

ALUMINATO TRICÁLCICO COM ADIÇÃO DE PRATA PARA APLICAÇÃO EM BIOMATERIAIS

PATRICIA RODRIGUES¹; **FAILI CINTIA TOMSEN VEIGA**²; **JOSÉ JURADO**³,
SERGIO DA SILVA CAVA⁴, **BRUNO MÜLLER VIEIRA**⁵

¹*Universidade Federal de Pelotas, Engenharia de Materiais, CDTEC, Pelotas, RS, Brasil -
ati_jg@hotmail.com*

²*Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Departamento de Minas
Metalurgia e Materiais, Porto Alegre, RS, Brasil - faili.cintia@gmail.com*

³*Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Departamento de Minas
Metalurgia e Materiais, Porto Alegre, RS, Brasil - pepejuradoegea@gmail.com*

⁴*Universidade Federal de Pelotas, PPGCEM, CDTEC, Pelotas, RS, Brasil - sergiocava@gmail.com*

⁵*Universidade Federal de Pelotas, PPGCEM, CDTEC, Pelotas, RS, Brasil - bruno.prppg@hotmail.com*

1. INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos que apresentam biocompatibilidade têm sido objeto de inúmeros estudos e pesquisas, visto que são aplicados em diversos tratamentos como por exemplo o de endodontia e ortopedia. Dentre os mais utilizados estão: o MTA e cimento ósseo, que apresentam-se como um pó fino que endurece após hidratação, sendo que esse pó é composto principalmente por silicato tricálcico, aluminato tricálcico, óxido tricálcico e óxido de silicato, além de pequenas quantidades de outros óxidos minerais (POMPEU, 2013).

Atento a essa questão, os aluminatos de cálcio (CAs), onde C refere-se à CaO (óxido de cálcio) e A representa Al₂O₃ (alumina), têm sido objeto de estudos com interesse em diversas aplicações com propriedades interessantes nos biomateriais além das variações de dopagens. (VEIGA, 2015). O aluminato de cálcio libera íons cálcio (Ca²⁺) que reagem com o gás carbônico dos tecidos dando origem a granulações de calcita, assim proporcionando a mineralização do tecido, então denominado “tecido duro” (POMPEU, 2013).

A prata atua liberando os íons Ag⁺, que agem inativando micróbios através da interação com as suas enzimas, proteínas ou DNA e com isso conter a proliferação celular ou a divisão celular. Ela também se liga às células bacterianas carregadas negativamente para alterar a funcionalidade da membrana celular, impedindo assim a regeneração bacteriana (MARIA, 2010).

Neste sentido, este trabalho tem como objetivo realizar a síntese pelo método dos precursores poliméricos e caracterizar os pós de C₃A, dopados com 5% de prata, calcinados nas temperaturas de 800°C, 1000°C e 1200°C e com isso apresentar um estudo comparativo entre o C₃A puro e o dopado.

2. METODOLOGIA

Para a obtenção de pós monofásicos policristalinos e homogêneos de CAs dopados com Ag foi utilizado o método dos precursores poliméricos por sua simplicidade (CHOI; HONG, 2010). Esta metodologia se baseia na formação de quelatos entre os cátions metálicos e os ácidos carboxílicos (ácido cítrico) dissolvidos em solução aquosa. Neste trabalho foram obtidas as composições C₃A (70%CaO-30%Al₂O₃) e C₃A+Ag (68%CaO-27%Al₂O₃-5%Ag₂O), com a adição controlada de nitratos de Ca, Al e Ag. Em seguida, o acréscimo do etileno glicol conduz à formação de um éster orgânico, seguido por polimerização.

Logo após foi realizado o tratamento térmico nas temperaturas de: 800, 1000 e 1200°C obtendo-se materiais na forma de pó.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os pós sintetizados foram calcinados e analisados por meio de difração de raios-X (DRX), visando acompanhar o início da cristalização do C₃A e fazer a identificação das fases cristalinas formadas, como pode ser visto nos difratogramas da Figura 1.

