

UMA ANÁLISE DO EFEITO DAS TRANSFORMAÇÕES DE FASE E DA CRISTALIZAÇÃO PARCIAL NO COMPORTAMENTO MECÂNICO DE VIDROS E VITROCERÂMICOS BIOATIVOS DO SISTEMA $3\text{CaO} \cdot \text{P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$

J.K.M.F. Daguano,⁽¹⁾ B.G.Simba⁽¹⁾ Santos, C.⁽²⁾⁽³⁾

¹EEL - USP, Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo, Polo Urbo-Industrial, Gleba AI-6, s/n, Mondesir, PC 116, Lorena, SP, Brasil

²UNIFOA- MeMAT, Centro Universitário de Volta Redonda - Pró-Reitoria de Pesquisa e Extensão, - V. Redonda (RJ), Brasil

³UERJ-FAT, Departamento de Mecânica e Energia - Rod Presidente Dutra, km 298, Resende-RJ, Brasil

ju_daguano@yahoo.com.br

Nesse trabalho vidros e vitrocerâmicos do sistema $3\text{CaO} \cdot \text{P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$ foram desenvolvidos, visando produzir classes de materiais com graus de cristalização distintos. Vidros foram fundidos a 1600 °C, e recozidos a 700 °C. Posteriormente parte desses vidros foi cristalizada em tratamentos térmicos que variaram de 770 °C a 1150 °C, em tempos de 4h. O processo de cristalização parcial e de transformações de fase modificou a estrutura do material gerando diferentes comportamentos mecânicos (resistência à fratura, dureza, tenacidade à fratura e módulo de elasticidade) em cada temperatura. Essa resposta mecânica do material é discutida neste trabalho em função da presença ou não de porosidade, da microestrutura, das fases cristalinas e da tensão térmica residual gerada entre as diferentes fases do material.

Palavras-Chave: Vitrocerâmicas, cristalização parcial, propriedades mecânicas

INTRODUÇÃO

Vidros e vitrocerâmicas do sistema $\text{CaO-P}_2\text{O}_5\text{-MgO-SiO}_2$ tem recebido crescente atenção, devido a sua apropriada aplicação biomédica, resultante da bioatividade experimentada por esses materiais⁽¹⁾. A bioatividade de um material é considerada um dos responsáveis pela interface que resulta na ligação entre o tecido e o material⁽²⁻³⁾. 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 $\text{MgO-CaO-SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$, 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⁽⁴⁻⁵⁾.

Outra fase cristalina encontrada neste sistema de vitrocerâmicos é a whitlockita ou β -fosfato tricálcico ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, β -TCP), utilizada em diferentes aplicações, tais como, regeneração de tecidos, preenchimento, carregamento de drogas, cimentação de ossos, engenharia de tecidos⁽⁶⁾. 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⁽⁷⁾.

Atualmente, já existem vitrocerâmicos comerciais aplicados em alguns tipos de implantes. São citados como exemplos os vitrocerâmicos de Kokubo, quais sejam o Ceravital⁽⁸⁻⁹⁾ utilizado como um osso artificial do ouvido médio e o Cerabone® A/W⁽¹⁰⁻¹¹⁾, 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⁽¹²⁾. 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 porosidade e tensão residual⁽¹³⁾.

O objetivo deste trabalho é determinar as propriedades mecânicas de interesse de vidros e vitrocerâmicos do sistema $3\text{CaO.P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$, correlacionando-as aos aspectos microestruturais, à presença de poros, e a diferentes graus de cristalinidade, bem como às diferentes fases cristalinas presentes nos materiais.

MATERIAIS E MÉTODOS

Processamento

Pós de alta pureza de CaCO_3 , $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2\text{H}_2\text{O}$, MgO e SiO_2 (Quartzo - Fluka) foram utilizados como matérias-primas. As amostras de biovidro foram preparadas seguindo a composição $52,75 \text{ 3CaO.P}_2\text{O}_5 - 30,00 \text{ SiO}_2 - 17,25 \text{ MgO}$ (% em peso). A mistura de pós foi preparada por via-úmida, em moinho de bolas, por 1h. A mistura de pós foi secada em estufa a 90°C -24h, e em seguida, desaglomerada 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 automática, na temperatura de 1600°C por 4h. O fundido foi vertido em matriz metálica de bronze, obtendo-se barras com $15 \times 15 \times 50\text{mm}$. Essas barras foram resfriadas ao ar, e, em seguida, submetida ao recozimento a 700°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 $700, 775, 800, 900, 975$ e 1100°C , por 4h (V700-4, V775-4, V800-4, V900-4, V975-4 e V1100-4), com resfriamento controlado ($3^\circ\text{C}/\text{min}$), visando à cristalização parcial da fase amorfa presente nos biovidros originalmente obtidos. As condições de temperatura foram escolhidas baseando-se em análises térmicas realizada em trabalho anterior⁽¹⁴⁾.

