

**XX Encontro Anual de Iniciação
Científica – EAIC
X Encontro de Pesquisa - EPUEPG**

**CARACTERIZAÇÃO DAS FASES CRISTALINAS DA PORCELANA DE
OSSOS BOVINOS ATRAVÉS DO MÉTODO DO REFINAMENTO
ESTRUTURAL**

João Carlos de Andrade Getelina (PET/MEC-SESu - UNICENTRO), Luiz
Fernando Cótica e Ricardo Yoshimitsu Miyahara (Orientador), e-mail:
rmiyahara@unicentro.br.

Universidade Estadual do Centro-Oeste do Paraná/Departamento de Física,
Guarapuava, PR.

Ciências Exatas e da Terra – Física – 1.05.00.00-6

Palavras-chave: difração de raios X, método de Rietveld, porcelana de ossos.

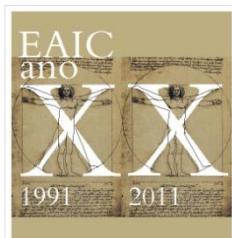
Resumo:

A porcelana de ossos é um tipo especial de cerâmica, que contém características importantes e apresenta um elevado valor comercial. Atualmente é produzida em poucos países, e existe pouca pesquisa voltada para ela. Neste trabalho foi realizada a caracterização da estrutura cristalina da porcelana de ossos, além de um estudo referente à evolução da sua estrutura. Foram utilizados como ferramentas para caracterização a difração de raios X e o método de refinamento de Rietveld, para conhecer detalhadamente os parâmetros dos componentes da porcelana e as suas fases em diferentes temperaturas. O programa escolhido para realizar o refinamento foi o *FullProf*, um programa gratuito que conta com inúmeras funções e de fácil uso.

Introdução

A porcelana de ossos, também conhecida como *bone china*, é um tipo de cerâmica composta basicamente por cinza de ossos, junto a quantidades de caulim e feldspato. Este tipo de porcelana tem como características grande alvura e translucidez, baixa vitrificação, refletividade, qualidade de decoração e também elevada resistência mecânica, que pode chegar a ser até duas vezes maior do que a das porcelanas de argilas. Todas essas propriedades proporcionam um grande apelo comercial, sendo utilizada, por exemplo, como cerâmica decorativa de elevado valor comercial e implantes dentários [1].

Apesar de ser um material já fabricado pelos ingleses desde o século XVIII e mesmo com todas as qualidades técnicas e com a grande aceitação



XX Encontro Anual de Iniciação Científica – EAIC X Encontro de Pesquisa - EPUEPG

no mercado, ainda há controvérsias no processo das reações químicas e físicas que ocorrem durante a queima, isto é, não há muita pesquisa científica que explica totalmente a dinâmica da obtenção dessa cerâmica. No Brasil sua fabricação e pesquisas ainda são inéditas.

Neste trabalho foi avaliada a evolução da estrutura cristalina dessa cerâmica, caracterizando as suas fases antes da queima e examinando o comportamento delas com o aumento da temperatura de patamar. Espera-se que a principal fase cristalina, a hidroxiapatita, desapareça e forme a anortita e β -fosfato tricálcico, fases que não estão presentes na massa em queima a temperaturas baixas, conforme indicam os dados da literatura, e que somente aparecem em temperaturas mais elevadas.

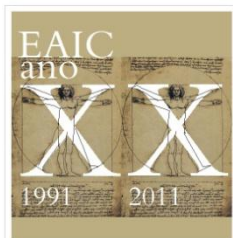
A caracterização da estrutura cristalina da massa da porcelana foi realizada através da difração de raios X, que fornece um conjunto de dados característico de cada material. O método utilizado para estudar a evolução da estrutura da porcelana de ossos é denominado método de Rietveld [2], ou refinamento estrutural. Neste método, a curva experimental obtida da difração de raios X é comparada a uma curva teórica, que é então ajustada através da modificação de parâmetros estruturais, até que a diferença entre as duas seja mínima, procedimento este conhecido como método dos mínimos quadrados. O programa escolhido como ferramenta para o refinamento estrutural foi o *FullProf*, devido a sua fácil aplicação e grande uso, além de ser gratuito e continuamente atualizado [3].

