

ESTUDO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE MATERIAIS BIOATIVOS

Vitor Hideo Nanya Hiura¹(PIC/UEM), Wilson Ricardo Weinand²,
Antonio Medina Neto² (Orientador),
e-mail: medina@dfi.uem.br

¹Universidade Estadual de Maringá / Centro de Tecnologia - Departamento de Engenharia Mecânica / Maringá, PR. ²Universidade Estadual de Maringá / Centro de Ciências Exatas / Departamento de Física / Maringá, PR.

Área: Ciências Exatas e da Terra, Física

Palavras-chave: Hidroxiapatita, Propriedades Mecânicas, Compressão.

Resumo:

Neste projeto foram estudadas as propriedades mecânicas de materiais bioativos, em particular amostras de Hidroxiapatita (HAp), com diferentes temperaturas de sinterização. A HAp foi obtida de ossos de peixe (tilápia) com idade de aproximadamente 390 dias. Os ossos foram calcinados a temperatura de 900 °C e, triturados em almofariz de ágata. A caracterização físico-química do material foi realizada utilizando difratometria de raios-X (DRX), espectroscopia de Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e espalhamento Raman. O material foi triturado em moinho de alta energia por duas horas a 300 rpm, resultando em tamanhos de grão menores e mais uniformes. O pó foi inicialmente compactado em uma prensa hidráulica uniaxial, utilizando uma matriz cilíndrica de aço temperado e posteriormente submetidas a uma prensa isostática com pressão de 35 Toneladas força. As amostras foram sinterizadas nas temperaturas 1000 °C, 1100 °C, 1200 °C e 1300 °C, suas extremidades foram cortadas e polidas para garantir o paralelismo. Após a sinterização, foram realizadas as medidas de variação dimensional, DRX, FTIR e Raman, as quais mostraram a densificação do material e o início da formação da fase β -tricálcio fosfato (β -TCP) com o aumento da temperatura. Após a preparação e caracterização, as amostras foram submetidas aos testes de compressão para obtenção das propriedades mecânicas, tais como o módulo de Young, Limite de resistência e tensão de ruptura. O comportamento destas propriedades com o aumento da temperatura de sinterização foi analisado e relacionado à densificação e decomposição da HAp com a formação da fase β -TCP.

Introdução

Desde os primórdios, os seres humanos têm utilizado os materiais disponíveis na natureza para o avanço e o desenvolvimento de suas atividades e necessidades. As melhorias alcançadas pela ciência e pela tecnologia têm contribuído significativamente para o aumento da expectativa e da qualidade de vida humana.

Em particular o desenvolvimento de biomateriais, tem sido o alvo de estudo para muitos pesquisadores. Para que os materiais possuam um bom desempenho biológico é necessário que estes tenham algumas características para a substituição e reconstrução tecidual, como por exemplo bioatividade e biocompatibilidade. Ligas metálicas, enxertos ósseos, biopolímeros, biocerâmicas, biocompósitos e vidros bioativos são alguns tipos.

A Ciência de Materiais aplicada a materiais biocompatíveis e bioativos tem mostrado um grande avanço nos últimos anos, principalmente no que se refere a procura de materiais que possam ser utilizados no desenvolvimento de implantes ortopédicos cuja procura vem aumentando dramaticamente nas últimas décadas, em grande parte devido à crescente ocorrência de doenças nos tecidos ósseos relacionadas com o aumento da perspectiva de vida, como também devido a acidentes rodoviários e de outros tipos de acidente que causam um grande número de lesões traumáticas. (SAINI, 2015) A cerâmica de fosfato de cálcio quando cristalizado na fase hidroxiapatita ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) é um material biocompatível e bioativo capaz de promover a regeneração do tecido ósseo pela sua similaridade química com o tecido ósseo humano, sendo assim um dos materiais mais pesquisados para o uso em reconstituições ósseas e também, como agente para melhorar a bioatividade dos materiais metálicos, amplamente utilizados em situações de trauma devido sua resistência mecânica, notadamente o titânio e suas ligas. A cerâmica hidroxiapatita mesmo na forma densa apresenta baixas propriedades mecânicas com relação ao tecido ósseo natural, notadamente quanto à fragilidade e suas limitações à resistência, que constituem um obstáculo à sua aplicação em larga escala para a regeneração de tecidos ósseos, visto que essa cerâmica quando implantada se liga quimicamente ao tecido ósseo, produzindo a reconstituição do tecido lesado e sendo, ao longo do tempo, reabsorvida pelo corpo humano.

A hidroxiapatita também é amplamente utilizada no revestimento de superfícies de implantes metálicos. Para o processo de revestimento são utilizadas técnicas como a deposição eletroquímica, deposição por eletroforese, implantação iônica (sputtering), e fluxo de plasma (plasma spray), sendo as duas últimas as mais utilizadas, no entanto estas técnicas são difíceis de serem aplicadas em materiais com geometrias complexas. Além disso, pela imprecisão no controle de temperatura no processo de deposição, pode ocorrer a decomposição térmica da HAp em outras fases, a perda do grupo funcional OH^- , e ainda, a ocorrência de trincas no revestimento aplicado. Outro processo em estudo é a produção de compósitos utilizando as técnicas da metalurgia do pó. Nesta técnica, os materiais na forma de pó são misturados, homogeneizados e ainda, se for o caso, moídos em moinho de alta energia para então serem conformados em um prensa e sinterizados em temperaturas pré-determinadas, com ou sem controle de atmosfera. A sinterização é um processo pelo qual um conjunto de partículas é compactado, ou não, se aglomeram ou se unem quimicamente, formando um corpo coerente, sob influência de altas temperaturas e em diferentes atmosferas. Destaque-se a possibilidade de se produzir elementos porosos com porosidade controlada e interconectada.

