

Revestimento de Biovidro® em Aço Inox 316L: Aumento da Biocompatibilidade de Implantes Metálicos

(Bioglass® Coating on 316L Stainless Steel: Increasing the Biocompatibility of Metal Implants)

A.M. Silva¹; S.M. Castanho¹, M.S. Araújo¹

¹Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 - Butantã, São Paulo - SP, 05508-000
meireles.anacarol@gmail.com

Resumo

O aço inoxidável 316L é amplamente utilizado em implantes devido à sua resistência mecânica e à corrosão; no entanto, apresenta desafios como rejeições e infecções. O recobrimento com vidro bioativo surge como solução promissora por sua capacidade de formar hidroxiapatita, favorecendo a integração óssea. Neste estudo, o aço inox foi revestido por imersão com barbotina de vidro bioativo e tratado termicamente a 800°C. rápida sedimentação da barbotina comprometeu a uniformidade do recobrimento, cuja espessura média foi de 0,22 mm. A temperatura de 800°C promoveu adesão e coalescência das partículas. Análises por DRX revelaram a cristalização com presença da fase de combeíta. As micrografias mostraram partículas mais arredondadas e homogêneas. Também foi realizado teste de bioatividade in vitro em solução SBF-K9, simulando o fluido corporal, para avaliar a formação de hidroxiapatita e os resultados foram promissores apesar das limitações de fixação do revestimento.

Palavras chave: vidro bioativo, aço inoxidável 316L, biocompatibilidade, implantes metálicos

Abstract

Stainless steel 316L is widely used in implants due to its mechanical strength and corrosion resistance, but it still faces challenges such as rejection and infections. Coating with bioactive glass emerges as a promising solution due to its ability to form hydroxyapatite, promoting bone integration. In this study, stainless steel was coated by dip-coating using a bioactive glass slurry and thermally treated at 800°C. The rapid sedimentation of the slurry hindered uniform coverage. The average coating thickness was 0.22 mm. The temperature of 800°C promoted adhesion and particle coalescence. X-ray diffraction (XRD) analysis revealed crystallization with the presence of combeite. Micrographs showed more rounded and homogeneous particles. An in vitro bioactivity test was also performed using SBF-K9 solution, simulating body fluid, to evaluate hydroxyapatite formation on the surface. The results were promising despite the limitations in coating adhesion.

Keywords: bioactive glass, stainless steel 316L, biocompatibility, metallic implants

INTRODUÇÃO

O uso de próteses metálicas em enxertos e implantes tem sido amplamente adotado na medicina nas últimas décadas. No entanto, ainda apresenta desvantagens relevantes, como o risco de infecções e rejeições imunológicas. Como alternativa, os vidros bioativos vêm ganhando destaque por sua capacidade de formar uma camada de hidroxiapatita (HCA) ao entrarem em contato com fluidos corporais, demonstrando elevada biocompatibilidade. Entretanto, devido à sua fragilidade intrínseca, esses materiais não são indicados para aplicações estruturais diretas em próteses metálicas[1].

Uma solução promissora consiste na aplicação do vidro bioativo como revestimento sobre substratos metálicos. Desenvolvido em 1969 por Larry L. Hench, o Biovidro® 45S5 é reconhecido por sua capacidade de interagir com tecidos biológicos, promovendo a união entre o implante e o tecido ósseo. Em forma de revestimento, esse material apresenta desempenho osteogênico superior e acelera a formação da ligação óssea em comparação com outras biocerâmicas[2].

A aplicação de vidros bioativos como recobrimento de próteses metálicas, especialmente em implantes ortopédicos e odontológicos, tem demonstrado resultados satisfatórios. Além de manter as propriedades mecânicas do substrato metálico, sua superfície recoberta e com propriedades bioativas contribuem para a redução da incidência de infecções pós-operatórias[3].

Neste trabalho, investigou-se o recobrimento de substratos metálicos com vidro bioativo e sua caracterização físico-química e morfológica. Além disso, foi realizado um teste de bioatividade in vitro em solução simuladora de fluido corporal, com o objetivo de avaliar o potencial do recobrimento na integração óssea.

