

# RESISTÊNCIA À FRATURA DE VITROCERÂMICOS DO SISTEMA $3\text{CaO}\cdot\text{P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$

J. K. M. F. Daguano<sup>1</sup>, P. A. Suzuki<sup>1</sup>, C. Santos<sup>1</sup>, M.H.V.Fernandes<sup>2</sup>, C.N.Elias<sup>3</sup>

<sup>1</sup>USP-EEL, Universidade de São Paulo- Escola de Engenharia de Lorena/ Departamento de Engenharia de Materiais, Pólo Urbo-Industrial, Gleba AI-6, s/n, Lorena-SP, CEP. 12600-000, Brasil

<sup>2</sup>UAveiro- CECICO, Universidade de Aveiro, Departamento de Engenharia Cerâmica e do Vidro, Campus Universitário de Santiago, 3810-193, Aveiro-Portugal.

<sup>3</sup>IME - Instituto Militar de Engenharia, Laboratório de Biomateriais, Pr. General Tibúrcio, 80, Pr Vermelha, CEP 22290-270, Rio de Janeiro-RJ, Brasil

[ju\\_daguano@yahoo.com.br](mailto:ju_daguano@yahoo.com.br)

## RESUMO

*O objetivo desse trabalho foi avaliar a resistência à fratura de vidros e vitrocerâmicos do sistema  $3\text{CaO}\cdot\text{P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$ , correlacionando-a com características microestruturais e cristalográficas destes materiais. Pós de alta pureza de  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)\cdot\text{H}_2\text{O}$ , foram misturados/moídos em proporções estequiométricas, e posteriormente fundidos a  $1600^\circ\text{C}\cdot 4\text{h}$ . Os fundidos foram recozidos a temperatura de  $700^\circ\text{C}\cdot 2\text{h}$ , confeccionando blocos de biovidros. O material foi tratado termicamente a temperaturas variadas de  $700^\circ\text{C}$  a  $1100^\circ\text{C}$ , por  $4\text{h}$ , com resfriamento controlado a  $3^\circ\text{C}/\text{min}$ , obtendo-se amostras com diferentes graus de cristalização. As fases cristalinas presentes nos vitrocerâmicos foram analisadas por difração de raios X de alta resolução, tendo whitlockita como fase principal. A microestrutura do material, a qual apresenta separação de fases, foi estudada através de MEV. A resistência à fratura foi avaliada por ensaio de flexão em 4-pontos, com corpos-de-prova com dimensões de  $25 \times 2 \times 1,5\text{mm}$ , obtendo-se melhores resultados para os vitrocerâmicos tratados a  $975^\circ\text{C}$ .*

Palavras-chave: Vitrocerâmico, Cristalização, Caracterização, Sistema  $3\text{CaO}\cdot\text{P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$ , Ensaio de flexão em 4-pontos.

## INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de vidros do sistema  $\text{CaO}\text{-P}_2\text{O}_5\text{-MgO}\text{-SiO}_2$  tem recebido crescente atenção, especialmente durante as duas últimas décadas, devido a sua

apropriada aplicação biomédica. Um dos maiores fatores que determinam as propriedades bioativas dos vidros é a presença da sílica. Muitas composições têm sido desenvolvidas, enfatizando-se a cristalização parcial destes sistemas vítreos, com o alvo de melhorar a bioatividade e as propriedades mecânicas<sup>(1)</sup>.

A bioatividade de um material é considerada um dos responsáveis pela interface que resulta na ligação entre o tecido e o material<sup>(2-3)</sup>. Em sistemas formadores de vidros, estudos têm mostrado que a cristalização parcial de vidros diminui o nível de bioatividade, sendo que um vidro bioativo pode tornar-se um material inerte. Mas em muitos casos, dependendo da aplicação do material, a formação de fases cristalinas através de um processo de tratamento térmico torna-se interessante, pois de forma geral aumenta sua resistência mecânica.

Tem sido reportado que alguns vitrocerâmicos do sistema MgO-CaO-SiO<sub>2</sub>-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, contendo apatita e fases β-wolastonita, com boas propriedades mecânicas e habilidade de formar ligações químicas fortes com o osso, podem ser produzidos através da sinterização e subsequente cristalização do vidro em pó. O efeito das mudanças da composição na bioatividade e no comportamento da cristalização de alguns vitrocerâmicos localizados em algumas regiões do sistema também tem sido investigado<sup>(4-5)</sup>.

