

JORNADA PCI/CBPF

APRESENTAÇÃO DE PÔSTER – 2019/2020



BOLSISTA:	NOEMI RAQUEL CHECCA HUAMAN
E-MAIL:	nomifsc@gmail.com
SUPERVISOR:	ANDRÉ LINHARES ROSSI
TÍTULO DO PROJETO:	Síntese e caracterização de filmes nanoestruturados biomiméticos por ablação de laser pulsado: pesquisa fundamental e aplicações biomédicas

RESUMO DO PROJETO

O presente projeto tem como objetivo a síntese e caracterização de filmes nanoestruturados de fosfato de cálcio depositados por ablação a laser pulsado para aplicações biomédicas. Os filmes são depositados utilizando parâmetros que vão além dos reportados na literatura como altas energias por pulso do laser e altas pressões do gás de fundo. Os filmes obtidos são compostos de partículas com ampla dispersão de tamanhos que vão de nano para micro e com diferentes morfologias devido a os mecanismos de crescimento que governam a ablação nestas condições. É relevante sintonizar os parâmetros de deposição para obter filmes nanoestruturados cristalinos da fase hidroxiapatita com nanopartículas de baixa dispersão de tamanhos. Além disso, o processo de cristalização das nanopartículas obtidas em diferentes condições será estudado realizando tratamentos térmicos. As nanopartículas são depositadas diretamente em uma grade de 3 mm de microscopia eletrônica de transmissão (MET) recoberta por um filme fino de carbono ou nitreto de silício durante 120 segundos para análises no MET utilizando os modos HRTEM, STEM, EDS e SAED. Paralelamente, filmes nanoestruturados com redes de nanopartículas interconectadas serão fabricados inspirados na estrutura do tecido ósseo. As superfícies serão desenhadas com rugosidade e porosidade imitando a superfície do osso na região trabecular. Porém, para caracterizações básicas, os filmes são depositados sobre substrato de silício durante 20 minutos. Os análises são realizados por difração de Raio-X, espectroscopia infra-vermelha, espectroscopia de fotoelétrons de raios X (XPS), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e feixe de íons focalizados (FIB). Este último é utilizado para preparar lamelas para análises no MET. Os filmes serão colocadas em meio de cultura com células osteoblásticas para avaliação de toxicidade e possível internalização e dissolução das mesmas. Além disso, caracterizações físico-químicas e nanotoxicológicas dos filmes de fosfato de cálcio com substituições iônicas de Zn^{2+} , Sr^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{2+} , Ag^{2+} e Pt^{2+} serão avaliadas com a finalidade de melhorar a óssea integração, bioatividade e estabilidade química destes biomateriais na regeneração do tecido ósseo.

RESULTADOS

Manuscrito 1: Nanostructure of calcium phosphate films synthesized by pulsed laser deposition under 1 Torr: effect of wavelength and laser energy

(submetido a *Applied Surface Science*)

Este trabalho demonstrou que filmes de fosfato de cálcio (CaP) depositados por alta fluência de laser com comprimentos de onda infravermelho (IR: $\lambda = 1064$ nm) e verde (G: $\lambda = 532$ nm) sob 1 Torr de gás argônio consistiam de micro e nanoestruturas com diferentes morfologias e estequiometrias. O laser IR com alta fluência favorece a deposição de uma fina camada de CaP amorfo, que provavelmente é formada pelos íons energéticos que não se condensaram em partículas durante o processo de deposição. Esta camada de CaP é crucial para a adesão do revestimento ao substrato. Nanopartículas densas de tamanho 10-50 nm nucleadas sobre o filme exibem tamanhos maiores quando depositadas pelo feixe IR. Partículas esféricas com tamanhos entre 100-250nm e relação Ca/P próximas à fase de fosfato tricálcico foram nucleadas no caminho para o substrato. Partículas submicrométricas em forma de anel com tamanhos maiores do que 500 nm e razão Ca/P próxima à de uma fase de fosfato de tetracálcio são formadas a partir de gotículas expelidas do alvo devido ao superaquecimento local. O laser G de alta fluência favorece a deposição dessa espécie de partículas. Com uma frequência mais baixa, grandes cristais de HA foram depositados de grandes aglomerados ejetados do alvo de HA. Os resultados revelam o efeito significativo do comprimento de onda do laser e da energia do pulso sobre a natureza das micro e nanoestruturas de fosfato de cálcio depositadas em alta pressão. O desafio para trabalhos futuros é ajustar as características do laser para favorecer aquelas espécies que melhoram a biocompatibilidade e estabilidade aos revestimentos.

