

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE HIDROXIAPATITA PELO PROCESSO DE RÉPLICA ATRAVÉS DO MÉTODO DE PECHINI

PAGANOTTO, Gian F. R. (IC); ULLMANN, Marcius Andrei (IC)
Universidade Federal de Pelotas - UFPel

PIVA, Evandro (PQ)
Universidade Federal de Pelotas – UFPel

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de biomateriais é de fundamental importância, no sentido que desse desenvolvimento prescreve-se uma melhoria no nível de vida das pessoas, representada pelo aumento na expectativa de vida, na saúde e bem estar da população. Desta forma, nos últimos anos cresceu o número de trabalhos e pesquisas com a intenção de produzir novas tecnologias nesta área.

Existem diversos tipos de biomateriais, dentre eles temos as cerâmicas bioativas, as quais compreendem a classe dos fosfatos de cálcio, classe a qual pertence a hidroxiapatita (HA) $[Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$. Ela possui composição química similar à fase mineral dos ossos e dentes humanos [1].

Tanto na área da odontologia quanto na da medicina, a hidroxiapatita já é utilizada como substituto ósseo, isso devido às suas características como um material bioativo e similaridade química com a fase mineral do osso, o que favorece o crescimento ósseo nos locais onde a hidroxiapatita se encontra, fenômeno conhecido como osteocondução, por meio de ligações de natureza química, sendo que as células não distinguem entre a hidroxiapatita e a superfície óssea²⁻³.

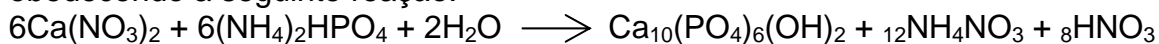
Inúmeras técnicas são utilizadas para produção da hidroxiapatita, entre estas técnicas temos o método via úmida que é muito utilizado por literaturas. O qual consiste basicamente na formação de uma solução para posterior precipitação, utilizando diferentes reagentes e controlando o pH⁴⁻⁵.

O presente trabalho teve como objetivo investigar um novo processo para obtenção da hidroxiapatita utilizando o método de Pechini, (também chamado de método dos precursores poliméricos, que se baseia na formação de uma resina polimérica produzida pela poliesterificação entre um complexo metálico quelatado usando ácidos hidroxicarboxílicos e um álcool polihidroxílico), e o processo de réplica, (que consiste na deposição da resina polimérica do método de Pechini em uma matriz orgânica)⁶.

2 METODOLOGIA

Para a obtenção da hidroxiapatita, foram realizadas as seguintes etapas:

- Inicialmente a hidroxiapatita foi preparada através do método via úmida, utilizando nitrato de cálcio, fosfato de amônio bi-básico e água destilada, obedecendo a seguinte reação:



Os reagentes foram colocados em um béquer de 100mL e misturados (mistura A).

- A segunda etapa envolveu a formação da resina polimérica do método pechini, onde o metal quando dissolvido em solução ácida, juntamente com água, irá formar quelatos polibásicos e a adição de álcool polihidróxido a esta solução, causará uma reação de condensação formando éster e liberando água. Para isso foi calculada a massa do ácido (ácido cítrico anidro) obedecendo a razão molar ácido:metal, que no caso é 3:1. O álcool utilizado foi o etileno glicol e seu volume foi calculado através da fórmula da densidade, usando a massa dada pela razão ácido:álcool (60:40).

Após o cálculo da massa e volume dos reagentes, o ácido cítrico foi vertido em um béquer de 250mL com, aproximadamente, 76mL de água destilada, e agitado até homogeneização. Em seguida, foi adicionado a esta solução, a mistura A, quais foram novamente agitados a 60°C até ficar homogêneo. Esta mistura foi chamada de mistura B, e a ela foi adicionado o álcool, ainda sobre agitação à temperatura de 45°C, por duas horas, formando a resina de hidroxiapatita.

- A última etapa consistiu na impregnação da resina de hidroxiapatita em matriz orgânica (método de réplica). Esta operação foi realizada utilizando como matriz orgânica fibras de algodão comercial. A impregnação nesta matriz foi por meio de gotejamento da resina de modo uniforme para não concentrar maior quantidade de resina em um mesmo ponto, e o excesso foi retirado com a utilização de papel absorvente. Posteriormente o algodão embebido com a resina de hidroxiapatita foi seco por estufa à 90°C e calcinado em um forno do tipo mufla em diferentes temperaturas (800°C, 1000°C e 1200°C) até eliminação da matéria orgânica.

O material obtido foi caracterizado por difração de raios X, fluorescência por energia dispersiva, microscopia eletrônica de varredura e análise superficial.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os picos do gráfico da análise de difração (figura 1) correspondem à ficha padrão de difração de número 09-0432 do *Joint Committee on Powder Diffraction Standards – JCPDS* e mostram que a hidroxiapatita obtida pelo processo de réplica através do método de pechini não apresentou formação de outras fases cristalinas, as quais são normalmente encontradas na formação deste tipo de material, segundo a literatura.