Neste trabalho foram realizados estudos das propriedades mecânicas da HAp sinterizada em diferentes temperaturas a otimização da mesma para aplicação em implantes ósseos.

Materiais e Métodos

Como matéria-prima foram utilizados 480,5g de ossos do peixe tilápia (*Oreochromis niloticus*) (WEINAND, 2009) com aproximadamente 390 dias de vida que, primeiramente, foram calcinados à 900 °C por 8 horas e triturados em almofariz de ágata, em seguida moídas em um moinho de alta energia a 300 rpm por 2 horas, com o intuito de uniformizar e diminuir o tamanho dos grãos de Hidroxiapatita. Após a uniformização do tamanho dos grãos foi calculada e pesada a quantidade de massa necessária para serem feitas as amostras no tamanho adequado (formato cilíndrico com 1 cm de diâmetro por 1 cm de altura), levando em conta a densidade do material, grau de compactação e perda de massa devido à sinterização. Sendo calculada a massa de cada amostra e selecionada a matriz adequada, com o auxílio de uma prensa uniaxial, a peça foi compactada. Visando uma melhor compactação dos grãos de HAp as amostras foram submetidas a uma prensa isostática durante 30 minutos a uma pressão de 35 Toneladas força. Finalizados os processos no qual as peças adquirem o formato desejado, o processo de sinterização em quatro temperaturas pôde ser iniciado. No total foram sinterizadas 13 peças a 1000 °C, 12 a 1100 °C, 13 a 1200 °C e 12 a 1300 °C. (WEINAND, 2019) Após a sinterização foram realizadas as medidas dos diâmetros das amostras e calculado a variação dimensional para cada temperatura de sinterização. Para os experimentos de compressão exige-se que a base e o topo do cilindro sejam paralelos, assim as peças foram cortadas e polidas em suas extremidades. Após todos esses processos foi realizada a caracterização físico-química, utilizando as técnicas de DRX, FTIR e Raman (WEINAND, 2022), e as amostras foram enviadas ao Grupo de Física Aplicado a Materiais da Universidade Estadual do Centro-Oeste (GFAMa/Unicentro) para realização dos ensaios de compressão. Os ensaios mecânicos foram realizados em uma máquina universal de ensaios da marca Shimadzu, modelo AG-X plus, com capacidade de carga máxima de 100kN. A partir das curvas de tensão x deformação, foram determinados os parâmetros mecânicos, Limite de resistência e tensão de ruptura.

Resultados e Discussão

As análises físico-químicas (DRX, Raman e FTIR) dos ossos calcinados a 900 °C, utilizado como matéria prima neste estudo, confirmaram a obtenção da Hidroxiapatita, sem presença de fases espúria ou contaminantes. A metodologia utilizada para a convecção das peças cilíndricas mostrou-se eficaz para a obtenção das amostras utilizadas nos ensaios mecânicos. A análise da variação dimensional mostrou um aumento na densificação do material com o aumento da temperatura, com um desvio da linearidade para a temperatura de 1300 °C. Os resultados de Raman, DRX e FTIR, realizados após sinterização, mostraram o início do processo de decomposição da Hidroxiapatita para a temperatura de 1300 °C, com a formação parcial da fase β -tricálcio fosfato (β -TCP). As propriedades mecânicas mostraram um aumento com a temperatura, pois é esperado que a capacidade do material de suportar compressões seja diretamente proporcional a temperatura de sinterização das amostras (WEINAND, 2009). No entanto, observa-se que o comportamento

destas propriedades com a temperatura de sinterização é afetado tanto pela densificação quanto pela decomposição da HAp com a formação da fase B-TCP.

Conclusões

Neste trabalho produzimos amostras de Hidroxiapatita obtidas a partir de ossos de Tilápia, as quais foram conformadas utilizando a compactação do pó em prensas uniaxiais e isostática, e sinterizadas em diferentes temperaturas no intervalo de 1000 a 1300 °C. O método mostrou-se eficaz na obtenção das peças com as características necessárias aos ensaios mecânicos. O comportamento das propriedades mecânicas em função da temperatura de sinterização foi relacionado ao processo de densificação do material ao início da formação da fase β -tricálcio fosfato.

Agradecimentos

Ao CNPq, Finep, Fundação Araucária e Comcap/UEM pelo auxílio financeiro que proporcionou a realização deste trabalho. Ao professor Dr. Antonio Medina Neto e ao professor Dr. Wilson Ricardo Weinand pela ajuda em todos os processos de desenvolvimento deste projeto. Aos meus pais, Satoshi Hiura e Satiko Nanya, por sempre apoiarem minha trajetória acadêmica.

Referências

SAINI ,M., '**Implant biomaterials: A comprehensive review**', World J. Clin. Cases. Vol 3, pp 52–57, 2015.

WEINAND, W.R. '**Hidroxiapatita natural obtida por calcinação de osso de peixe e a sua aplicação na produção de materiais compósitos cerâmicos biocompatíveis**', tese de doutorado PFI/UEM, Maringá–PR, 2009.

WEINAND, W.R., LIMA, W.M. '**Processo de obtenção de hidroxiapatita via calcinação de osso de peixe**'. Rede dos Núcleos de Inovação Tecnológica do Paraná, 2019.

WEINAND, W.R., et al. '**Dynamics of the natural genesis of β -TCP/HAp phases in postnatal fishbones towards gold standard biocomposites for bone regeneration**'. Spectrochimica Acta Part A-Molecular and Biomolecular Spectroscopy' vol. 279, pp 121407, 2022