

COMPARAÇÃO DE DISCOS POROSOS DE TITÂNIO COMERCIAL SINTERIZADOS A PLASMA EM CÁTODO PLANAR E CÁTODO OCO

H.R.A. Macêdo^{1*}; M.O. Cardoso¹; H.C.N. Mota¹, C. Alves Jr²

¹ UFRN, Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, 59.072-970, Natal, RN

² UFRN, Departamento de Engenharia de Mecânica, 59.072-970, Natal, RN

Recebido: 28 de fevereiro, 2008; Revisado: 28 de março, 2008

Palavras-chave: porosidade, modificação de superfície, plasma.

RESUMO

Este trabalho apresenta os resultados de um estudo comparativo da sinterização a plasma em duas configurações: cátodo oco e cátodo planar. Para tal comparação utilizou-se os seguintes recursos: análise da porosidade e tamanhos de poros por meio de um software, ensaio de molhabilidade e microdureza a fim de definir qual configuração de sinterização a plasma é mais eficiente na confecção de biomateriais para uso em arcabouços.

ABSTRACT

This work presents the results of a comparative study of the plasma sintering in two configurations: hollow cathode and planar cathode. For such a comparison it was used the following resources: analysis of the porosity and sizes of pores through a software, wettability rehearsal and microhardness in order to define which sintering configuration to it shapes it is more efficient in the biomaterials making for use in scaffolds.

1. INTRODUÇÃO

Entre os vários biomateriais, o titânio comercialmente puro (TCP) é o mais utilizado, como matéria prima de implantes na ortopedia e odontologia, bem como, na confecção de arcabouços pra uso em liberação controlada de fármacos, devido a sua biocompatibilidade e propriedades mecânicas [1]. O titânio e suas ligas possuem várias propriedades que as habilitam para serem usadas em aplicações biomédicas. Algumas dessas vantagens são: biocompatibilidade, excelente resistência a corrosão e à erosão, baixa densidade, a qual fornece uma elevada razão E/m (módulo de elasticidade/massa) o que permite estruturas mais leves e mais fortes [2].

Arcabouços são hoje muito utilizados na área da saúde com o intuito de armazenar e liberar fármacos para os mais diversos fins. Exige-se desses arcabouços algumas características fundamentais: i) biocompatibilidade, ii) propriedades mecânicas apropriadas, iii) controle da taxa de degradação, iv) morfologia e tamanho de poros apropriados, v) química

superficial apropriada, vi) facilidade de esterilização, vii) facilidade de processamento em forma tridimensionais [3].

Com objetivo de produzir biomateriais mais osseointegráveis, vários grupos vêm usando diferentes tratamentos para modificar a topografia e a composição química da superfície do titânio [4].

A superfície do material sendo chave para os fenômenos de adesão, proliferação, seleção, orientação e forma celular, travamento mecânico, organização tecidual, guia topográfico, produção de micro-ambientes locais e produção de fatores de crescimento e citocinas [5], permite que com sua modificação melhore as propriedades biológicas desse material. Sabe-se que corpos imersos em plasma estão sujeitos a picos térmicos devido à colisão de íons de alta energia, sabe-se também que estes picos térmicos dependem do número e da energia de colisão ocorrendo no plasma com a superfície do material. Experimentos já realizados indicam que pós sinterizados por plasma resultam numa estrutura de alta porosidade na superfície e grande densificação no interior. Essa estrutura concilia as duas necessidades buscadas para os arcabouços.

A técnica de metalurgia do pó, através do processo de sinterização, permite reduzir os custos finais das peças de titânio, maior facilidade operacional, elevada homogeneidade estrutural, menor custo e possibilidade de obter peças com geometrias complexas e próximas às dimensões finais [5], além disso, apresentam uma matriz 3D de poros interconectados que podem possuir uma espessura que permita o crescimento ósseo dentro da estrutura, aumentando assim a força de ligação na interface implante/osso [6,7]. Contudo, é necessária uma porosidade de 30 a 40% e um tamanho de poro de 50 a 400µm para que o sangue penetre na estrutura e permita o crescimento ósseo, sem comprometer as características mecânicas necessárias para a sua função [7]. Esses poros permitem ainda uma inserção de um fármaco como antibióticos ou fatores de crescimento ósseo [6].

Sinterização é o termo usado na metalurgia do pó para explicar um processo que consiste no tratamento térmico de pós compactados, em temperaturas sempre inferiores a suas temperaturas de fusão ($\frac{2}{3}$ a $\frac{3}{4}$ da T_f) [8]. O objetivo da sinterização é obter uma peça sólida coerente com microestrutura e propriedades desejadas [9]. A sinterização utilizada neste trabalho foi a sinterização por plasma que consistiu em expor as amostras a um plasma com gás inerte. O objetivo

* haroldoram@gmail.com

desse trabalho é verificar a influência da sinterização a plasma, com diferentes taxas de ionização (cátodo oco - CO e cátodo planar - CP), sobre a porosidade, tamanho de poros, molhabilidade e dureza das pastilhas de titânio (Ti).

