros e vitrocerâmicas bioativas.

Palavras-chave: Biocerâmicas. Biovidros. Vitrocerâmicos. Caracterizar.

1 INTRODUÇÃO

A ciência e a engenharia de materiais classificam os materiais em três categorias básicas: metais, polímeros e cerâmicas. Uma outra categoria é a dos materiais avançados, os quais são usados em aplicações de alta tecnologia. Dentro desta classe estão os biomateriais. Estes, são empregados em componentes implantados no corpo humano com a finalidade de substituir ou restabelecer as funções totais ou parciais de determinado órgão ou tecido lesionados (CALLISTER Jr. e RETHWISCH, 2012).

1 Será preenchido pela Comissão após avaliação com as informações dos metadados da submissão.

2 Será preenchido pela Comissão após avaliação com as informações dos metadados da submissão.

3 Será preenchido pela Comissão após avaliação com as informações dos metadados da submissão.

Materiais biocerâmicos apresentam uma importância significativa na ciência e tecnologia biomédica. Esses novos biomateriais devem apresentar como características a disponibilidade, esterilidade, segurança, reprodutibilidade e custo-benefício. O desenvolvimento de novas biocerâmicas com o auxílio de avanços na ciência e engenharia de materiais visam melhorar significativamente a saúde do paciente e seu padrão de vida (CAVALCANTE, 2019).

Dentro da classe de biocerâmicas estão os materiais vítreos: biovidros e biovitrocerâmicas. O uso dos vidros bioativos teve início com o desenvolvimento inovador do Bioglass 45S5 por Larry Hench, em 1969. Constituído por um sistema quaternário do tipo $\text{SiO}_2\text{-CaO-Na}_2\text{O-P}_2\text{O}_5$, sendo ainda considerado o modelo-base para os biovidros (RODRIGUES, 2013). A principal característica diferenciadora deste material biocompatível é a sua capacidade para promover rápida e durável ligação química, através da interface apatítica, com o tecido ósseo, o que lhe valeu a designação de vidro bioativo (HENCH e BEST, 2013; JONES, 2013).

O desenvolvimento de vidros do sistema $\text{SiO}_2\text{-CaO-Na}_2\text{O-P}_2\text{O}_5$ tem recebido crescente atenção, devido a sua apropriada aplicação médica. Tem sido reportado que algumas vitrocerâmicas deste sistema, após o processo de cristalização indicaram a presença de fases fosfatadas como a apatita, que apresentam boas propriedades mecânicas e a habilidade de formar ligações químicas fortes com o osso (AGHTOPOULOS et. al., 2006; SALAMA et. al., 2006).

Vitrocerâmicas são materiais inorgânicos policristalinos contendo uma fase vítrea residual, obtidos através do processo de cristalização controlada de sistemas vítreos apropriados (KINGERY et al., 1975). Essa nomenclatura indica que estes materiais cerâmicos não são processados da maneira usual, mas através de duas etapas: a primeira envolve fusão e conformação do artigo vítreo no formato desejado; e a segunda etapa envolve a transformação do vidro num material policristalino (mono ou multifásico) através dos mecanismos de nucleação e crescimento de cristais.

A importância tecnológica das vitrocerâmicas deve-se a vários aspectos, sendo que o principal, talvez, esteja na possibilidade de obtenção do vidro com composição química uniforme e moldada na forma desejada.

De particular interesse é a obtenção de biomateriais que possam ser utilizados em restaurações ósseas. Entretanto, algumas diferenças importantes devem ser salientadas no desenvolvimento de vitrocerâmicas para tais aplicações médicas. Para aplicação como implantes ósseos devem ser biocompatíveis, e em muitos casos bioativas, possuir alto módulo de fratura, alta tenacidade à fratura e módulo de Young baixo compatível ao do osso.

A espectroscopia vibracional tornou-se uma técnica bastante acessível depois da ampla difusão de espectrômetros de infravermelho com transformada de Fourier. O fato de ser possível a obtenção de espectros digitalizados com alta razão sinal/ruído tornou a técnica potencialmente importante para novas aplicações (TRASFERETTIT; DAVANZO, 2001).

A espectroscopia de infravermelho (IV) tem sido amplamente utilizada no estudo da estrutura de materiais vítreos como $v\text{-SiO}_2$, $v\text{-GeO}_2$ e $v\text{-BeF}_2$ (TRASFERETTIT; DAVANZO, 2001). Além desses vidros típicos, outros tipos de materiais vítreos vêm sendo estudados por espectroscopia no IV, tais como boratos (KAMITSOS et al., 1997), fluoretos (ALMEIDA, 1992), fosfatos (BRUNI et al., 1994) e óxidos de metais pesados (KHARLAMOV et al., 1996). A principal vantagem dessa técnica é ser direta na investigação de estruturas. Entretanto, uma vez que não há uma única teoria que permita o cálculo direto da estrutura vítrea a partir das informações espectrais, os modelos estruturais são inferidos e construídos dentro dos limites delineados pelos espectros disponíveis (ALMEIDA, 1988).