A figura 1 (a) apresenta a amostra C₃A. À 800°C, a amostra possui uma composição bifásica constituída de 3CaO.Al₂O₃ (Ca₃Al₂O₆) e 12CaO.7Al₂O₃ (Ca₁₂Al₁₄O₃₃). À 1000°C observa-se a presença apenas de uma fase 3CaO.Al₂O₃ (Ca₃Al₂O₆) e na temperatura de 1200°C, esta fase é mantida.

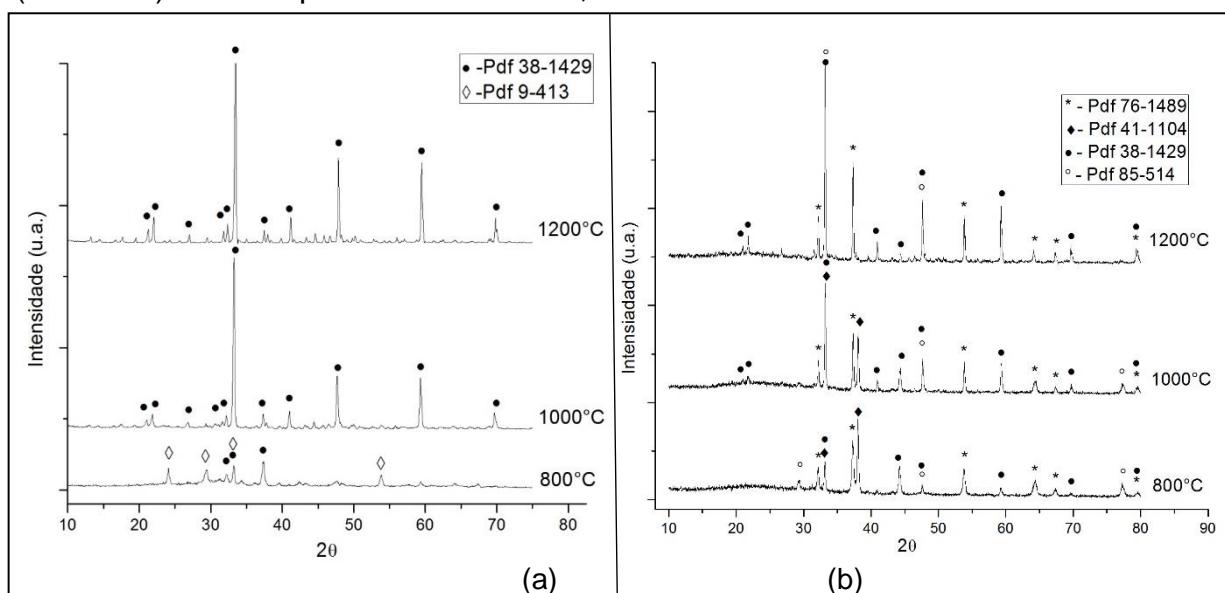


Figura 1 – Difratogramas dos pós calcinados em diferentes temperaturas entre 800, 1000 e 1200°C. Difratogramas das composições: a) C₃A (70%CaO-30%Al₂O₃) (b) C₃A+Ag (68%CaO-27%Al₂O₃-5%Ag₂O). As fichas cristalográficas 76-1489(AgO), 41-1104 (Ag₂O), 38-1429 (Ca₃Al₂O₆), 85-514 (CaO₂) e 9-413 (Ca₁₂Al₁₄O₃₃) representam as diferentes fases presentes.

No caso dos pós dopados com 5% de prata, figura 1 (b), na temperatura de 800°C a amostra é constituída por quatro fases: Ca₃Al₂O₆, CaO₂, Ag₂O e AgO. Estas fases se mantêm a 1000°C, com variações nas intensidades. À 1200°C, a fase Ag₂O não está mais presente.

Através da análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi possível observar a morfologia dos grãos e as características dos aglomerados, ainda possibilitou a análise química (qualitativa e quantitativa) por meio da espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS) como pode ser visto nas tabelas 1 e 2.

