

Síntese de hidroxiapatita nanoestruturada para compósitos utilizados na fabricação de *scaffolds*

Leonardo Ribeiro Rodrigues, LABIOMECC – DEMA – FEM – UNICAMP,

e-mail: leo5002@fem.unicamp.br, home page: <http://www.fem.unicamp.br/~demahp/labiomecc/index.html>

Gisela Martinez Costa, LABIOMECC – DEMA – FEM – UNICAMP,

e-mail: gisela@fem.unicamp.br, home page: <http://www.fem.unicamp.br/~demahp/labiomecc/index.html>

Mariana Motisuke, LABIOMECC – DEMA – FEM – UNICAMP,

e-mail: motisuke@fem.unicamp.br, home page: <http://www.fem.unicamp.br/~demahp/labiomecc/index.html>

Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia, LABIOMECC – DEMA – FEM – UNICAMP,

e-mail: zavagl@fem.unicamp.br, home page: <http://www.fem.unicamp.br/~demahp/labiomecc/index.html>

Introdução

A hidroxiapatita é uma biocerâmica bioativa e é reconhecida por sua grande semelhança com a fase mineral do tecido ósseo [1], mas como todas as cerâmicas ela também é muito frágil. A fragilidade da hidroxiapatita já é conhecida e por isso estão sendo estudados meios de se fortalecer sua estrutura e um meio muito utilizado é a formação de compósitos. Um bom biomaterial bioinerte utilizado como reforço é a titânia [2]. A titânia tem sido utilizada por apresentar bons resultados de resistência mecânica quando adicionada a hidroxiapatita [2] [3].

Pesquisados estão aplicando os *scaffolds* na área de engenharia de tecidos. Estes objetos tridimensionais devem possuir um corpo extremamente poroso, além disso os poros devem ser interligados e terem um tamanho de poro entre 100µm a 400µm [4]. Estas características são importantes para garantir bons resultados quando aplicados *in vivo*. Além de utilizar materiais de reforço para melhorar a resistência mecânica da hidroxiapatita, atualmente estão sendo realizadas experiências com materiais nanoestruturados e que em várias áreas vem se mostrando uma boa alternativa [3] [5].

Materiais e Métodos

Materiais: Para síntese da hidroxiapatita foram utilizados o ácido fosfórico e o nitrato de cálcio tetrahidratado (relação cálcio e fósforo de 1,67). Como reforço foi utilizada a titânia comercial da marca ACRÓS organics.

Preparação: Foi utilizado o método sol-gel, que consiste na mistura de soluções para a formação de um gel viscoso. Neste caso foram utilizadas duas soluções:

1) 33,2% em peso de etanol e 24,8% em peso de nitrato de cálcio;

2) 40,3% em peso de etanol e 8,7% em peso de ácido fosfórico.

O gel é seco á 80°C e em seguida é calcinado á 500°C. A taxa de aquecimento é de ~ 10°C por minuto [5].

Para a formação do *scaffold* foi feito uma espécie de lama onde se utilizou hidroxiapatita, titânia, bicarbonato de sódio, etanol e água destilada. Para a estruturação da lama utilizou-se espumas de poliuretano cortadas em cubos. Depois do material ter

secado e aderido ao cubo as amostras são sinterizadas formando corpos porosos.

Os *scaffolds* fabricados utilizaram 60% em peso de hidroxiapatita e 40% em peso de titânia. A sinterização teve duas etapas:

- primeira etapa: Aquecimento até 550°C para degradar a espuma;
- segunda etapa aquecimento até 1300°C para a sinterização.

Caracterização: Foi utilizada a difração de raios X (Rigaku Co - com radiação Cu-K α , com filtro de Ni). A morfologia dos pós e dos *scaffolds* foi analisada em um microscópio eletrônico de varredura da marca Leica LEO 440i da LRAC - FEQ - UNICAMP.

Resultados e Discussão

A difração de raios X (Figura 1) da hidroxiapatita sintetizada pelo método sol-gel, apresentou a existência de um pico de beta fosfato tricálcico, isso representa a formação de hidroxiapatita deficiente de cálcio, este resultado pode ser considerado bom, pois a hidroxiapatita natural é deficiente de cálcio.

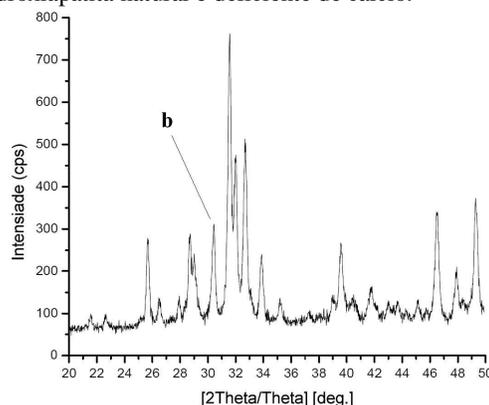


Figura 1: DRX da HA deficiente de cálcio. “b” representa o pico de beta fosfato tricálcico.

Na Figura 1 também é possível visualizar que o gráfico possui os seus picos principais com baixa intensidade e largos chegando até a se unir com outros picos, isso é uma característica de materiais nanoestruturados.