2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

2.1 Material Utilizado

Pastilhas porosas de Ti cp medindo 31mm de diâmetro por 2,8 de espessura foram sinterizadas numa câmara de sinterização a plasma conforme a figura 1 em duas configurações: Cátodo oco (CO) e Cátodo planar (CP) a uma temperatura (cátodo) de 850°C durante uma hora com atmosfera de Ar e pressão na câmara de 4mbar.

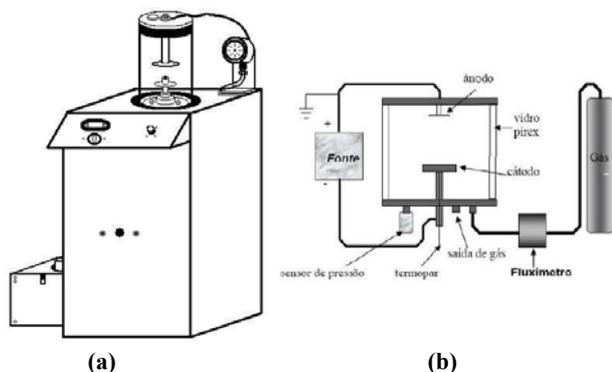


Figura 1 – (a) desenho do reator utilizado na sinterização (b) esquema do reator de sinterização indicando seus componentes.

2.2 Preparação Metalográfica

As amostras passaram por uma preparação metalográfica de corte transversal, lixamento e polimento usando uma solução de sílica coloidal com peróxido de hidrogênio (35%).

2.3 Caracterização

2.3.1 Porosidade

Para analisar a porosidade foi utilizado um microscópio OLYMPUS BX60M com uma câmera de aquisição de imagens acoplada a ele e o software Image Pro Plus. Este software permite: capturar e tratar as imagens, bem como, a análise de tamanho e forma dos poros. Os parâmetros de porosidade analisados foram os seguintes: razão de aspecto, diâmetros máximos, médios e mínimos de cada poro e interconectividade dos poros. Foram obtidas imagens nos seguintes aumentos: 100x, 200x e 500x sendo que para cada um destes aumentos foram obtidas três imagens em regiões diferentes em seguida estas imagens foram tratadas de modo a obter os dados referentes aos parâmetros anteriormente citados, e em seguida foi feita a média dos dados obtidos para cada parâmetro.

2.3.2 Molhabilidade

A molhabilidade foi feita usando o método de gota sésil conforme a figura 2 com os líquidos: água e glicerol, medindo-se a tensão superficial e o ângulo de contato de 5 em 5 segundos durante 30 segundos.

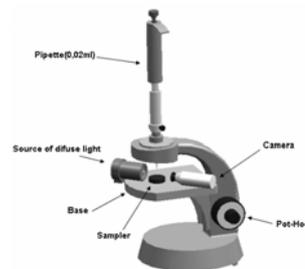


Figura 2 – Esquema do aparato experimental para ensaio de molhabilidade pelo método da gota sésil.

2.3.3 Dureza

A microdureza foi realizada utilizando um microdurômetro PANAMBRA DIGITAL HVS1000 com uma carga de 50g durante 15s com a ponteira vickers em dez pontos ao longo do corte transversal.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Porosidade

As pastilhas de titânio sinterizadas em CO apresentaram alta porosidade superficial e grande densificação interna, no entanto as sinterizadas em CP apresentaram-se mais homogêneas ao longo de toda a sua espessura, isso ocorre porque em CO tem-se uma maior temperatura gerada pelos picos térmicos fazendo com que ocorra fusões localizadas e escoamento por capilaridade.

Uma peça densa no interior e altamente porosa na superfície gera um ambiente ideal para uso como arcabouço. A Fig. 3 mostra uma imagem do corte transversal das amostras sinterizadas em ambas as configurações.

Para análise quantitativa da porosidade foi preciso uma imagem em um aumento maior a fim de diminuir o erro quando da visualização dos poros menores, para tanto foram analisadas imagens com aumento de 500x que correspondem a uma área aproximada de 300.990,3 μm^2 .

As amostras sinterizadas em CO apresentaram uma porosidade média na área analisada de 113 poros enquanto que em CP a porosidade média foi de 51 (Fig.4).

A área total dos poros em ambas situações são aproximadamente iguais. Isso ocorre devido ao arrancamento de átomos do material em decorrência da ação do plasma com atmosfera de argônio e a um maior escoamento por capilaridade que fez com que houvesse fechamento de alguns poros internos e a diminuição de outros, bem como a diminuição da quantidade e aumento de tamanho dos poros superficiais. Perce-

be-se que a sinterização em CO nesta temperatura foi muito mais eficiente em produzir uma superfície porosa com núcleo denso que a sinterização em CP.

