

Centro Avançado de Biomateriais – BioMat

(Laboratório multiusuário de pesquisa do Departamento de Odontologia/UFVJM)

SECTES/FAPEMIG - Termo de Cooperação Técnica (TCC 12.068/2009)

Equipamentos

1 - Microscópio Eletrônico de Varredura (CS-3500, Shimadzu, Japão)

Espectrofotômetro de Energia de Dispersão de Raios-X (CS-3200, Oxford, Inglaterra)

Metalizador (SC 7620, Emitech, Reino Unido)

O **Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)** é uma poderosa ferramenta usada rotineiramente para a caracterização de materiais sólidos. O equipamento possui capacidade de produzir imagens de alta ampliação e resolução com aparência tridimensional característica, que são úteis para avaliar a estrutura superficial de uma dada amostra. Estas imagens possuem um caráter virtual, pois o que é visualizado no monitor do aparelho é a transcodificação da energia emitida pelos elétrons. O princípio de funcionamento do MEV consiste na emissão de feixes de elétrons por um filamento capilar, mediante a aplicação de uma diferença de potencial que pode variar de 0,5 a 30 KV. Apesar da complexidade dos mecanismos para a obtenção da imagem, o resultado é uma imagem de fácil interpretação.

Quando o feixe primário interage com a amostra, os elétrons perdem energia por dispersão e absorção em um volume em forma de gota, conhecido como volume de interação, o qual se estende de menos de 100 nm até em torno de 5 µm para dentro da superfície da amostra. O tamanho do volume de interação depende da energia dos elétrons, do número atômico dos átomos da amostra e da densidade da amostra. A interação entre o feixe de elétrons e a amostra resulta na emissão de elétrons secundários, elétrons retroespalhados e raios-X característicos, além de outros (elétrons Auger, radiação eletromagnética na região do infravermelho, do visível e do ultravioleta, etc.).

Assim, a emissão de raios-X permite que o **Espectrofotômetro de Dispersão da Energia de Raios-X (EDS)** acoplado ao MEV proporcione, além da determinação qualitativa, a determinação semiquantitativa e quantitativa da composição química elementar de uma amostra. Análises obtidas pelo MEV/EDS são consideradas imprescindíveis nas mais diversas áreas do conhecimento. Entretanto, não é apenas esta característica que faz da Microscopia Eletrônica de Varredura uma ferramenta extensivamente utilizada na análise dos materiais. A elevada profundidade de foco e a possibilidade de combinar a análise microestrutural com a microanálise química são fatores que em muito contribuem para o amplo uso desta técnica.

Espécimes de metal não exigem nenhuma preparação especial, a não ser cortes para que seja adaptada à câmara de amostras e algum seccionamento, se necessário. Espécimes sólidos não condutivos devem ser cobertos com uma camada de material condutivo em um **metalizador**. Uma cobertura ultrafina de material eletricamente condutivo (Ouro-Paládio ou Carbono) é depositada na superfície da amostra pela técnica *sputtering*. Isto é feito para prevenir a acumulação de campos elétricos estáticos no espécime, devido à irradiação elétrica durante a produção da imagem.

Técnicas alternativas, como o baixo vácuo, permite a visualização de amostras sem metalização como, por exemplo, amostras biológicas, sem a perda do contraste natural vindo da interação feixe-amostra. Entretanto, a amostra biológica necessita de fixação para preservar sua estrutura, que é usualmente realizada com a incubação da amostra em solução fixadora, como glutaraldeído ou formaldeído.

2 - Espectrofotômetro de infravermelho por transformada de Fourier (Nicolet 6700, Thermo Electron Scientific Instruments Corp., Madison, WI, USA)

Microscópio para infravermelho

A **espectroscopia de infravermelho** é um tipo de espectroscopia de absorção que utiliza a região do infravermelho do espectro eletromagnético. Como as demais técnicas espectroscópicas, pode ser utilizada para identificar um composto ou investigar a composição de uma amostra. É uma técnica não destrutiva, que pode resultar em uma positiva identificação (análise qualitativa) de cada diferente material. O tamanho dos picos no espectro é uma direta indicação da quantidade de material presente, podendo ser realizada também uma análise quantitativa.

As absorções na faixa do infravermelho não se aplicam apenas a ligações em moléculas orgânicas, mas também na análise de compostos inorgânicos, como complexos metálicos. Essa técnica trabalha quase que exclusivamente em ligações covalentes, sendo que gráficos bem resolvidos podem ser produzidos com amostras de uma única substância com elevada pureza ou para a identificação de misturas bem complexas.

A espectroscopia no infravermelho se baseia no fato de que as ligações químicas das substâncias possuem frequências de vibração específicas, as quais correspondem a níveis de energia da molécula, ou seja, a níveis vibracionais. Tais frequências são determinadas pela forma da molécula, pelos seus níveis de energia e pela massa dos átomos que a constituem.