MATERIAIS E MÉTODOS

A seguir, são descritos os materiais utilizados e os procedimentos adotados:

a) Materiais utilizados:

Os principais materiais utilizados foram substratos de aço inox 316 L e vidro bioativo BioAl.

O vidro bioativo BioAl é baseado na composição do vidro bioativo de Hench (Bioglass® 45S5) e foi escolhido devido à sua capacidade de ligação química com o osso, conforme comprovado pela tese de doutorado [4].

Tabela 1- Composição nominal em % em mol.

| Amostra | SiO ₂ | P ₂ O ₅ | Na ₂ O | CaO | Al ₂ O ₃ |
|---------|------------------|-------------------------------|-------------------|------|--------------------------------|
| BioAl | 44.1 | 2.6 | 24.4 | 26.9 | 2.0 |

Para a fabricação do vidro bioativo, a mistura dos reagentes foi submetida à fusão a 1550 °C por 40 minutos, com taxa de aquecimento de 10°C/min. O material fundido foi rapidamente resfriado para formar um sólido amorfo, evitando a cristalização. Posteriormente, o material foi tratado termicamente a 550 °C por 2 horas para aliviar tensões internas e otimizar suas propriedades mecânicas[4]. Para evitar a contaminação, foram utilizados cadinhos de platina-ouro (Pt/Au).

O material em pó foi peneirado utilizando uma tela de nylon com abertura de 50 micrômetros, assegurando uma distribuição mais uniforme das partículas para posterior preparo da barbotina. O peneiramento ocorreu dentro de uma capela de exaustão para evitar dispersão de partículas finas no ambiente. Para facilitar a passagem do pó pela malha, foi utilizada uma trincha pincel, o que também contribuiu para minimizar perdas de material e garantir maior controle sobre a granulometria.

Os substratos de aço inoxidável 316L foram inicialmente cortados em quatro amostras de 20x40 mm, com posterior limagem das laterais para uniformização das bordas. O acabamento superficial foi obtido por lixamento manual com lixa d'água de granulação 350 acoplada a uma politriz, promovendo uma superfície mais lisa e adequada à aderência do recobrimento vítreo. Após o lixamento, os corpos de prova foram submetidos a limpeza ultrassônica em três etapas: acetona, etanol e água destilada, cada uma com duração de 10 minutos, visando remover resíduos orgânicos e particulados. Por fim, os substratos foram secos em estufa a 80 °C por uma hora para eliminação de umidade residual.

b) Métodos

O método de recobrimento escolhido foi o por imersão a partir de uma barbotina contendo vidro bioativo.

Utilizou-se 8 gramas de água deionizada e 5 gramas de vidro BioAl. Os materiais foram misturados e submetidos a um processo de homogeneização contínua por 24 horas em moinho de bolas[5]. O substrato foi mergulhado na barbotina com auxílio de uma pinça, e o revestimento resultante cobriu apenas uma face do substrato de forma efetiva. Após a imersão, os substratos revestidos com BioAl foram secos a 80 °C por uma hora e

submetidos a tratamento térmico a 800 °C por uma hora, promovendo a aderência do vidro ao substrato e melhorando suas propriedades funcionais.

c) Caracterização

A análise granulométrica do vidro foi realizada com zetâmetro ZetaPALS, após dispersão ultrassônica, via espalhamento de luz a laser, para assegurar a homogeneidade da barbotina [7-8]. Os revestimentos aplicados ao aço inoxidável 316L foram caracterizados quanto à estrutura cristalina, morfologia superficial, tamanho de partículas e bioatividade. A difração de raios X (DRX), realizada no CCTM/IPEN com difratômetro Rigaku Miniflex (Cu K α , 30 kV, 15 mA), foi empregada para identificar fases cristalinas e avaliar a amorficidade do vidro após o tratamento térmico [6]. As análises foram feitas entre 5° e 90° (2 θ), com passo de 0,05° e 2 s por ponto, e interpretadas via software X'Pert HighScore com base no banco JCPDS.

