# Viabilidade de têmpera química em vidros aluminoborossilicatos contendo óxido de lantânio

# (Feasibility of chemical tempering in aluminoborosilicate glasses containing lanthanum oxide)

G. C. Gonçalves<sup>1</sup>, H. N. Yoshimura<sup>1</sup> <sup>1</sup>Universidade Federal do ABC Av. dos Estados, 5001 – Bangú, Santo André – SP gabriel.clint@aluno.ufabc.edu.br

## Resumo

Vidros aluminoborossilicatos com óxido de lantânio apresentam elevadas propriedades mecânicas, mas têm alto custo associado à inclusão da terra-rara na composição. O objetivo deste trabalho foi verificar a viabilidade de têmpera química como uma alternativa para contrabalancear o custo e melhorar as propriedades mecânicas em um aluminoborossilicato com La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Foram investigadas composições SiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> e SiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>-Na<sub>2</sub>O. As composições foram temperadas quimicamente com sal de KNO<sub>3</sub> a 650, 700 e 750 °C. Após a têmpera, a análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) não identificou a presença de segundas fases e a análise de espectroscopia por energia dispersiva (EDS) detectou K na segunda composição, indicando a efetividade da troca iônica. A dureza Vickers aumentou de 7,4 para 7,9 e de 6,6 para 7,2 GPa na primeira e segunda composição, respectivamente. Na composição com sódio, detectou-se tensão residual compressiva de até 96 MPa e seu K<sub>Ic</sub> aumentou em 40%.

Palavras chave: troca iônica, aluminoborossilicatos, terras-raras, propriedades mecânicas.

## Abstract

Alumino-borosilicate glasses containing lanthanum oxide, despite featuring high mechanical properties, have a high cost associated with the inclusion of rare-earth oxide in composition. The aim of this study was to verify the feasibility of chemical tempering as an alternative to counterbalance the cost and improve the mechanical properties in a alumino-borosilicate with La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Compositions SiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> and SiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>-Na<sub>2</sub>O were investigated. The compositions were chemically tempered with KNO<sub>3</sub> salt at 650, 700 and 750 °C. After tempering, the scanning electron microscopy analysis (SEM) did not identify the presence of second phases and the energy dispersive spectroscopy analysis (EDS) detected K in the second composition, indicating the effectiveness of ion exchange. The Vickers hardness raised from 7.4 to 7.9 and 6.6 to 7.2 GPa in the first and second composition, respectively. In sodium-containing composition, compressive residual stress of up to 96 MPa and an increase of 40% in K<sub>Ic</sub> were observed.

Keywords: ion exchange, aluminoborosilicate, rare-earth, mechanical properties.

## **INTRODUÇÃO**

Os vidros são classificados em classes, segundo sua composição química. Cada uma dessas classes possui características únicas e pode ser composta por diferentes elementos na rede vítrea na forma de óxidos que, na microestrutura, são classificados como óxidos formadores de rede, como SiO<sub>2</sub> e B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, óxidos modificadores de rede, como o Na<sub>2</sub>O, e óxidos intermediários, como o Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e o TiO<sub>2</sub> [1, 2]. Os íons formadores de rede estão interconectados por íons de oxigênio ponteantes. Ao se introduzir um óxido modificador de rede (M<sub>2</sub>O para o caso de um cátion de metal alcalino M) ocorre quebra da conexão da rede formadora e provoca o aparecimento de um oxigênio não-ponteante (NBO) segundo a Equação A [2, 3]:

$$-Si - 0 - Si - + M_2 0 \rightarrow -Si - 0 - M^+ + M^+ 0^- - Si - (A)$$

Vidros de aluminoborossilicatos são compostos por óxidos de alumínio, boro e silício. Ao se acrescentar óxidos de metal de terra rara em composições de aluminossilicatos e aluminoborossilicatos, ocorre variação da concentração de oxigênios não-ponteantes na microestrutura dos vidros, provocando aumento na resistência mecânica e estabilidade química, e diminuição na viscosidade, temperatura de fusão e coeficiente de expansão térmica. Em contrapartida, o custo associado à adição do óxido de terra rara é maior [4,5]. Vidros à base de SiO<sub>2</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> têm sido usados para confecção de restauração dentária; a adição de óxido de boro neste sistema diminui a viscosidade do vidro e possibilita a sua infiltração em pré-formas porosas de cerâmica para preparação de biocompósitos dentários com elevada transmissão luminosa [3].