Uma parte das amostras foi preparada para os ensaios mecânicos e outra parte foi fragmentada e peneirada até tamanho de partícula de $32\mu\text{m}$ para posterior análise em difração de raios X.

Caracterizações

Os pós das amostras vítreas e cristalizadas após tratamento térmico foram analisados por Difratomia de Raios-X de Alta Resolução (HRXRD), no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), na linha de luz XRD1 – D12A. As medidas foram feitas em uma configuração de dois círculos concêntricos acoplados (ω - 2θ), 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. As fases

presentes nas amostras foram identificadas com passo de 0.01° e 1s/contagem.

A microestrutura da superfície do material foi revelada através de ataque químico com ácido nítrico (HNO₃ 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.

Para determinação da massa específica aparente das amostras utilizou-se o método de imersão proposto por Arquimedes.

Propriedades mecânicas

O módulo de ruptura por flexão (MOR) foi determinado em corpos de prova de seção de 25x2x1,5 mm, realizando-se 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 0,2 mm/min a temperatura ambiente, usando máquina de ensaio MTS 810 (50N). Dureza e tenacidade à fratura foram medidos pelo método de indentação Vickers, aplicando-se carga de 500 gF por 30 s.

As medidas para determinação dos módulos elásticos das amostras foram realizadas utilizando o método de ultrassom, onde são determinadas as velocidades de propagação de pulsos mecânicos longitudinais e transversais nas amostras. Foram submetidas a estas medidas amostras com dimensão de aproximadamente \varnothing 12 mm x 2,5 mm, sendo que suas superfícies foram desbastadas com lixas de SiC com granulometria até #800, e mantendo-se as faces opostas suficientemente e paralelas. Maiores detalhes são encontrados em trabalho anterior⁽¹⁴⁾. Os módulos de Young foram correlacionados com o percentual de porosidade presente na microestrutura através da equação Duckworth-Knudsen. Esta equação é geralmente usada para determinar a dependência de E com a porosidade de acordo com a Equação 1:

$$E = E_0 e^{-bP} \quad (1)$$

onde E é o módulo de Young, E_0 é o módulo de Young com zero de porosidade, P é a porosidade relativa e b o fator de correção da porosidade igual a 4,10 (para $P < 50\%$).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Fases Cristalinas

Os resultados de difração de raios X para amostras tratadas termicamente em diferentes temperaturas estão presentes na Figura 1.