A morfologia da superfície revestida foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando elétrons secundários para inspecionar adesão e falhas. [9]. A bioatividade in vitro foi avaliada conforme a norma ISO 23317:14, em solução SBF-K9 preparada segundo Kokubo, mantida a 37,5 °C e pH 7,25. Os corpos de prova foram imersos por 3, 7 e 14 dias, sendo posteriormente lavados com acetona e secos em estufa a 80°C [10]. A formação de hidroxiapatita e a degradação do revestimento foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura acoplada à espectroscopia de energia dispersiva de raios X (MEV/EDS) e difração de raios X, permitindo avaliar a adesão, estabilidade e desempenho bioativo do recobrimento.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

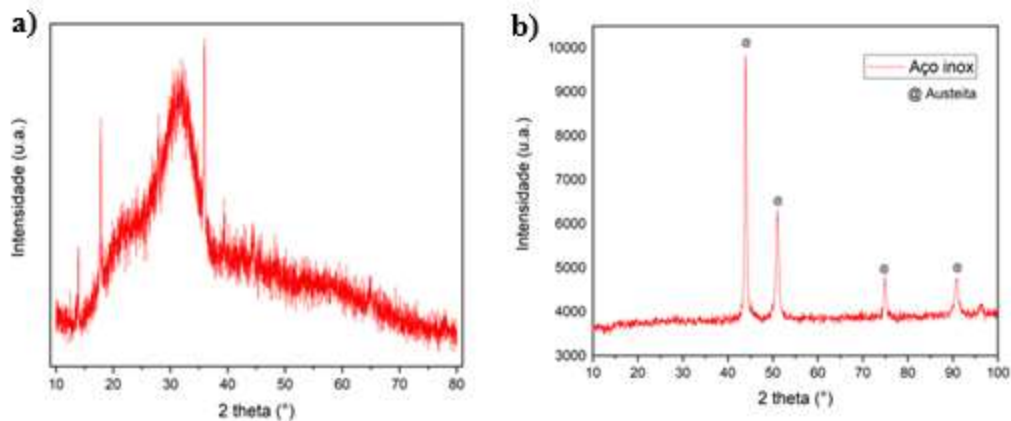
a) Materiais

A partir da análise da distribuição do tamanho das partículas obtidas por difração a laser do vidro BioAl após o preparo e peneiramento, observou-se que a amostra contém partículas com tamanhos variando entre 200 e 1600 nm. Esta faixa de tamanho é considerada apropriada para promover uma adesão celular e otimizar o processo de osteointegração.

A Figura 1 apresenta os difratogramas de raios X do vidro BioAl (a) e do aço inoxidável 316L (b). O vidro BioAl exibe picos amplos e um halo de difração centrado em aproximadamente 30° (2 θ), característico de uma estrutura amorfa, indicando que sua microestrutura é desorganizada em longo alcance. Por outro lado, o difratograma do aço

inoxidável 316L apresenta picos bem definidos, evidenciando uma estrutura cristalina com presença predominante de austenita, que corresponde a uma solução sólida de carbono em ferro gama. Essa fase, comum em ligas metálicas, reflete uma microestrutura ordenada tanto em curto quanto em longo alcance.

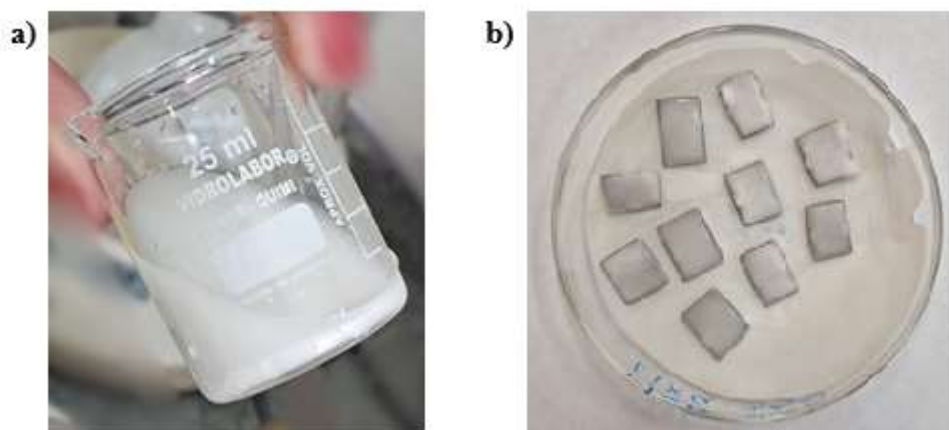
Figura 1 - Difratoograma de raios X a) do vidro BioAl e b) do aço 316L.