Outra fase cristalina encontrada neste sistema de vitrocerâmicos é a whitlockita ou β-fosfato tricálcico (Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, β-TCP), utilizada em diferentes aplicações, tais como, regeneração de tecidos, preenchimento, carregamento de drogas, cimentação de ossos, engenharia de tecidos<sup>(6)</sup>. Materiais a base de fosfato de cálcio são promissoras alternativas sintéticas a implantes usados em cirurgias de reposição óssea, devido a sua similaridade com a composição do osso que permite alta capacidade de ligação química a este<sup>(7)</sup>.

Atualmente, já existem vitrocerâmicos comerciais aplicados em alguns tipos de implantes. São citados como exemplos os vitrocerâmicos de Kokubo, quais sejam o Ceravital<sup>(8-9)</sup> utilizado como um osso artificial do ouvido médio e o Cerabone® A/W<sup>(10-11)</sup>, em cirurgias vertebrais. Uma recente aplicação realizada com sucesso, descrita por Schepers para biovidros granulados, é o reparo do osso. Um dos fatores limitantes é a dificuldade em produzir um revestimento com boa aderência em um processo industrial<sup>(12)</sup>.

Dessa forma, a aplicação dos vitrocerâmicos pode ser limitada por uma inadequada propriedade mecânica. Seu desempenho mecânico não é somente

determinado pela sua microestrutura (tamanho dos cristais, forma e orientação, fração do volume cristalizado, etc.), mas também pela tensão residual <sup>(13)</sup>. Sabendo disso, a resistência à fratura torna-se um fator relevante a ser avaliado, pois o emprego de implantes com formatos consolidados requer destes a capacidade de suportar tensões sem fraturar.

O objetivo deste trabalho é determinar a resistência à flexão de vidros e vitrocerâmicos do sistema  $3\text{CaO.P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$ , correlacionando-a aos diferentes graus de cristalinidade, bem como às diferentes fases cristalinas presentes nos materiais, permitindo a obtenção de implantes ósseos com melhores propriedades mecânicas que possibilitam a sua prévia conformação em formato desejado.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### Processamento

Pós de alta pureza de  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{MgO}$  (Merck),  $\text{SiO}_2$  (Quartzo - Fluka) e foram utilizados como matérias-primas. As amostras de biovidro foram preparadas seguindo a composição  $52,75\ 3\text{CaO.P}_2\text{O}_5 - 30,00\ \text{SiO}_2 - 17,25\ \text{MgO}$  (% em peso). A mistura de pós foi preparada por via-úmida, em Moinho de bolas. A moagem foi feita por 1h utilizando álcool isopropílico como veículo e bolas de  $\text{ZrO}_2$  sinterizadas como meio de moagem. Após a moagem, a mistura de pós foi secada em estufa a  $90^\circ\text{C}$  por 24h, e em seguida, fragmentada em almofariz de ágata com subsequente peneiramento em peneira de  $125\mu\text{m}$ .

A mistura de pós foi fundida em cadinho de platina usando forno vertical com elevação de acionamento pneumático (UFSCar), a temperatura de  $1600^\circ\text{C}$  por 4h. O fundido foi vertido em matriz metálica de bronze, obtendo-se barra com  $15\times 15\times 50$  mm. Essa barra foi resfriada ao ar, e, em seguida, submetida ao recozimento a  $700^\circ\text{C}$  por 2h, em forno tipo mufla, com taxa de resfriamento de  $3^\circ\text{C}/\text{min}$ , visando minimizar a geração de tensões térmicas no material.

As amostras de biovidro foram tratadas termicamente a 700, 800, 900, 975 e  $1100^\circ\text{C}$ , por 4h, com resfriamento controlado ( $3^\circ\text{C}/\text{min}$ ), visando à cristalização parcial da fase amorfa presente nos biovidros originalmente obtidos.

Uma parte das amostras foi preparada para o ensaio de flexão em 4-pontos, sendo cortada na dimensão de  $25\times 2\times 1,5$  mm e tendo uma das superfícies lixada e

em seguida, polida com pastas de diamantes com tamanhos de partículas de 9, 6 e 3  $\mu\text{m}$ , utilizando politriz automática. Outra parte foi fragmentada e peneirada até tamanho de partícula de 32 $\mu\text{m}$  para posterior análise em HRXRD (difração de raios X de alta resolução).

### Caracterizações

As análises térmicas de TGA e DTA foram realizadas pelo Instituto de Química da Unicamp – IQM, sob as condições de ar sintético como atmosfera, fluxo de 100mL/min, rampa de aquecimento de 30 - 1150°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min e isoterma de 65 min a 1150°C.