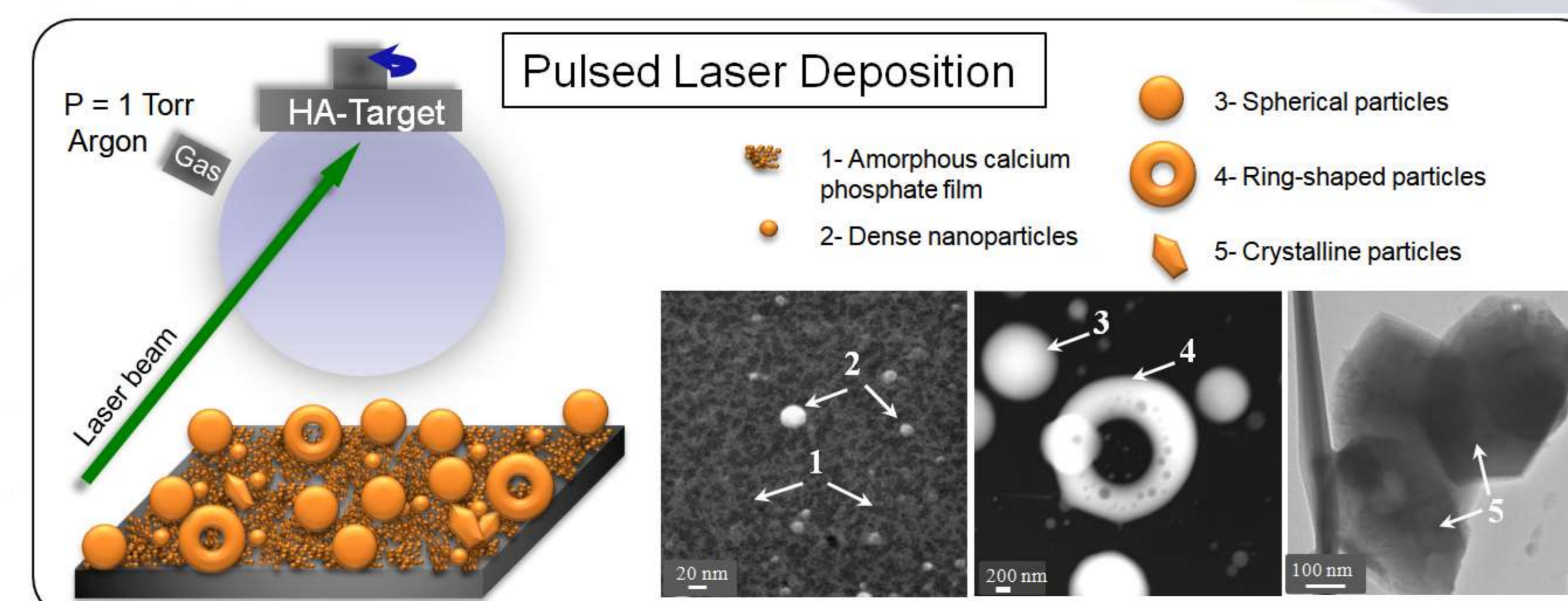


FIG.1 Desenho do processo de ablação a laser e formação do filme nanoestruturado depositado por 120 seg. 5 estruturas são observadas independente do comprimento de onda e energia do laser utilizado.

Manuscrito 2: Hydroxyapatite films synthesized by pulsed laser ablation for biomedical applications: multiscale connections between morphology and chemistry

(Manuscrito em escritura)

Neste trabalho, produzimos filmes de hidroxiapatita com espessuras de 1 μ m usando a técnica de ablação a laser pulsado. A fase hidroxiapatita foi encontrado nas microestruturas formadas sobre a superfície assim como em regiões do filme. As análises químicas por sonda EDS mostram uma ampla distribuição de razão Ca/P devido as diferentes estruturas formadas sobre a superfície do filme (imagem desenho). Também, as morfologias da superfície dos filmes varia dependendo dos parâmetros de deposição (tabela 1).

