

Obtenção de nitreto de silício poroso por gelcasting de espuma

Regina Oliveira da Silva e Cecilia Chaves Guedes e Silva
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

INTRODUÇÃO

Biocerâmicas têm sido usadas na reparação de partes do corpo doentes ou danificadas [1]. Classificam-se conforme o tipo de resposta que provoca na interface com o tecido hospedeiro. Se durante a implantação houver a formação de uma camada de hidroxiapatita carbonatada (HCA) na sua superfície, essas cerâmicas são denominadas bioativas. No entanto, se o material implantado não formar ligações químicas superficiais como o tecido ósseo adjacente, a biocerâmica é bioinerte [2]. Quando se trata de substituições ósseas o ideal seria a utilização de cerâmicas bioativas cuja alta reatividade *in vivo* tende a favorecer a fixação biológica com o implante, evitando a formação de tecido fibroso interfacial e micro movimentos, minimizando a probabilidade de falhas. No entanto, esses materiais apresentam baixa resistência mecânica, o que limita seu campo de aplicação a situações de baixa sollicitação mecânica [2,3].

Assim, biocerâmicas com fases bioativas e bioinertes têm sido uma alternativa, que possibilita a produção de implantes com elevadas propriedades mecânicas e alta bioatividade. Cerâmicas de nitreto são promissoras para promover essa combinação de propriedades, pois embora sejam bioinertes, seus métodos de fabricação permitem a introdução de fases bioativas [3]. Além disso, a presença de porosidade tende a estimular o processo de osseointegração, pois permite a vascularização e crescimento ósseo no interior do material.

OBJETIVO

O objetivo do presente trabalho é obter cerâmicas de nitreto de silício bioativas e

porosas pelo de *gelcasting* para aplicações biomédicas.

METODOLOGIA

Como materiais de partida, foram utilizados Si_3N_4 , SiO_2 e CaCO_3 . Inicialmente, os pós foram dosados para formar a composição $90\text{Si}_3\text{N}_4-5\text{CaO}-5\text{SiO}_2$ contendo 90% em massa de Si_3N_4 , 5% em massa de CaO e 5% em massa de SiO_2 . Os pós foram moídos em moinho de bolas por 24 horas, utilizando álcool isopropílico como meio líquido. Após a moagem, foi realizada a secagem no rotoevaporador a 90°C . Um estudo reológico das suspensões foi realizado para definição dos melhores teores de sólidos e pH. Para tanto, as curvas de viscosidades foram obtidas pelo viscosímetro rotacional, em dez ciclos.

Suspensões contendo a cerâmica, Isobam 110 e espumante (lauril sulfato de sódio) foram obtidas à temperatura ambiente, sob agitação mecânica. As espumas foram vertidas em moldes de silicone e mantidas à temperatura ambiente. Após a gelificação, os materiais foram desmoldados e sinterizados em atmosfera de nitrogênio a 1700°C por 1 hora. As amostras foram caracterizadas pelo método de Arquimedes, difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura.

RESULTADOS

Os ensaios reológicos foram realizados em suspensões com 34% e 27% em volume de sólidos e diferentes pHs, Figura 1. As curvas com diferentes teores de sólidos apresentaram resultados bem próximos, demonstrando comportamento típico de fluidos não-Newtonianos. No entanto, a suspensão com 27% em volume de sólidos apresentou característica mais fluida. O pH 10,8 em comparação ao pH 11,6

demonstrou mais eficiência em aumentar a fluidez da suspensão (Figura 1b).

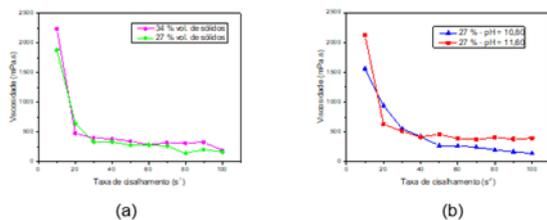


Figura 1: Variação da viscosidade das suspensões com (a) diferentes teores de sólidos e (b) diferentes pHs.

