

	Documento:	Folhas:	Nº Revisão:	Data da Revisão:
	<b>RELATÓRIO TÉCNICO DE ENGENHARIA</b>	1/10	<b>00</b>	20/11/2022

**ESTUDO E OTIMIZAÇÃO DA PRODUÇÃO DE VIDRO BIOATIVO (BG) POR FUSÃO**

Quadro de Aprovações:

ETAPAS	RESPONSÁVEL	FUNÇÃO	DATA
<b>Elaborado:</b>	Kennedy Wallace dos Santos	Bolsista	20/11/2022
<b>Conferido:</b>	Karen Julie Santos Grancianinov Costa	Eng. Química	24/11/2022
<b>Aprovado:</b>	Diogo Ponte Lauda	Diretor Executivo	24/11/2022

**ELABORADO POR:**

Documento assinado digitalmente



**KENNEDY WALLACE DOS SANTOS**  
Data: 24/11/2022 13:51:57-0300  
Verifique em <https://verificador.iti.br>

**CONFERIDO POR:**

Documento assinado digitalmente



**KAREN JULIE SANTOS GRANCIANINOV COS**  
Data: 24/11/2022 14:31:10-0300  
Verifique em <https://verificador.iti.br>

**APROVADO POR:**

**DIOGO PONTE LAUDA:**  
01365450090

Assinado digitalmente por DIOGO PONTE  
LAUDA/01365450090  
DN: C=BR, O=ICP-Brasil, OU=Certificado Digital, OU=3323498000134, OU=Secretaria da Receita Federal do Brasil - RFB, OU=RFB e-CPF A3, OU=(sem branco), CN=DIOGO PONTE LAUDA/01365450090  
Razão: Eu sou o autor deste documento  
Localização:  
Data: 2022/11/25 12:48:39  
Foxit Reader Versão: 9.4.1

**SELAZ INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE APARELHOS BIOMECÂNICOS LTDA**

Avenida ShishimaHifumi, 2911 – Sala S103 – Parque Tecnológico Univap – Urbanova– 12.244-000 – São José dos Campos-SP/BRASIL.

TEL: ++55 (0)12 3949-9600 FAX: ++55 (0)12 3949-9600 E-mail: [selaz@selaz.com.br](mailto:selaz@selaz.com.br)

	Documento:	Folhas:	Nº Revisão:	Data da Revisão:
	<b>RELATÓRIO TÉCNICO DE ENGENHARIA</b>	2/10	<b>00</b>	20/11/2022

## SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	3
2.	OBJETIVO	3
3.	PROCEDIMENTO DE ENSAIO	3
4.	MATERIAIS E COMPONENTES DO ENSAIO	3
4.1	AMOSTRAS: MONÓLITOS DE BIOVIDRO 45S5	3
5.	RESULTADOS	4
5.1	ETAPA 1- CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA - TG E DSC	4
5.2	ETAPA 2- CARACTERIZAÇÃO DOS GRUPOS QUÍMICOS – FTIR	6
5.3	ETAPA 3- CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL - DRX	7
5.4	ETAPA 4- CARACTERIZAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA - EDS E ICP	8
6.	CONCLUSÃO	14

### **SELAZ INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE APARELHOS BIOMECÂNICOS LTDA**

Avenida ShishimaHifumi, 2911 – Sala S103 – Parque Tecnológico Univap – Urbanova– 12.244-000 – São José dos Campos-SP/BRASIL.

**TEL:** ++55 (0)12 3949-9600**FAX:** ++55 (0)12 3949-9600**E-mail:** [selaz@selaz.com.br](mailto:selaz@selaz.com.br)

	Documento:	Folhas:	Nº Revisão:	Data da Revisão:
	<b>RELATÓRIO TÉCNICO DE ENGENHARIA</b>	3/10	<b>00</b>	20/11/2022

## 1. INTRODUÇÃO

O presente relatório descreve os resultados dos ensaios de caracterizações Físico-Químicas por Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), Difração de Raios-X (DRX), Varredura diferencial de calorimetria (DSC), Termogravimetria (TG), Espectroscopia por energia dispersiva (EDS) e Plasma por Acoplamento Indutivo (ICP) referente as amostras de vidro bioativo, BG-45S5, sintetizadas pelo método de fusão por meio de Rota alternativa com respeito a fonte de fósforo diferente de  $P_2O_5$  e parâmetros do processo, realizadas na Universidade do Vale do Paraíba - UNIVAP, no âmbito do projeto IAS – Implantes Absorvíveis SELAZ.

## 2. OBJETIVO

O objetivo deste relatório é documentar os resultados obtidos nos ensaios de caracterizações Físico-químicas associados ao BG-45S5 (via Rota alternativa), a fim de definir o protocolo ideal de síntese do produto.

## 3. PROCEDIMENTO DE ENSAIO

Os procedimentos adotados para as sínteses das amostras de BG-45S5 efetuados estão descritos nos documentos *SEZ\_PVL\_13-43\_R00* e *SEZ\_PVL\_13-44\_R00*.