Os pós das amostras vítreas e cristalizadas após tratamento térmico, foram analisados por Difractometria de Raios-X de Alta Resolução (HRXRD), no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), na linha de luz XRD1 – D12A, em um difratômetro de múltiplos eixos de marca Hubber. As medidas foram feitas em uma configuração de dois círculos concêntricos acoplados ( $\omega$ -2 $\theta$ ), com incidência de um feixe monocromatizado de 10 keV ( $\lambda = 1,2398 \text{ \AA}$ ). Os pós foram pulverizados em um suporte cilíndrico (10 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade) e mantido em rotação para promover a aleatoriedade dos planos cristalinos. O feixe difratado foi coletado por um cristal analisador de germânio (200) e detector de cintilação. As fases presentes nas amostras foram identificadas com uma varredura entre 7° e 50°, com passo de 0.01° e 1s/contagem.

A microestrutura da superfície do material foi revelada através de ataque químico com ácido nítrico (HNO<sub>3</sub> 0,5M) por 30s, em seguida, promoveu-se a metalização com filme de ouro. A observação dos materiais foi executada utilizando microscópio eletrônico de varredura modelo LEO 1450VP.

### Propriedades mecânicas

O módulo de ruptura por flexão (MOR) foi determinado por teste de flexão em 4-pontos, utilizando dispositivo de flexão em 4-pontos com espaçamentos externo e interno de 20 e 10 mm, respectivamente. A velocidade de deslocamento do êmbolo foi de 0,2mm/min a temperatura ambiente, usando máquina de ensaio MTS 810 (50N).

Para evitar o efeito do acabamento superficial nas propriedades mecânicas, a rugosidade das superfícies polidas foi medida em todas as amostras, usando um

medidor de rugosidade superficial Mitutoyo SJ-201, em ambas as direções longitudinais e transversais, da superfície da amostra submetida a esforços de tração durante o ensaio.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Caracterização Térmica

A Figura 1 apresenta os resultados da análise térmica diferencial (DTA) e análise termogravimétrica (TGA). Nela os resultados indicam a possibilidade da formação de três fases cristalinas, de acordo com os picos exotérmicos detectados próximos a 835, 962 e 1077°C, como pode ser observado abaixo. A análise de TGA mostra que não há perda de massa significativa (menos de 1%) no intervalo de temperatura decorrido.

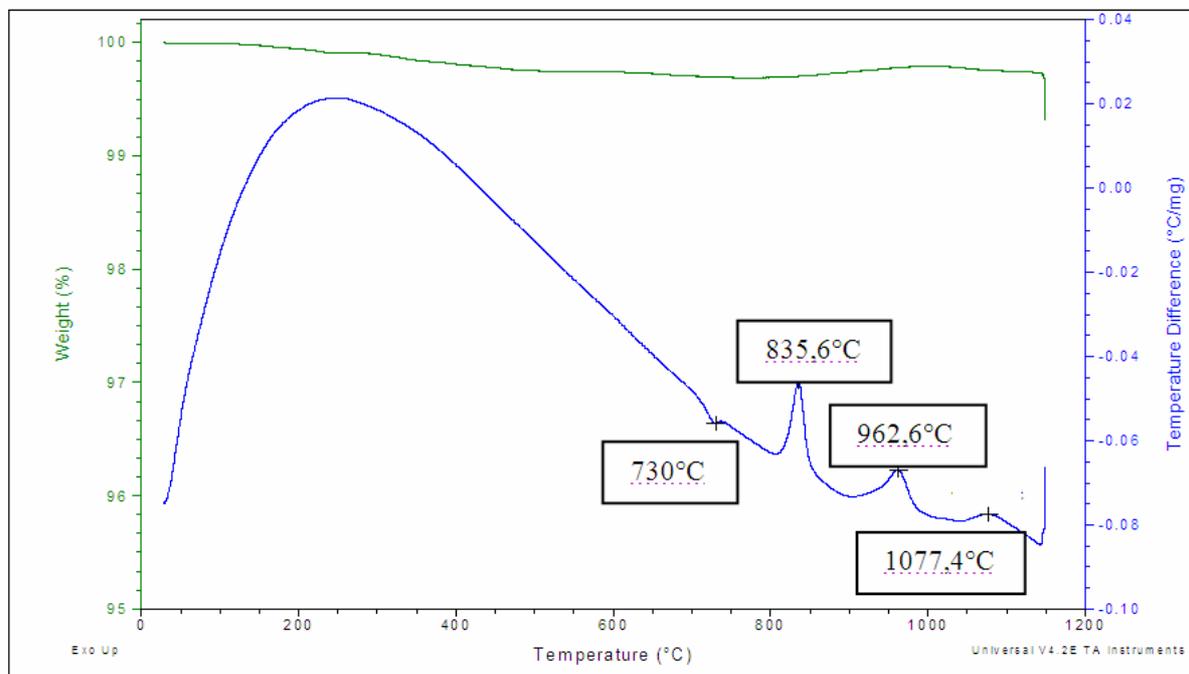


Figura 1 - Análise térmica do biovidro desenvolvido nesse trabalho.