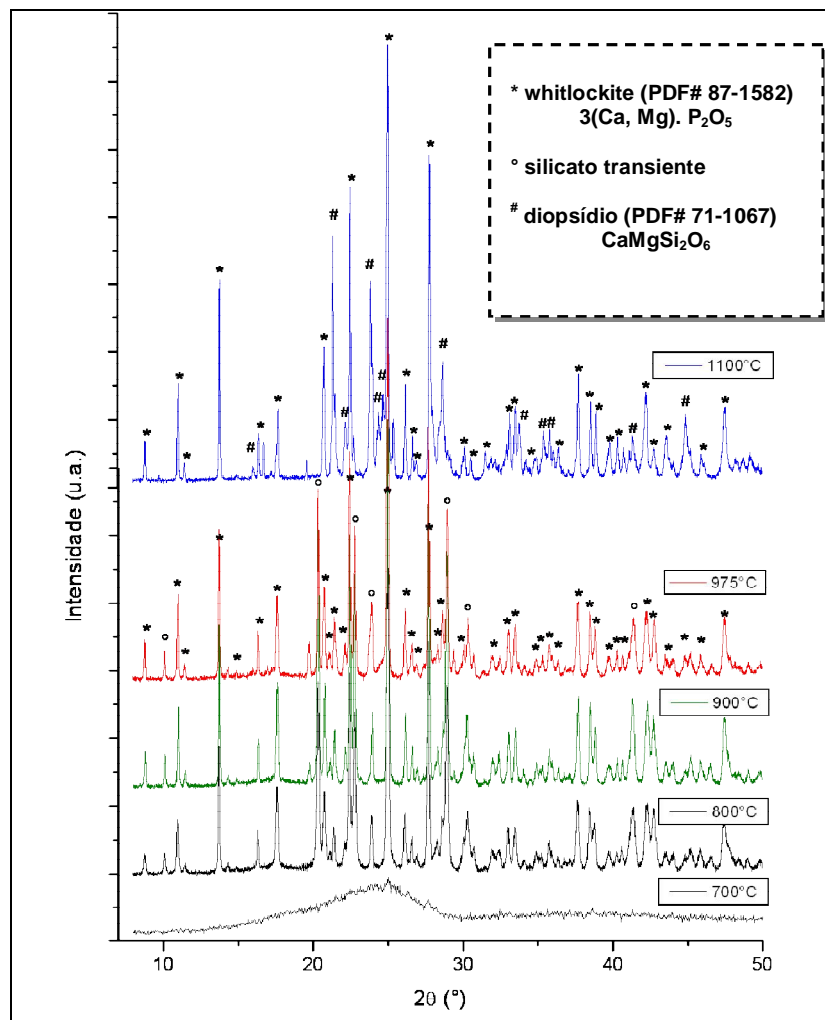


Figura 1 – Difratoograma de raios X das amostras tratadas termicamente por 4h, em diferentes temperaturas: 700, 800, 900, 975 e 1100°C.

É possível observar o efeito do processo de cristalização das amostras, o qual se torna mais acentuado com o aumento da temperatura de tratamento térmico, mostrando que a cristalização parcial pretendida foi atingida. O difratograma mostra que a amostra tratada a 700 °C possui estrutura amorfa em função da ausência de picos de difração, não sendo suficiente 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

whitlockite $[\text{Ca}_{2,589} \text{Mg}_{0,411}(\text{PO}_4)_2]$, ficha JCPDS 87-1582, o qual se situa a $2\theta \approx 25^\circ$, sendo esta a principal fase formada na cristalização desta composição 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 diopsídio, ficha JCPDS 71-1067, a qual está relacionada a transformação de fases do material.

Microestrutura

A Figura 2 apresenta micrografias representativas de vidros e vitrocerâmicos obtidos em diferentes temperaturas de tratamentos térmicos.