## 4. MATERIAIS E COMPONENTES DO ENSAIO

### 5.1 AMOSTRAS: MONÓLITOS DE BG-45S5

Para a obtenção de uma composição química adequada referente às partículas de BG-45S5, foi necessário sintetizar individualmente diferentes amostras conforme as variações estabelecidas nos protocolos de síntese. As amostras que foram usadas no desenvolvimento do produto estão dispostas a seguir, onde:

- BVFS45S5VA1-L1 – BG-45S5 sintetizado por meio da rota de fusão (fonte de fósforo diferente de  $P_2O_5$ ) e fundido por uma hora, segundo a variação A1 do protocolo SEZ\_PVL\_13-43;
- BVFS45S5VA2-L1 – BG-45S5 sintetizado por meio da rota de fusão (fonte de fósforo diferente de  $P_2O_5$ ) e fundido por duas horas, segundo a variação A2 do protocolo SEZ\_PVL\_13-43;
- BVFS45S5VB1-L1 – BG-45S5 sintetizado por meio da rota de fusão (fonte de fósforo diferente de  $P_2O_5$ ) e fundido por uma hora, segundo a variação B1 do protocolo SEZ\_PVL\_13-43;

#### **SELAZ INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE APARELHOS BIOMECÂNICOS LTDA**

Avenida ShishimaHifumi, 2911 – Sala S103 – Parque Tecnológico Univap – Urbanova– 12.244-000 – São José dos Campos-SP/BRASIL.

TEL: ++55 (0)12 3949-9600 FAX: ++55 (0)12 3949-9600 E-mail: [selaz@selaz.com.br](mailto:selaz@selaz.com.br)

	Documento:	Folhas:	Nº Revisão:	Data da Revisão:
	<b>RELATÓRIO TÉCNICO DE ENGENHARIA</b>	4/10	<b>00</b>	20/11/2022

- BVFS45S5VC1-L1 – BG-45S5 sintetizado por meio da rota de fusão (fonte de fósforo diferente de  $P_2O_5$ ) e fundido por uma hora, segundo a variação C1 do protocolo SEZ\_PVL\_13-44;
- BVFS45S5VC2-L1 – BG-45S5 sintetizado por meio da rota de fusão (fonte de fósforo diferente de  $P_2O_5$ ) e fundido por duas horas, segundo a variação C2 do protocolo SEZ\_PVL\_13-44;
- BVFS45S5VD1-L1 – BG-45S5 sintetizado por meio da rota de fusão (fonte de fósforo diferente de  $P_2O_5$ ) e fundido por uma hora, segundo a variação D1 do protocolo SEZ\_PVL\_13-44;

O processo de fusão é apresentado na Figura 1.

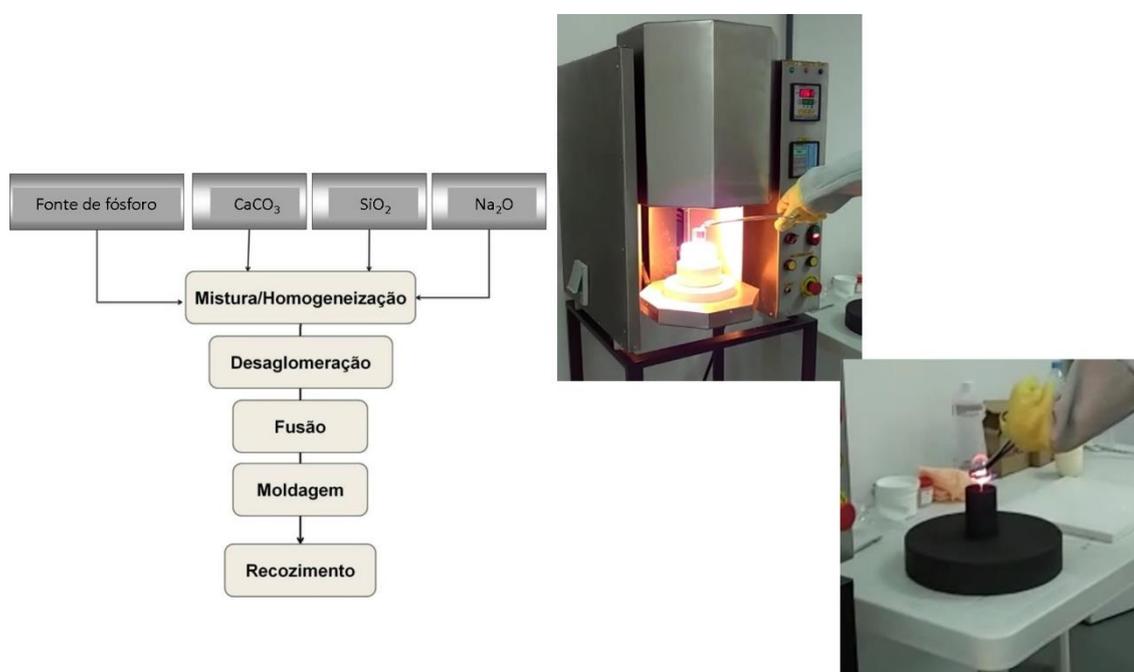


Figura 1. Etapas do processo de fusão para a síntese de BG-45S5

## 5. RESULTADOS

### 5.1 ETAPA 1- CARACTERIZAÇÃO TÉRMICA - TG E DSC

Os reagentes foram previamente analisados quanto ao percentual de umidade por meio da análise termogravimétrica (TG) a fim de verificar se seria necessário um tratamento prévio dos reagentes para eliminação da

**SELAZ INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE APARELHOS BIOMECÂNICOS LTDA**

Avenida ShishimaHifumi, 2911 – Sala S103 – Parque Tecnológico Univap – Urbanova– 12.244-000 – São José dos Campos-SP/BRASIL.