O vidro não nucleado encontra  $T_g$  próxima de 730°C (como determinado por DTA). Estudos prévios <sup>(1,14-15)</sup> afirmam que o primeiro pico corresponde à formação de  $\beta$ -tricálcio fosfato com Mg - substituído (designada Whitlockita) cuja fórmula química é  $3(\text{Ca,Mg})\text{O} \cdot \text{P}_2\text{O}_5$  e o segundo corresponde à precipitação de um silicato.

### Fases Cristalinas

Os resultados de difração de raios-X para todas as amostras tratadas termicamente em diferentes temperaturas estão presentes na Figura 2. É possível

observar o efeito do processo de devitrificação das amostras, o qual se torna mais acentuado com o aumento da temperatura de tratamento térmico, mostrando que a cristalização parcial pretendida foi atingida.

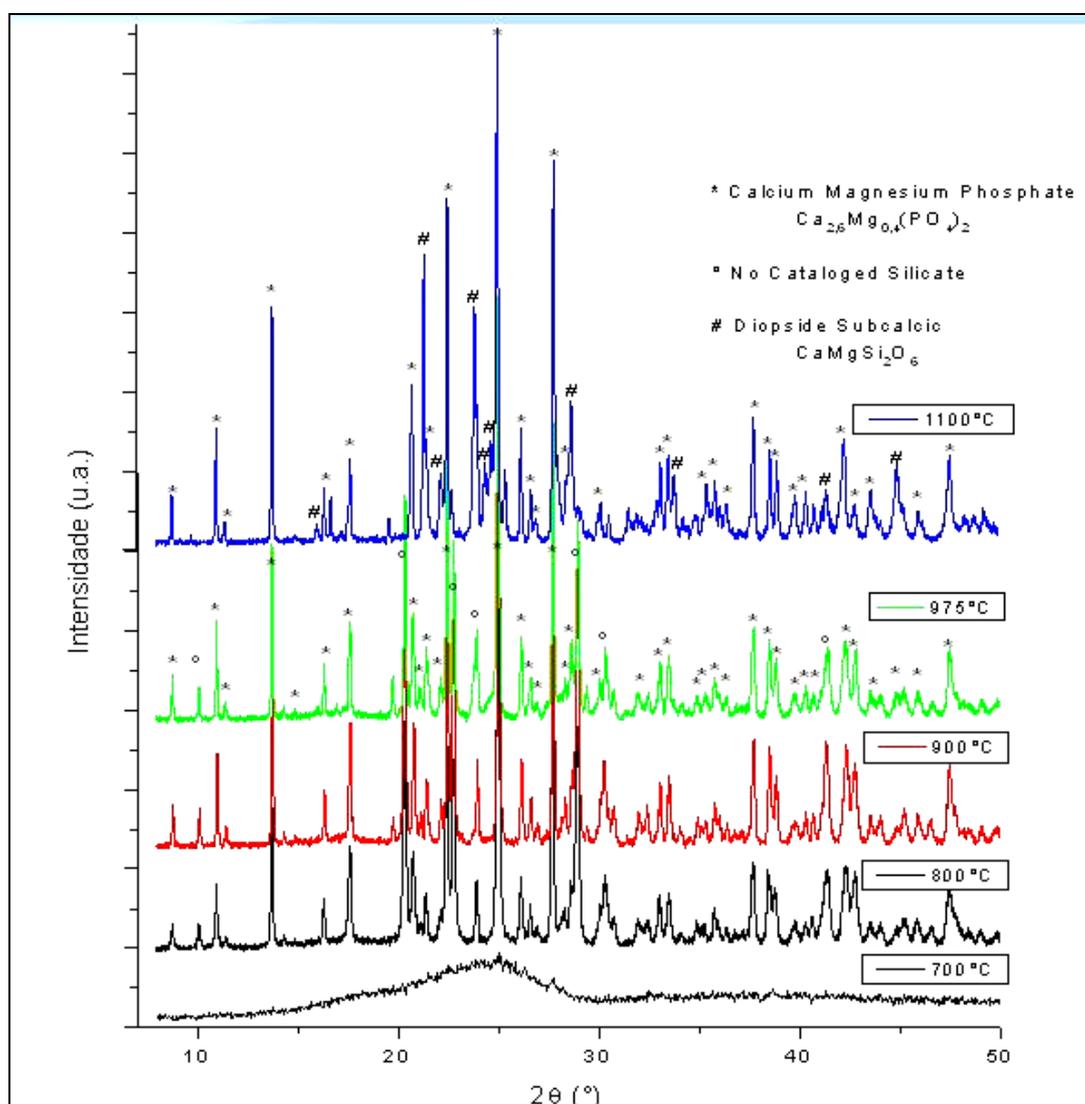


Figura 2 – Difratoograma de raios-X das amostras tratadas termicamente por 4h, em diferentes temperaturas: 700, 800, 900, 975 e 1100°C.