Uma série de estudos verificou a eficiência da têmpera química no aumento da resistência mecânica dos vidros em geral [6,7]. A técnica é baseada na tensão de compressão superficial gerada pela substituição dos íons das camadas mais externas dos vidros por íons de maior raio em temperaturas próximas à temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ). Por exemplo, na troca envolvendo KNO<sub>3</sub> e um vidro contendo sódio a matriz deve acomodar um volume aproximadamente 36% maior pela inclusão de íons K<sup>+</sup> [2,8]. Sabe-se que a tempera é mais efetiva para a troca entre íons de metais alcalinos ou metais alcalinos terrosos e que a magnitude do efeito produzido pela técnica depende da composição do material vítreo e da temperatura [2,7]. Caso esse processo seja realizado acima da  $T_g$ , mecanismos viscoplásticos de relaxação da estrutura "descomprimem" os cátions maiores incorporados e aliviam a tensão [2,6]. Usualmente é necessário longo tempo de tratamento devido à cinética lenta do processo; por ex., para vidros de sílica soda cal, o tratamento em banho de KNO<sub>3</sub> a ~475 °C por 16 h resulta

em tensão de compressão superficial de ~450 MPa com profundidade da camada de tensão de compressão de ~25-30  $\mu$ m [7]. Contudo, em intervalos mais curtos de tempo, já há ocorrência de troca iônica e significativa alteração das propriedades mecânicas superficiais em tratamentos de têmpera química de porcelanas dentárias [9].

Aparentemente, ainda não há relato na literatura se vidros aluminoborossilicatos com óxido de terra rara são susceptíveis a este tipo de tratamento. O presente trabalho visa verificar a efetividade da têmpera química como uma alternativa para contrabalancear o custo e para aumentar de resistência mecânica e tenacidade à fratura em um vidro à base de aluminoborossilicato contendo óxido de lantânio.

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

Foram pesquisados dois vidros de aluminoborossilicato contendo óxido de lantânio. O primeiro foi desenvolvido com composição 25%SiO-20%B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-15%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-15%TiO<sub>2</sub> (% em mol), que foi denominado neste trabalho de SBALT, o qual se sabe que forma estrutura totalmente amorfa [10]. Como este vidro não apresenta óxido de metal alcalino, com potencial de não ser susceptível ao processo de troca iônica, o segundo vidro, baseado no vidro SBALT, teve adição de 5% em mol de Na<sub>2</sub>O e foi denominado de SBALT-Na, com composição 23,75%SiO<sub>2</sub>-19,00%B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-23,75%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-14,25%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-14,25%TiO<sub>2</sub>-5,00%Na<sub>2</sub>O (% em mol).

Para a preparação dos vidros, foram empregadas as seguintes matérias-primas na forma de pó: quartzo (>99,5% SiO<sub>2</sub>, Jundu); ácido bórico (>99,5% H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>, PA ACS, Vetec); alumina (99,9% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, UA5105, Showa Denko); óxido de lantânio (99,9% La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, PA, Vetec); titânia (>99% TiO<sub>2</sub>, 1001, Kronos); e nitrato de sódio (>99% NaNO<sub>3</sub>, Sigma-Aldrich).

Os pós foram pesados em balança analítica e misturados manualmente. Em seguida, a mistura de pós (50 g) foi fundida em um cadinho de platina (Pt-5%Au) em um forno elétrico vertical (FE-1700, Fortelab) a 1500 °C por 1 h com duas taxas de aquecimento: 10 °C/min, de 25 °C (T<sub>ambiente</sub>) a 1000 °C; e 5 °C/min, de 1000 a 1500 °C. Após a fusão, o vidro foi vertido em uma matriz de grafita de 20 mm de diâmetro para confecção de amostras na forma de disco. Logo após o enrijecimento, os discos foram enfornados em outro forno elétrico (Lexus 1300, VRC) previamente pré-aquecido e mantidos por 1 h para recozimento do vidro (com intuito de eliminar as tensões residuais de solidificação). As temperaturas de recozimento foram 740 °C para a composição SBALT e 690 °C para a composição SBALT-Na (a temperatura de transição vítrea do vidro SBALT observada por calorimetria exploratória diferencial (DSC) é de 733 °C [11], enquanto a T<sub>g</sub> do vidro SBALT-Na calculada com o software SciGlass é de 683 °C). Para se evitar a reintrodução de tensão residual, o resfriamento foi lento com taxa de 0,5 °C/min até

400 °C, seguido de resfriamento natural do forno. Após o recozimento, as superfícies planas dos discos foram lixadas sequencialmente em lixas 80, 220, 420 e 1200 (Norton, Saint-Gobain) em uma lixadeira automática (Aropol 2V, Arotec) e em seguida polidas com suspensões de alumina (com partículas de 45 a 1 μm) em uma politriz metalográfica (Aropol 2V, Arotec).