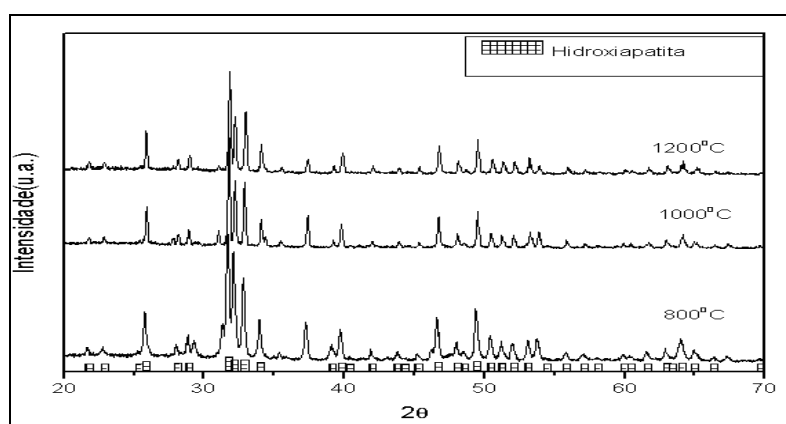


Figura 1 - Gráfico de difração da hidroxiapatita sintetizada.

Os picos do gráfico da análise de fluorescência representam os elementos químicos presentes na hidroxiapatita sintetizada, sendo que a análise feita é qualitativa, mostrando a presença, pela relativa intensidade, do cálcio, oxigênio e fósforo, não apresentando hidrogênio por restrições do equipamento.

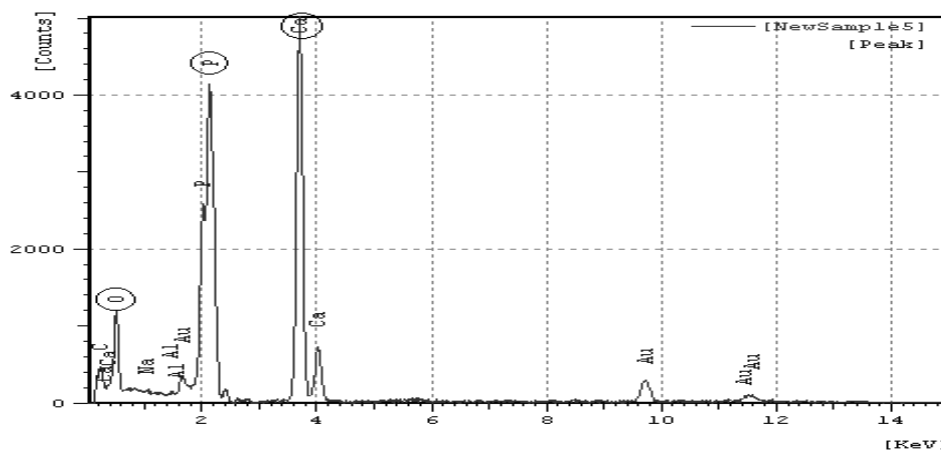


Figura 2 - Gráfico de fluorescência por energia dispersiva.

As micrografias mostraram que as membranas obtidas através da impregnação de fibras orgânicas apresentam morfologia enovelada e ramificações peculiares assim como a matriz de algodão e que a temperatura de calcinação influencia na formação da estrutura do material replicado da hidroxiapatita.