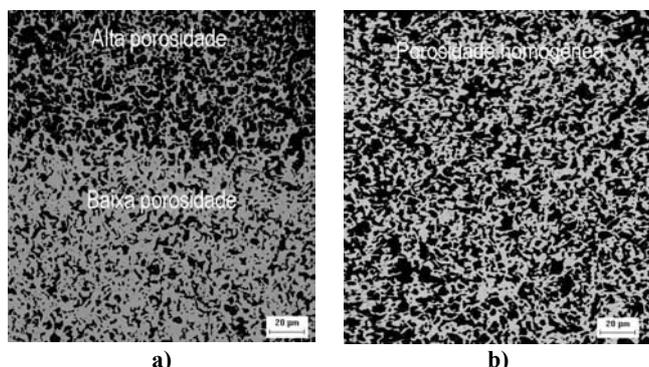


Figura 3 – Aspecto microestrutural das amostras sinterizadas por plasma (a) sinterização em cátodo oco, b) sinterização em cátodo planar, apresenta porosidade homogênea.

A forma dos poros das amostras foi analisada através do cálculo da razão de aspecto a qual fornece uma elipse equivalente à razão entre os diâmetros máximos e mínimos dos poros. Assim quanto mais próximo de 1 for o valor da razão mais arredondado é o poro. Foram considerados como poros arredondados os poros que tiveram razão de aspecto entre 1 e 2. Assim em CO 69,17% e em CP 55,92% dos poros eram arredondados.

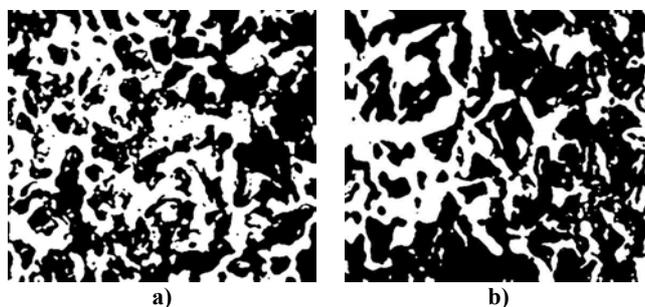


Figura 4 - Processamento de imagens das micrografias dos discos sinterizados, onde os poros estão em preto e a superfície em branco. a) sinterizada em C.O., b) sinterizada em C.P.

Os poros apresentaram em sua maioria diâmetros entre 10 e 100µm, no entanto a sinterização em CO apresentou maior quantidade de poros nesta faixa de tamanho (Fig.5). Os poros nesta faixa de tamanho permitem que as células penetrem e se proliferem dentro do arcabouço e isso gera uma maior interação do biomaterial com o osso.

No caso de regeneração óssea, alguns autores defendem que um maior crescimento de tecido ósseo é atingido com tamanho de poro na faixa de 100 a 150 µm,[10] e outros na faixa de 100 a 350 µm,[11]. No entanto poros de diâmetro pequenos são preferíveis por terem uma alta área de superfície por volume, contanto que o tamanho do poro seja maior que o diâmetro da célula (normalmente entre 10 e 15µm, no caso de osteoblástica) [3]. Em ambas as configurações de sinterização foram obtidas mais de 60% de poros com tamanhos superiores ao tamanho médio das células.

Percebe-se que em ambos os casos os poros maiores estão interconectados. Esta interconectividade entre poros é altamente desejável, pois a porosidade e a interconexão dos poros são essenciais para a vascularização ao centro do arcabouço, facilitando a nutrição do tecido ao redor do implante, melhorando o provimento de oxigênio e nutrientes [3,12].

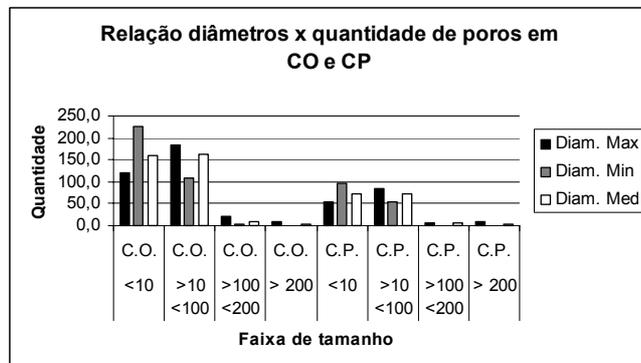


Figura 5 – Histograma da quantidade de poros em função do tamanho.

3.2 Molhabilidade

A análise da molhabilidade é necessária uma vez que estes biomateriais serão inseridos num ambiente biológico e neste ambiente o primeiro contato do biomaterial será com a água e somente depois com as proteínas e células [6].