O difratograma mostra que a amostra tratada a 700°C possui estrutura amorfa não sofrendo assim um processo de cristalização, durante o tempo de exposição ao tratamento térmico (4h). Nas amostras tratadas a 800, 900, 975 e 1100°C, o pico de maior intensidade correspondente a whitlockita [ $Ca_{2.589}Mg_{0.411}(PO_4)_2$ ], ficha JCPDS 20-0348, se situa a  $2\theta = 31,35^\circ$ , sendo esta a principal fase formada na cristalização deste sistema de vidros. Para os tratamentos térmicos realizados nas temperaturas intermediárias, há a presença de uma fase cristalográfica não catalogada, correspondente a um silicato. Enquanto isso, a 1100°C aparecem picos da fase diopsita subcálcica, ficha JCPDS 03-0860, a qual está relacionada ao pico

exotérmico (1077°C) presente em DTA. As transformações de fases e o ganho de cristalinidade podem interferir diretamente nas propriedades mecânicas.

### Microestrutura

A Figura 3 apresenta os resultados da caracterização microestrutural dos vidros e vitrocerâmicos obtidos a partir do sistema  $3\text{CaO} \cdot \text{P}_2\text{O}_5 \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{MgO}$ . O núcleo (volume) do material submetido a tratamento térmico foi analisado por MEV, através de análise topográfica, a qual usa elétrons secundários para a obtenção de informações da superfície da amostra.

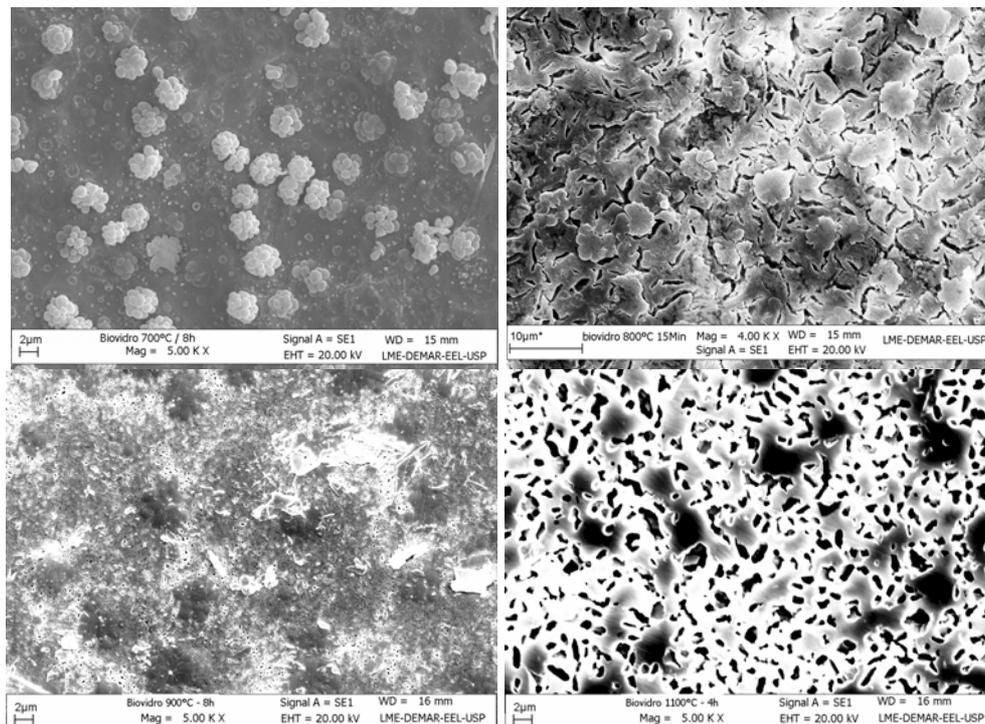


Figura 3 – Microestrutura dos materiais tratados termicamente a 700, 800, 900 e 1100°C, respectivamente.