O trabalho teve como objetivo principal sintetizar, pelo método sol-gel, e caracterizar, pelo método de Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), o pó precursor de vitrocerâmica, através do sistema $\text{SiO}_2\text{-CaO-Na}_2\text{O-P}_2\text{O}_5$, usando metassilicato de sódio ($\text{Na}_2\text{SiO}_3\cdot 5\text{H}_2\text{O}$) como fonte de sílica. De modo que, futuramente possam ser testadas e utilizadas para fins biomédicos.

2 METODOLOGIA

Os principais materiais utilizados foram: metassilicato de sódio pentahidratado ($\text{Na}_2\text{SiO}_3\cdot 5\text{H}_2\text{O}$); água de osmose reversa; etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$); ácido nítrico (HNO_3); pentóxido de fósforo (P_2O_5); nitrato de cálcio tetra hidratado ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$). Os reagentes utilizados foram estequiometricamente pesados em balança analítica. Em um béquer com 150 mL de água de osmose reversa, sob agitação constante, em um agitador magnético, adicionou-se 5,0 g do $\text{Na}_2\text{SiO}_3\cdot 5\text{H}_2\text{O}$, e 2,5 mL de etanol, até obtenção de solução clara. Gotejou-se HNO_3 , com concentração de 2 mol/L, por 1 hora, para permitir a hidrólise completa. Após esse tempo, adicionou-se 0,5 g de P_2O_5 e 4,1 g de $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, respectivamente, com intervalo de 45 minutos, entre as adições desses reagentes. Em seguida, deixou-se a mistura sob agitação por mais 1 hora. O gel obtido foi transferido para uma placa de Petri e foi mantido a temperatura ambiente, em um dessecador, por 5 dias para o envelhecimento, após esse tempo foi seco em estufa à 60°C por 72 horas, para que o monólito se formasse. Posteriormente, o monólito foi tratado termicamente em diferentes temperaturas: 200°C por 40 horas, 600°C por 5 horas, 800°C por 3 horas e 1000°C por 2 horas.

3 RESULTADOS

3.1 ANÁLISE VISUAL

O precursor vítreo obtido (Figura 1) apresentou aspecto heterogêneo, com uma fase sólida e uma fase líquida. Após seco, notou-se que o pó precursor estava relativamente homogêneo, de cor branca, característica dos óxidos usados, porém com aspecto rugoso. Após retirada da estufa a mistura foi peneirada, com peneira de abertura de $150\ \mu\text{m}$, com objetivo de homogeneizar o tamanho de partícula.

Figura 1 – Pó vítreo

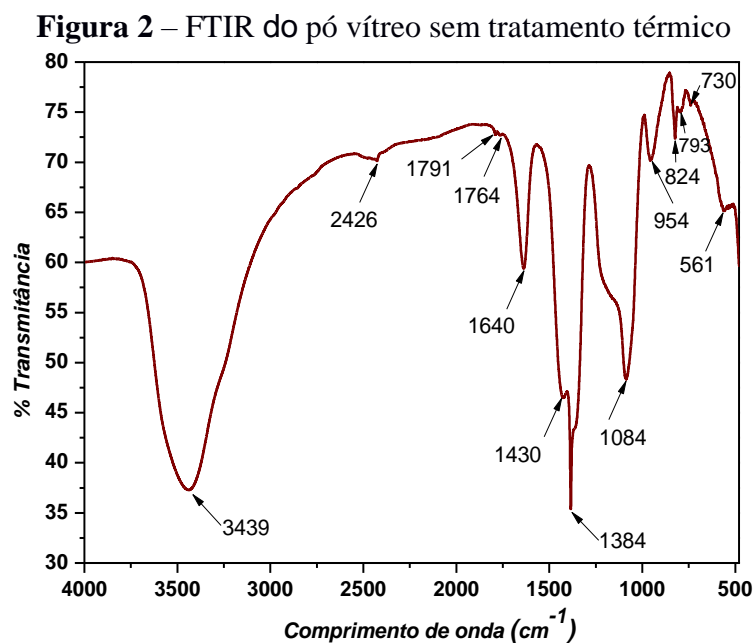


Fonte: Própria

3.2 FTIR DO PÓ VÍTREO SEM TRATAMENTO TÉRMICO

A análise dos grupos funcionais foi realizada por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR). As medições foram realizadas no modo de transmissão na faixa do infravermelho médio ($400 - 4000\ \text{cm}^{-1}$). A Figura 2 mostra o espectro de FTIR do pó precursor sem tratamento térmico. As bandas de absorção entre, aproximadamente, 1084 e $824\ \text{cm}^{-1}$, são atribuídas as vibrações de estiramento assimétrico e simétrico da ligação Si-O-Si ,