b) Recobrimentos

O recobrimento manual por revestimento por imersão foi limitado a uma face devido à rápida decantação da barbotina, como ilustrado na Figura 2 abaixo.

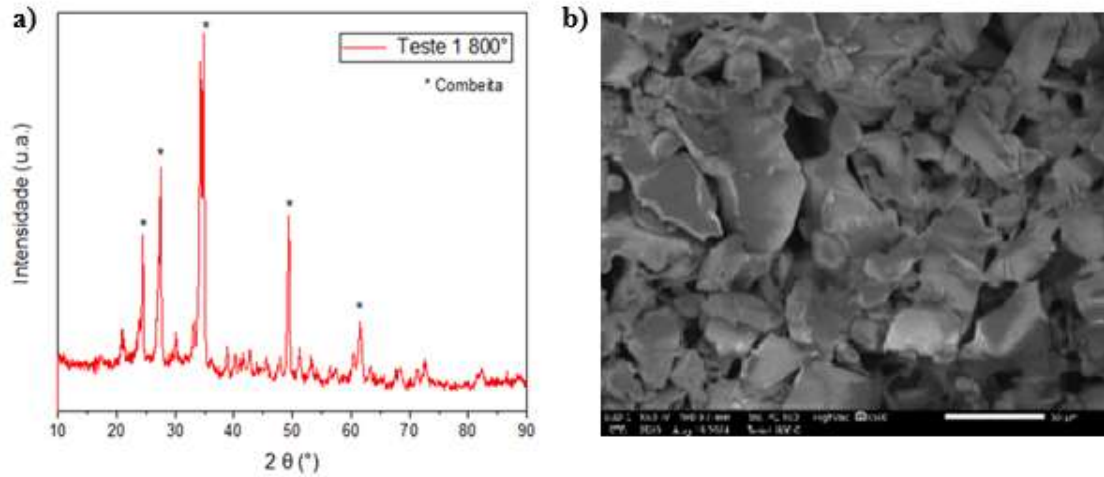
Figura 2 - Decantação da barbotina e substratos revestidos com barbotina antes da secagem.



A espessura variou de 0,22 a 0,25mm, o que indica certa uniformidade de recobrimento. Apesar da utilização de ultrassom para manter as partículas em suspensão durante a imersão, a rápida decantação das partículas pode ter contribuído para a variação de espessura.

A Figura 3 apresenta a amostra tratada termicamente a 800 °C, com (a) o difratograma de raios X e (b) a micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura.

Figura 3 - a) Difratograma e b) Micrografia da amostra tratada a 800°C.



