

PROJETO – DE – PESQUISA

Programa de Iniciação científica e Tecnológica

CBPF

Nome do pesquisador ou tecnologista (orientador interno):

Gisele Maria Leite Dalmonico

Coordenação: **COMAN**

Título do projeto 1: **Modulação da Cristalização em Cerâmicas por Plasma: Relações entre Síntese, Estrutura e Propriedades de Superfície**

Palavra-chave: **Microscopia Eletrônica de Transmissão, Microscopia Eletrônica de Varredura, Espectroscopias, CryoTEM, *In situ* TEM.**

Área de conhecimento: **Engenharia de Materiais**

Pré-requisito desejado (se houver):

Possibilidade de orientação remota: (x) Sim () Não

Resultante principal do Projeto:

(x) Publicação (horizonte de 4 anos).

(x) Preparação do bolsista para área científica.

(x) Produto tecnológico.

() Produto educacional ou didático.

Título 1. Correlação Estrutura–Propriedade em Biomateriais: Técnicas Avançadas de Microscopia Eletrônica e Reconstrução 3D

Os fosfatos de cálcio, especialmente a hidroxiapatita ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$), são amplamente estudados como substitutos ósseos devido à sua estrutura cristalina hexagonal, análoga à fase mineral do osso humano. Do ponto de vista da Física do Estado Sólido, suas propriedades estão diretamente relacionadas à organização atômica, defeitos estruturais, energia de superfície e possíveis substituições iônicas na rede cristalina, fatores que influenciam a nucleação e o crescimento do mineral em meio fisiológico. Neste estudo, serão utilizadas técnicas avançadas de microscopia eletrônica de varredura (SEM) e transmissão (TEM), aliadas à difração de elétrons, EELS e EDS, para investigar estrutura

cristalina, composição local e estados eletrônicos. A aplicação de técnicas de reconstrução tridimensional utilizando a tomografia de elétrons nos microscópios eletrônicos, irá auxiliar no entendimento de estruturas que não são visíveis em 2D, como mecanismos de crescimento e modificação da cristalinidade do biomaterial e do osso. O objetivo é correlacionar estrutura cristalográfica, orientação preferencial de crescimento e evolução temporal do mineral ósseo formado, estabelecendo relações entre parâmetros estruturais em escala micro e nanométrica e desempenho funcional do biomaterial. A programação inclui atividades práticas com estruturas micro e nano, uso de microscópios eletrônicos do LABNANO-CBPF e softwares específicos, promovendo uma formação técnica, aplicada e interdisciplinar.

2. Objetivo Geral

Investigar, por meio de microscopia eletrônica avançada, a organização tridimensional de nanomateriais incorporados à matriz óssea, correlacionando estrutura, composição e hierarquia do tecido formado.

2.1. Objetivos Específicos

- Utilizar FIB (Focused Ion Beam) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) para aquisição de séries tomográficas e reconstrução tridimensional (3D) de estruturas complexas.
- Mapear nanomateriais integrados ao tecido ósseo, analisando morfologia, orientação cristalográfica, porosidade e composição química, com foco na hierarquia estrutural do osso neoformado.
- Aplicar técnicas de reconstrução 3D em microscopia eletrônica, aliadas a softwares especializados de processamento e análise de dados, permitindo o estudo multiescala da estrutura óssea — desde a organização nanométrica (cristais de hidroxiapatita e matriz colagênica) até a arquitetura funcional na escala micrométrica.

3. Materiais

As nanopartículas de fosfatos de cálcio e fragmentos ósseos aplicados em testes in vivo. Os materiais utilizados neste estudo serão sintetizados nos laboratórios: Laboratório de Nano e Micro Materiais e Laboratório de Materiais Biocerâmicos. As caracterizações serão realizadas no laboratório de microscopia eletrônica do LabNano, todos do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas – CBPF

4. Metodologia

O projeto será dividido em 2 etapas. A primeira está relacionado ao estudo experimental dos biomateriais, que envolve a síntese, caracterização, preparo das amostras e caracterização por técnicas avançadas de microscopia eletrônica, como CryoTEM e *in situ* TEM. Na segunda etapa, os materiais que já foram aplicados *in vivo*, serão preparados para serem caracterizados por microscopia eletrônica, assim como o preparo no FIB (slice view) para reconstrução da estrutura óssea por 3D e tomografia de elétrons no microscópio eletrônico de transmissão. Serão avaliados os testes de atividade biológica e as caracterizações físico-química e mecânica.

As técnicas de caracterização físico-química que serão utilizadas:

- Análise química por DRX e XPS da síntese das nanopartículas de fosfato de cálcio
- Ângulo de contato (AG): Monitorar a molhabilidade do material para avaliar o potencial crescimento celular e associar aos resultados dos testes *in vivo*.
- Análise *in situ* de aquecimento e Análise Termogravimétrica (TGA): técnicas associadas para análise das propriedades térmicas do material
- Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura e de Transmissão: Imagem de campo claro, campo escuro, SE, BSE e espectroscopias EDS, EELS. Além do uso dos porta amostras de tomografia de elétrons e *in situ* TEM de aquecimento.

5. Resultados Esperados

- Aprender como utilizar microscopia eletrônica e técnicas avançadas associadas para uso na caracterização de materiais, biomateriais e materiais biológicos.
- Entender como os materiais são formados a partir de técnicas *in situ*.
- Entender como ocorre o crescimento preferencial do osso saudável.

Observação: o plano de trabalho poderá ser adaptado de acordo com o andamento do projeto, podendo sofrer algumas alterações no cronograma de acordo com os resultados obtidos.