TEL: ++55 (0)12 3949-9600 FAX: ++55 (0)12 3949-9600 E-mail: [selaz@selaz.com.br](mailto:selaz@selaz.com.br)

	Documento:	Folhas:	Nº Revisão:	Data da Revisão:
	<b>RELATÓRIO TÉCNICO DE ENGENHARIA</b>	5/10	<b>00</b>	20/11/2022

umidade, pois este fator poderia influenciar negativamente a composição final, uma vez que a quantidade estequiométrica de reagente pesado se correlaciona com a composição final adquirida.

As Figuras 2-4 apresentam os resultados das análises termogravimétricas para cada reagente utilizado na síntese do BG-45S5.

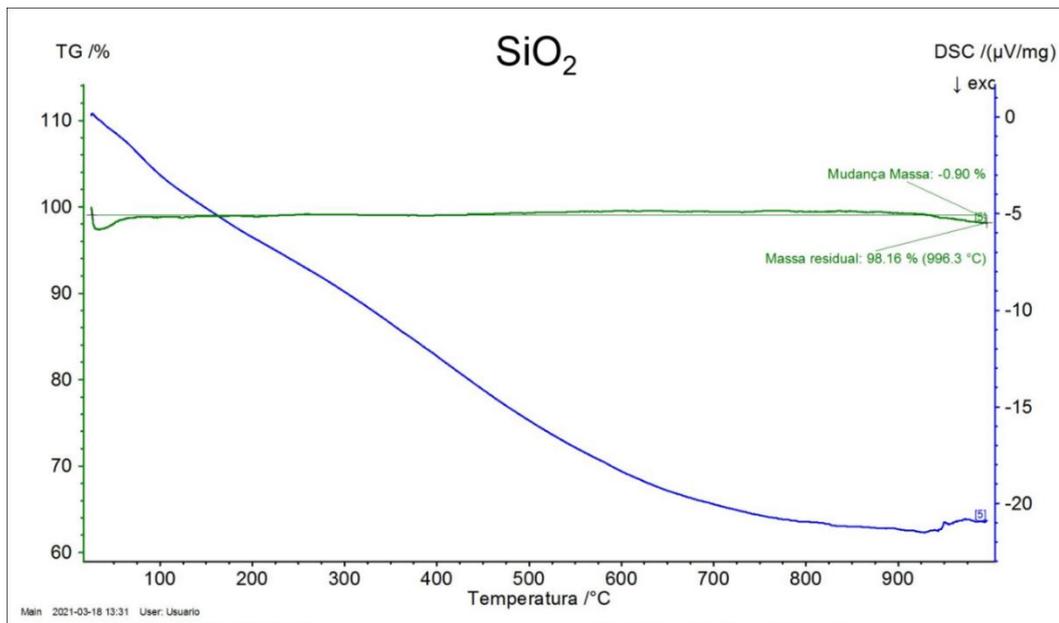


Figura 2. Análise termogravimétrica para SiO<sub>2</sub>

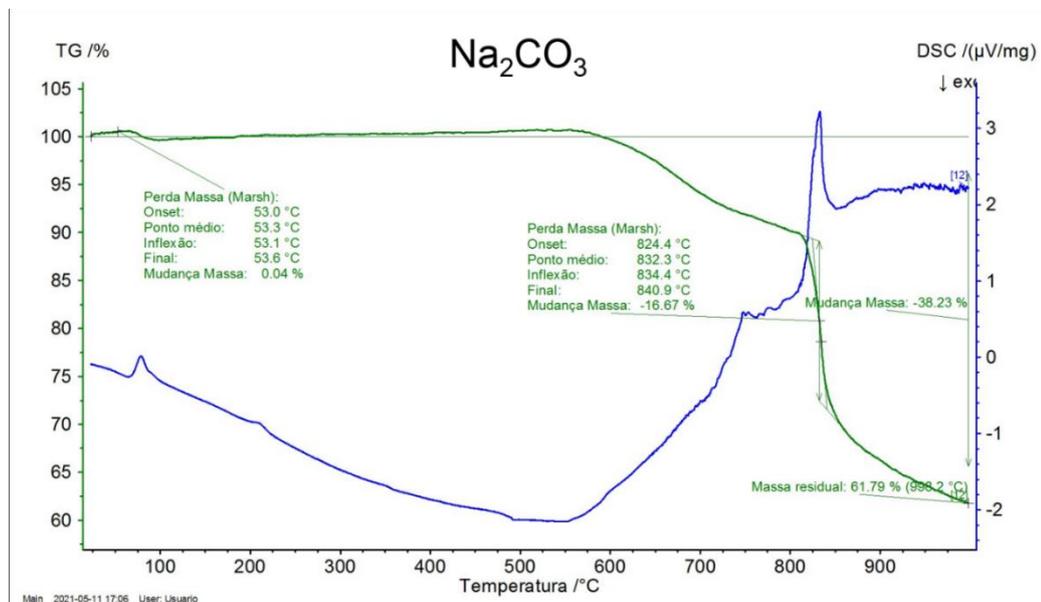


Figura 3. Análise termogravimétrica para Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>

**SELAZ INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE APARELHOS BIOMECÂNICOS LTDA**

Avenida ShishimaHifumi, 2911 – Sala S103 – Parque Tecnológico Univap – Urbanova– 12.244-000 – São José dos Campos-SP/BRASIL.

