

JORNADA PCI

APRESENTAÇÃO DE PROJETO – 2021/2022

BOLSISTA: Luís Felipe Morgado Alves
SUPERVISOR: Alexandre Malta Rossi
MODALIDADE: PCI-DE

Síntese e caracterização de fosfatos de cálcio nanoestruturados segundo as boas práticas de fabricação

OBJETIVOS

- Sintetizar hidroxiapatitas nanoestruturadas contendo ou não substituição catiônicas e/ou aniônicas
- Caracterizar físico e quimicamente os materiais produzidos
- Realizar o processamento dos nanomateriais na forma de microesferas porosas para uso como material de implante ósseo e dentário.

ATIVIDADES EXECUTADAS

- Síntese:** Foram sintetizadas hidroxiapatitas substituídas e não substituídas, em meio aquoso, pela reação entre uma mistura de fosfato dibásico de amônio $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, podendo conter carbonato de amônio $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ (solução B), e nitrato de cálcio $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ em 12, além de temperatura controlada em 90°C, 37°C e 5°C. As sínteses com substituição de carbonato foram realizadas da forma direta, na qual a solução A é adicionada à solução B, visando obter uma hidroxiapatita carbonatada do tipo B, onde os íons carbonato substituem parte dos íons fosfato.
- Desagregação:** Após sintetizado, o material passa por processos de lavagem, secagem e pesagem obtendo-se o rendimento. A primeira etapa do processamento é a desagregação, onde pode-se variar o tamanho de partícula de acordo com a finalidade dada ao material em sua pesquisa, visando obter suspensões ou soluções estáveis e reprodutíveis.
- Processamento:** Microesferas e matrizes porosas de hidroxiapatita com substituições catiônicas e aniônicas foram preparadas a partir de misturas homogêneas de biomateriais com o alginato de sódio dissolvido em solução aquosa, em seguida, utilizando-se de agulha e seringa, obtêm-se esferas porosas por meio da extrusão do material, variando em tamanho de acordo com o tamanho da agulha e a precisão de quem executa a técnica. No caso de esferas porosas maiores, utiliza-se bomba peristáltica.
- Caracterização:** As amostras são caracterizadas conforme a necessidade do solicitante do material. Obtendo-se a química elementar por espectrofotometria de absorção atômica; a estrutura por difratometria dos raios-X e espectroscopia de Infravermelho por transformada de Fourier; estabilidade térmica por termogravimetria; a porosidade por isothermas de adsorção/dessorção de N_2 , BET; o tamanho de partícula por espalhamento dinâmico de luz.

Table 1
Possible stoichiometry for apatitic phosphates*

Chemical formula	Name	Ca/P ratio
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	end-member hydroxylapatite	1.67
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$	end-member fluorapatite	1.67
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2\text{F}_2$, e.g., $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_{2-x}\text{F}_x$	mixed hydroxyl-fluorapatite	1.67
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_2$	end-member chlorapatite	1.67
$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{ClF})_2$	mixed chlor-fluorapatite	1.67
e.g., $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{Cl}_{1.2}\text{F}_{0.8}$ $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{CO}_3$	end-member A-type carbonated apatite, unhydroxylated	1.67
$\text{Ca}_{10-x}[(\text{PO}_4)_{6-2x}(\text{CO}_3)_2]_2\text{F}_2$	end-member B-type carbonated fluorapatite old mineral	≥ 1.67
$\text{Ca}_{10-x}[(\text{PO}_4)_{6-2x}(\text{CO}_3)_2](\text{OH})_2$	end-member B-type carbonated hydroxylapatite old mineral name: francolite	≥ 1.67
$\text{Ca}_{10-x}[(\text{PO}_4)_{6-2x}(\text{CO}_3)_2]\text{CO}_3$	mixed A-type and B-type carbonated apatite	≥ 1.67
e.g., $\text{Ca}_{9.75}[(\text{PO}_4)_{5.5}(\text{CO}_3)_{0.5}]\text{CO}_3$, $x=0.25$		1.77
$\text{Ca}_{10-x}[(\text{PO}_4)_{6-x}(\text{CO}_3)_x](\text{OH})_{2-x}$	Ca- and OH-deficient B-type carbonated apatite	≥ 1.67
e.g., $\text{Ca}_9[(\text{PO}_4)_5(\text{CO}_3)](\text{OH})$, $x=1$ e.g., $\text{Ca}_8[(\text{PO}_4)_4(\text{CO}_3)_2](\text{empty})$, $x=2$		1.8 2.0
$\text{Ca}_{10-x}[(\text{PO}_4)_{6-x}(\text{HPO}_4)_x](\text{OH})_{2-x}$	HPO_4 -containing apatite	≤ 1.67
e.g., $\text{Ca}_9[(\text{PO}_4)_5(\text{HPO}_4)](\text{OH})$, $x=1$ e.g., $\text{Ca}_8[(\text{PO}_4)_4(\text{HPO}_4)_2](\text{empty})$, $x=2$ e.g., $\text{Ca}_8[(\text{PO}_4)_4(\text{CO}_3)(\text{HPO}_4)](\text{empty})$		1.5 1.33 1.6