Inicialmente, o material apresenta separação de fase como um resultado da imiscibilidade líquido-líquido, com fase dispersa que apresenta estruturas muito convolutas, do tipo “morular” ou “amora”. Oliveira<sup>(14)</sup> observou em estudos prévios a existência de mórulas amorfas e ricas em  $\text{SiO}_2$  no sistema  $3\text{CaO} \cdot \text{P}_2\text{O}_5 \cdot \text{SiO}_2 \cdot \text{MgO}$ .

O tamanho e morfologia dos precipitados de sílica variam com a temperatura de resfriamento, não sendo perceptíveis na amostra a 1100°C. Gotículas semi-esféricas de aproximadamente 3µm de diâmetro estão presentes a 700°C, este tamanho aumenta para praticamente 5µm quando a amostra é tratada a 800°C, sendo algumas delas coalescentes.

Também a 800°C tem-se indício da formação de uma fase cristalina onde antes era a matriz amorfa, sendo esta denominada whitlockita, a partir da associação com os resultados de difração de raios X. Em temperatura de 900°C, mórulas de sílica amorfa aparecem como uma segunda fase cristalina composta de um silicato, como resposta a cristalização parcial desta sílica. Com o tratamento térmico a 1100°C, o material sofre um rearranjo em sua estrutura, tornando-se presentes a fase whitlockita em maior proporção, e posteriormente, a fase diopsita subcálcica. Conforme aumento de temperatura de tratamento térmico, pode-se perceber o aumento do número de vazios nas amostras. Isto se deve à formação da fase cristalina que requer uma reestruturação atômica, fazendo uma condensação da rede cristalina em alguns pontos, mas levando a formação de espaços vazios em outros.

#### Propriedade Mecânica

Os resultados de resistência à fratura, obtidos através do ensaio de flexão em 4-pontos, e a rugosidade superficial das amostras tratadas termicamente a diferentes temperaturas estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Módulo de Ruptura e rugosidade dos materiais em estudo.

Temperatura (°C)	MOR (MPa)	Rugosidade	
		R <sub>a</sub> (μm)	R <sub>máx</sub> (μm)
700	71 ± 4	0,062 ± 0,029	0,575 ± 0,083
800	105 ± 7	0,112 ± 0,091	0,782 ± 0,180
900	116 ± 10	0,080 ± 0,041	0,828 ± 0,152
975	120 ± 12	0,032 ± 0,005	0,203 ± 0,040
1100	69 ± 4	0,054 ± 0,027	0,735 ± 0,112

É possível notar um aumento de aproximadamente 70% na resistência à fratura das amostras tratadas a 975°C, em relação à amostra vítrea. Esta melhoria na propriedade mecânica é devida ao maior arranjo atômico encontrado em materiais com alto grau de cristalinidade, que diminui a energia global do material, associada à desordem atômica e, conseqüentemente, diminui a tendência a falha frágil. Entretanto, à temperatura de 1100°C foi obtido o menor módulo de ruptura, o que pode estar relacionado à presença de poros analisada na microestrutura destas amostras, condicionada a fase diopsita subcálcica, combinada com a possibilidade

de tensões residuais geradas entre as novas fases cristalinas e associadas a diferença de coeficientes de expansão térmica entre as fases..

Apesar das amostras tratadas a 975°C mostrarem menor rugosidade em suas superfícies, esta variável não deve ser levada em consideração na avaliação do perfil de resistência à fratura de vidros e vitrocerâmicos em estudo, pois as diferenças não são tão significantes e não suficientes para afetar os resultados obtidos.

A resistência à flexão ( $\sigma_f$ ) de materiais cerâmicos, e conceitualmente de materiais vítreos e vitrocerâmicos, é diretamente proporcional a tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ), como predito pelos mecanismos de fratura elástica linear<sup>(16)</sup>, Equação A:

$$\sigma_f = \frac{K_{IC}}{Y\sqrt{c}} \quad (A)$$

onde  $Y$  é o fator geométrico correspondente a  $2/\sqrt{\pi} = 1,128$ , e  $c$  o tamanho crítico de falha. O tamanho crítico de falha determinado para cada amostra tratada em diferentes temperaturas está apresentado na Figura 4, e foi determinada utilizando resultados de tenacidade a fratura apresentados em trabalhos anteriores<sup>(17)</sup>.