respectivamente. Segundo Adams et al. (2013) a banda observada em 730 cm^{-1} corresponde a vibração simétrica de estiramento da ligação Si-O-Si, que é referente a silicatos cristalinos. E a banda em 561 cm^{-1} é atribuída a vibração de flexão da ligação Si-O-Si, característico de silicatos amorfos (ADAMS et al., 2017). As bandas fracas de absorção que aparecem em 1430 e 1550 cm^{-1} , são atribuídas a absorção do grupo carbonato. Já as bandas de absorção em 3439 cm^{-1} (larga) e 1640 cm^{-1} (fraca) correspondem ao alongamento do grupo OH (hidroxila) e vibrações angulares, respectivamente, de moléculas de água, uma indicação de que o teor de água em a amostra era baixo. As bandas de absorção entre 1384 e 954 cm^{-1} são absorções correspondentes ao grupo fosfato (ADAMS et al., 2013).



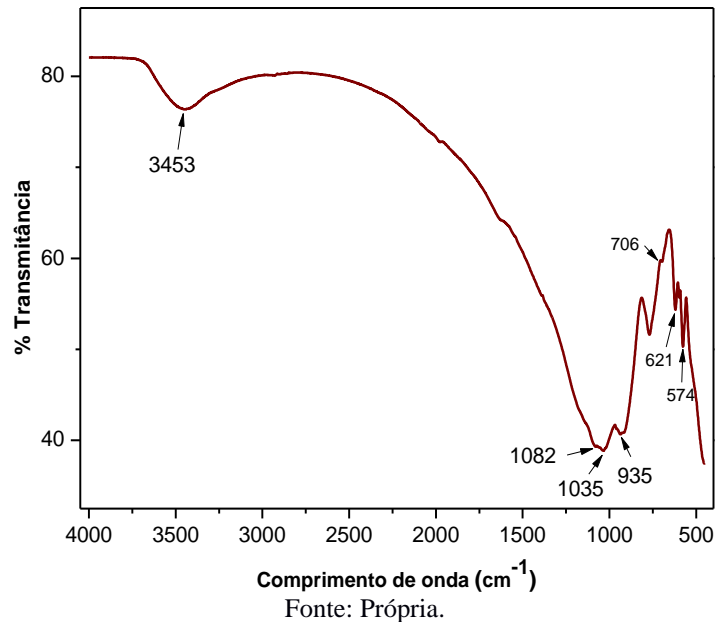
Fonte: Própria.

4 FTIR DO PÓ VÍTREO COM TRATAMENTO TÉRMICO

A análise dos grupos funcionais foi realizada da mesma maneira que a anterior. A Figura 3 mostra o espectro de FTIR do pó precursor tratado termicamente, na faixa de 200 a 1000 °C . Como pode ser observado, o espectro mostra a presença de duas bandas de absorções estreitas em 574 e 621 cm^{-1} , características da vibração de flexão da ligação P-O, devido à presença de uma fase cristalina de fosfato de cálcio (semelhante à apatita). A banda mostrada em 935 cm^{-1} pode ser devido a presença de cálcio, devido ao pico estar relacionado às ligações Si-O-Ca contendo oxigênio sem ponte. As bandas de 1035 e 1082 cm^{-1} também são atribuídas à ligação P-O, embora mascarados pela ampla faixa de silicato. Já a banda de absorção em 3453 cm^{-1} corresponde a absorção do grupo OH (hidroxila). Conforme Chen e Thouas (2011) os picos em 706 cm^{-1} são atribuídos à vibração simétrica de estiramento Si-O-Si no silicato cristalino e os picos em 706 e 557 cm^{-1} podem ser atribuídos à fase cristalina.

Como pode ser observado na Figura 3, houve mudanças nas intensidades das bandas de absorções, assim como o desaparecimento de algumas bandas com tratamento térmico, quando comparado com a Figura 2, isso ocorre devido ao processo de cristalização do vidro. À medida que a temperatura aumenta o pó vítreo amorfo vai tornando-se cristalino, ocasionando uma mudança estrutural e conseqüentemente a formação da vitrocerâmica com a fase desejada.