RESULTADOS

AMOSTRA	Ca %	MOL Ca	P %	MOL P	RAZÃO Ca/P	% C	BET STT (m ² /g)	BET CTT (m ² /g)	TAMANHO DO PORO (Å)	VOLUME DO PORO (cm ³ /g)	ANÁLISE TÉRMICA		
											SAÍDA DE ÁGUA 25 - 120 °C	SAÍDA DE ÁGUA 120 - 400 °C	SAÍDA DE ÁGUA 400 - 800 °C
IV.06.02/25	40,68	1,015	17,64	0,570	1,782	1,750	126	1,0682	161	0,509962	-7,95%	-4,92%	-2,77%
IV.06.03/54	40,13	1,001	17,69	0,571	1,753	0,830	93,075	1,8124	47,3139	0,11	-4,53%	-4,15%	-1,30%
IV.06.01/23	40,9	1,020	16,7	0,539	1,893	1,193	46	2,8542	319	0,364324	-3,31%	-3,68%	-2,95%

Tabela 2: Análise química de hidroxiapatitas carbonatadas sintetizadas em temperatura de 9 °C, 37 °C e 90 °C respectivamente.

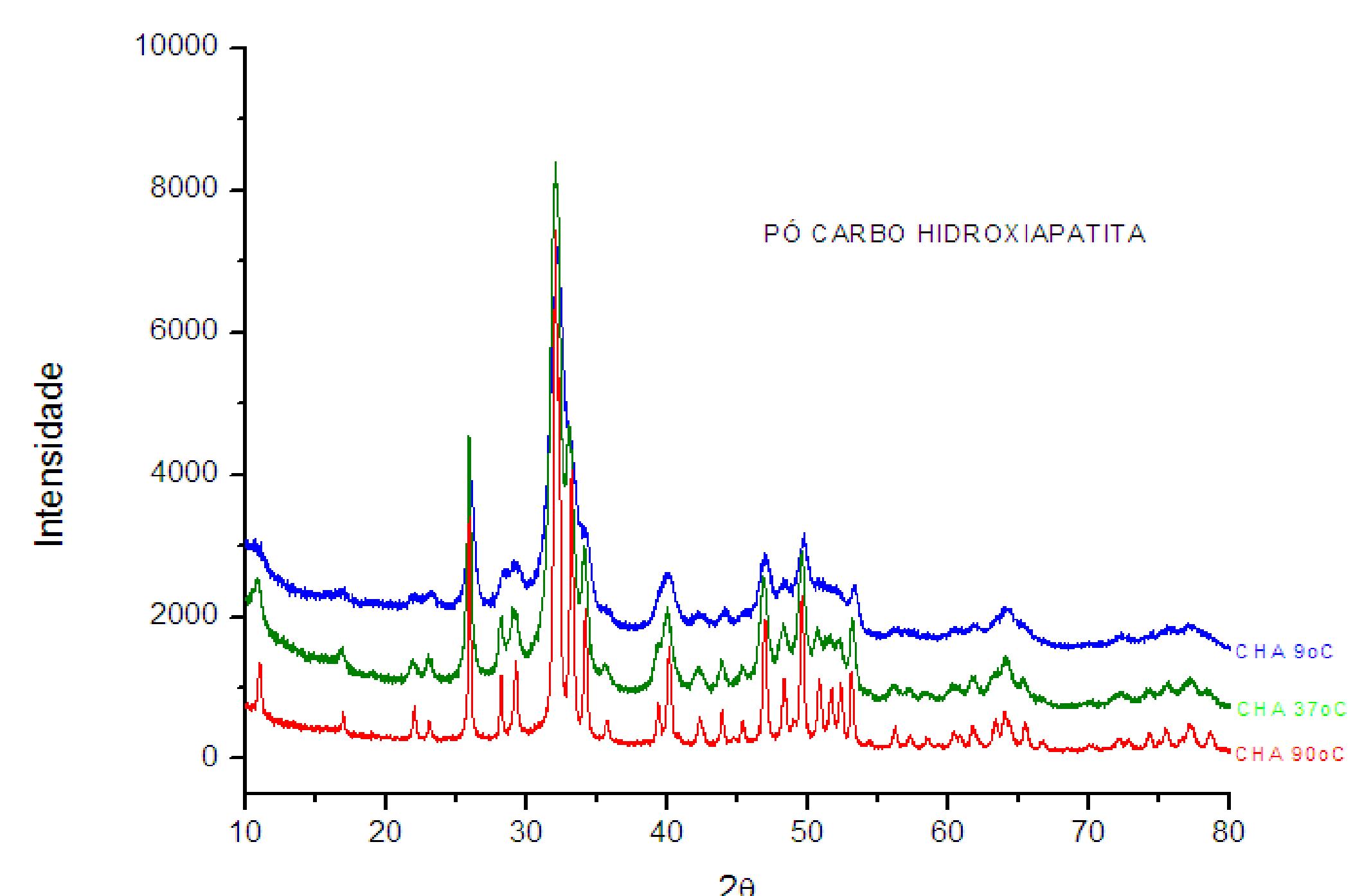


Figura 2: Padrões de DRX das amostras de hidroxiapatita carbonatada sintetizadas em temperaturas de 90°C, 37°C e 5°C.