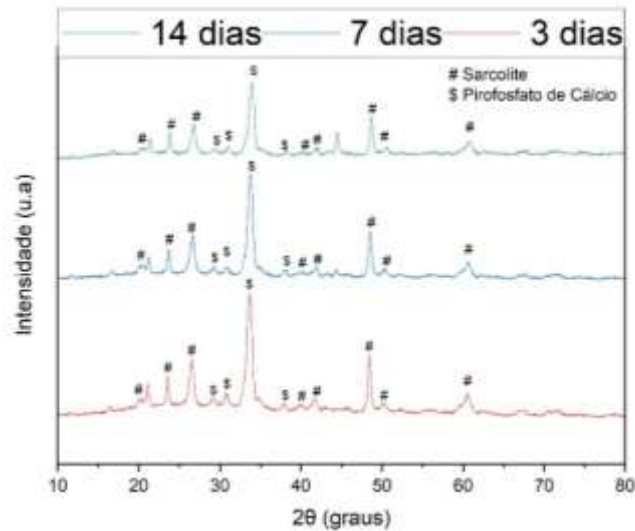
No difratograma (Figura 3a), observam-se picos bem definidos, sugerindo que a temperatura e taxa de resfriamento foi suficiente para promover a cristalização do material. Foi identificada a presença da fase combeíta, típica de vidros bioativos submetidos a tratamento térmico e reconhecida por sua biocompatibilidade e capacidade de interação com o tecido ósseo. A micrografia (Figura 3b) revela uma superfície com partículas mais arredondadas, finas e uniformemente distribuídas. Essa morfologia indica uma acomodação eficiente das partículas sobre o substrato, favorecendo a adesão do revestimento.

c) Teste de bioatividade in vitro

A Figura 4 apresenta o difratograma da amostra após a imersão na solução SBF K9.

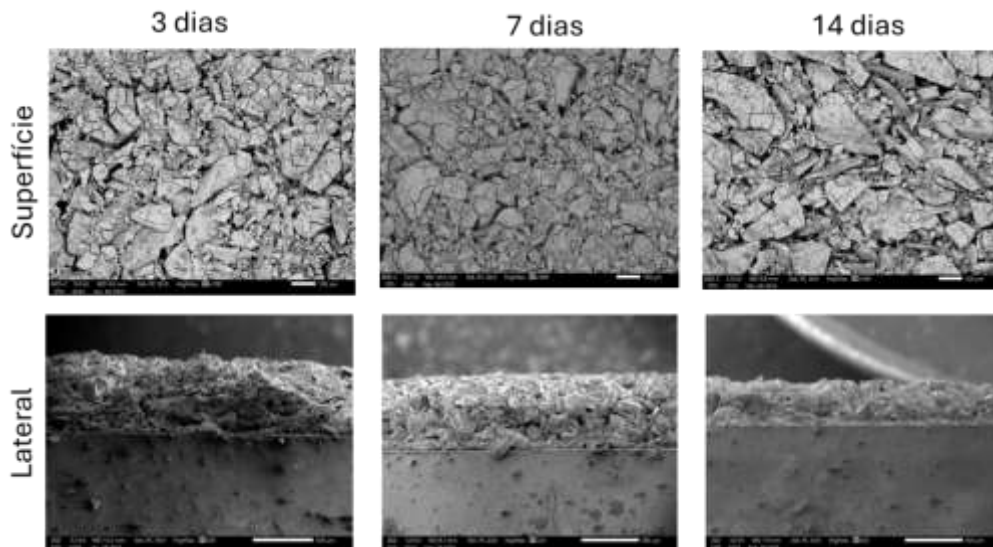
A análise por difração de raios X revela um comportamento gradual na formação de fases bioativas ao longo do tempo de imersão em SBF. Após todos os períodos, são observados picos associados ao pirofosfato de cálcio e sódio [11], fase intermediária importante para a nucleação de apatita. Além desta, também foi identificada a presença de sarcolite [12], um silicato de cálcio e alumínio, associada ainda a matriz vitrocerâmica.

Figura 4 - Difratoograma da amostra após SBF K9.



A Figura 5 apresenta micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da superfície (linha superior, aumento de 100 μm) e da vista lateral (linha inferior, aumento de 500 μm) dos recobrimentos após 3, 7 e 14 dias de imersão em solução SBF-K9.

Figura 5 - Micrografias do recobrimento após 3, 7 e 14 dias na solução SBF K9 vistas superior com aumento 100 μm e lateral com aumento de 500 μm .