O processo de têmpera química foi realizado pelo método da pasta [10]. A pasta foi preparada misturando 10 g de KNO<sub>3</sub> (99,9% KNO<sub>3</sub>, Quimis) com 4 mL de água deionizada e, então, 1 g desta pasta foi depositado sobre a superfície polida do disco. Os discos com a pasta foram submetidos a tratamentos de troca iônica em forno elétrico (Lexus 1300, VRC), em pares compostos por uma amostra de SBALT e uma de SBALT-Na, em três diferentes temperaturas (650, 700 e 750 °C) com taxa de aquecimento de 5 °C/min e resfriamento natural do forno, que foi desligado após patamar de 30 min na temperatura máxima. Após resfriamento, as superfícies das amostras foram lavadas em água corrente para a retirada da pasta. Foi utilizada lixa 1200 (Norton, Saint-Gobain) e politriz metalográfica (Aropol 2V, Arotec) com suspensões de alumina (45 a 1  $\mu$ m) para remover resquícios de pasta remanescente.

As superfícies das amostras foram divididas em dois grupos segundo seu processamento. A superfície que recebeu a pasta de  $KNO_3$  foi chamada de "superfície temperada quimicamente", enquanto a superfície do disco submetido ao ciclo de troca iônica, mas que não teve contato com o nitrato de potássio, foi chamada de "superfície sob ciclo térmico".

As seguintes técnicas foram empregadas para caracterização dos vidros:

- i) Microscopia eletrônica de varredura (MEV) em um microscópio (JSM-6010LA, JEOL) com análise via espectroscopia por energia dispersiva (EDS), para verificar a ocorrência de potássio (K<sup>+</sup>) nas regiões próximas à superfície do material. Para a análise, as amostras foram recobertas com camada de 10 nm de ouro via *sputtering* (EM ACE200, Leica);
- ii) Análise de calorimetria exploratória diferencial (DSC) em analisador térmico (LABSYS evo STA, Setaram) de 30 a 1000 °C, para verificar a T<sub>g</sub> da amostra SBALT-Na e compará-la com a estimativa do software SciGlass;
- iii)Ensaio de indentação Vickers em um durômetro (Vickers HV-1000, Equilam), com cargas de 0,98 e 9,8 N aplicadas por 15 s; a diagonal de impressão e o comprimento da trinca radial foram medidos em microscópio a laser (Scopus A1000 Zeiss), logo após a indentação; a tenacidade à fratura (K<sub>Ic</sub>) foi calculada utilizando a Equação B, enquanto a tensão residual superficial (σ<sub>r</sub>) após troca iônica foi calculada por meio da Equação C [12]:

$$K_{Ic} = \left[0,016\sqrt{\left(\frac{H}{E}\right)}\right] * \left[\frac{P}{\sqrt[3]{C^2}}\right], \text{ para } C/a \ge 2 \qquad (B)$$

$$\sigma_r = 1000 \times \frac{\kappa_{Ic} - \kappa_{Ic'}}{2\sqrt{\frac{c}{\pi}}}$$
(C)

onde, H é a dureza Vickers (GPa); E é módulo elástico (GPa); P é a carga de indentação Vickers (N); K<sub>Ic</sub> e K<sub>Ic</sub>' são os valores de tenacidade à fratura antes e após a troca iônica, respectivamente (MPa.m<sup>1/2</sup>); a é a metade do comprimento da diagonal da impressão Vickers (m) e c é o comprimento da trinca radial a partir do centro da indentação Vickers (m).

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

#### Análise de calorimetria diferencial exploratória (DSC)

Segundo [11], a composição SBALT apresenta  $T_g$  de aproximadamente 733 °C. A adição de 5% de Na<sub>2</sub>O na composição SBALT apresentou  $T_g$  de 711 °C (diminuiu a  $T_g$  da composição SBALT em aproximadamente 20 °C – Figura 1). Esse comportamento pode ser associado ao aumento de NBO na microestrutura dos vidros com a inclusão de um óxido modificador de rede. A presença do Na<sub>2</sub>O favorece o aparecimento de ligações Si-Na<sup>+</sup>O<sup>-</sup> no lugar de pontes Si-O-Si, desconectando a rede vítrea e diminuindo a energia necessária para a transição para o estado viscoelástico [2,3].