TEL: ++55 (0)12 3949-9600 FAX: ++55 (0)12 3949-9600 E-mail: selaz@selaz.com.br

	Documento:	Folhas:	Nº Revisão:	Data da Revisão:
	<b>RELATÓRIO TÉCNICO DE ENGENHARIA</b>	6/10	<b>00</b>	20/11/2022

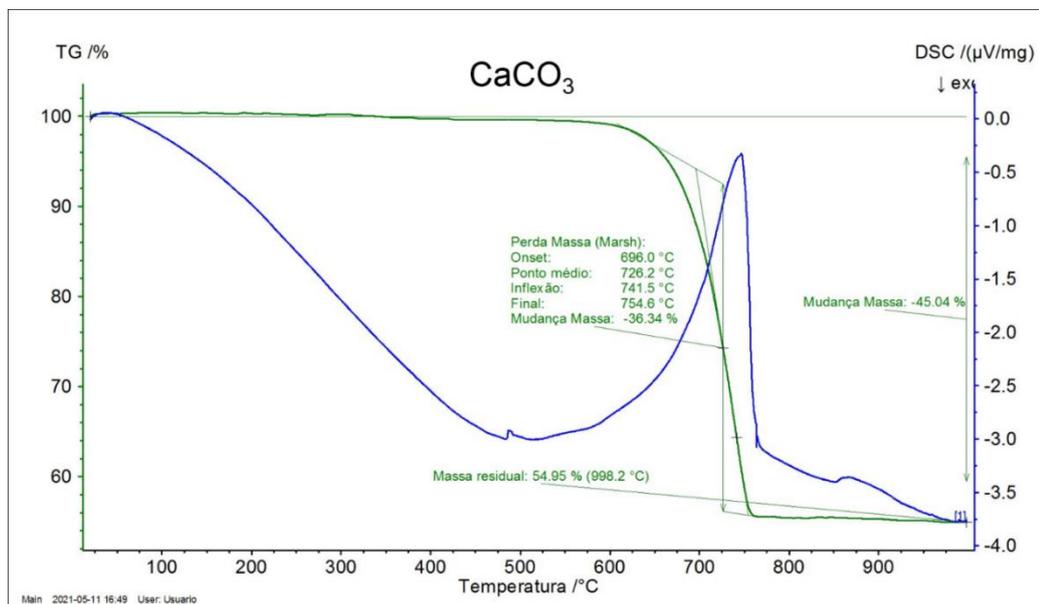


Figura 4. Análise termogravimétrica para CaCO<sub>3</sub>

## 5.2 ETAPA 2- CARACTERIZAÇÃO DOS GRUPOS QUÍMICOS – FTIR

A Figura 5 apresenta os resultados obtidos por FTIR para as amostras de BG-45S5 obtidas a partir do método de fusão. A análise de FTIR foi realizada para avaliar a formação de grupos característicos de vidros silicatos, confirmando assim a formação de um vidro bioativo.

**SELAZ INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE APARELHOS BIOMECÂNICOS LTDA**

Avenida ShishimaHifumi, 2911 – Sala S103 – Parque Tecnológico Univap – Urbanova– 12.244-000 – São José dos Campos-SP/BRASIL.

TEL: ++55 (0)12 3949-9600 FAX: ++55 (0)12 3949-9600 E-mail: [selaz@selaz.com.br](mailto:selaz@selaz.com.br)

	Documento:	Folhas:	Nº Revisão:	Data da Revisão:
	<b>RELATÓRIO TÉCNICO DE ENGENHARIA</b>	7/10	<b>00</b>	20/11/2022

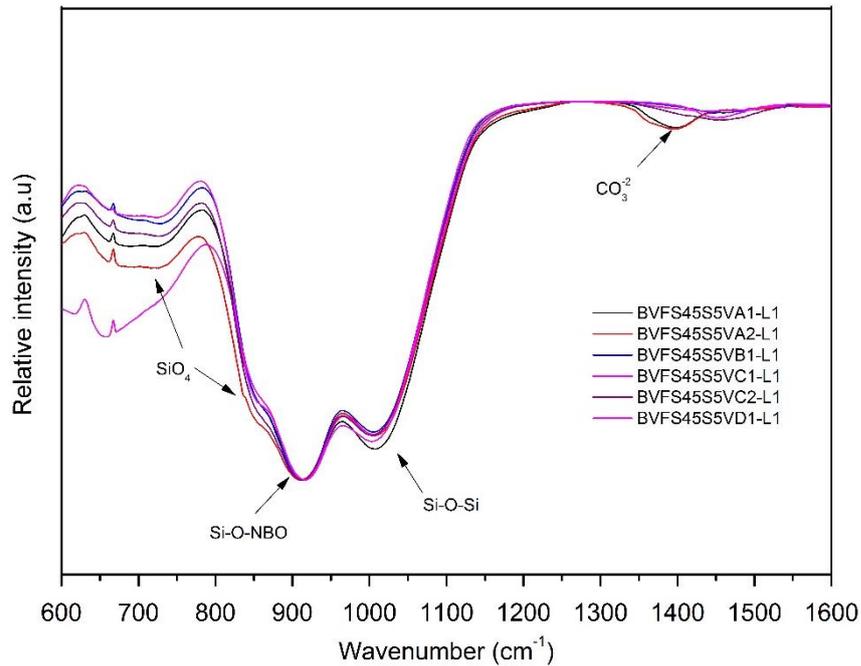


Figura 5 – FTIR das amostras de biovidro 45S5 obtidas pelo método de fusão.

