

## **RECOBRIMENTOS BIOCAMPATÍVEIS DE TiO<sub>2</sub> PELO PROCESSO ELETROFORÉTICO SOBRE O AÇO INOXIDÁVEL (AISI 316L) UTILIZANDO SUSPENSÕES DE HCl, HNO<sub>3</sub> E NaOH.**

D. G. Rodrigues, J. M. da Silva, A. J. T. Bosco, S. N. da Silva, M. J. C. Justino  
Presidente Tancredo de Almeida Neves 3500 - Bairro Universitário - CEP 35170-056  
Coronel Fabriciano - Vale do Aço – MG. rodrigues\_dg@yahoo.com.br  
Departamento de Engenharia de Materiais do Centro universitário do Leste de Minas  
Gerais – UnilesteMG

### **RESUMO**

*Foram produzidos recobrimentos cerâmicos sobre o aço inoxidável AISI 316L com o intuito de investigar a formação de um filme biocompatível para aplicações na área da saúde. Este filme biocerâmico (TiO<sub>2</sub>) foi depositado por processo eletroforético utilizando diferentes suspensões, HCl 1:1, HNO<sub>3</sub> 1:6 e NaOH 4% em solução aquosa, gerando uma suspensão de partículas coloidais de TiO<sub>2</sub>, avaliando os seguintes parâmetros do processo: tempo, pH na suspensão e diferença de potencial. A suspensão de HCl promoveu um filme pouco aderente de TiO<sub>2</sub>, sobre o substrato, propiciando o desenvolvimento de pontos de corrosão nos contornos de grãos do material. Com a suspensão de NaOH houve deposição sem aderência da camada de TiO<sub>2</sub>, possivelmente devido a incapacidade de romper a camada passiva natural deste aço. O recobrimento com HNO<sub>3</sub> foi o que demonstrou o melhor resultado, pois a camada depositada apresentou um filme uniforme e uma aderência satisfatória após avaliação pelo teste da fita.*

*Palavras-chave: Aço inoxidável 316L, recobrimento, óxido de titânio.*

## INTRODUÇÃO

O aço inoxidável já vem sendo largamente utilizado há várias décadas para produção de materiais utilizados na área da saúde (ortopédicas, cardiovasculares, dentre outras) classificados como biomateriais. O biomaterial pode ser qualquer substância (exceto drogas medicamentosas) ou combinação de substâncias, de origem natural ou sintética, que pode ser usada por qualquer período de tempo, para substituição em parte ou em todo nos sistemas biológicos (tecidos e órgãos) danificados, desde que quando colocado em contato direto ou indireto com o tecido vivo, com o objetivo de recompor, substituir ou reparar alguma parte lesada, não produzam reações adversas (local ou sistêmica).

Uma das propriedades fundamentais dos biomateriais é a biocompatibilidade, ou seja, eles devem atender ao requisito de funcionabilidade para o qual foram projetados, provocando o mínimo, ou mesmo, não estimulando reações alérgicas ou inflamatórias. Este conceito de funcionabilidade está associado à aplicação a que se destina, de tal modo que um material biocompatível para uma dada função pode ser inadequado se usado em outras aplicações. Classicamente as aplicações dos biomateriais são divididas em três grupos que se destinariam à: substituição de tecidos moles; substituição de tecidos duros e materiais para sistemas cardiovasculares.

Neste trabalho pretende-se recobrir o aço AISI 316L com o óxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ) com um processo eletroquímico (via eletroforese) com diferentes suspensões buscando a formação de uma camada biocompatível, fina, homogênea e com boa aderência ao substrato metálico.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Chapas com dimensões 50,0 x 20,0 x 2,0 mm do aço inoxidável AISI 316L foram lixadas, desengraxadas com álcool etílico e a seguir identificadas por tempo e suspensão de imersão. A deposição de  $\text{TiO}_2$  sobre os materiais deu-se pelo método de eletroforese, variando os parâmetros de processo (tempo, pH na suspensão e tensão) sobre as propriedades físicas (adesão, cristalinidade, porosidade e espessura), buscando identificar a correlação entre estes parâmetros sobre a eficiência de deposição do  $\text{TiO}_2$ .

O fenômeno denominado eletroforese é definido como sendo a migração de espécies carregadas eletricamente, que ocorre quando as mesmas são dissolvidas ou suspensas em um eletrólito, através do qual uma diferença de potencial é aplicada. Quase todos os materiais macroscópicos ou particulados em contato com um líquido adquirem uma carga elétrica em sua superfície. O potencial zeta é um indicador útil dessa carga e pode ser usado para prever e controlar a estabilidade de suspensões ou emulsões coloidais. Quanto maior o potencial zeta mais provável que a suspensão seja estável, pois as partículas carregadas se repelem umas às outras e essa força supera a tendência natural à agregação.