Materiais e métodos

Inicialmente foram obtidos os corpos de prova, necessários para o estudo deste trabalho, que foram sinterizados em diferentes temperaturas, utilizando taxa de aquecimento de $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ e patamar de 15 minutos. Após a sinterização, foi realizada a difração de raios X para amostras contendo a massa sem a queima (verde) e a massa à 1270°C . Com os dados coletados da difração de raios X, foi aplicado o método de refinamento estrutural de Rietveld.

O emprego deste método requer o uso de um modelo inicial que esteja bem próximo do real. Para a massa à verde foi proposto um modelo inicial com quatro fases cristalinas: hidroxiapatita, caulinita, feldspato e quartzo. Já para a massa à 1270°C as fases escolhidas foram: β -fosfato tricálcico, anortita e quartzo, pois de acordo com a literatura, durante a queima as fases iniciais reagem entre si e resultam nessas fase à altas temperaturas de queima. Podem existir outras fases além dessas, na forma de impurezas, por exemplo, mas somente essas foram consideradas por serem mais relevantes.

Resultados e Discussão



XX Encontro Anual de Iniciação Científica – EAIC X Encontro de Pesquisa - EPUEPG

Para avaliar a evolução da estrutura cristalina da porcelana de ossos, foi realizado o refinamento de Rietveld para amostras em duas temperaturas distintas, a primeira à verde e a segunda à 1270°C. A Fig. 1 mostra o resultado do refinamento para a primeira amostra. No gráfico é possível observar a diferença entre os valores experimentais e os teóricos; quanto menor for a diferença entre eles, maior será a certeza a respeito das fases e dos parâmetros da amostra. Portanto, é possível afirmar que as quatro fases citadas anteriormente constituem a massa da porcelana à verde. O fator Chi2 também é um indicador da certeza que se tem a respeito da amostra. Neste caso foi obtido um valor de 1,640, o que indica que o refinamento foi bem sucedido, considerando valores abaixo de 4 como ideais.

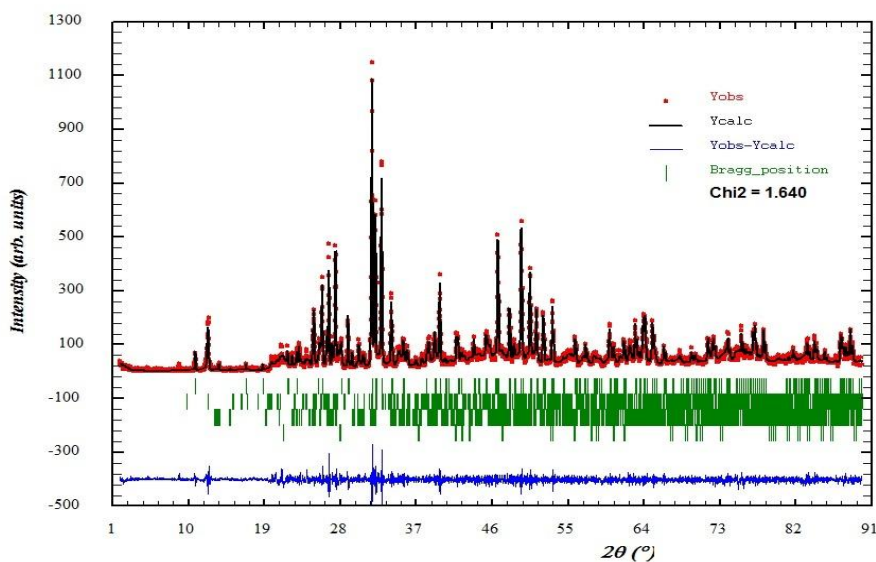
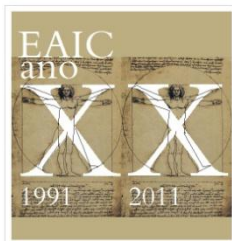


Figura 1 – Gráfico obtido do refinamento da massa à verde. Os pontos vermelhos representam os dados experimentais, a curva preta é a curva teórica ajustada e a curva em azul representa a diferença entre as duas.