A microscopia eletrônica de varredura apresentou imagens de um material com aparente nanoestruturas.

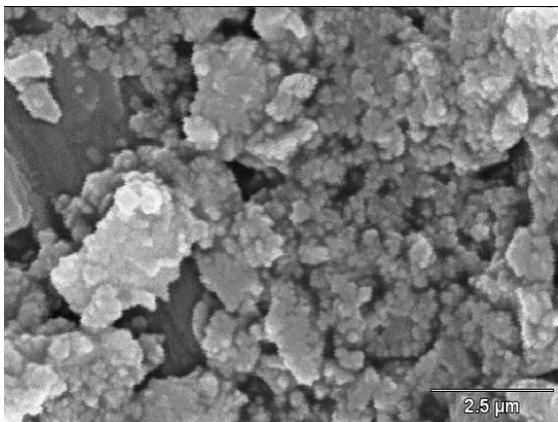


Figura 2: Microscopia eletrônica de varredura da hidroxiapatita nanoestruturada (10000x – 2,5 µm).

A característica de material nanoestruturado demonstrado na Figura 2 foi comprovado por um segundo método, que foi a equação de Scherrer, onde se utilizando os dados do pico principal da amostra na difração de raios X apresentou um valor aproximado de 49 nm para o tamanho médio de cristalito.

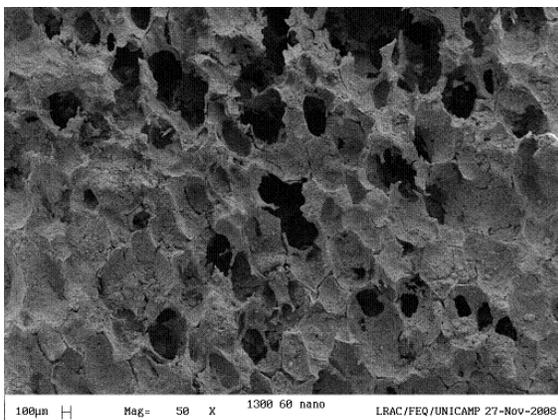


Figura 3: Microscopia eletrônica de varredura dos poros presentes no scaffold (50x – 100 µm).

A Figura 3 apresenta imagens dos poros do scaffold e é possível verificar pela escala presente na figura que os poros possuem um tamanho próximo de 100 a 400 µm.

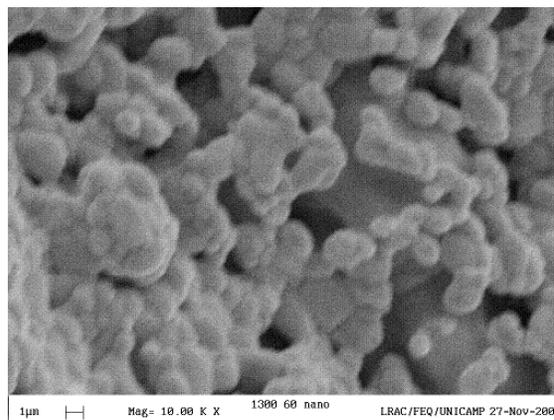


Figura 4: Microscopia eletrônica de varredura da estrutura do scaffold (10000x – 1 µm).

Na Figura 4 é apresentada a estrutura que se formou decorrente da sinterização da hidroxiapatita reforçada com titânia.

Conclusão

É possível produzir hidroxiapatita deficiente de cálcio em forma de nanoestruturas pelo método sol-gel.

A utilização de nanoestruturas para a formação de macroestruturas, foi demonstrado ser possível.

Foi constatado que a utilização de esponjas poliméricas para a fabricação de scaffolds é viável.

Os scaffolds produzidos são corpos tridimensionais com tamanho de poros próximos do ideal para a área biomédica, que fica em torno de 100 µm a 400 µm.

Referências bibliográficas

- [1] Feng, W., Mu-sen, L., Yu-peng, L., Young-xin, Q., A simple sol-gel technique for preparing hydroxyapatite nanopowders. *Materials letters*, 59, p.916-919, 2005.
- [2] Gomide, V. S., Desenvolvimento e caracterização mecânica de compósitos hidroxiapatita-zircônia, hidroxiapatita-alumina e hidroxiapatita titânia para fins biomédicos. Campinas: UNICAMP, 2005, 142p. Dissertação.
- [3] Rodrigues, L.R., Motisuke, M., Zavaglia, C.A.C., Ensaio mecânico de compósitos HA/Titânia nanoestruturadas. Salvador - Bahia, XXI CBEB, 2008.
- [4] Oliveira, M.F., Maia, I.A., Noritomi, P.Y., Nargi, G.C., Silva, J.V.L., Ferreira, B.M.P., Duek, E.A.R., Construção de scaffolds para engenharia tecidual utilizando prototipagem rápida. *Revista Matéria*, v.12, n. 2, p. 373-382, 2007.
- [5] Rodrigues, L.R., Motisuke, M., Zavaglia, C.A.C., A comparative study on the synthesis of HA nano structured: Conventional and proteic sucrose sol-gel process. Amsterdam, 8th World Biomaterial Congress, 2008.