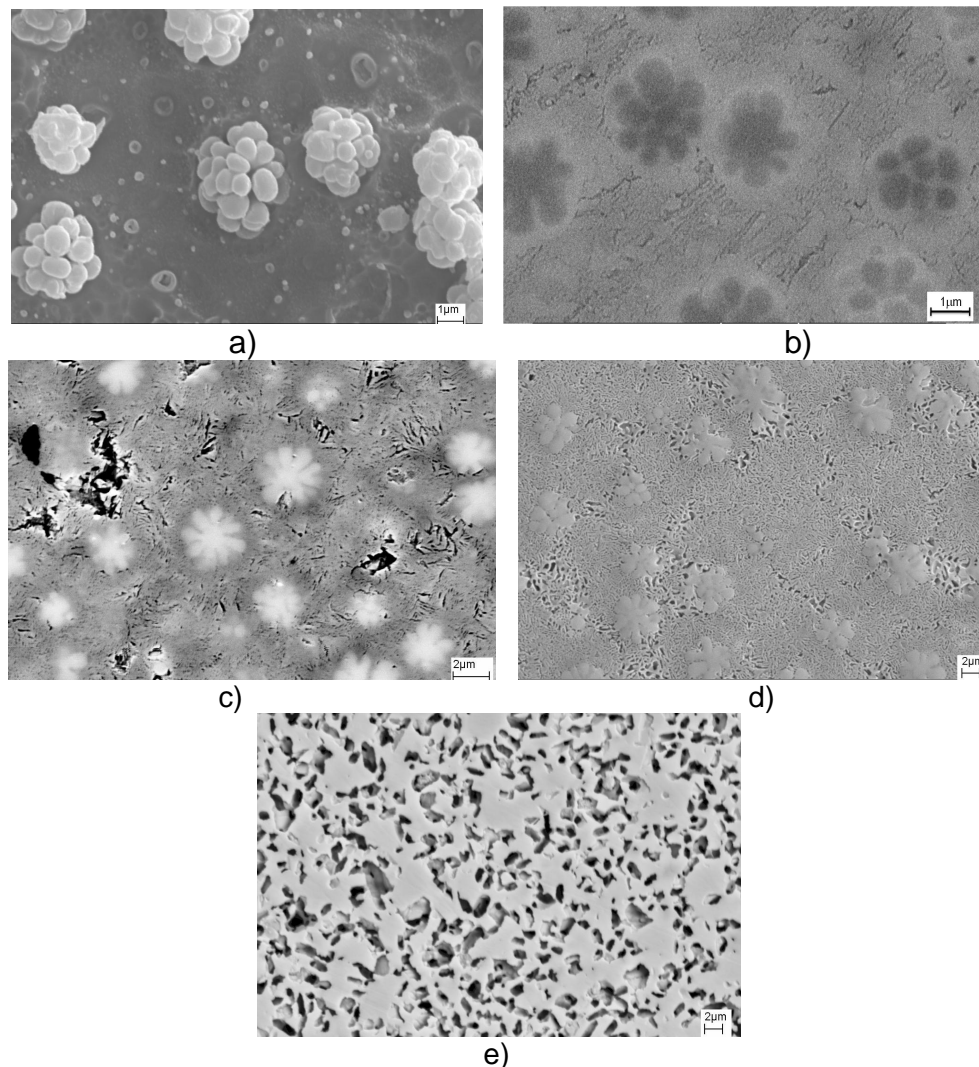


Figura 2. Micrografia das amostras tratadas (4h) nas seguintes temperaturas: a) 700°C , b) 775°C , c) 800°C , d) 975°C , e) 1100°C .

Na amostra recozida e tratada a 700 °C-4h (Figura 2.a), observa-se a separação de fase amorfa representada pela presença de mórulas amorfas de SiO₂, fato semelhante a amostra tratada a 775 °C (Figura 2.b). A condição de tratamento a 800 °C-4h, mostra já a cristalização da fase whitlockite (Figura 2.c). Na Figura 2.d são observadas mórulas amorfas de SiO₂, a matriz remanescente e vazios referentes a fase whitlockite lixiviada por ataque ácido. Por ultimo, Figura 2.e, as amostras tratadas a 1100°C-4h, mostra a presença da fase diopsídio e da matriz vítrea remanescente.

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⁽¹⁴⁾ observou em estudos prévios a existência de mórulas amorfas e ricas em SiO₂ no sistema 3CaO-P₂O₅-SiO₂-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 whitlockite, 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 whitlockite em maior proporção, e posteriormente, a fase diopsídio. 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.

As medidas de densidade relativa são apresentadas na Tabela 1. Observa-se uma redução da densidade relativa na condição de 1100 °C-4h, na qual a fase cristalina majoritária é o diopsídio.

Tabela 1– Massa específica, densidade relativa e porosidade aparente das amostras V700-4, V775-4, V975-4 e V1100-4.

<i>Condição de tratamento térmico</i>	<i>Designação</i>	ρ_{real} (g/cm ³)	$\rho_{aparente}$ (g/cm ³)	<i>Densidade Relativa</i> (%)	P_{ap} (%)
700°C-4h	V700-4	2,93 ± 0,01	2,87 ± 0,01	98,8 ± 0,3	1,8 ± 0,4
775°C-4h	V775-4	2,91 ± 0,01	2,86 ± 0,09	98,3 ± 0,3	2,7 ± 1,2
975°C-4h	V975-4	3,04 ± 0,01	2,96 ± 0,01	97,3 ± 0,3	2,3 ± 0,3
1100°C-4h	V1100-4	3,08 ± 0,01	2,97 ± 0,12	96,3 ± 2,5	5,4 ± 1,3

Propriedade Mecânica

Os resultados das propriedades mecânicas de amostras tratadas termicamente a diferentes temperaturas estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Propriedades Mecânicas dos materiais tratados em diferentes temperaturas.