Figura 3 – FTIR do pó vítreo tratado termicamente entre 200 a 1000 °C



4 CONCLUSÃO

O processo de síntese pelo método sol-gel usando o metassilicato de sódio como precursor para sílica, mostrou-se satisfatório para obtenção do biovidro, conforme confirmado pelo Infravermelho com Transformada de Fourier (FT-IR). De modo que a síntese da vitrocerâmica se encontra em fase inicial, e assim após a etapa de formação do vidro ocorrerá a cristalização para formação da vitrocerâmica. Portanto, outras análises como DRX, RAMAN, MEV, EDX, serão realizadas para confirmação dos dados até agora obtidos. Ainda, após essas análises serão realizados testes biológicos para avaliar a bioatividade da vitrocerâmica obtida.

5 AGRADECIMENTOS

Aos professores Dra. Edvânia Teófilo e Dr. Thiago Mielle, pela ajuda nas compras dos reagentes essenciais para o desenvolvimento dessa pesquisa.

À Universidade Federal do Cariri e à Pró Reitoria de Pesquisa, Pós-Graduação e Inovação pelos insumos ofertados como meio de realização da pesquisa.



UNIVERSIDADE
FEDERAL DO CARIRI



PRPI
Pró-Reitoria de Pesquisa,
Pós-Graduação e Inovação

REFERÊNCIAS

- ADAMS, L. A. *et al.* Bioactive glass 45S5 from diatom biosilica. **Journal of Science: Advanced Materials and Devices**, v. 2, p. 476-482, 2017.
- ADAMS, L. A. *et al.* Sol-Gel Synthesis of $\text{SiO}_2\text{-CaO-Na}_2\text{O-P}_2\text{O}_5$ Bioactive Glass Ceramic from Sodium Metasilicate. **New Journal of Glass and Ceramics**, v. 3, p. 11-15, 2013.
- AGATHOPOULOS, S.; TULYAGANOV, D.U.; VENTURA, J. M.G; KANNAN, S.; SARANTI, A.; KARAKASSIDES, M.A.; FERREIRA, J. M. F. Structural analysis and devitrification of glasses based on the CaO-MgO-SiO_2 system with B_2O_3 , Na_2O , CaF_2 and P_2O_5 additives. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 352, n. 4, p. 322–328, 2006.
- ALMEIDA, R. M.; **J. Non-Cryst. Solids**, 106, 347, 1988.
- ALMEIDA, R.M.; **J. Non-Cryst. Solids**, 140, 92, 1992.
- BRUNI, S.; CARIATI, F.; NARDUCCI, D.; **Vib. Spectrosc.**, 7, 169, 1994.
- CAVALCANTE, L. A. **Desenvolvimento de biocerâmica porosa a partir da hidroxiapatita extraída de escamas de pirarucu (Arapaima gigas)**. 2019. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2019.
- CHEN, Q. Z., THOUAS, G.A. Fabrication and characterization of sol–gel derived 45S5 Bioglass–ceramic scaffolds. **Acta Biomaterialia**, v. 7, n. 10, p. 3616-3626, 2011.
- HENCH, L. L.; BEST, S. M. *Biomaterials Science: An introduction to Materials in Medicine*, 2013.
- JONES, J. R. Review of bioactive glass: From Hench to hybrids. **Acta Biomaterialia**. v. 9, n. 1, p. 4457-4486, 2013.
- KAMITSOS, E. I.; YIANNPOULOS, Y. D.; VARSANIS, C. P.; JAIN, H.; **J. Non-Cryst. Solids** **1997**, 222, 59
- KHARLAMOV, A. A.; ALMEIDA, R. M.; Heo, J.; **J. Non-Cryst. Solids**, 202, 233, 1996.
- KINGERY, W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. *Phase transformation*. In: Introduction to Ceramics. **New York: Academic Press**, 2^a ed., p. 368-375, 1975.
- RODRIGUES, L. B. Aplicações de biomateriais em ortopedia. **Estudos Tecnológicos em Engenharia**, v. 9, n. 2, p. 63-76, 2013.
- SALAMA, S. N.; DARWISH, H.; ABO-MOSALLAM, H. A. HA forming ability of some glass- ceramics of the $\text{CaMgSi}_2\text{O}_6\text{-Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F-CaAl}_2\text{SiO}_6$ system. **Ceramics International**. v. 32, n. 4, p. 357–364, 2006.
- THOMAS, A., BERA, J. Crystallization and sintering behavior of Glass-ceramic powder synthesized by Sol-Gel Process. **Journal of The Australian Ceramic Society**, v. 52, n. 2, 2016.
- TRASFERETTI, B.C.; DAVANZO, C.U. Introdução às técnicas de reflexão especular e reflexão-absorção no infravermelho: (1) reflexão especular. **Quím. Nova**, v. 24, n. 1, p. 94-98, 2001.