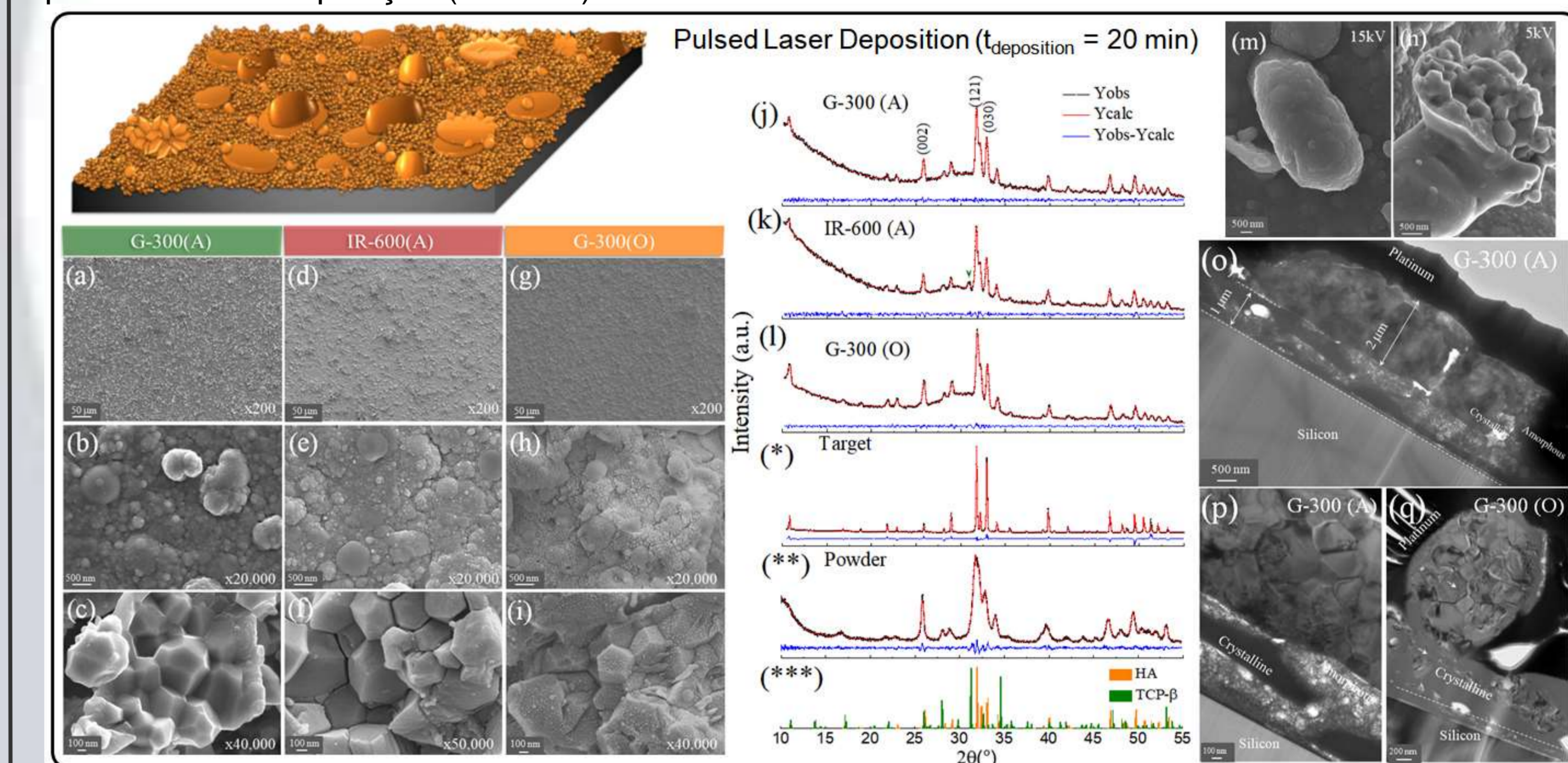


FIG.2 Filmes de hidroxiapatita sintetizados por deposição a laser pulsado com alta fluência do laser e alta pressão por 20 min. As imagens MEV (em diferentes magnificações) mostra que os filmes são compostos por micro e nanoestruturas cristalinas e amorfas. Os espectros de DRX confirmam a fase hidroxiapatita em todas as amostras.

Tabela.1 Parâmetros de deposição da ablação a laser pulsado, a distancia alvo-substrato foi mantido fixo em 30 mm e o tempo de deposição foi 20 min.

Amostra	λ (nm)	Energia x Pulso (mJ)	Pressão (Torr)	Gás
G-300 (A)	532	300	1	Argônio
IR-600 (A)	1064	600	1	Argônio
G-300 (O)	532	300	1	Oxigênio
G-50 (A)	532	50	1	Argônio
G-100 (A)	532	100	1	Argônio
G-300-3 (A)	532	300	3	Argônio

FIG.3 Imagens MEV da superfície dos filmes nanoestruturados em diferentes magnificações (x500, x2000 e x5000) mostrando o impacto dos parâmetros de deposição. Os filmes rugosos e porosos foram obtidos utilizando baixas energias por pulso do laser.