<i>Designação</i>	<i>Módulo de ruptura</i> (MPa)	<i>Dureza Vickers</i> (GPa)	<i>Tenacidade à fratura</i> (MPa.m ^{1/2})	<i>Módulo de Young</i> (GPa)	<i>Módulo de Young porosidade zero</i> (GPa)
V700-4	71 ± 4	4,89±0,15	1,11±0,12	85,4±2,4	92,0
V800-4	105 ± 7	5,64±0,18	1,38±0,17	87,0±1,5	97,3
V850-4	--	5,79±0,25	1,43±,14	--	--
V900-4	116 ± 10	5,92±0,23	1,49±0,16	--	--
V975-4	119 ± 12	6,16±0,32	1,58±0,15	119,1±3,4	130,9
V1000-4	--	6,28±0,25	1,50±0,18	--	--
V1100-4	69 ± 4	5,60±0,22	1,45±0,42	129,4±2,7	161,7

Analisando a Tabela 2, observa-se um aumento de aproximadamente 70% no módulo de ruptura 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 diopsídio, combinada com a possibilidade de tensões residuais geradas entre as novas fases cristalinas e associadas à diferença de coeficientes de expansão térmica entre as fases.

Os resultados de dureza indicam que há aumento dessa grandeza quando há aumento da cristalização da matriz vítrea. Porém, nas condições de maiores temperaturas de tratamentos térmicos, devido principalmente à porosidade das amostras, ocorre uma significativa perda de dureza no material. As medidas de tenacidade à fratura também são influenciadas pela cristalização da fase whitlockite, porém nas condições de tratamentos térmicos a 1100 °C, considerável redução da tenacidade é observada. Comparando a tenacidade dos vidros (V700-4) com a maior concentração de whitlockite (V975-4), identifica-se um aumento da tenacidade de $1,1\text{MPam}^{1/2}$ para $1,6\text{MPam}^{1/2}$, indicando considerável crescimento da tenacidade à fratura do material pela maximização de fração cristalina de whitlockite. Isso ocorre principalmente pelo aparecimento de mecanismo de tenacificação por deflexão de trincas, as quais dificultam a propagação de trincas, conforme mostra as Figuras 3 e 4.

Os módulos elásticos determinados para amostras tendem a aumentar em função do grau de cristalização do material, então o vidro nucleado apresentou módulo de Young próximo de 85 GPa, e as amostras cristalizadas V975-4 e V1100-4 apresentaram valores entre 120 e 130 GPa, respectivamente. Esta tendência está de acordo com dados da literatura, pois os módulos elásticos de cristais são maiores que os correspondentes módulos elástico dos vidros de mesma composição, como Vogel⁽¹⁵⁾ mostrou em seu estudo com vitrocerâmicas à base de mica, onde os vitrocerâmicos apresentaram módulo de Young maior do que o vidro de origem. Assim o aumento dos módulos elásticos em função do aumento da fração cristalizada está coerente. Este aumento causado pela cristalização pode ser atribuído ao entrelaçamento entre os grãos da fase cristalina formada na microestrutura. Ambos os módulos elásticos mostraram valores de acordo com o relatado para vidros silicatos na literatura⁽¹⁶⁾.

Em geral, altos valores de módulo elástico sugerem uma estrutura mais rígida do material. Assim, podemos dizer que a estrutura composta pela rede da fase diopsídio e por cristais aciculares da fase whitlockite (amostra 1100-4) é a estrutura mais rígida dentre as apresentadas pelo processo de cristalização de vidros do sistema $3\text{CaO.P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$, e portanto, a condição menos interessante na escolha de um biomaterial para restauração óssea.