As amostras sinterizadas em CO apresentaram-se mais hidrofílicas que as amostras em CP (fig.6). Isso pode ter acontecido devido à absorção d'água em decorrência da alta porosidade superficial dessas amostras. Verificou-se também que a partir dos 5 segundos iniciais houve uma maior queda nos valores dos ângulos de contato e que após 30 segundos as amostras em CO absorveram quase que totalmente a água (ângulo inicial 71,66; ângulo final 0,07) enquanto que neste mesmo tempo as amostras em CP apresentaram uma pequena diminuição do ângulo de contato (ângulo inicial 67,61; ângulo final 52,88).

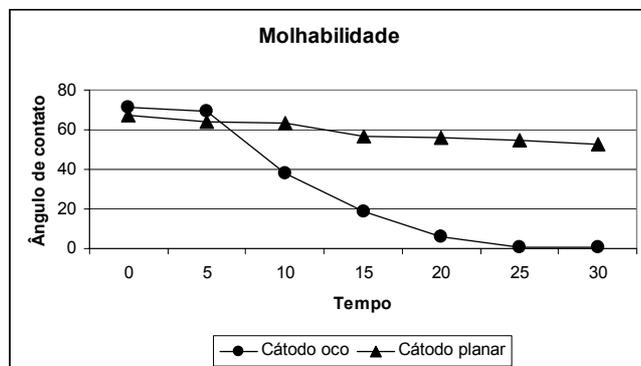


Figura 6 – Medida a absorção pela variação do ângulo de contato para diferentes tempos de relaxação.

3.3 Microdureza

As amostras apresentaram microdureza semelhante, os resultados seguem na tabela abaixo. No entanto as amostras sinterizadas em CO tiveram uma maior diferença entre os valores do centro e da superfície, enquanto que as amostras sinterizadas em CP os valores apresentaram mais homogêneos como pode ser verificado através do desvio padrão. O alto valor do desvio padrão se deve a existência de poros grande e poros muito pequenos.

Tabela 1 – Resultado microdureza

Cátodo oco	Cátodo planar
HV354,2 +/- 53,1	HV344,4 +/- 20,8

4. CONCLUSÃO

Diante dos resultados apresentados conclui-se que em CO obteve-se uma melhor sinterização nesta temperatura; deixando o material com as características ideais para utilização em arcabouços: maior quantidade de poros na faixa de tamanho desejado, maior hidrofiliabilidade.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq e ao Labplasma-UFRN.

REFERÊNCIAS

1. IMWINKELRIED, T., *J Biomed Mater Res A* 81 (2007) 964.
2. COMUNELLO, N.J.; ROSA, T.R.; FONTANA, L.C., *Rev. Bras. Apl. Vácuo* 26 (2007) 25.
3. GOMES, M.M.E. *A Bone tissue engineering strategy base don starch scaffolds and bone marrow cells cultures in a flow perfusion bioreactor*. Tese Doutorado, Universidade do Minho – Portugal. 2004.
4. DEYNEKA-DUPRIEZ, N.; KOCDEMIR, B.; HERR, U.; FECHT, H.J.; WILKE, H.J.; CLAES, L., *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 82 (2007) 305.
5. REFAI, A.K.; TEXTOR, M.; BRUNETTE, D.M.; WATERFIELD, J.D. *Effect of titanium surface topography on macrophage activation and secretion of proinflammatory cytokines and chemokines*. Online 7 June 2004 in Wiley InterScience (www.interscience.wiley.com).
6. GUERRA NETO, C.L. *Avaliação da osseointegração de implantes de Ti nitretados em plasma*. Natal, 2005. Tese (Doutorado) – PPgCEM/UFRN.
7. MÜLLER, U.; IMWINKELRIED, T.; HORST, M.; SIEVERS, M.; GRAF-HAUSNER, U.; *European Cells and Materials* 11, (2006) 8.
8. PAULO, D.S.A., *Sinterização em plasma e forno resistivo de compósitos (Fe,C)-NbC e (Fe,C)-TaC*. Natal, 2003. Tese (Doutorado) – PPgCEM/UFRN.
9. SHEARWOOD, C.; FU, Y.Q.; YU, L.; KHOR, K.A., *Scripta Materialia* 52 (2005) 455.
10. MAQUET, V.; JEROME, R., *Porous Mater Tissue Eng.* 250 (1997) 15.
11. WHANG, K.; HEALY, K.E.; ELENZ, D.R.; NAM, E.K.; TSAI, D.C.; THOMAS, C.H.; NUBER, G.W.; GLORIEUX, F.H.; TRAVERS, R.; SPRAGUE, S.M., *Tissue Eng.* 5 (1999) 35.
12. SANTOS, Jr., A.R.; WADA, M.L.F., *Polímeros: Ciência e Tecnologia* 17 (2007) 308.