### 5.3 ETAPA 3- CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL – DRX

A Figura 6 apresenta os resultados obtidos por DRX para as amostras de BG-45S5 obtidas a partir do método de fusão. A formação de um material vítreo é confirmada nos difratogramas de raios-X, onde nenhum pico de difração pode ser observado, exceto uma banda larga entre 15° e 40° (2 $\theta$ ).

**SELAZ INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE APARELHOS BIOMECÂNICOS LTDA**

Avenida ShishimaHifumi, 2911 – Sala S103 – Parque Tecnológico Univap – Urbanova– 12.244-000 – São José dos Campos-SP/BRASIL.

TEL: ++55 (0)12 3949-9600 FAX: ++55 (0)12 3949-9600 E-mail: [selaz@selaz.com.br](mailto:selaz@selaz.com.br)

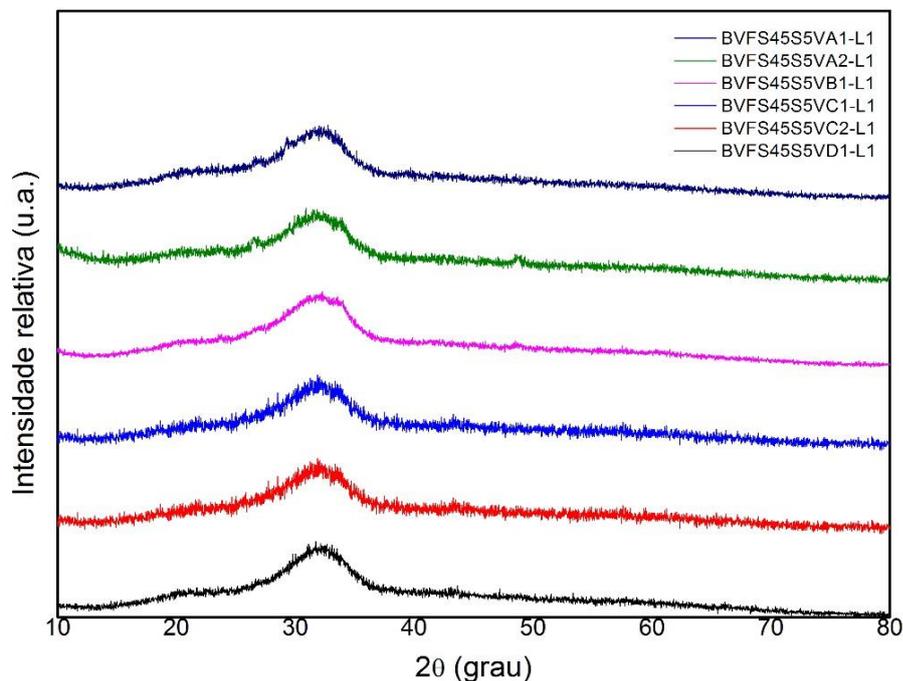


Figura 6 – DRX das amostras de biovidro 45S5 obtidas pelo método de fusão.

#### 5.4 ETAPA 4- CARACTERIZAÇÃO DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA - EDS E ICP

Tabela 1a - Composição química em óxido (% peso) do BG-45S5 – Técnica de detecção ICP

Composição Final ICP com normalização					Obs.
Composição Nominal	45%SiO <sub>2</sub>	24,5%CaO	24,5%Na <sub>2</sub> O	6%P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	
<b>Tolerância</b>	<b>43 - 47 %</b>	<b>22.5 - 26.5 %</b>	<b>22.5 - 26.5 %</b>	<b>5 - 7 %</b>	
BV45S5COMERCIAL	45,94	23,43	24,47	6,16	N.A.
BVFS45S5VA1-L1	41,69	24,57	26,77	6,96	Fonte Fosforo após descarbonatação
BVFS45S5VA2-L1	43,02	24,84	26,17	5,97	
BVFS45S5VB1-L1	42,23	25,13	26,47	6,17	
BVFS45S5VC1-L1	44,64	24,51	25,24	5,60	Fonte Fosforo junto com a descarbonatação
BVFS45S5VC1-L1	44,66	24,52	25,22	5,60	
BVFS45S5VC2-L1	41,73	25,11	26,89	6,27	

**SELAZ INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE APARELHOS BIOMECÂNICOS LTDA**

Avenida ShishimaHifumi, 2911 – Sala S103 – Parque Tecnológico Univap – Urbanova– 12.244-000 – São José dos Campos-SP/BRASIL.

TEL: ++55 (0)12 3949-9600 FAX: ++55 (0)12 3949-9600 E-mail: selaz@selaz.com.br

	Documento:	Folhas:	Nº Revisão:	Data da Revisão:
	<b>RELATÓRIO TÉCNICO DE ENGENHARIA</b>	9/10	<b>00</b>	20/11/2022

Tabela 1b - Composição química em elemento (% peso) do BG-45S5 – Técnica de detecção EDS

