

Determinação das propriedades mecânicas de scaffolds de Biosilicato para regeneração óssea

Marcília V. Guimarães (CTI) mvguimaraes@cti.gov.br; Juliana K.M.B. Daguano (CTI) jdaguano@cti.gov.br; Fabiana C. Giora (Unicamp) (fabgiora@gmail.com); Karina F. Santos (CTI) (ksantos@cti.gov.br); Pedro Y. Noritomi (CTI) pedro.noritomi@cti.gov.br

Resumo

O Biosilicato é um vitrocerâmico altamente bioativo que possui características atraentes para aplicação em scaffolds que mimetizam o tecido ósseo. Além de critérios benéficos para a realização de processos celulares, vascularização e transporte de nutrientes é de extrema importância que essas estruturas porosas tenham propriedades mecânicas adequadas para sua implantação no osso. Nesse sentido, o objetivo desse trabalho é obter as propriedades mecânicas de amostras de scaffolds de Biosilicato secas a 20°C e 50°C. E verificar se a temperatura influencia na resistência à compressão e módulo de elasticidade dessas estruturas. Para isso, scaffolds de Biosilicato desenvolvidos usando hidrogel como tinta sacrificial foram impressos tridimensionalmente por extrusão de material sendo em seguida secos a 20°C e 50°C e por fim sinterizados a 900°C. Após esse processo, as amostras foram submetidas a ensaios de compressão a uma velocidade de 1 mm/min. Os resultados mostraram que os scaffolds secos a 20°C apresentaram resistência e módulo de elasticidade 47% e 65% maior do que os secos a 50°C. Dessa forma, concluiu-se que a temperatura influenciou significativamente nas propriedades mecânicas das amostras. Ademais, os valores do módulo de elasticidade de ambos scaffolds estão na faixa encontrada para o tecido ósseo.

Palavras-chave: Biosilicato, scaffolds, ensaios mecânicos, módulo de elasticidade, resistência mecânica.

1. Introdução

Vitrocerâmicos biativos são usados na engenharia de tecido para a fabricação de scaffolds que replicam a estrutura óssea, permitindo o cultivo celular com a finalidade de reparar ou regenerar tecidos ósseos (DESIMONE et al., 2013). Nesse sentido, o vitrocerâmico Biosilicato é um material atraente para a fabricação desses scaffolds, pois, possui características como alta bioatividade, cristalinidade, biocompatibilidade e não toxicidade (DAGUANO et al., 2022; ELSAYED et al., 2019).

Além de critérios que contribuam para a interação celular, permitam a vascularização e o transporte de nutrientes a estrutura porosa do scaffold para o tecido ósseo deve ter propriedades mecânicas suficientes para que este seja usado em locais de suporte de carga (MARIN et al., 2021). Tendo em vista o estudo das características mecânicas dessas estruturas, Elsayed et al. (2019) produziram scaffolds de Biosilicato usando método que consistiu no tratamento térmico de polímeros pré-cerâmicos, na forma de resinas de silicone, contendo cargas de óxido micro e nanodimensionadas. Os scaffolds foram impressos tridimensionalmente por meio do processo *direct ink writing* com porosidade aberta de 60% e em seguida submetidos a ensaios de compressão. Os resultados focaram na resistência mecânica que foi de aproximadamente 7 MPa. Marin et al (2021), prepararam scaffolds de Biosilicato infiltrados com biovidro F18 usando a técnica de réplica de espuma. Com isso obtiveram scaffolds com estrutura porosa

altamente interconectada, tamanho de poro em torno de 500 μm e porosidade superior a 80%. Tais estruturas apresentam resistência à compressão de 3,3 MPa, próxima a de implantes comerciais usados na regeneração óssea de maxilares.

Os trabalhos mencionados acima se concentram em avaliar apenas a resistência à compressão em função disso o presente estudo tem como objetivo obter as propriedades mecânicas, módulo de elasticidade e também resistência à compressão, de amostras de scaffolds de Biosilicato secas a 20°C e 50°C. Verificar como a temperatura de secagem influencia no comportamento mecânico dessas estruturas porosas. Além disso, averiguar se os valores de módulo elástico estão dentro do faixa do tecido ósseo.

2. Materiais e métodos

Os scaffolds à base de Biosilicato foram desenvolvidos e caracterizados usando um hidrogel como tinta sacrificial. Essas estruturas foram impressas por extrusão de material, camada por camada, sendo o espaçamento entre os filamentos de 500 μm e porosidade de 68% e dimensões médias de 11 x 11 x 11,3 [mm]. Após a impressão, os scaffolds foram divididos em dois grupos de secagem de 20°C e 50°C. A seguir os scaffolds foram sinterizados a 900°C (DAGUANO et al.,2022). Todo esse processo foi feito pelo pessoal do laboratório de Biofabricação do CTI-Renato Archer.

