

Caracterização Microestrutural de Revestimentos de Hidroxiapatita (HA) sobre a Liga Ti-13Nb-13Zr por Aspersão Térmica a Plasma

Petronio Medeiros Lima, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Pará - UFPA, e-mail: plima@ufpa.br, home-page: <http://www.ufpa.br/ct>

Vinicius A. R. Henriques, Divisão de Materiais, Instituto de Aeronáutica e Espaço - AMR/IAE/CTA, e-mail: vinicius@iae.cta.br, home-page: <http://www.iae.cta.br/amr>

Cecília A. C. Zavaglia, Faculdade de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia de Materiais - UNICAMP, e-mail: zavagli@fem.unicamp.br, home page: <http://www.fem.unicamp.br>

Introdução

A liga Ti-13Nb-13Zr é um novo biomaterial que se destaca por apresentar em sua formulação três dos quatro (somando-se ao tântalo) elementos metálicos que atendem a todos os critérios de excelente biocompatibilidade, além de apresentar alta resistência à corrosão, baixo módulo de elasticidade, mais próximo ao osso e nenhum potencial tóxico (Kuroda et al., 1998; Song et al., 1999; Cai et al., 2003).

A HA é um biomaterial de ótimo desempenho bioativo e possui composição muito próxima a parte mineral do osso, esmalte e dentina humana, e que essas células em contato direto com esse material estimulam a osseointegração (Elias e Lima, 2001; Aebli et al., 2003).

A liga Ti-13Nb-13Zr foi obtida por metalurgia do pó por apresentar maiores facilidades operacionais, por permitir a obtenção de peças com geometrias complexas e próximas às dimensões finais, da redução das etapas de usinagem, melhor acabamento superficial e homogeneidade microestrutural, contribuindo para a redução do custo final do implante (Henriques et al., 2003)

A forma mais usual de deposição dos revestimentos sobre ligas de titânio é por meio do processo de aspersão térmica a plasma (Plasma Spray), técnica através da qual as partículas na forma de pós a serem depositadas são aceleradas e projetadas a altas temperaturas contra a superfície do implante fazendo-se uma deposição em camadas (Lima et al., 1996; Elias e Lima, 2001).

O objetivo principal deste trabalho foi a caracterização microestrutural (MO, MEV, DRX, FRX, etc.) de camadas cerâmicas de

HA pela técnica de aspersão térmica sobre a liga Ti-13Nb-13Zr, que ainda não tinha sido realizada.

A análise microestrutural dá importantes informações sobre a qualidade da adesão revestimento/liga Ti-13Nb-13Zr e da coesão entre as partículas e camadas do revestimento, sendo fundamental em um trabalho de caracterização.

As principais características microestruturais observáveis nos revestimentos de HA são: óxidos, composição química, interface revestimento/substrato, trincas, partículas não fundidas, morfologia dos revestimentos, espessura das camadas, etc.

Materiais e métodos

Utilizou-se como substratos nos ensaios de caracterização microestrutural amostras cilíndricas de 6 mm de diâmetro e 2 mm de espessura da liga Ti-13Nb-13Zr, produzido na Divisão de Materiais do AMR/IAE/CTA, pelo processo de metalurgia do pó (Henriques et al, 2003).

Todos os substratos sofreram deposição de HA comercial 201 5M – 1 fornecida pela F. J. BRODMANN, com partículas na faixa de 44 a 111 μ , através do processo de aspersão térmica a plasma, utilizando-se uma pistola de plasma 3MBII (Sulzer-Metco). Este equipamento possui alimentação radial de pó e trabalha com médios níveis de potência, podendo atingir 40 KW (500 A e 80 V). Como gás de plasma usou-se argônio (primário) e hidrogênio (secundário).

Para deposição utilizaram-se os parâmetros do fabricante do equipamento e o substrato foi pré-aquecido com o próprio plasma. Trabalhou-se com tensão de 70 V, corrente de 450 A e distância de 65 mm. O tempo de deposição foi de 30 segundos para o pré-

aquecimento do substrato e de 2 minutos para o revestimento. Ao término de cada deposição, o sistema revestimento/substrato era deixado resfriar à temperatura ambiente. Todos os trabalhos de deposição foram realizados no Laboratório de Aspersão Térmica a Plasma do DEMA da FEM da UNICAMP.