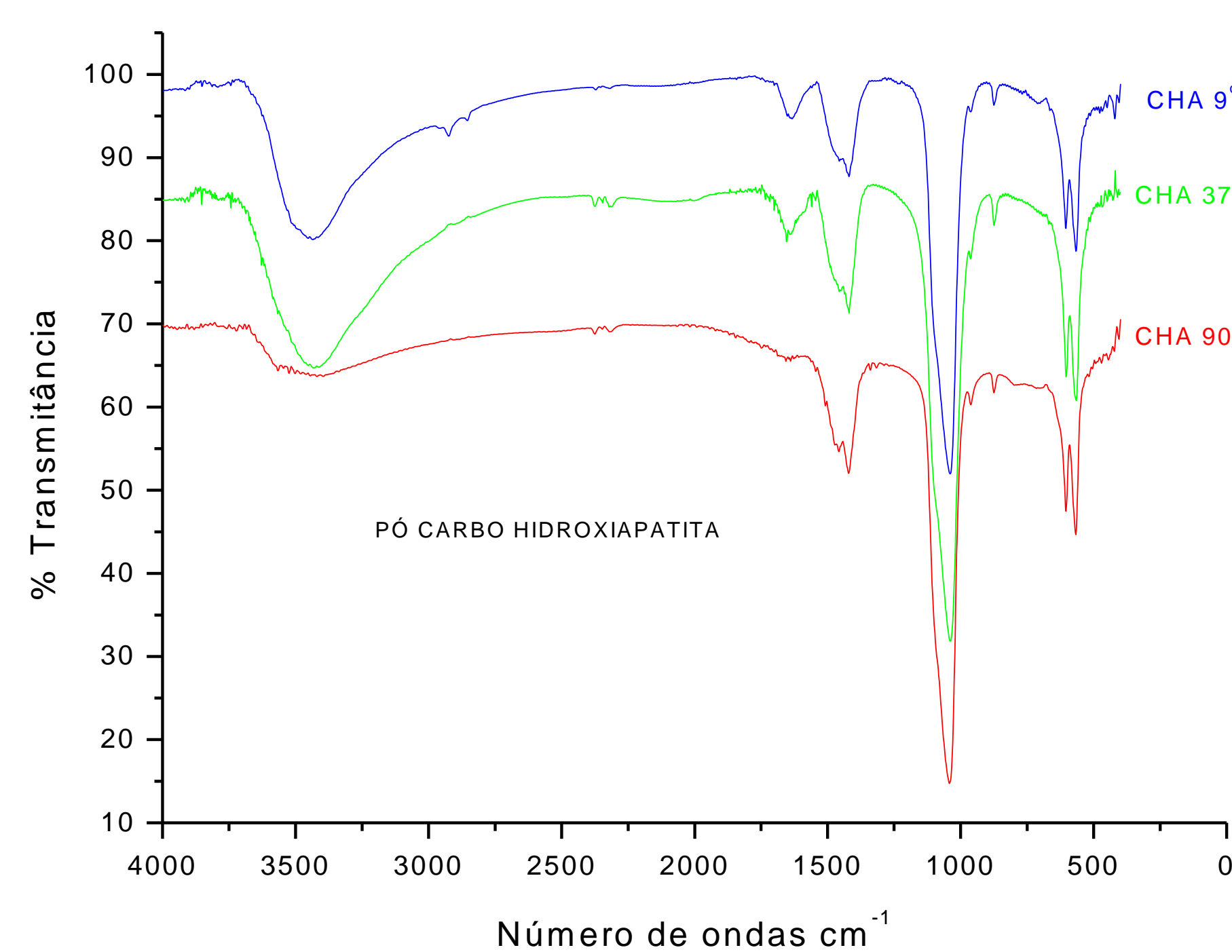


Figura 1: Espectro de Infravermelho por transformada de Fourier de carboapatitas sintetizadas em temperaturas de 90 °C, 37 °C e 9 °C mostrando as bandas de fosfatos na região de 1000 cm⁻¹ e de carbonato na região de 1500 cm⁻¹.