As partículas de  $\text{TiO}_2$  assumem uma distribuição de cargas na superfície quando suspensa em um eletrólito (cargas positivas com pH menor que 4 e negativa com pH maior que 4). A aplicação de uma diferença de potencial na suspensão faz com que espécies carregadas eletricamente se movam em direção a um eletrodo. Esta técnica foi desenvolvida pelo químico Arne Tiselius e por este trabalho ele ganhou o prêmio Nobel em 1948. Este método de deposição é bastante limitado devido à instabilidade dos aparelhos, e mais significativamente, pelos efeitos de difusão e aquecimento gerados pelo campo elétrico, os quais formam um gradiente de composição e microestruturas nos compostos depositados.

Uma diferença de potencial foi aplicada entre o substrato a ser recoberto (AISI 316L), catodo (eletrodo negativo, -) e uma placa de titânio puro grau médico foi usada como eletrodo de sacrifício (eletrodo positivo, +), imersos em suspensões (figura 1) de HCl 1:1 e  $\text{HNO}_3$  1:6 com o pH variando de 0,5 a 1,5. Na suspensão de NaOH 4%, o substrato a ser recoberto foi utilizado como anodo (+) e a placa de titânio foi utilizada como catodo (-), em ambos casos foi dissolvido 5 g de  $\text{TiO}_2$  nas suspensões. Após a deposição de  $\text{TiO}_2$ , o substrato foi lavado com água deionizada, álcool etílico e secado ao ar livre. A deposição de  $\text{TiO}_2$  sobre o substrato foi avaliada de forma qualitativa pelo método da fita empregado para avaliação de tintas e filmes finos.

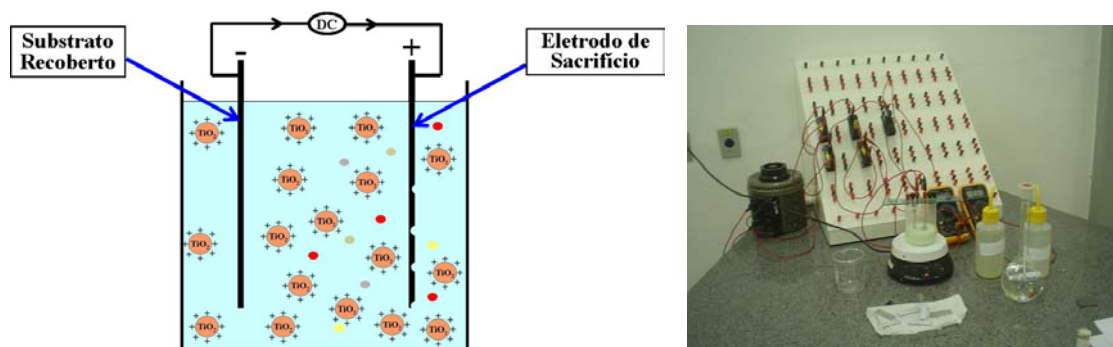


Figura 1 – Desenho esquemático e fotografia da célula eletroforética

O teste proposto consiste colocar uma fita adesiva sobre o substrato recoberto com  $\text{TiO}_2$  e em seguida a fita é retirada em um único movimento, sendo a adesão avaliada pela retirada, maior ou menor, do material de recobrimento, estabelecendo o tipo de falha (adesiva, coesiva ou cola).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

As variáveis pH e campo elétrico favoreceram a deposição do filme de  $\text{TiO}_2$  sobre o substrato (figura 2) na suspensão que utilizou como solvente  $\text{HNO}_3$  (pH da ordem de 0,5), em função da força eletrostática sobre o  $\text{TiO}_2$  que neste pH adquire carga positiva na superfície e pode ser atraído facilmente pelo campo elétrico gerado ao redor do substrato, avaliação qualitativa pelo teste da fita indicou uma adesão satisfatória do recobrimento sobre o substrato, com o tempo da ordem de 2 a 4 min.



Figura 2 – comparativo entre as amostras antes e depois da imersão na suspensão de  $\text{HNO}_3$ . Amostra recoberta à esquerda e sem recobrimento à direita

Durante a realização dos procedimentos de deposição foram feitas tentativas onde houve a uma interrupção nos parâmetros de imersão (para diminuição dos efeitos de difusão e aquecimento gerados pelo campo elétrico os quais acarretam um gradiente microestrutural nos filmes depositados), ou seja, de 2 min de imersão e

em seguida nova imersão durante as etapas de deposição, o teste da fita mostrou falhas adesivas e coesivas na camada depositada. Para a suspensão com o reagente HCl 1:1 não houve deposição eficaz de filmes sobre o substrato (figura 3) apenas corrosão nos contornos de grãos.

