

Revestimentos de Hidroxiapatita nanoestruturada obtidos por aspersão térmica: síntese, deposição e caracterização

Matheus Araujo da Cunha
matheus.cunha@ufrgs.br

Andrei Locatelli, Antônio S. Takimi, Rafael M. Trommer, Juliane Vicenzi, Carlos P. Bergmann

LACER - LABORATÓRIO DE MATERIAIS CERÂMICOS DA UFRGS
DEPARTAMENTO DE MATERIAIS / ESCOLA DE ENGENHARIA / UFRGS



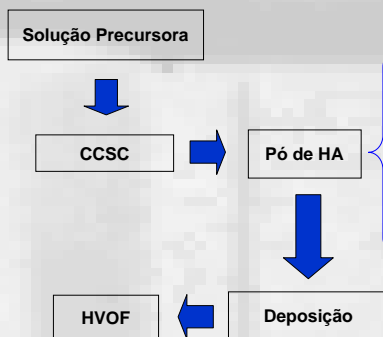
1 INTRODUÇÃO

Os recentes avanços da Medicina, associados a fatores como qualidade de vida, prática esportiva e preocupação com os hábitos alimentares têm aumentado a expectativa de vida do homem. Por outro lado, associados a este crescimento da população idosa, também aumentam os problemas ligados à velhice, como por exemplo, osteoporose e perda de massa óssea. A grande incidência destes problemas de saúde é um dos principais motivos que tem levado pesquisadores de todo o mundo a estudar novos materiais e desenvolver os já existentes de modo a substituir adequadamente os ossos e tecidos danificados através do uso dos biomateriais. A hidroxiapatita (HA) é sem dúvida um dos fosfatos de cálcio mais estudados e mais utilizados para finalidades clínicas, principalmente por se tratar do componente majoritário da fase mineral dos ossos e dentes. Somado a isto, outra razão para o emprego da hidroxiapatita é a possibilidade de fornecer um local para o crescimento do tecido ósseo (osteocondução).

2 OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho é avaliar a obtenção de HA nanoestruturada através da Combustão Contínua Solução em Chama (CCSC), bem como a deposição deste pó via aspersão térmica pelo processo de HVOF, visando preservar os constituintes nanométricos presentes no pó de partida. O pó inicial de hidroxiapatita foi obtido através da síntese por combustão e em seguida atomizado. Nesta etapa de atomização, realizou-se um estudo para a definição dos melhores parâmetros e processos na obtenção do pó atomizado. O pó de HA nanoestruturada foi caracterizado quanto às suas propriedades físicas microestruturais, e de biocompatibilidade.

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL



Caracterização do pó de HA:

- Biocompatibilidade: Citotoxicidade;
- Física: Granulometria, cristalografia (Difração de Raios X) e área superficial (pelo método Brunauer-Emmett-Teller - BET);
- Microestrutural: Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

OBTENÇÃO DO PÓ NANOESTRUTURADO DE HA:

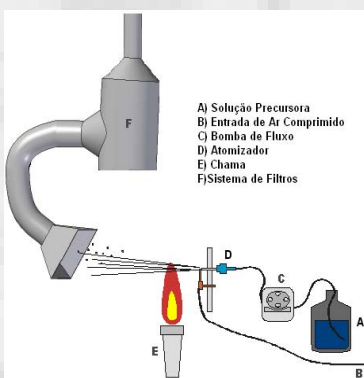


Fig. 1: representação esquemática da técnica de combustão contínua de solução em chama.

Para a solução precursora foi utilizado Acetato de Cálcio e fosfato de amônio bivalente. O acetato de cálcio está em uma concentração de 0,33M; enquanto que a concentração de fosfato de amônio foi de 0,20M. Estas concentrações representam uma razão molar entre cálcio e fósforo na solução precursora de 1,666; a razão molar entre cálcio e fósforo da hidroxiapatita biológica.

A técnica de Combustão contínua de solução em chama (CCSC), representada na Figura 1, consiste em uma solução precursora ser processada no sistema atomizador composto de duas agulhas dispostas perpendicularmente entre si (através da agulha menor passava a solução precursora e o gás atomizador fluía através da agulha maior) e depois conduzidas até a chama piloto. Uma bomba peristáltica foi empregada para controlar o fluxo de solução precursora que chega até o sistema atomizador. Quando a solução atomizada intercepta a chama piloto (foi empregado um bico de Bunsen tendo propano e butano como gases de combustão), ocorre a formação de uma outra chama, denominada chama principal. A partir desta chama ocorrem as reações químicas que levam à formação de partículas, que são posteriormente captadas em um sistema de coleta de pós. Este sistema consiste de um recipiente com uma tela metálica de 500 mesh (25µm) e que retém o pó na mesma. Quando ocorre a saturação desta tela com as partículas, o equipamento é interrompido para a coleta do pó aglomerado.