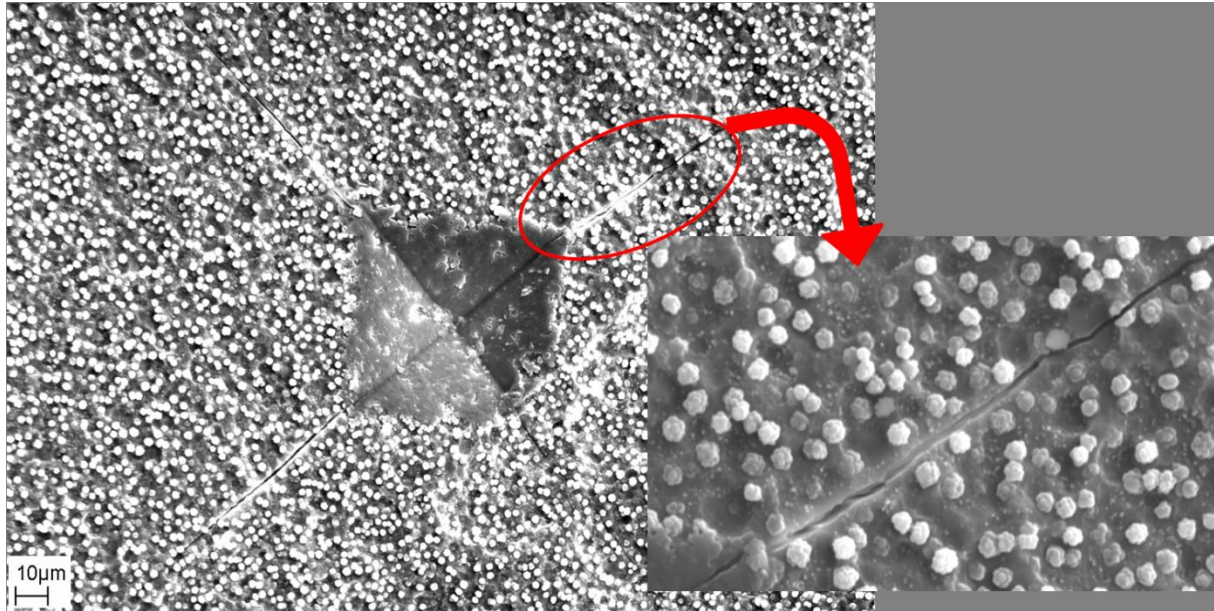


Figura 3. Micrografia de impressão Vickers em amostra V700-4, sob carga de 19,6 N (2000 gF). No detalhe, trinca radial a partir de vértice da indentação.

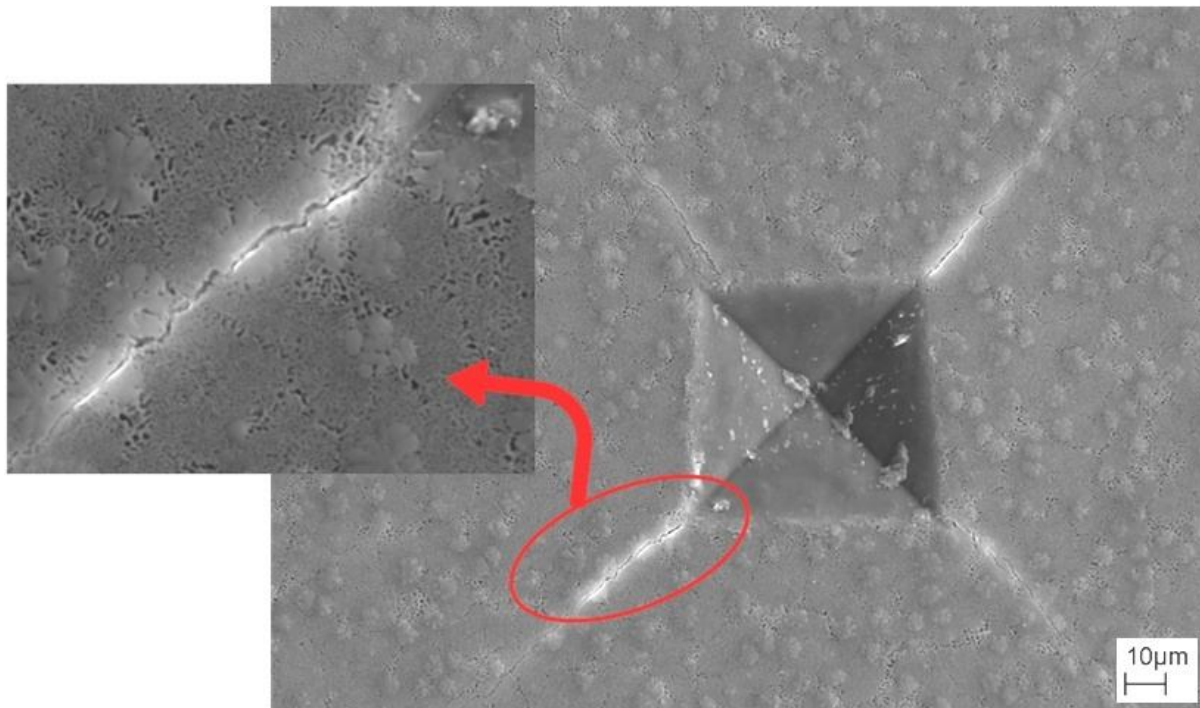


Figura 4. Micrografia de impressão Vickers em amostra V975-4, sob carga de 19,6 N (2000 gF). No detalhe, trinca a partir de vértice da indentação.