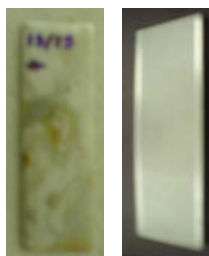


Figura 3 – comparativo entre as amostras antes e depois da imersão na suspensão de HCl . Amostra recoberta à esquerda e sem recobrimento à direita

No caso da suspensão com NaOH 4% uma fina camada foi depositada, mas não apresentou qualquer aderência sobre o substrato (figura 4), possivelmente devido ao efeito da camada passivadora ( $\text{Cr}_x\text{O}_y$ , não corrompida) do substrato associado as tensões residuais impedindo a interação entre a superfície do substrato e o filme depositado o que provocou uma adesão não satisfatória.



Figura 4 – comparativo entre as amostras antes e depois da imersão na suspensão de NaOH . Amostra recoberta à esquerda e sem recobrimento à direita

Os testes preliminares com células revelaram uma maior aposição de células sobre a superfície recoberta e estudos in vivo deverão ser realizados à posterior.

## CONCLUSÃO

Os recobrimentos de  $\text{TiO}_2$  sobre os substratos que obtiveram melhores resultados conforme análise do teste da fita, foram os que utilizaram como eletrólito a solução de  $\text{HNO}_3$  1:6, tempo de 4 minutos e tensão de 10V devido ao efeito maior do potencial Zeta sobre a camada de ligação ( $\text{TiO}_2$ ). A Titânia adquire domínio de carga positiva quando  $\text{pH} < 4$ . O maior potencial provavelmente gerou uma

suspensão estável, pois as partículas carregadas se repelem umas às outras e essa força supera a tendência natural à agregação, promovendo assim uma maior taxa de migração eletroforética e conseqüentemente maior adesão.

Uma análise completa da correlação entre a espessura, rugosidade, aderência e estrutura cristalina sobre a performance serão realizadas posteriormente, verificando quais propriedades otimizariam sua performance visando aplicações na área da saúde.

## REFERÊNCIAS

- 1 – PADILHA, A.F., GUEDES, L.C., **Aços Inoxidáveis Austeníticos: Microestrutura e Propriedades**. São Paulo: Hemus, 1994.
- 2 - AZEVEDO, C.R.F., HIPPERT, E. , Análise de Falhas de Implantes Cirúrgicos no Brasil: a Necessidade de uma Regulamentação Adequada, **Cadernos de Saúde Pública**, Rio de Janeiro, v. 18, n.5, p.1347-1358, 2002
- 3 - FRANCA, V. P, FIGUEIREDO, A. R. P, VASCONCELOS, A. C. Experimental Comparative Study of Bioactive Composite With Polymeric Matrix for Applications to Oculoplastic Surgery for Tissue Replacement. **Arquivos Brasileiros de Oftalmologia**, 68,425-431, (2005)
- 4- RIGO, E.C.S., OLIVEIRA, L.C., SANTOS,L.A.,BOSCH, A.O., CARRODEGUAS, R.G. “Implantes Metálicos Recobertos Com Hidroxiapatita”. **Revista Brasileira de Engenharia Biomédica**, V.15, N. 1-2, P. 21-29. (1999)
- 5 - VERCIK, L. C. O., ASSIS, C. M. DE, FOOK, M. V. LIA, “ Apatites Coating ‘In Vitro’ On Titanium: Influence of the Thermal Treatment”. **Eletrica Química**, Vol.28, No.1, P.25-31. 2003
- 6 - BENTO,C.A.S. **Estudo da Interface Ti-6 Al-4 V/Tio2 por Microscopia Eletrônica de Varredura**. (2000) Tese de Mestrado, USP, São Paulo.
- 7 - PASCHOAL, A.L. **Avaliação da Resistência a Corrosão em Meio Fisiológico de Metais Revestidos com Nitreto de Titânio**. 1998. Tese de Mestrado - Departamento de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, São Paulo.

## **BIOCOMPATIBLE COATING $TiO_2$ THROUGH ELECTROFORETIC PROCESS ON THE AISI 316L STAINLESS STEEL USING DIFFERENTS SUSPENSIONS HCL, $HNO_3$ AND NAOH**

### **ABSTRACT**

Ceramic coatings on stainless steel AISI 316L produced with intention to investigate the formation of a biocompatible film for applications in the medicine and odontology. Bioceramics films ( $TiO_2$ ) was deposited by electroforetic process using different suspensions watery, HCl 1:1,  $HNO_3$  1:6 and NaOH 4% generating a colloidal particle suspension of  $TiO_2$  and evaluating the following parameters of the process: time, pH (suspension) and potential difference. The suspension of HCl promoted a film low adherence of  $TiO_2$  on the substratum, propitiating (in the substrate) the development of points of corrosion in the contours of grains. With the suspension of NaOH it had deposition without adhesion of the layer of  $TiO_2$ , possibly had the incapacity to breach the natural passive layer of this steel. The coating with  $HNO_3$  was what it demonstrated excellent result, therefore the deposited layer after presented a film uniform and a satisfactory adhesion evaluation for the test of the band.