Após a produção e coleta, o pó obtido foi atomizado em um *Spray-Dryer* para que as partículas adquirissem formas esféricas, garantindo uma maior fluidez para o processo de aspersão por HVOF, e em seguida calcinado para remoção de matéria orgânica e subprodutos das reações químicas. A temperatura de calcinação foi de 800°C, com taxa de aquecimento de 150°C/h e com patamar de queima de 3 horas, utilizando um forno elétrico do tipo mufla.

DEPOSIÇÃO VIA HVOF:

No processo HVOF um gás combustível (hidrogênio, propano ou propileno) e oxigênio são usados para criar um jato de combustão em temperaturas elevadas. A combustão ocorre no interior de uma câmara com elevada pressão, onde um pequeno orifício gera um jato gasoso supersônico com partículas de alta velocidade.

A combustão dos gases gera uma alta temperatura e alta pressão na câmara do bico, causando um fluxo supersônico dos gases através do bico da pistola. As partículas do pó fundem devido à temperatura da chama na câmara de combustão e durante o voo. A Figura 2 apresenta esquematicamente uma pistola de HVOF.

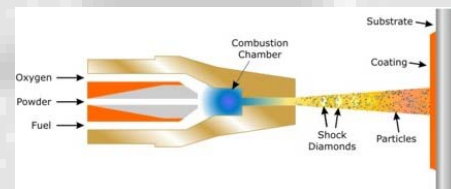


Fig. 2: representação esquemática da técnica HVOF.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

•CRISTALOGRAFIA:

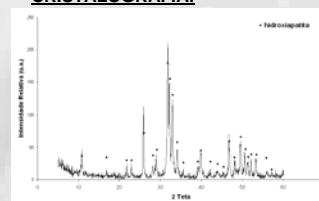


Fig. 3: difratograma da amostra obtida, atomizada no *Spray-Dryer* e calcinada a 800°C por 3h.

Por difração de raios X (DRX), identificou-se a fase cristalina hidroxiapatita do pó calcinado, sem evidências de outras fases indesejadas como fosfato tricálcico (β -TCP), conforme apresenta a Figura 3.

•GRANULOMETRIA:

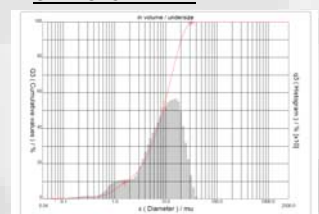


Fig. 4: distribuição granulométrica da amostra de HA obtida.

Na análise da Granulometria a Laser verificou-se que após as etapas de atomização e calcinação obtém-se uma distribuição granulométrica média na ordem de 10,12µm, garantindo assim um dos requisitos mínimos para a etapa de aspersão por HVOF que é a fluidez, visto que grânulos abaixo desse valor não teriam uma fluidez na pistola do equipamento.

•ÁREA SUPERFICIAL ESPECÍFICA:

Na técnica de análise superficial via BET, realizada em meio de adsorção de nitrogênio líquido, observou-se um área superficial de 10,301 m²/g para a HA obtida no laboratório (após atomização e calcinação). Este baixo valor pode ser atribuído ao fato de as partículas estarem agregadas.

•MICROESTRUTURA:

Através da análise da Figura 5 (a) e (b) pode-se observar a existência de vazios entre os aglomerados. Além disso, a medida que há um incremento no aumento das micrografias, constata-se que estes aglomerados são compostos por outros agregados de menor tamanho.

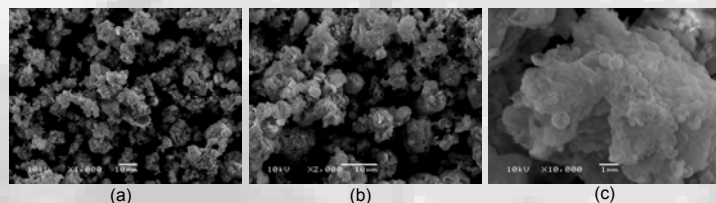


Fig. 5: Micrografias por microscopia eletrônica de varredura dos pós de HA em aumentos de (a) 1000x, (b) 2.000x e (c) 10.000x.

•CITOTOXICIDADE:

Os resultados de citotoxicidade de 24, 48 e 72 horas mostraram que o pó de HA não é citotóxico.

5 CONCLUSÕES

- Foi possível obter um pó de hidroxiapatita através da técnica CCSC, após etapas de atomização e calcinação a 800° por 3h;
- Os pós de HA são basicamente constituídos de partículas primárias, formando um agregado secundário;
- Os baixos valores de área superficial provavelmente podem ser atribuídos ao fato das partículas estarem agregadas;
- A hidroxiapatita não é citotóxica.

6 TRABALHOS FUTUROS

- Medir o tamanho de cristalito;
- Aspergir usando a técnica de HVOF;
- Caracterizar o revestimento de HA obtido por aspersão.