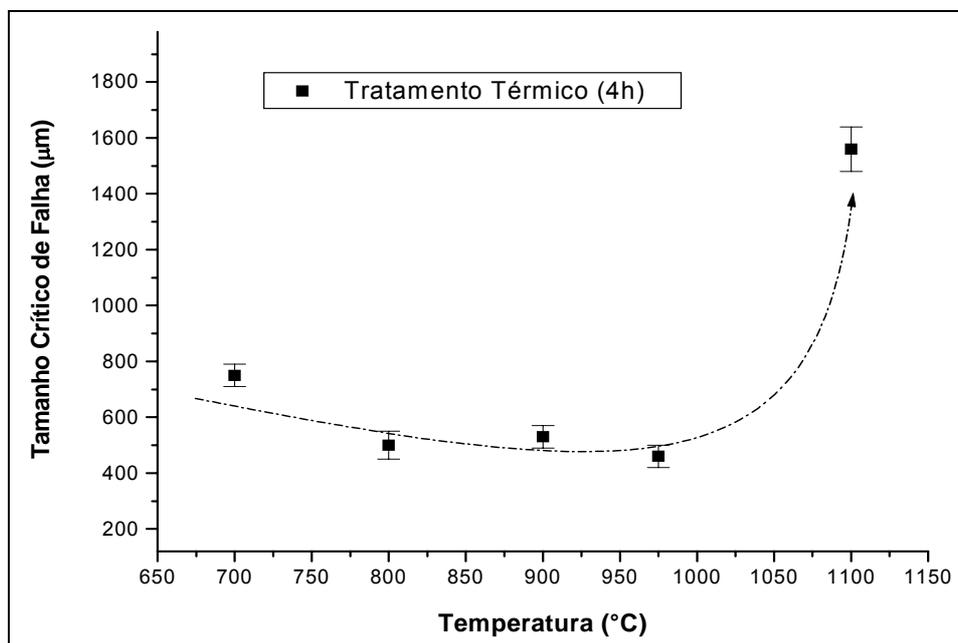


Figura 4 – Tamanho crítico de falha encontrado nos vidro e vitrocerâmicos.

Os tamanhos críticos de falha para as amostras tratadas a temperaturas variadas, exceto a 1100°C, são bem próximos, de forma a não influenciar significativamente no módulo de ruptura dos materiais.

## CONCLUSÕES

Foi observado que a cristalização da matriz vítrea obtida pela fusão de vidro do sistema  $3\text{CaO} \cdot \text{P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$ , levou a um aumento da resistência à fratura das amostras na maioria das condições de tratamento térmico experimentadas pelo material nesse estudo. Os resultados apresentados na análise térmica permitem identificar a possível cristalização de diferentes fases em três diferentes temperaturas, fato essencial para os resultados obtidos. Amostras vítreas apresentaram resistência a fratura média de 70MPa enquanto as amostras tratadas termicamente alcançaram resistência a flexão média de 120MPa. O aumento da temperatura de tratamento térmico levou a um aumento do grau de cristalinidade das amostras que se refletiu em ganhos de até 70%, nas amostras tratadas a  $975^\circ\text{C}$  em comparação aos materiais vítreos.

## AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer ao Prof. E. D. Zanotto e ao LaMaV - UFSCar, por nos permitirem a fusão dos vidros em suas instalações. Ao Instituto de Química da Unicamp pela realização das análises térmicas em seu laboratório. E também ao Prof. C. N. Elias e ao IME por possibilitarem a realização do ensaio de flexão. Os autores ainda agradecem à FAPESP pelo apoio financeiro, através dos processos 04/04386-1, 07/50681-3 e 07/50510-4.

## REFERÊNCIAS

1. J.M. Oliveira, R.N. Correia, M.H. Fernandes – “Effect of  $\text{SiO}_2$  on amorphous phase separation of  $\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$  glasses”, *Journal of Non-Crystalline Solids* 273(2000)59-63.
2. Oscar Peitl, E.D. Zanotto, Larry L. Hench – “Highly bioactive  $\text{P}_2\text{O}_5\text{-NaO}_2\text{-CaO-SiO}_2$  glass-ceramics” - *Journal of Non-Crystalline Solids*, 292(2001)115-126.
3. Hench, L. L. – “Bioceramics”, *Journal of the American Ceramic Society*, 81, 1998, 1705-1728.
4. V.K. Marghussian, A. Sheikh-Mehdi Mesgar – “Effects of composition on crystallization behaviour and mechanical properties of bioactive glass-ceramics in the  $\text{MgO-CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$  system”, *Ceramics International* 26 (2001) 415-420.
5. Day, D. – “Using Glass in the Body”, *The American Ceramic Society Bulletin*, 74, 1995, 64-68.
6. Y. Li, W. Weng, K.C. Tam “Novel highly biodegradable biphasic tricalcium Phosphates composed of a-tricalcium phosphate and b-tricalcium phosphate”, *Acta Biomaterialia* 3 (2007) 251–254.
7. J. Marchi, A.C.S. Dantas, P. Greil, J.C. Bressiani, A.H.A. Bressiani, F.A. Muller, “Influence of Mg-substitution on the physicochemical properties of calcium phosphate powders”, *Materials Research Bulletin* 42 (2007) 1040–1050.