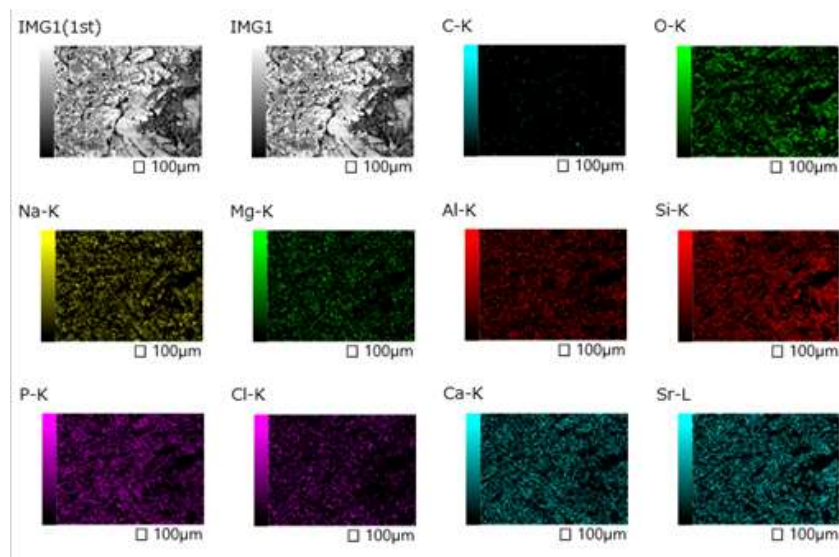


Na vista superior, observa-se que, após 3 dias, a superfície do revestimento apresenta aspecto homogêneo e compacto, com início da formação de pequenos aglomerados particulados. Esses aglomerados exibem trincas superficiais, indicativas de ataque hidrolítico, que favorece a formação de poros e atua como sítio de nucleação para

a deposição de hidroxiapatita. Aos 7 e 14 dias, a superfície mantém o padrão morfológico, sugerindo continuidade na deposição de apatita. Contudo, as micrografias laterais revelam uma redução progressiva da espessura do revestimento ao longo do tempo de imersão. Após 3 dias, observa-se uma camada superficial espessa, porém com aderência parcial. Aos 7 dias, a camada torna-se visivelmente mais delgada, com falhas de adesão e exposição da interface com o substrato. Aos 14 dias, há uma redução ainda mais acentuada da espessura, com perda significativa do recobrimento, embora persistam regiões pontuais com estrutura mais densa e compacta. Esses resultados indicam que, apesar da formação de uma camada bioativa na superfície, a estabilidade mecânica e a adesão do recobrimento são progressivamente comprometidas durante a exposição prolongada à solução simuladora, o que representa uma limitação para aplicações clínicas de longa duração.

A Figura 6 apresenta a espectroscopia de dispersão de energia de raios X da amostra imersa na solução SBF K9 por 14 dias.

Figura 6 - EDS 14 dias na solução SBF K9.



Os resultados revelam a presença expressiva de cálcio (Ca) e fósforo (P), indicando a possível formação de uma camada precursora da hidroxiapatita, como observado na difração de raios-X. Além disso, observa-se ainda a presença de sódio (Na) e silício (Si), sugerindo que a matriz vítrea original permanece próximo à superfície, mesmo após o ataque hidrolítico e a deposição da nova camada. O magnésio (Mg) aparece em menor intensidade e pode estar associado à estrutura da camada recém-formada ou aos resíduos da solução SBF-K9. A distribuição desses elementos é consistente com o

comportamento esperado para vidros bioativos expostos a meios fisiológicos simulados, confirmando a reatividade superficial do revestimento. No entanto, sua permanência também indica que o processo de degradação e recobrimento não foi completo, o que está de acordo com as observações estruturais e morfológicas que apontam limitações na estabilidade e adesão do recobrimento ao longo do tempo.