<b>Composição Final EDS</b>					<b>Obs.</b>
<b>Composição Nominal</b>	<b>21% Si</b>	<b>17,50% Ca</b>	<b>18,20% Na</b>	<b>2,60% P</b>	<b>40,70% O</b>
<b>Tolerância</b>	<b>20,07 - 21,93</b>	<b>16,07 - 18,93</b>	<b>16,72 - 19,68</b>	<b>2,17 - 3,03</b>	<b>N.A.</b>
BV45S5COMERCIAL	21,71	16,93	18,35	2,72	40,29
BVFS45S5VA1-L1	18,46	16,64	18,81	2,88	43,22
BVFS45S5VA2-L1	18,90	16,69	18,25	2,45	43,72
BVFS45S5VB1-L1	18,40	16,74	18,30	2,51	44,05
BVFS45S5VC1-L1	19,74	16,57	17,69	2,31	43,70
BVFS45S5VC2-L1	18,10	16,66	18,51	2,54	44,20
BVFS45S5VD1-L1	17,75	15,91	19,43	2,60	44,32

Tabela 2 - Componentes Estatísticos para SiO<sub>2</sub>

<b>Análise de SiO<sub>2</sub></b>	
Análise	Análise por ICP
Mínimo	41,08
Máximo	46,46
Mean	42,97
Desvio Padrão	1,93
Erro Média	0,7293

Tabela 3 - Componentes Estatísticos para CaO

<b>Análise de CaO</b>	
Análise	Análise por ICP
Mínimo	23,7
Máximo	25,13
Mean	24,56
Desvio Padrão	0,5265

**SELAZ INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE APARELHOS BIOMECÂNICOS LTDA**

Avenida ShishimaHifumi, 2911 – Sala S103 – Parque Tecnológico Univap – Urbanova– 12.244-000 – São José dos Campos-SP/BRASIL.

TEL: ++55 (0)12 3949-9600FAX: ++55 (0)12 3949-9600E-mail: [selaz@selaz.com.br](mailto:selaz@selaz.com.br)

	Documento:	Folhas:	Nº Revisão:	Data da Revisão:
	<b>RELATÓRIO TÉCNICO DE ENGENHARIA</b>	10/10	<b>00</b>	20/11/2022

Erro Média	0,199
------------	-------

Tabela 4 - Componentes Estatísticos para Na<sub>2</sub>O

<b>Análise de Na<sub>2</sub>O</b>	
Análise	Análise por ICP
Mínimo	24,77
Máximo	28,38
Mean	26,4
Desvio Padrão	1,182
Erro Média	0,4468

Tabela 5 - Componentes Estatísticos para P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

<b>Análise de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	
Análise	Análise por ICP
Mínimo	5,6
Máximo	6,95
Mean	6,231
Desvio Padrão	0,417
Erro Média	0,1576

**SELAZ INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE APARELHOS BIOMECÂNICOS LTDA**

Avenida ShishimaHifumi, 2911 – Sala S103 – Parque Tecnológico Univap – Urbanova– 12.244-000 – São José dos Campos-SP/BRASIL.

TEL: ++55 (0)12 3949-9600 FAX: ++55 (0)12 3949-9600 E-mail: [selaz@selaz.com.br](mailto:selaz@selaz.com.br)

	Documento:	Folhas:	Nº Revisão:	Data da Revisão:
	<b>RELATÓRIO TÉCNICO DE ENGENHARIA</b>	11/10	<b>00</b>	20/11/2022

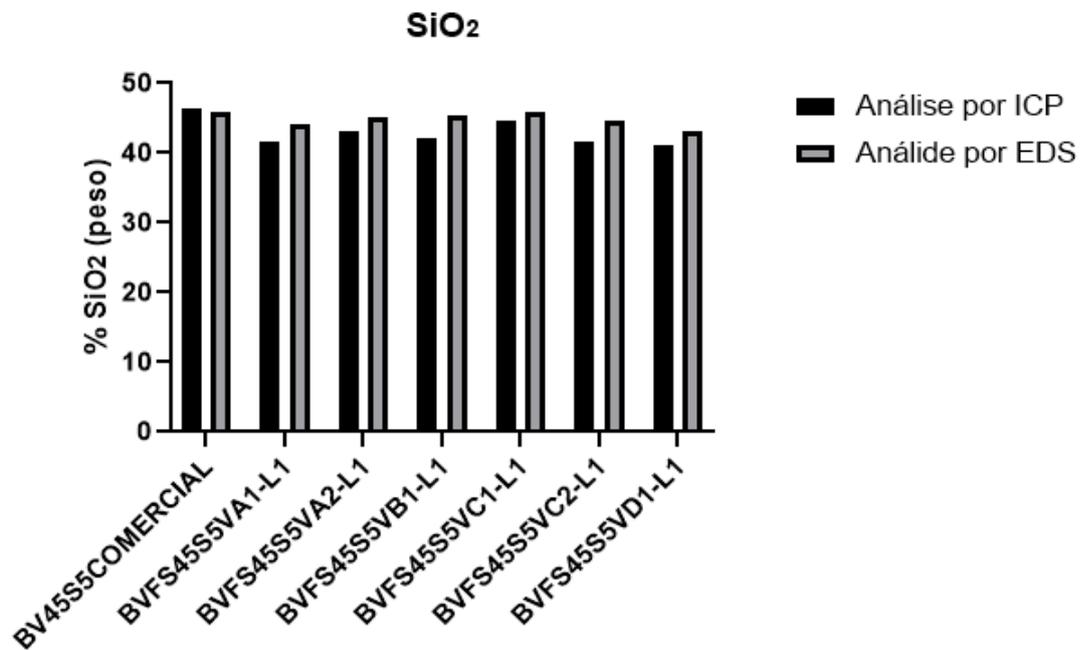


Figura 7 – Percentual em peso da concentração de SiO<sub>2</sub> obtida por diferentes técnicas de medição - Amostras de BG-45S5 obtidas pela Rota alternativa