CONCLUSÕES

A cristalização da matriz vítrea obtida pela fusão de vidro do sistema $3\text{CaO} \cdot \text{P}_2\text{O}_5$ - SiO_2 - MgO , levou a um aumento da dureza, tenacidade e resistência à fratura das amostras, proporcional ao aumento da temperatura de tratamento térmico realizada. A presença de alta densificação nas amostras contendo whitlockite como fase cristalina, contrasta com os baixos valores de propriedades mecânicas promovidos pelas amostras tratadas a 1100°C , que possuem a fase diopsídio, provavelmente resultantes do fato de que nesse material, pelo rearranjo da estrutura, mudança de fase e incompatibilidade de coeficientes de expansão térmica entre as fases presentes, alto índice de porosidade foi observado. Amostras vítreas apresentaram módulo de ruptura próximo a 70 MPa enquanto as amostras tratadas termicamente alcançaram valores de 120 MPa. 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°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. OLIVEIRA, J.M. CORREIA, R.N., FERNANDES, M.H. "Effect of SiO_2 on amorphous phase separation of $\text{CaO} \cdot \text{P}_2\text{O}_5$ - SiO_2 - MgO glasses", *Journal of Non-Crystalline Solids* 273(2000)59-63.
2. PEITL, O., ZANOTTO, E.D., HENCH, L. L. – "Highly bioactive P_2O_5 - NaO_2 - 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. MARGHUSSIAN, V.K. SHEIKH-MEHDI MESGAR A. "Effects of composition on crystallization behaviour and mechanical properties of bioactive glass-ceramics in the MgO - CaO - SiO_2 - P_2O_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. LI, Y. WENG, W. TAM, K.C. "Novel highly biodegradable biphasic tricalcium Phosphates composed of a-tricalcium phosphate and b-tricalcium phosphate", *Acta Biomaterialia* 3 (2007) 251-254.
7. MARCHI, J. DANTAS, A.C.S., GRELL, P. BRESSIANI J.C., BRESSIANI A.H.A. MULLER, F.A. "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. HELSON, J.A., PROOST, J., SCHROOTEN, J., TIMMERMANS G., BRAUNS E., VAN DER STRAETENS – “Glasses and Bioglasses: Synthesis and Coatings”, **Journal of the European Ceramic Society**, S0955-2219(96)00176-8.
13. PINTO, H., ITO, L. , CROVACE, M. FERREIRA, E.B., FAUTH F. WROBLEWSKI, T., ZANOTTO, E.D., PYZALLA A.R. “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. DAGUANO, J.K.M.F. Biovidros e vitrocerâmicos bioativos do sistema $3\text{CaO} \cdot \text{P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$ para aplicações biomédicas: processamento e caracterizações estruturais, mecânicas e biológicas, **tese doutorado**, Universidade de São Paulo, 2011, 198p.
15. VOGELI, W. Chapter 10: Crystallization of glasses. In_ **Glass Chemistry. 2nd ed.** Berlin: Springer-Verlag. 1994, p.280-362.
16. VARSHNEYA, A.K. Elastic properties and Microhardness of Glass. In: VARSHNEYA, A.K. **Fundamentals of Inorganic Glasses. 2nd Edition.** Sheffield: Society of Glass Technology, 2006. p. 187-210.

EFFECT OF PHASE TRANSFORMATION AND PARTIAL CRYSTALLIZATION ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF GLASS AND GLASS-CERAMICS BASED ON $3\text{CaO} \cdot \text{P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$ SYSTEM

ABSTRACT

In this work, glass and glass-ceramics of the $3\text{CaO} \cdot \text{P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2\text{-MgO}$ system were developed aiming to produce different crystallization degrees. Glasses were melted at 1600°C and heat treated at 700°C . Part of the glasses was crystallized using heat treatments at 770°C and 1150°C for 4h. The partial crystallization and phase transformations were responsible for different mechanical properties (bending strength, young modulus, fracture toughness and hardness) in each temperature. The mechanical response of the material is discussed in relation to the microstructure, crystalline phases, and porosity of the materials.

Key-words: Glass ceramics, partial crystallization, mechanical properties