A análise microestrutural foi realizada por microscopia ótica (MO) e por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Na análise por MO foi feita utilizando-se um microscópio marca Neophot e modelo Carl Zeiss 32, com analisador de imagens, Q 500 MC, e na análise por MEV foi utilizado um microscópio da marca JEOL, modelo JXA - 840A, com analisador de espectroscopia por dispersão de energia (EDS) acoplado.

A análise de difração de raios - X do pó e dos revestimentos foi utilizado um difratômetro da marca Rigaku, modelo D - Max 2200.

A análise quantitativa por fluorescência de raios - X foi realizada pela técnica de dispersão de comprimento de onda (WD - XRF) da marca RIGAKU, modelo RIX 3000 com tubo de Ródio (Rh).

O tratamento térmico foi realizado em um forno EDG, modelo FC - 2 durante 1 hora, com fluxo contínuo de O₂ na temperatura de 600°C.

Todos os ensaios acima mencionados foram realizadas no Laboratório de Caracterização de Materiais do DEMA/FEM/UNICAMP.

A cristalinidade do revestimento foi medida por DRX com o levantamento do índice de cristalinidade (IC) baseada na área dos picos de difração do revestimento de HA, pela área dos picos do pó de HA, no intervalo de $2\theta = 25 - 35^\circ$.

Conclusões

1.As análises por EDS do pó de HA permitiram verificar que a camada de revestimento se tratava de uma cerâmica de cálcio e fósforo com estequiometria semelhante a da HA.

2.Foram obtidos revestimentos com relativamente baixa porosidade, baixo nível de partículas não fundidas, sem trincas e com boa adesão na interface da camada revestida sobre o substrato, observado por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura.

3.As amostras revestidas com HA com e sem tratamento térmico comparadas com o pó de HA apresentaram uma porcentagem maior

do elemento Ca e menor do elemento P, confirmando que ocorreu uma decomposição da HA durante o processo de aspersão térmica a plasma (análise por fluorescência de raios-X).

4. A amostra revestida com HA apresentou uma estrutura amorfa no estado como aspergido e após tratamento térmico a 600°C por uma hora era constituído de HA de alto grau de cristalinidade.

Referências bibliográficas

- Aebli N, Krebs J, Stich H, Schawalder P, Walton M, Schwenke D, Gruner H, Gasser B, Theis JC. In vivo comparison of the osseointegration of vacuum plasma sprayed titanium- and hydroxyapatite-coated implants. *J Biomed Mater Res.*; 66A(2): 356-63, 2003.
- Cai Z., Shafer T., Watanabe I., Nunn M. E., Okabe T., Electrochemical characterization of cast titanium alloys. *Biomaterials*, 24, p. 213-218, 2003.
- Elias C. N., Lima J. H. C. Importância da qualidade da superfície dos implantes osseointegráveis na biofixação. *Revista Brasileira de Implantodontia*. V. 7, p. 21-25, 2001.
- Henriques V. A. R., Silva C. R. M., Bresciani J. C. Utilização de técnicas de metalurgia do pó (M/P) na obtenção da liga Ti-13Nb-13Zr. *Revista Metalurgia Materiais*. Caderno tecnológico ABM. Engenharia e aplicação de materiais.V. 53, n. 532,p. 7-10, 2003.
- Kuroda D., Niinomi M., Morinaga M., Kato Y., Yashiro T.. Design and mechanical properties of new β titanium alloys for implant materials. *Materials Science and Engineering A*, 243, p. 244-249, 1998.
- Lima P. M. Caracterização de revestimentos de hidroxiapatita depositados por aspersão térmica a plasma sobre a liga Ti-13Nb-13Zr para aplicação em implantes dentários. Campinas, SP. Tese de Doutorado. Engenharia Mecânica. UNICAMP, 130p, 2004.
- Song Y., Xu D. S., Yang R., Li D., Wu W. T., Guo Z. X. Theoretical study of the effect of alloying elements on strength and modulus of β -type bio-titanium alloys. *Materials Science Engineering A*, v. 260, p. 269-274, 1999.