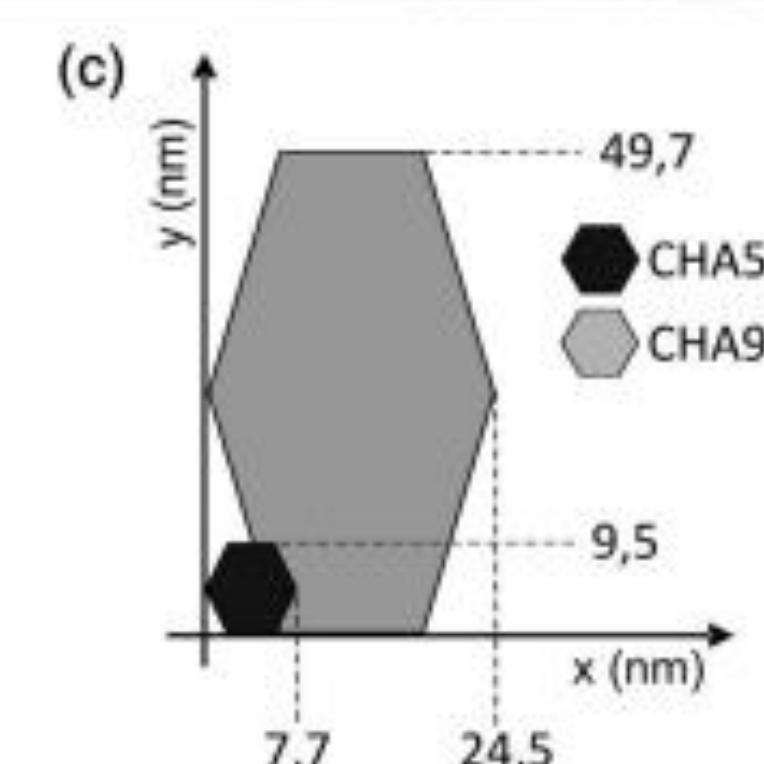
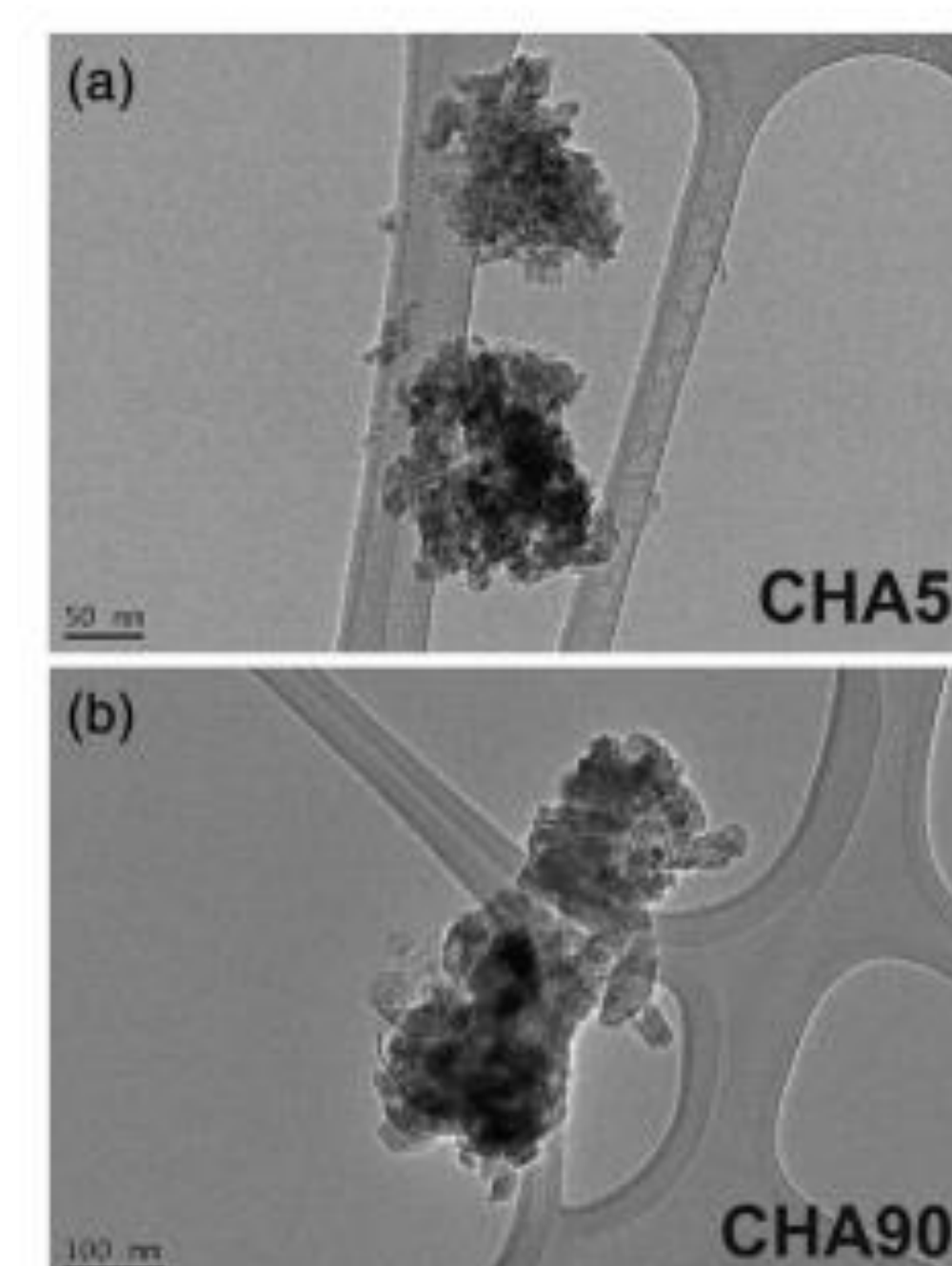


Fig. 3 Comparação de tamanho de partícula por MET e representação gráfica por software.

