

# 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 - IPEN

## INTRODUÇÃO

A utilização de biocerâmicas possibilita a substituição, restauração e reconstrução de tecidos ósseos e dentários, oferecendo uma alternativa eficiente e biocompatível em diversos procedimentos médicos e odontológicos. Essas cerâmicas, devido às suas propriedades únicas, como resistência mecânica, biocompatibilidade, e em muitos casos, bioatividade, têm se mostrado materiais promissores para uso em implantes, próteses e enxertos ósseos [1]. Dessa forma, as reações que ocorrem na interface entre o material e o tecido do hospedeiro definem o tipo de biocerâmica. Se no decorrer da implantação, houver a formação de uma camada de hidroxiapatita carbonatada (HCA), o material é caracterizado como bioativo. Se o material não promover ligações químicas superficiais com o tecido ósseo adjacente, ele é considerado bioinerte [2].

Devido à sua alta reatividade in vivo, as cerâmicas bioativas são ideais para substituições ósseas, pois estimulam a fixação biológica ao implante, evitando a formação de tecido fibroso interfacial e micromovimentos, o que reduz a probabilidade de falhas. No entanto, esses materiais apresentam baixa resistência mecânica, limitando sua aplicação a situações de menor sollicitação mecânica [2,3].

A busca por implantes que ofereçam alta resistência mecânica e bioatividade impulsiona o uso de materiais biocerâmicos que combinam fases bioativas e bioinertes. Nesse contexto, as cerâmicas de nitreto de silício mostram-se promissoras, apesar de serem bioinertes, possibilitando o incremento de aditivos bioativos no processo de fabricação, o que estimula a

formação de HCA na superfície do implante [3]. Ademais, a presença de porosidade auxilia o processo de osteointegração durante a aplicação in vivo.

## OBJETIVO

O objetivo do presente trabalho é obter cerâmicas de nitreto de silício bioativas e porosas pelo de gelcasting para aplicações biomédicas, utilizando CaO e SiO<sub>2</sub> como aditivos de sinterização.

## METODOLOGIA

Foram utilizados como materiais de partida o Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, o SiO<sub>2</sub> e o CaCO<sub>3</sub>. A princípio, os mesmos foram dosados para obter uma composição de 90Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-5CaO-5SiO<sub>2</sub>, correspondente a 90% em massa de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, 5% em massa de CaO e 5% em massa de SiO<sub>2</sub>. Em seguida, os mesmos foram moídos por 24 horas em um moinho de bolas, utilizando álcool isopropílico como meio fluido. Após a moagem, o material foi seco em um rotoevaporador a 90°C. Além disso, a suspensão foi preparada com a adição de 0,5% em massa de Isobam 110, 1% em massa de espumante (lauril sulfato de sódio) e 53% em massa de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, a temperatura ambiente, sob agitação mecânica.

As espumas formadas foram vertidas em moldes de silicone e mantidas à temperatura ambiente. Após a gelificação, os materiais foram desmoldados e sinterizados em atmosfera de nitrogênio por 1 hora, a temperaturas de 1550, 1600, 1650 e 1700°C. As amostras foram caracterizadas pelo método de Arquimedes, difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura, e, por fim, submetidas a ensaio de compressão.

## RESULTADOS

Na preparação da suspensão, utilizou-se uma quantidade fixa de sólidos, correspondente a 53% em massa. O processo de sinterização foi realizado a diferentes temperaturas ( 1550, 1600, 1650 e 1700°C ) para cada grupo de amostras, resultando em características distintas conforme a temperatura de queima aplicada. A partir da Tabela 1, observa-se a transformação de fase de cada amostra, verificando que o aumento da temperatura de sinterização favoreceu a mudança de  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> para  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. No entanto, o aumento da temperatura de 1650°C para 1700°C não resultou em mudanças significativas nas quantidades dessas fases.

Tabela 1 - Transformação de fases em relação às diferentes temperaturas de sinterização.

T (°C)	$\beta$ ( $\alpha$ + $\beta$ ) (%)
1550	9,1
1600	18,6
1650	41,1
1700	41,8

Os resultados de porosidade das amostras sinterizadas estão ilustrados na Figura 1. A partir dessa figura, é possível observar que as amostras atingiram porosidade acima de 53 %, independente da temperatura de sinterização. No entanto, houve um aumento gradual no percentual de densificação conforme a temperatura foi elevada.

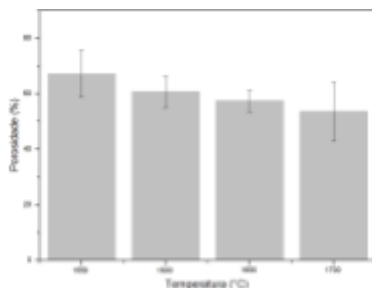


Figura 1 - Densificação das amostras correlacionado com a temperatura.

A Figura 2 mostra as micrografias eletrônicas de varreduras das superfícies fraturadas das amostras. Nota-se a presença de poros interconectados,

fundamentais para a osteointegração do material. A partir da Figura 3 é possível observar que as amostras atingiram valores de resistência à compressão de ~58 - 73 MPa, com os maiores valores obtidos para as amostras sinterizadas a temperaturas mais elevadas devido à maior densificação.

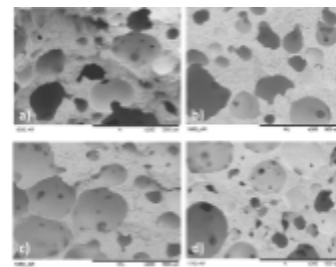


Figura 2 - Micrografias eletrônicas de varredura das amostras sinterizadas a) 1550°C b) 1600°C c) 1650 °C e d) 1700°C por 1 hora.

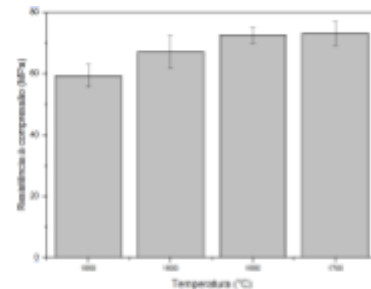


Figura 3 - Resultados do ensaio de compressão realizado nas amostras sinterizadas a diferentes taxas de temperatura.

## CONCLUSÃO

Os resultados demonstram a influência da diferença de temperatura na sinterização de amostras porosas, correlacionando o teor de porosidade com a resistência mecânica, além da transformação de fase.

## 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).