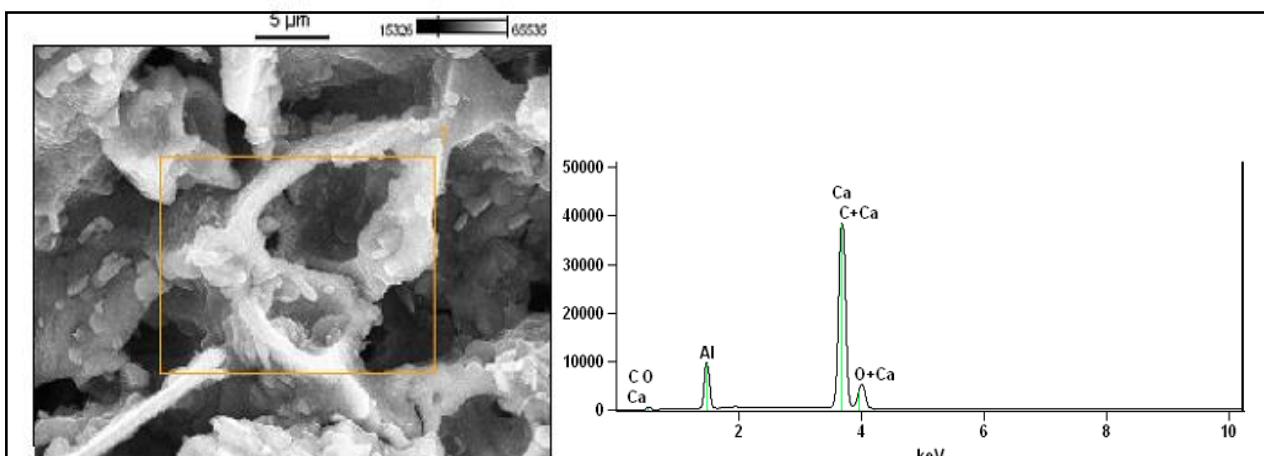


Figura 2- Micrografia e espectro de EDS obtido na análise no MEV com magnificação de 3500X
Tabela 1 - Análise de EDS das amostras de C_3A puro

| Elemento | Concentração (%massa) | Símbolo | Concentração do composto (%) |
|----------|-----------------------|---------|------------------------------|
| Carbono | 0,19 | C | 0,19 |
| Oxigênio | 10,60 | O | 10,60 |
| Alumínio | 17,29 | Al | 17,29 |
| Cálcio | 71,92 | Ca | 71,92 |
| Total | 100 | Total | 100 |

Na Figura 2 pode-se observar o MEV do C_3A puro, na temperatura de 1000°C, onde nota-se a formação de uma estrutura de aglomerados de grãos com vazios e poros, além de se observar uma estrutura irregular com formato de bastonete de diferentes tamanhos. Com a análise do EDS, verifica-se que 71,92% do elemento Ca, comprovando a maior quantidade do elemento na formulação química do $Ca_3Al_2O_6$.

A Figura 3 apresenta a imagem de MEV e o espectro de EDS da amostra C_3A com 5% de prata.