A fim de se fazer medidas em uma amostra, um raio monocromático de luz infravermelha é passada pela amostra e a quantidade de energia transmitida é registrada. Repetindo-se esta operação ao longo de uma faixa de comprimentos de onda de interesse (normalmente 4000-400 cm^{-1}) um gráfico pode ser construído, com "número de onda" em cm^{-1} no eixo horizontal e "transmitância ou absorbância" em % no eixo vertical.

O **Espectrofotômetro de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)** permite utilizar uma técnica de análise na qual o espectro infravermelho é obtido mais rapidamente. A luz infravermelha, com todos os comprimentos de onda da faixa utilizada, é guiada através de um interferômetro, ao invés de monocromadores, como a técnica convencional. A técnica torna-se mais simples, pois a medida de um único espectro é bem mais rápida, porque as informações de todas as frequências são colhidas simultaneamente. Isso permite que se façam múltiplas leituras de uma mesma amostra e se tire a média delas, aumentando assim a sensibilidade da análise.

O FTIR permite a determinação automatizada dos parâmetros de maior importância na caracterização dos materiais. A metodologia origina rapidamente uma informação sumária sobre o produto (30 s/amostra) e não é poluente, já que não utiliza reagentes. A conexão com um microcomputador compatível permite o controle total da operação através do software **Omnix**.

Amostras sólidas e líquidas podem ser analisadas preparando a amostra com brometo de potássio (**KBr**) ou pela técnica da reflectância total atenuada (**ATR**), que utiliza um cristal de Germânio, permitindo maior facilidade e rapidez da análise e reprodutibilidade espectral.

O **Microscópio para infravermelho (MIR)** amplia o campo de aplicação de um equipamento FTIR.

3 - Máquina universal de ensaios (EZ-L Test, Shimadzu, Kyoto, Japão)

A **máquina universal de ensaios** é de fácil utilização, apresentando resultados altamente precisos, de forma rápida e simples. Seu sistema versátil e suas características permitem realizar ensaios para a caracterização de materiais, tais como: tração, compressão, flexão e cisalhamento em plásticos, borrachas, metais, fios, molas, tecidos, couros, papel e muitos outros materiais.

É monitorada por uma unidade de controle microprocessada, que possibilita o armazenamento dos parâmetros de ensaio, minimizando a necessidade de configurações a cada ensaio. A carga e o deslocamento aplicados são apresentados através de indicadores digitais, facilitando o acompanhamento dos ensaios pelo operador.

Além dos acessórios originais para diferentes ensaios mecânicos, possui acessórios específicos confeccionados para corpos de prova pequenos como, por exemplo, dentes e materiais odontológicos. Conforme acessório utilizado, permite a realização de micro-ensaios.

A conexão com um microcomputador compatível permite o controle total da operação através do *software* **Trapezium2**. Com ele é possível automatizar seus ensaios e salvar relatórios dos resultados com várias configurações entre unidades de medidas, cálculos, dados estatísticos e outros, além de permitir o controle manual pelo operador.

Capacidade máxima de carga do equipamento: **5 kN**. Faixa de velocidade do cabeçote: **0,05 a 1000 mm/min**.

4 - Microdurômetro (FM 1E, Future Tech. Co., Tokyo, Japão).

O **microdurômetro** é uma ferramenta para a avaliação da resistência superficial de vários tipos de materiais, incluindo metais, plásticos, borrachas, fibras, vidros e cerâmicas.

Com este equipamento realiza-se o **teste de penetração**, que calcula e indica a dureza dinâmica de uma amostra a partir da carga e da profundidade de penetração, após o carregamento ter sido realizado.

O penetrador (modelo normal em forma de pirâmide triangular) é pressionado contra a superfície através de uma força eletromagnética. A carga é ampliada a uma taxa constante desde zero até o valor pré-ajustado. A profundidade é medida automaticamente enquanto ocorre a penetração no material.

O tamanho da impressão pode ser observado pelo microscópio e o número de dureza da amostra pode ser obtida a partir da deformação plástica do material, através da mensuração das médias das medidas do penetrador.

5 - Outros equipamentos:

- termocicladora, lixadeira e politriz metalográfica, balanças analíticas de precisão, pHmetro e condutivímetro, micrômetro e paquímetro digitais, sistema completo de purificação de água, forno mufla, estufas, autoclave, fotoativador, agitador magnético com controle de temperatura, pipetas.

O BioMat possui acessórios e materiais de consumo, comuns e necessários a um laboratório de pesquisa, que são mantidos pela UFVJM, PPGOdonto e pelos projetos aprovados por professores/pesquisadores usuários do laboratório.