8. Bromer, H.; Deutscher, K.; Blencke, B.; Pfeil, E.; Strunz, V. – “Properties of the Bioactive Implant Material *Ceravital*”, *Science of Ceramics*, 9, 1977, 219-225.
9. Ohtsuki, C.; Kushitani, H.; Kokubo, T.; Kotani, S.; Yamamuro, T. – “Apatite Formation on the Surface of Ceravital-type Glass-ceramic in the Body”, *Journal of Biomedical Materials Research*, 25, 1991, 1363-1370.
10. Kokubo, T.; Shigematsu, M.; Nagashima, Y.; Tashiro, M.; Nakamura, T.; Yamamuro, T.; Higashi, S. – “Apatite -and Wollastonite-Containing Glass-ceramic for Prosthetic Application”, *Bulletin of the Institute of Chemical Research Kyoto University*, 60, 1982, 260-268.
11. Kokubo, T. – “Bonding Mechanism of Bioactive Glass-ceramic A-W to Living Bone”, in Yamamuro, T.; Hench, L. L.; Wilson, J. – *CRC Handbook of Bioactive Ceramics*, 1, Boca Raton, CRC Press, 1990, 41-49.
12. J.A. Helsen, J.Proost, J.Schrooten, G.Timmermans, E.Brauns & J.Vanderstraetens – “Glasses and Bioglasses: Synthesis and Coatings”, *Journal of the European Ceramic Society*, S0955-2219(96)00176-8.
13. H.Pinto, L. Ito, M. Crovace, E.B. Ferreira, F.Fauth, T.Wroblewski, E.D. Zanotto, A.R. Pyzalla – “Surface and bulk residual stresses in  $\text{Li}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$  glass-ceramics” , *Journal of Non-Crystalline Solids* , 353(2007) 2307-2317.
14. J.M. Oliveira, R.N. Correia, Maria M.V. Fernandes “Formation of Convuluted Silica Precipitates during Amorphous Phase Separation in the  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2\text{-SiO}_2\text{-MgO}$  System”, *J.Am. Ceram. Soc.* 83[5] 1296- 98 (2000).
15. Oliveira, J.M.; Fernandes, M.H.; Correia, R.N.L.”*Development of a New Glass Ceramic in the System  $\text{MgO-3CaO.P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$ ”. *Bioceramics*, v. 5, p. 7-14, 1997.*
16. D.J. Kim, D.Y., Lee, *J. Biomed. Mater. Res.* 2000; 53(4): 438-443.
17. J.K.M. F. Daguano, C. Santos, P. A. Suzuki, L. A. Bicalho, M.H.F.V.Fernandes, Improvement of the mechanical properties of glasses based on the  $3\text{CaO.P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$  system after heat-treatment, PROCEEDINGS of Materiais 2009, Lisboa.

## **BENDING STRENGTH OF GLASS-CERAMICS BASED ON $3\text{CaO}\cdot\text{P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$ GLASS SYSTEM**

### **ABSTRACT**

*In this work, the Modulus of Rupture of bioactive glass-ceramic based on  $3\text{CaO}\cdot\text{P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$  system was investigated, aiming its use in bone-restorations. The mechanical property was correlated with microstructural and crystallographic features of this material. High-purity starting-powders,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)\cdot\text{H}_2\text{O}$ , were used in this study. The powders were mixed in a stoichiometric-ratio, using planetary ball-mill. The suspensions were dried, sieved and melted at  $1600^\circ\text{C}$ , for 4h. The casting ones were cooled quickly until annealing temperature  $700^\circ\text{C}$ , in which remained for 2h, with controlled cooling-rate until ambient temperature. Bulks of glass were heat-treated with temperatures varying between  $700^\circ\text{C}$  and  $1100^\circ\text{C}$ , for 4h, being after that, cooled at  $3^\circ\text{C}/\text{min}$ . Bioactive glass and glass-ceramic were characterized by HRXRD (high resolution Xray diffraction), where whitlockite was main phase. The microstructure was analyzed by scanning electronic microscopy. Modulus of Rupture was determined by four-point bending testing using specimens of  $1.5 \times 2 \times 25$  mm and glasses presented strength near to 70MPa, while glass ceramics treated at  $975^\circ\text{C}$ -4h, presented bending strength of 120MPa. .*

**Key-words:** Bioglass, Crystallization, Characterization,  $3\text{CaO}\cdot\text{P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$  system, 4-point bending testing.