Figura 1. Curva de DSC da composição SBALT-Na sob aquecimento à 10 °C/min.

Na região de temperatura acima de 800 até 1000 °C há dois picos endotérmicos. Esse comportamento pode ser um indicativo de cristalização dos componentes na composição SBALT-Na. Nessa faixa de temperatura há cristalização em composições de aluminossilicatos, como vidros do sistema Li<sub>2</sub>O-ZrO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO-CaO-Na<sub>2</sub>O [13,14]. Contudo, seria necessária a verificação via difração de raios X para constatar se há picos de cristalização na amostra SBALT-Na e quais são os compostos cristalizados.

### Microanálise (MEV-EDS)

Como esperado das composições utilizadas no preparo dos vidros e seu recobrimento, a microanálise de espectroscopia por energia dispersiva (EDS) revelou alta quantidade de oxigênio, alumínio e silício, além de ouro, lantânio e titânio nas amostras SBALT, e detectou, além dos elementos citados, presença de sódio nas amostras SBALT-Na. O boro não pôde ser detectado por apresentar baixo número atômico, abaixo da resolução de detecção da análise. Foram desconsideradas análises na composição SBALT-Na após têmpera a 750 °C, uma vez que o material final apresentou deformação de sua forma, um indício do comportamento viscoso do material acima de sua T<sub>g</sub>.

Conforme esperado, não foi observada quantidade detectável de potássio na amostra SBALT inicial (recozida) e nas amostras submetidas à têmpera química. Estes resultados sugerem que não houve troca iônica e migração de K na composição sem a presença de um metal alcalino, corroborando com a dificuldade prevista na literatura [2,7].

O espectro de EDS do SBALT-Na confirmou a ausência de potássio na amostra recozida. Já na amostra tratada a 650 °C observaram-se picos de baixa intensidade de K, indicando a ocorrência de troca iônica Na<sup>+</sup>-K<sup>+</sup> e sugerindo a formação de uma camada superficial contendo potássio no vidro SBALT-Na conforme proposição do presente estudo. Por outro lado, não foram detectadas presenças de potássio para o tratamento a 700 °C. Cabe mencionar que o ouro teve destaque nos espectros das amostras SBALT e SBALT-Na, o que pode ter dificultado a detecção de outros elementos em menor quantidade, como o potássio. Outra hipótese é que a camada de penetração de potássio, entre 25 e 80  $\mu$ m [6,7], tenha sido removida durante o polimento da amostra antes do ensaio de dureza. Novos ensaios são necessários para verificar a veracidade das hipóteses.

## Dureza Vickers

A dureza das composições SBALT e SBALT-Na foi avaliada para as cargas de 0,98 N e 9,8 N, antes e depois da têmpera química. Em nenhuma das amostras houve nucleação de trinca nos vértices da indentação sob carga de 0,98 N e observou-se que não houve efeito significativo da carga de indentação na dureza de ambas as composições. Os valores de dureza a 0,98 N e 9,8 N estão dispostos nas Figuras 2 e 3, respectivamente. A análise destas figuras ilustra que, em relação ao valor inicial, houve aumento de aproximadamente 8% na dureza Vickers das duas composições, considerando a superfície submetida ao ciclo térmico e a superfície submetida à têmpera química. Cabe ressaltar que não foi observada diferença significativa na dureza ao se comparar a efeito do KNO<sub>3</sub> na têmpera química e a ação da temperatura de forma isolada.



Figura 2. Valores de dureza Vickers sob carga de 0,98 N: (a) SBALT; (b) SBALT-Na.



Figura 3. Valores de dureza Vickers sob carga de 9,8 N: (a) SBALT; (b) SBALT-Na.

Como um todo, as composições SBALT e SBALT-Na apresentaram dureza entre 7 e 8 GPa, valores superiores à outras classes de vidros. Por exemplo, vidros sílica-soda-cal apresentam dureza entre 5,5 e 6 GPa, enquanto boratos com aproximadamente 10% em mol de  $La_2O_3$  apresentam aproximadamente dureza entre 6,5 e 7 GPa.

