

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE CÁLCIO-FLUOROALUMINOS-SILICATOS PELA ROTA SOL-GEL NÃO-HIDROLÍTICA.

Alexandre Cestari(IC)*, Eduardo F. Molina(PG), Paula F. S. Pereira(PG), Bruno L. Caetano(PG), Lucas A. Rocha(PG), Lilian R. Ávila(PG), Omar J. Lima(PG), Kátia J. Ciuffi(PQ), Paulo S. Calefi (PQ), Eduardo J. Nassar(PQ). *alecestari@yahoo.com.br.

Universidade de Franca, Av. Dr. Salles Oliveira, 201, 14404-600, Franca-SP.

Palavras Chave: sol-gel não-hidrolítico, ionômeros de vidro, análises térmicas.

Introdução

Vidros de Ca-F-Al-Si são obtidos industrialmente a temperaturas próximas de 1400°C e utilizados na preparação de cimentos odontológicos, denominados ionômeros de vidro. A restauração está baseada em reações químicas denominada “*reação de presa*”, que ocorre através de um ataque ao vidro por um poliácido com a liberação de cátions Ca^{2+} e Al^{3+} da rede polimérica vítrea, os quais são posteriormente quelados pelos ácidos, formando ligações cruzadas entre os mesmos¹.

A obtenção de vidros utilizando baixas temperaturas é possível através do uso da metodologia sol-gel não-hidrolítica (NHG). Outras vantagens na utilização deste processo são: grande reprodutibilidade da técnica; os óxidos inorgânicos formados possuem alta homogeneidade; a formação de grupos M-OH residuais é reduzida ou totalmente eliminada². A metodologia NHG consiste basicamente na reação entre um haleto metálico (M-X) e um doador de oxigênio (R-OH ou R-O-R), formando um alcóxido (M-OR), que reage posteriormente com haleto metálico, para a formação do óxido (M-O-M)³.

Neste trabalho descrevemos a preparação de um vidro de cálcio fluoroaluminossilicato com finalidades odontológicas. O vidro foi preparado pela metodologia sol-gel não-hidrolítica (NHG), o íon európio III foi utilizado como sonda estrutural. O material obtido foi caracterizado utilizando-se as técnicas de fotoluminescência (FL), difração de raios-X (DRX) e análises térmicas (TG/DTA/DSC).

Resultados e Discussão

O vidro foi obtido pela reação de: $SiCl_4$ (41,9%), $AlCl_3$ (28,6%), AlF_3 (1,6%), NaF (9,3%), $AlPO_4$ (3,8%), CaF_2 (15,7%) e $EuCl_3$ (1%), em etanol (40 mL) e éter isopropílico (10 mL), em refluxo por 4h, sob agitação mecânica e em atmosfera inerte (N_2). Após evaporação do solvente foi obtido um vidro opaco, que após processo de maceração resultou em um pó fino branco. O pó obtido sofreu posterior tratamento térmico em sistema de secagem Abderhalden e em mufla a 800°C, com o objetivo de remover o solvente/doador de oxigênio e subprodutos formados (cloretos de alquila).

A termogravimetria do pó sem o mesmo ter sofrido tratamento térmico, apresentou uma grande perda de massa, de aproximadamente 45%, entre 30 e 350°C, atribuída à eliminação de moléculas do solvente e de

subprodutos. Entre 600 e 650°C ocorreu o processo de transição vítrea, visualizado pelo pico exotérmico no DSC, acompanhado de uma pequena perda de massa. A perda total de massa, entre 30 e 1300°C, foi de 55%.

Para o material tratado em sistema Abderhalden, ocorreu uma menor perda de massa total, 40%, em maiores quantidades entre as temperaturas 30 e 200°C, 200 e 350°C, 550 e 800°C.

Os difratogramas de raios-X indicaram uma estrutura desordenada e amorfa para o material à temperatura ambiente e um início de formação de estruturas cristalinas para o material tratado termicamente a 800°C.

Para as amostras à temperatura ambiente e tratada em sistema Abderhalden, os espectros de excitação e emissão não apresentaram bandas referentes ao íon Eu^{3+} , isto se deve à presença de um grande número de moléculas de solvente.

Os espectros de excitação para as amostras tratadas a 800°C apresentaram bandas relativas às transições ${}^7F_0 \rightarrow {}^5L_6$ (393 nm) e ${}^7F_0 \rightarrow {}^5D_2$ (464 nm).

Com excitação fixada em 393 e 464 nm, os espectros de emissão apresentaram as bandas características do íon Eu^{3+} relativas às transições ${}^5D_0 \rightarrow {}^7F_J$ ($J= 0,1,2,3$ e 4). A presença da banda 0 \rightarrow 0 indica que o íon está ocupando sítios sem centro de inversão e a largura das bandas de emissão indica uma ocupação não homogênea dos íons Eu^{3+} na estrutura, relativo à sistemas amorfos.

Conclusões

Cimentos de ionômeros de vidro apresentam características físicas e químicas interessantes para tratamentos odontológicos¹. Com base nas caracterizações, a metodologia utilizada foi comprovada eficiente para a obtenção de um pó de vidro amorfo, em menores temperaturas, com propriedades semelhantes aos vidros ionoméricos comerciais.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq e CAPES.

¹ Culbertson, B.M. ; Prog. Polym. Sci., **2001**, 577, 26.

² Wright, J.D.; Sommerdijk, N.A.J.M.; Sol-gel Materials: Chemistry and Applications, **2001**.

³ Bourget, L.; Corriu, R.J.P.; Leclercq, D.; Mutin, P.H., Vioux, A.; J. Non-Crist. Sol., **1998**, 81, 242.