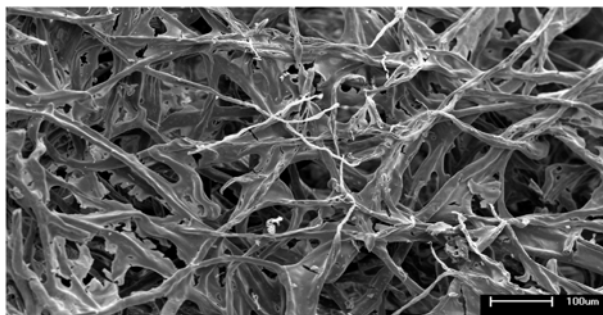


Figura 3-A

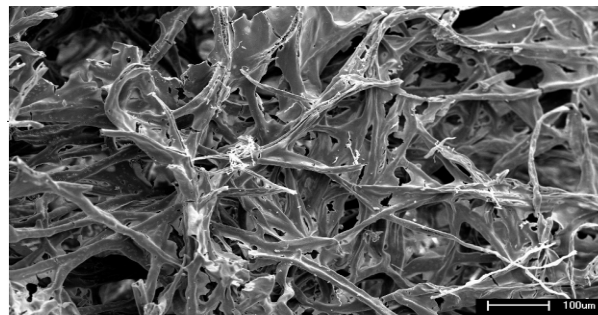


Figura 3-B

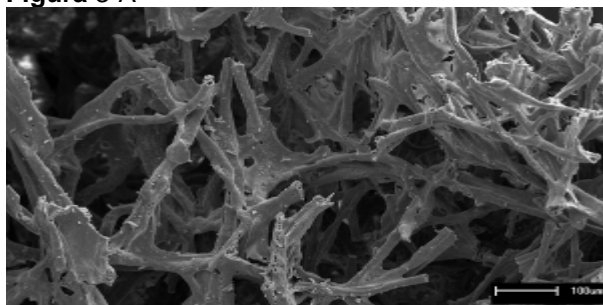
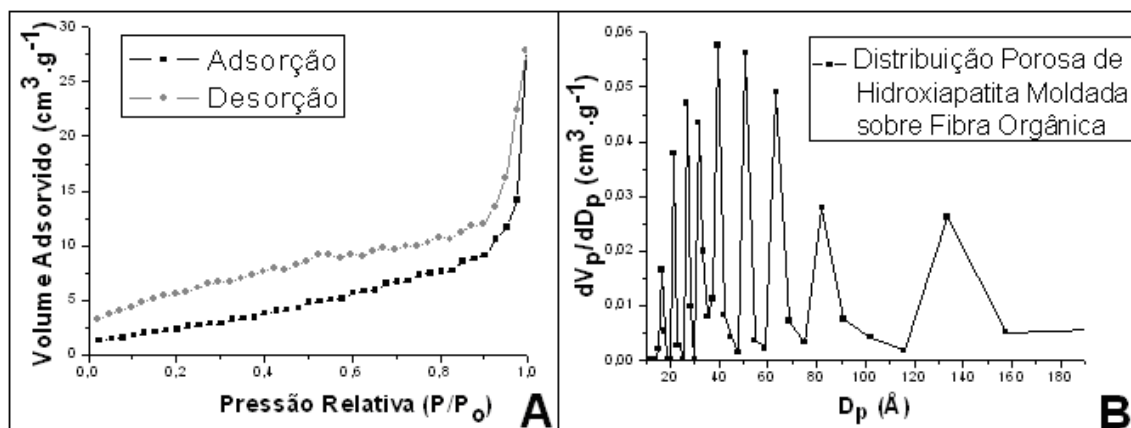


Figura 3-C

Figura 3 – Micrografias das membranas: (A)1200°C (B) 1000°C (C) 800°C

Na isoterma de fissorção de N₂ da Figura x verifica-se que a amostra possui poros estreitos e fundos, havendo quantidade significativa de microporos. Além disso, a distribuição de poros nessa mesma figura mostra que a membrana não é homogênea quanto ao diâmetro de poros, entretanto a amostra possui extensa variedade de poros na faixa de 2 a 50 nm; portanto é mesoporosa. Observando que os poros aqui mencionados referissem a cada fibra.



4 CONCLUSÕES

A metodologia utilizada mostrou-se eficaz para obtenção da hidroxiapatita tendo em vista os resultados das análises feitas. Foi possível obter um material de forma cristalina, por um processo razoavelmente fácil. Com o método e o processo de réplica será possível reproduzir este biomaterial de diferentes formas para aplicação na engenharia tecidual, como exemplo na formação de uma réplica do osso humano, mas para isso devem ser realizados mais estudos sobre o material. E também, com a resina do método de pechini, será possível recobrir outros biomateriais (bioinertes) que já são utilizados, pois a hidroxiapatita facilitaria a interconectividade dos tecidos ósseos.

Com isso, serão realizados aprimoramentos do material, como exemplo, análises de citotoxicidade e calcinação do material em temperaturas mais altas para o possível aumento da resistência mecânica, os quais fazem parte de pesquisas futuras.

5 REFERÊNCIAS

- [1] AFSHAR, A., *et al.* Some Important Factors in the wet Precipitation Process of Hydroxyapatite. **Elsevier, Materials and Design**, v.24, p.197-202, 2003.
- [2] HENCH, L.L. Introduction to Biomaterial. **Journal of the Spain Roy of Chemistry**, Spain, v.93, nº1, 1997.
- [3] WILLIAMS, D. F. **Definitions in Biocompatibility**. Amsterdam: CRC Press, 1987.
- [4] DE GROOT, K. **Bioceramics of Calcium Phosphates**, Boca Raton: CRC Press, 1983.
- [5] VARMA, H. K. Synthesis of calcium phosphate bioceramics by citrate gel pyrolysis method, **Elsevier**, acesso em www.elsevier.com/locate/ceramint, v. 31, p. 109-114, 2005.
- [6] COSTA, A. C. F. M. Avaliação do tamanho da partícula do ZnO obtido pelo método Pechini, **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, acesso livre no site www.dema.ufcg.edu.br/revista, v.2.3, p. 14-19, 2007.