A partir da Tabela 1, observa-se que o aumento na quantidade de Isobam gerou uma diminuição na densidade relativa e aumento da porosidade das amostras. Além disso, houve a transformação da fase α para β - Si_3N_4 nas cerâmicas sinterizadas, como poder observado pelo difratograma de raios X da amostra obtida a partir da suspensão contendo 0,5 % em massa de isobam, representando as demais na Figura 2. Pode-se notar, ainda, a formação da fase secundária CaSiO_3 , como resultado da solidificação da fase líquida formada durante a sinterização.

Tabela 1 - Densidade e porosidade aparente das amostras sinterizadas a 1700°C por 1 hora, obtidas a partir de suspensões contendo Isobam.

Isobam (% em massa)	Densidade aparente (g/cm ³)	Densidade relativa (%)	Porosidade aparente (%)
0,20	1,96 ± 0,12	62,05 ± 3,81	37,75 ± 7,10
0,35	1,86 ± 0,07	58,99 ± 2,32	30,96 ± 5,03
0,50	1,61 ± 0,08	51,08 ± 2,51	49,32 ± 8,14

A Figura 3 mostra a presença de β - Si_3N_4 em todas as amostras analisadas. Nota-se que houve uma maior concentração de poros interconectados nas amostras preparadas com maior teor de Isobam.

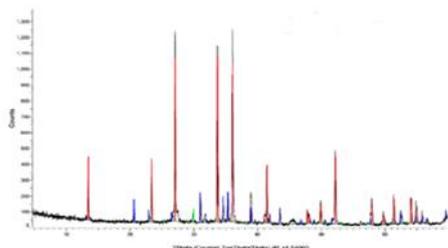


Figura 2: Difratograma de raios X da amostra obtida a partir da suspensão contendo 0,5 % em massa de Isobam, sinterizada a 1700°C por 1 hora.

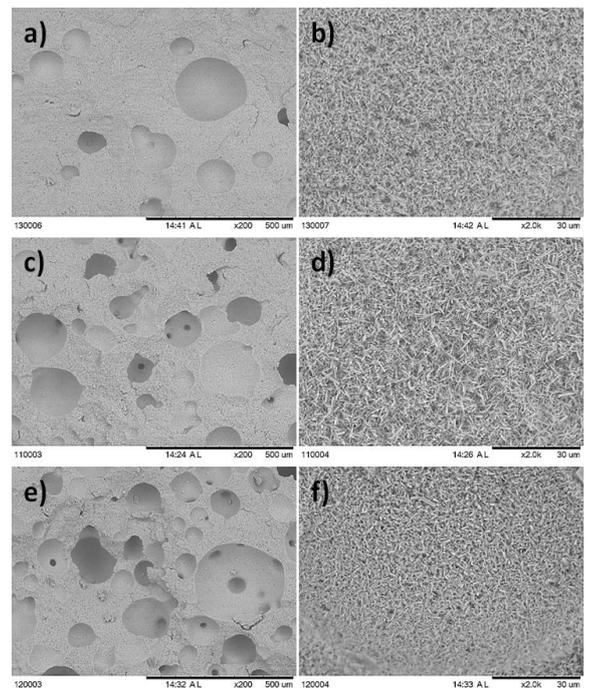


Figura 3. Micrografias eletrônicas de varredura das amostras sinterizadas a 1700 °C por 1 hora, obtidas a partir de suspensões contendo Isobam: nas seguintes concentrações em % em massa de sólidos:(a) e (b) 0,2, (c) e (d) 0,35% e (e) e (f) 0,5.

CONCLUSÕES

Os resultados obtidos mostraram que a concentração de sólidos e o teor de Isobam presentes no material influenciaram o processo de aeração e, conseqüentemente, a densidade e porosidade das amostras. O pH das suspensões interferiu na sua viscosidade bem como na formação dos poros e na etapa de moldagem das cerâmicas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] M Vallet-Regí, AJ Salinas, Bone Repair Biomaterial 8 (2019) 141-178.
- [2] LL Hench, J. Am. Ceram. Soc, 74 (1991) 1487-510.
- [3] D Shekhawat, A Singh, A Patnaik, MK Banerjee, T Singh, Ceram. Int. (2020) In Press.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).