A composição SBALT-Na sem tratamento apresentou dureza 10% menor do que a composição SBALT. O sódio altera a coordenação do boro e silício ao aumentar a quantidade de NBO na rede, permitindo maior penetração do indentador Vickers [6,17]. Estudos em vidros borossilicatos contendo sódio mostraram que a dureza do material é inversamente proporcional à concentração de Na<sub>2</sub>O na composição. De forma geral, borossilicatos apresentam maior

dureza quanto maior a concentração de formadores de rede, por exemplo, borossilicatos com 12% em mol de Na<sub>2</sub>O apresentam dureza próxima a 8 GPa, enquanto 30% em mol de Na<sub>2</sub>O reduzem a dureza para aproximadamente 6 GPa [15].

#### <u>Tenacidade à fratura (K<sub>Ic</sub>) e tensão residual superficial ( $\sigma_r$ )</u>

Comparando-se os valores de  $K_{Ic}$  resultantes (Figura 4), as amostras SBALT-Na submetidas à tempera química com KNO<sub>3</sub> foram as que apresentaram maior tenacidade à fratura. Mesmo sem a detecção de potássio por EDS na superfície da amostra processada a 700 °C, este resultado é um indício da criação de uma camada compressiva superficial e da efetiva troca iônica entre os íons Na<sup>+</sup> e K<sup>+</sup> na composição [8]. Fazendo-se uma análise mais refinada da variância pelo método t de Student, para um intervalo de confiança de 95%, tem-se uma queda discreta da tenacidade à fratura inicial do SBALT, sendo mais acentuada na amostra processada a 750 °C. Para o SBALT-Na, o intervalo estatístico confirmou o crescimento de K<sub>Ic</sub> do material temperado quimicamente.



Figura 4. Valores médios de K<sub>Ic</sub> antes e depois da têmpera: (a) SBALT; (b) SBALT-Na.

Houve ineficiência de troca iônica na amostra SBALT pela ausência de íon alcalino trocável na composição do material [6,7]. Também, o valor de K<sub>Ic</sub> obtido para a têmpera química do SBALT-Na em ciclo térmico a 650 °C em relação a 700 °C (1,86 e 1,73 MPa.m<sup>1/2</sup>, respectivamente) pode ser associado ao alívio das tensões devido à relaxação da estrutura vítrea a uma temperatura próxima a T<sub>g</sub> [2,6,7]. Esses valores são superiores aos valores de K<sub>Ic</sub> encontrados em aluminoborossilicatos com adições de CaO, CeO<sub>2</sub>, CaO-CeO<sub>2</sub>, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, que variam entre 0,91 e 1,35 MPa.m<sup>1/2</sup> [3].

Os resultados de  $\sigma_r$  para a amostra SBALT-Na mostraram tensão de compressão apenas nas superfícies que sofreram ação do nitrato de potássico de aproximadamente -96 MPa para a superfície temperada a 650 °C e de -47 MPa para a temperada a 700 °C, um indício da presença de camada compressiva nestas superfícies. A critério de comparação, porcelanas dentárias submetidas à troca iônica com KNO<sub>3</sub> apresentam valores da ordem de -100 MPa [12].

## CONCLUSÕES

Demonstrou-se, aparentemente pela primeira vez, a viabilidade de se aumentar a tenacidade à fratura ( $K_{Ic}$ ) por meio de têmpera química (troca iônica) em vidros aluminoborossilicatos contendo terra-rara (óxido de lantânio). Isto só foi possível após a adição de óxido de sódio na composição do vidro, o que possibilitou a troca iônica entre os íons Na<sup>+</sup> do vidro e K<sup>+</sup> do nitrato de potássio empregado no tratamento de têmpera química.

O vidro com adição de 5% em mol de Na<sub>2</sub>O (SBALT-Na) apresentou aumento de cerca de 40% no valor de K<sub>Ic</sub> após têmpera química a 650 °C por apenas 30 min, passando de 1,3 MPa.m<sup>1/2</sup> para quase 1,9 MPa.m<sup>1/2</sup> (a ocorrência de troca iônica foi confirmada pela análise de EDS que detectou potássio na superfície do vidro após o tratamento). Já a têmpera química a 700 °C resultou em aumento menor de K<sub>Ic</sub> (1,7 MPa.m<sup>1/2</sup>), possivelmente decorrente da ocorrência de relaxação da tensão residual devido ao tratamento ter sido realizado próximo à temperatura de transição vítrea (T<sub>g</sub>) do vidro SBALT-Na (711 °C determinada por DSC). A tensão residual calculada para as superfícies das amostras SBALT-Na submetidas à troca iônica foi de aproximadamente -96 MPa a 650 °C e -47 MPa a 700 °C, o que indicou presença de tensão de compressão na região próxima a estas superfícies.