	Documento:	Folhas:	Nº Revisão:	Data da Revisão:
	<b>RELATÓRIO TÉCNICO DE ENGENHARIA</b>	12/10	<b>00</b>	20/11/2022

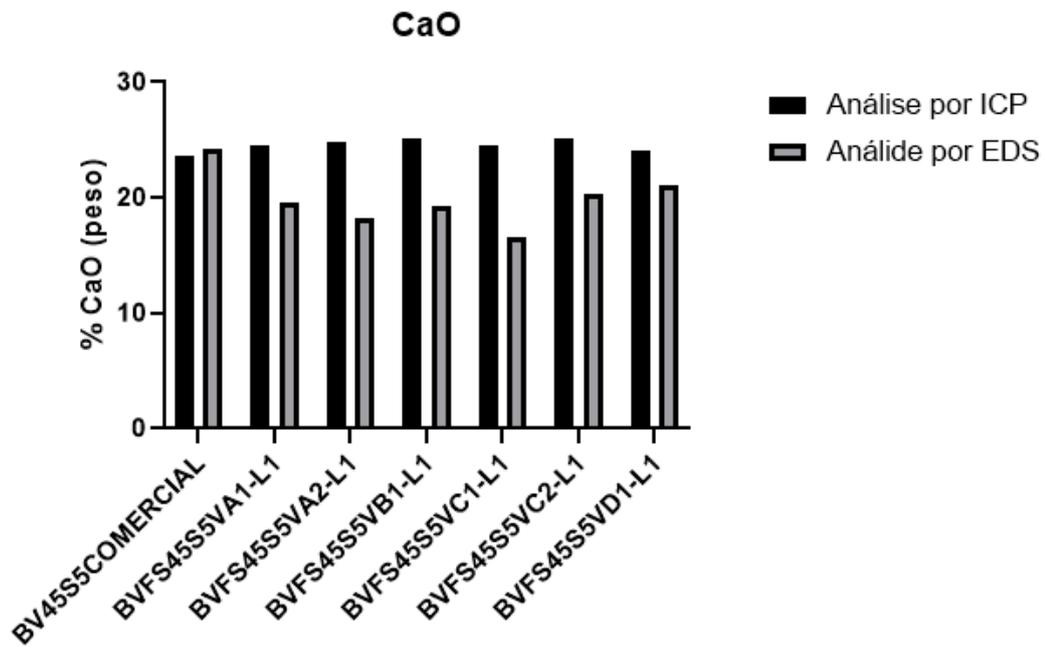


Figura 8 – Percentual em peso da concentração de CaO obtida por diferentes técnicas de medição - Amostras de BG-45S5 obtidas pela Rota alternativa

**SELAZ INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE APARELHOS BIOMECÂNICOS LTDA**

Avenida ShishimaHifumi, 2911 – Sala S103 – Parque Tecnológico Univap – Urbanova– 12.244-000 – São José dos Campos-SP/BRASIL.

TEL: ++55 (0)12 3949-9600 FAX: ++55 (0)12 3949-9600 E-mail: [selaz@selaz.com.br](mailto:selaz@selaz.com.br)

	Documento:	Folhas:	Nº Revisão:	Data da Revisão:
	<b>RELATÓRIO TÉCNICO DE ENGENHARIA</b>	13/10	<b>00</b>	20/11/2022

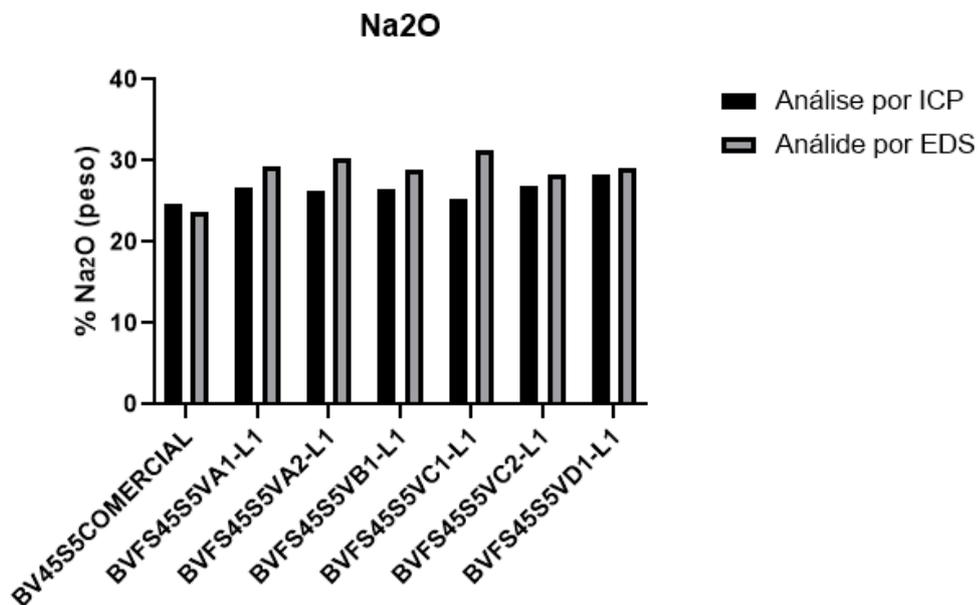


Figura 9 – Percentual em peso da concentração de Na<sub>2</sub>O obtida por diferentes técnicas de medição - Amostras de BG-45S5 obtidas pela Rota alternativa