CONCLUSÕES

O presente estudo investigou a aplicação do vidro bioativo BioAl como revestimento sobre aço inoxidável 316L, com o objetivo de aprimorar a biocompatibilidade de implantes metálicos. O tratamento térmico a 800 °C foi fundamental para promover a cristalização do vidro, resultando na formação da fase combeíta — característica de materiais bioativos — e para favorecer a adesão ao substrato metálico. As análises morfológicas revelaram uma superfície uniforme, com partículas arredondadas, o que é favorável à integração com o tecido ósseo. Os ensaios de bioatividade in vitro em solução SBF-K9 evidenciaram a formação de uma camada de fase cristalina precursora da hidroxiapatita ao longo de 14 dias, confirmando o potencial bioativo do recobrimento. No entanto, observou-se uma redução da espessura da camada e falhas de adesão com o tempo de imersão, indicando limitações na estabilidade mecânica do revestimento. Apesar de desafios como a rápida sedimentação da barbotina e a fragilidade da camada formada, os resultados indicam que, com ajustes no processo de deposição e formulação da suspensão, o uso do BioAl pode representar uma estratégia promissora para o desenvolvimento de implantes metálicos mais seguros e eficazes.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq pela bolsa de estudos de Iniciação Científica e ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN) pela disponibilidade da infraestrutura, equipamentos e materiais.

REFERÊNCIAS

- [1] FERREIRA, J. M. F.; SOUSA, R. A.; BÁRTOLO, P. J. Biovidros: da investigação à aplicação clínica. *Revista Ciência Hoje*, v. 41, n. 241, p. 68-71, ago. 2008.
- [2] B. K. de Oliveira, N. M. Balzaretto, and S. Buchner, “Biovidros e Biovitrocerâmicas: uma revisão sobre suas propriedades,” *Ciência e Natura*, vol. 45, p. e28, Nov. 2023, doi: 10.5902/2179460x71468.

- [3] TUNES, Suzel. Vidro contra o câncer. Pesquisa FAPESP, n. 327, p. 70–73, maio 2023. Disponível em: <https://revistapesquisa.fapesp.br/vidro-contr-o-cancer/>. Acesso em: 21 março 2025.
- [4] M. S. Araujo, A. C. Silva, J. F. Bartolomé, and S. Mello-Castanho, “Structural and thermal behavior of 45S5 Bioglass®-based compositions containing alumina and strontium,” *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 103, no. 6, pp. 3620–3630, Jun. 2020, doi: 10.1111/jace.17061.
- [5] R. Asmawi, M. H. I. Ibrahim, A. M. Amin, N. Mustafa, and Z. Noranai, “Development of Bioactive Ceramic Coating on Titanium Alloy substrate for Biomedical Application Using Dip Coating Method,” in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, Institute of Physics Publishing, Aug. 2017. doi: 10.1088/1757-899X/226/1/012179.
- [6] JOSÉ, L. B.; SASAKI, M. Introdução à difração de raios-X em cristais. Fortaleza: Universidade Federal do Ceará, 2000.
- [7] CORBETT, Jason CW et al. Measuring surface zeta potential using phase analysis light scattering in a simple dip cell arrangement. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v. 396, p. 169-176, 2012.
- [8] Karmakar, S. A. N. A. T. "Particle size distribution and zeta potential based on dynamic light scattering: Techniques to characterize stability and surface charge distribution of charged colloids." *Recent Trends Mater. Phys. Chem* 28 (2019): 117-159.
- [9] ANA, P. A.; MALISKA, M. Microscopia eletrônica de varredura. Florianópolis: Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Engenharia Mecânica, Laboratório de Materiais - LABMAT; Laboratório de Caracterização Microestrutural e Análise de Imagens - LCMAI, [s.d.].
- [10] Kokubo, T. et al., “Solutions able to reproduce in vivo surface-structure changes in bioactive glass-ceramic A-W,” *Journal of Biomedical Materials Research*, 2006.
- [11] Crystallography Open Database. Combeite ($\text{Na}_4\text{Ca}_4(\text{Si}_6\text{O}_{18})$) – Entry #1524419. Disponível em: <http://www.crystallography.net/cod/1524419.html>. Acesso em: 8 maio 2025.
- [12] Crystallography Open Database. Silicon dioxide (SiO_2) – Entry #9009588. Disponível em: <http://www.crystallography.net/cod/9009588.html>. Acesso em: 8 maio 2025.