O vidro de referência sem adição de Na<sub>2</sub>O (SBALT, 25%SiO<sub>2</sub>-20%B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-25%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-15%La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-15%TiO<sub>2</sub>, % em mol) submetido às mesmas condições de têmpera química do vidro SBALT-Na não apresentou alteração significativa de K<sub>Ic</sub>. Também não foi detectado potássio por EDS na superfície em contato com o KNO<sub>3</sub>, demonstrando que os íons modificadores do vidro SBALT, como La<sup>3+</sup>, não são trocáveis na têmpera química, ao menos com o íon de K<sup>+</sup>. Isto também confirmou a necessidade de o vidro ter um íon trocável, como o Na<sup>+</sup>, em sua estrutura para ser susceptível à têmpera química.

A avaliação da dureza nas superfícies temperadas quimicamente e nas superfícies sujeitas à ação da temperatura (i.e. superfícies sem contato direto com o KNO<sub>3</sub>) apresentaram aumento médio no valor de dureza em 8% para ambas as composições.

## AGRADECIMENTOS

À Central Experimental Multiusuário da UFABC pelos equipamentos utilizados, à UFABC pela bolsa de mestrado de G. C. Gonçalves e ao CNPq pela bolsa de produtividade em pesquisa de H. N. Yoshimura (processo nº 311286/2018-6).

# REFERÊNCIAS

[1] J. E. Shelby, Introduction to Glass Science and Technology. 2 ed. Cambridge: Royal Society of Chemistry, 2005. 292 p.

[2] A. K. Varshneya, Fundamentals of Inorganic Glasses, 2 ed., Society of Glass Technology, Sheffield (2006).

[3] A. Chimanski, Produção e caracterização microestrutural, óptica, mecânica e tribológica de vidros e compósitos cerâmicos para aplicação odontológica, Tese de Doutorado, UFABC, Santo André (2017).

[4] B. Stevensson, M. Edén, J. Non-Crystal. Solids 378 (2013) 163-167.

[5] Y. Hou, J. Yuan, J. Kang, J. Cui, J. Cheng, J. Cui, J. Wuhan Un. Technol. Mater. Sci. 23, 1 (2017) 58-61.

[6] R. Gy, Mater. Sci. Eng. B 149, 2 (2008) 159-165.

[7] A. K. Varshneya, Int. J. Appl. Glass Sci. 1, 2 (2010) 131-142.

[8] P. Mazzoldi, S. Carturan, A. Quaranta, C. Sada, V. M. Sglavo, Riv. Nuovo Cimento 36, 9 (2013) 397-460.

[9] V. Rosa, C. Fredericci, M. F. Moreira, H. N. Yoshimura, P. F. Cesar, Ceram. Int. 36, 6 (2010) 1977-1981.

[10] A. Chimanski, P. F. Cesar, H. N. Yoshimura, Ceram. Int. 43, 16 (2017) 13970-13977.

[11] H. T. Tamoto, Efeitos do teor de  $Al_2O_3$  e da relação  $B_2O_3/SiO_2$  em vidro boroaluminossilicato contendo lantânio na molhabilidade e características ópticas e mecânicas de biocompósitos de alumina infiltrada com vidro, Dissertação de Mestrado, UFABC, Santo André (2018).

[12] P. F. Cesar, C. C. Gonzaga, W. G. Miranda Jr., H. N. Yoshimura, J. Biomed. Mater. Res. B - Appl. Biomater. 83, 2 (2007) 538-545.

[13] A. P. N. Oliveira, A. H. B. Teixeira, H. H. Venturelli, O. R. K. Venturelli, Rev. Matér. 22, 2 (2017) e11833.

[14] L. Barbieri, A. M. Ferrari, I. Lancellotti, C. Leonelli, J. M. Rincòn, M. Romero, J. Am. Ceram. Soc. 83, 10 (2000) 2515-2520.

[15] B. Aktas, M. Albaskara, S. Yalsin, K. Dogru, Acta Phys. Pol. A 131, 3 (2017) 511-513.

[16] H. Segawa, T. Igarashi, T. Sakamoto, K. Mizuno, T. Konishi, S. Inoue, Int. J. Appl. Glass Sci. 1, 4 (2010) 378-387.

[17] M. Barlet, J. M. Delaye, T. Charpentier, M. Gennisson, D. Bonamy, T. Rouxel, C. Rountree, J. Non-Crystal. Solids 417-418 (2016) 66-79.