O refinamento efetuado para a segunda amostra é mostrado na Fig. 2. Mais uma vez é possível concluir através do gráfico que as três fases propostas no modelo realmente constituem a amostra. O Chi2 obtido é igual a 1,274, o que indica um bom refinamento. Este resultado é muito importante, pois confirma que a fase principal da massa da porcelana à verde, a hidroxiapatita, desaparece à 1270°C, devido a uma reação com os demais componentes durante a queima, e resultam no β -fosfato tricálcico e na anortita, além do quartzo que já estava presente.



XX Encontro Anual de Iniciação Científica – EAIC X Encontro de Pesquisa - EPUEPG

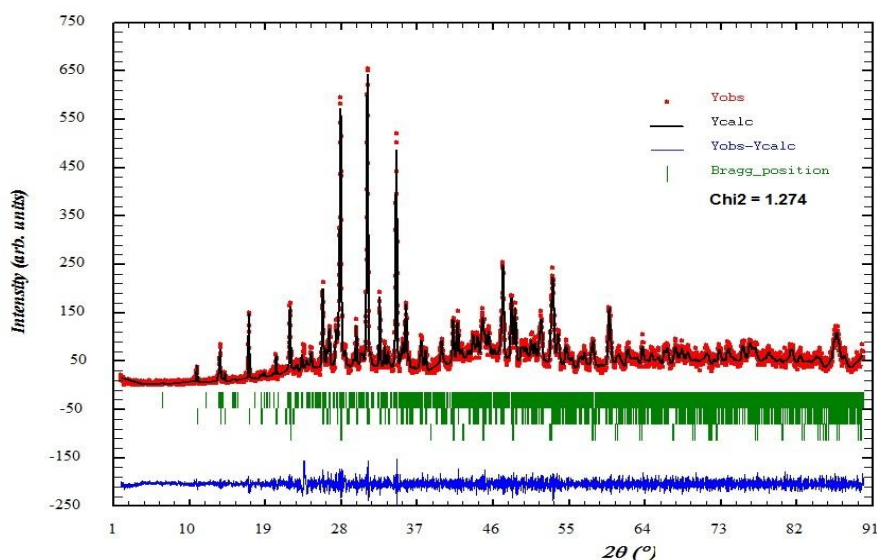


Figura 2 – Gráfico obtido do refinamento da massa a 1270°C. Os pontos vermelhos representam os dados experimentais, a curva preta é a curva teórica ajustada e a curva em azul representa a diferença entre as duas.

Conclusões

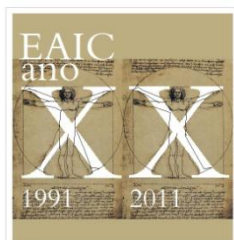
O método do refinamento estrutural de Rietveld mostrou ser bastante eficaz, pois foi possível caracterizar a estrutura da porcelana de ossos, bem como identificar a transição da fase cristalina durante a queima da massa, onde à verde a principal fase é a hidroxiapatita que desaparece na temperatura de 1270°C e surgem a anortita e o β -fosfato-tricálcio. Após este estudo poderá ser feito um trabalho mais detalhado da estrutura da porcelana de ossos, determinando as fases com as suas quantidades relativas a toda mistura.

Agradecimentos

Ao MEC/SESu pela bolsa PET.

Referências

- [1] F. Bezerra, R. Y. Miyahara. Porcelana de Osso Bovino. Ciência Hoje, Rio de Janeiro - RJ, p. 46 - 47, 01 ago. 2007.



**XX Encontro Anual de Iniciação
Científica – EAIC
X Encontro de Pesquisa - EPUEPG**

- [2] H. M. Rietveld, Acta Crystallogr. 22, 151(1967). H. M. Rietveld, J. Appl. Crystallogr. 2, 65 (1969).
[3] J. Rodriguez-Carvajal, Physica B 192, 55 (1993).