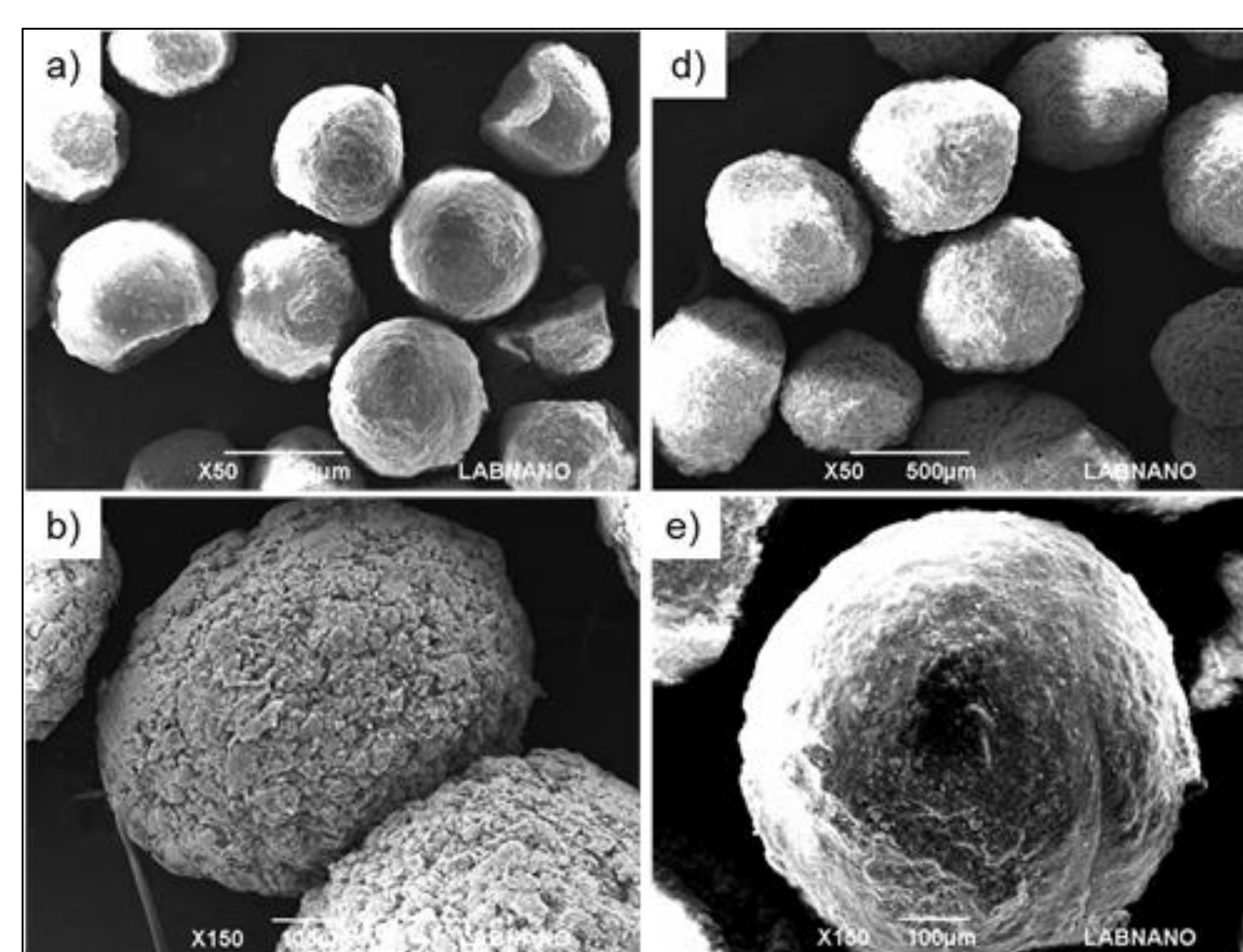


Fig. 4 Microesferas em matriz de alginato contendo nanopartículas de hidroxiapatita e vancomicina.

Referencias

- Tabela 1: B. Wopenka, J.D. Pasteris / Materials Science and Engineering C 25 (2005) 131–143
- Figura 3: DOS ANJOS ET AL / Impact of crystallinity and crystal size of nanostructured carbonated hydroxyapatite on pre-osteoblast in vitro biocompatibility