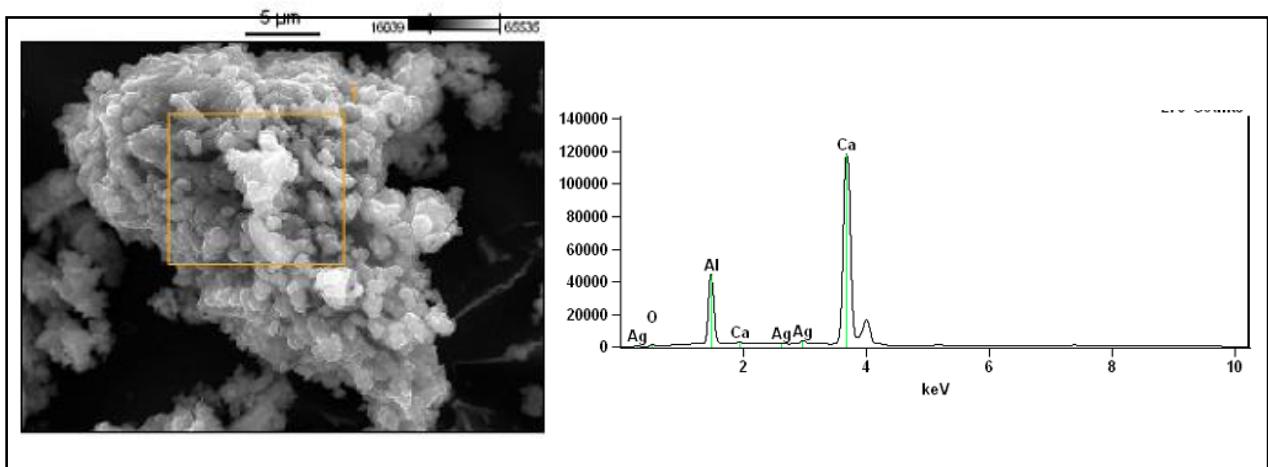


Figura 3- Micrografia e espectro de EDS obtido na análise no MEV com magnificação de 3500X
Tabela 2 - análise de EDS das amostras de C_3A com 5% de prata

| Elemento | Concentração (%massa) | Símbolo | Concentração do composto (%) |
|----------|-----------------------|---------|------------------------------|
| Oxigênio | 7,53 | O | 7,53 |
| Alumínio | 22,84 | Al | 22,84 |
| Cálcio | 66,99 | Ca | 66,99 |
| Prata | 2,64 | Ag | 2,64 |
| Total | 100 | Total | 100 |

Na temperatura de 1000°C pode-se notar que a prata modificou a morfologia do material quando comparada com o C_3A sem dopante, onde se verificou a formação de pequenos grânulos, o que indica a formação da prata na estrutura do C_3A , o que é também confirmado pelo EDS, que acusa 2,64% de Ag.

4. CONCLUSÕES

Com o método dos precursores poliméricos foi possível a obtenção de pós de C_3A puros e com adição de prata nas temperaturas 800°C, 1000°C e 1200°C, visando a aplicação como biomateriais.

Através das análises por meio do DRX do material puro, identificou-se em 1000°C a fase pura de $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$, já o material com 5% de prata apresentou um sistema polifásico complexo, com indício de solução sólida somente à temperaturas mais elevadas.

As análises por MEV na temperatura de 1000°C permitiram verificar a morfologia das amostras puras e com adição de prata onde nota-se alteração da morfologia provocada pela adição de 5% de prata, na qual a estrutura passou de grãos aglomerados com vazios e poros para uma estrutura composta de pequenos grânulos.

Por meio do EDS comprovou-se que os elementos químicos utilizados para a síntese dos materiais estão presentes nas amostras, além disso, o EDS mostrou a proporção de cada elemento químico nas amostras.

AGRADECIMENTOS

Ao CNPq e PIBIC/CNPq pelo suporte financeiro. Centro de Microscopia Eletrônica do Sul (CEME-SUL) pelos MEV e EDS.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CAVA, S. Síntese de pigmentos nanométricos de Al_2O_3 dopado com cobalto e cromo. Tese (Doutorado) — Universidade Federal de São Carlos. Programa de Pós-Graduação em Química. São Carlos, 2003.

CHOI, S.; HONG, S. Size and morphology control by planetary ball milling in $\text{CaAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}$ phosphors prepared by pechini method and their luminescence properties. **Materials Science and Engineering: B**, Elsevier, v. 171, n. 1, p. 69 – 72, 2010.

HONG, KH. **Polym. Eng. Sci.** p.43. 2007.

MARIA, L. C. S. et al. Preparation and antibacterial activity of silver nanoparticles impregnated in bacterial cellulose. **Polímeros**, São Carlos, v. 20, n. 1, p. 72-77, 2010.

POMPEU, L. L. M. F. et al. Aluminatos de cálcio e seu potencial para aplicação em endodontia e ortopedia. In: **Cerâmica**. v.59. 2013. p. 216-224.

VEIGA, F. C. T. et al. Chemical Synthesis and Sintering Behaviour of $\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{O}_6$