	Documento:	Folhas:	Nº Revisão:	Data da Revisão:
	RELATÓRIO TÉCNICO DE ENGENHARIA	14/10	00	20/11/2022

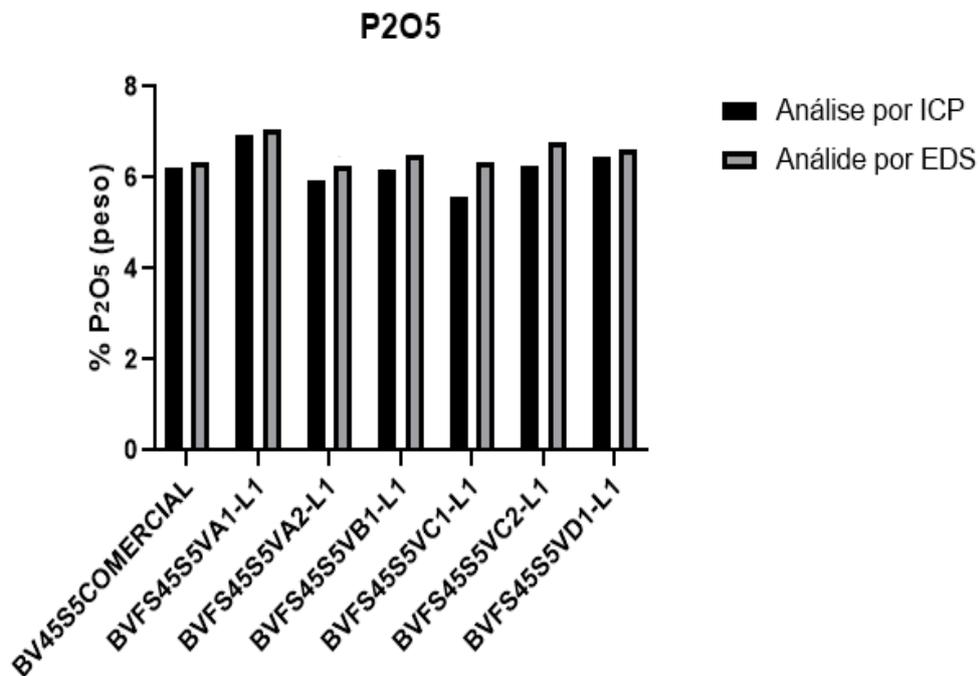


Figura 10 – Percentual em peso da concentração de P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> obtida por diferentes técnicas de medição - Amostras de BG-45S5 obtidas pela Rota alternativa.

## 6. CONCLUSÃO

No presente desenvolvimento foram sintetizados vidros bioativos de composição 45S5 por meio do método de fusão, substituindo a fonte de fosforo P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> por fonte alternativa e variando alguns parâmetros do processo. Todas as composições apresentaram grupos químicos funcionais correspondentes a ligações NBO, características térmicas correspondentes ao vidro bioativo e estado vítreo, no qual estas características influenciam positivamente no processo de bioatividade. Os resultados de composição demonstraram composições muito próximas as esperadas, sendo necessário ajustes no método de preparação da amostra para que seja possível efetuar a leitura do teor de sílica. Os resultados de bioatividade demonstraram que todos os lotes do produto produzidos apresentam alto potencial bioativo.

### SELAZ INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE APARELHOS BIOMECÂNICOS LTDA

Avenida ShishimaHifumi, 2911 – Sala S103 – Parque Tecnológico Univap – Urbanova– 12.244-000 – São José dos Campos-SP/BRASIL.

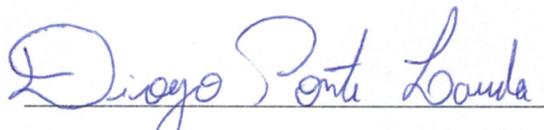
TEL: ++55 (0)12 3949-9600 FAX: ++55 (0)12 3949-9600 E-mail: [selaz@selaz.com.br](mailto:selaz@selaz.com.br)



## Declaração

Declaramos para os devidos fins que **Kennedy Wallace dos Santos** foi bolsista da **SELAZ Indústria e Comércio de Aparelhos Biomecânicos LTDA** no período de 03/2021 a 11/2022, sob a orientação da **Prof. Dr.<sup>a</sup> Ivone Regina de Oliveira** na **Universidade do Vale do Paraíba / UNIVAP** para realização da pesquisa intitulada **“Estudo e Otimização da Produção de Vidro Bioativo por Fusão”**. Este projeto de pesquisa trás benefícios tecnológicos em processos, produtos e materiais para o setor produtivo.

São José dos Campos, 21 de novembro de 2022

  
Diogo Ponte Lauda

*Diretor Executivo SELAZ*

SELAZ INDÚSTRIA E COMÉRCIO DE APARELHOS BIOMECÂNICOS LTDA

Avenida Shishima Hifumi, 2911 – Sala S103 – Parque Tecnológico Univap – Urbanova – 12.244-000 – São José dos Campos-SP/BRASIL.

TEL: ++55 (0)12 3949-9600 FAX: ++55 (0)12 3949-9600 E-mail: [selaz@selaz.com.br](mailto:selaz@selaz.com.br)