Cinco amostras de cada grupo foram fabricadas e submetidas a ensaios mecânicos de compressão, feitos em uma máquina de testes mecânicos estáticos Emic Instron DL 2000 (Norwood, MA, US) equipada com uma célula de carga de 5 kN. A velocidade de ensaio foi configurada para 1 mm/min e a carga foi aplicada uniformemente na direção perpendicular ao plano de impressão dos scaffolds. Os dados gerados foram analisados e as curvas de tensão [MPa] x deformação [%] do comportamento mecânico dos dois grupos de scaffolds obtidas. A Figura 1 mostra o scaffold posicionado na máquina de ensaios mecânicos. Os ensaios foram feitos no laboratório LABMET da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP.

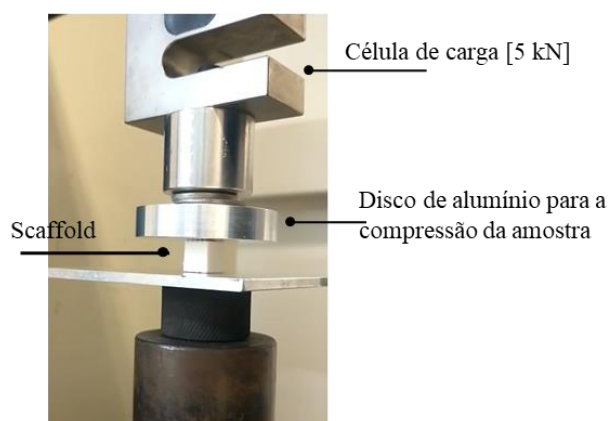


Figura 1 – Amostra posicionada na máquina de ensaios para o teste de compressão. Adaptado de Daguano et al, 2022

3. Resultados e discussão

A Figura 2 mostra a resposta mecânica dos scaffolds secos a 20°C e 50°C. As curvas tem comportamento aproximadamente similar e podem ser divididas em duas regiões: (1) região elástica em que a tensão aumentou continuamente com a deformação e (2) região caracterizada

por picos e vales resultantes do colapso progressivo da fase sólida por fraturas dos filamentos devido à propagação de pequenas trincas, seguida por uma falha acentuada da estrutura (MEILLE et al.,2012; ASHBY,2006). Observa-se também que a curva de tensão x deformação que representa as amostras secas a 50°C apresentou uma região elástica menor que a das amostras secas a 20°C. Possíveis causas para isso segundo Daguano et al. (2022), é que as amostras secas a 50°C apresentaram maior porcentagem de porosidade ($25 \pm 3\%$) em comparação com as amostras secas a 20°C ($15 \pm 4\%$). Para a secagem a 20°C os poros deixados devido a evaporação controlada da água na estrutura do hidrogel usado como tinta sacrificial foram distribuídos de forma homogênea e apresentaram tamanhos diferentes até 20 μm ; já para a secagem a 50°C a distribuição do diâmetro dos poros ficou dentro da faixa de 5 μm . Além disso as amostras impressas secas a 20°C apresentaram um maior controle da geometria, com menores valores de retração e perda de massa, levando a uma melhor fidelidade de forma após a sinterização (DAGUANO et al., 2022). Tais fatos podem ter influenciado nas propriedades mecânicas de resistência à compressão e módulo de elasticidade das estruturas porosas em questão.

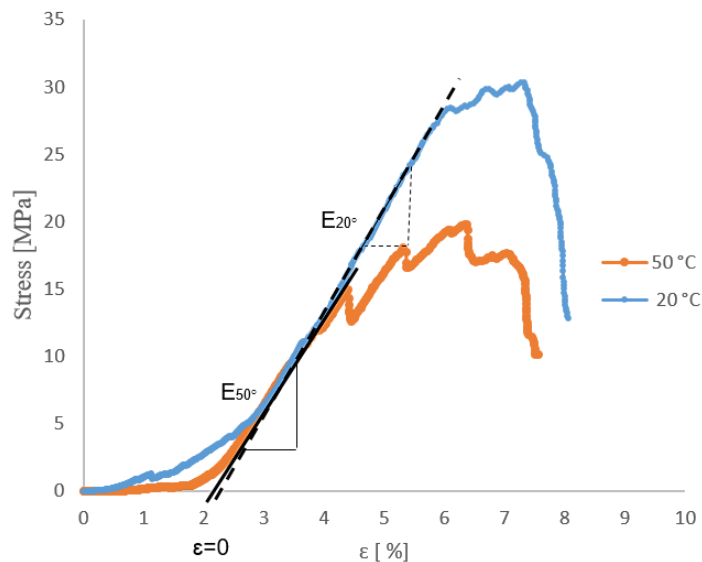


Figura 2 – Curvas de tensão x deformação de amostras de scaffolds de Biosilicato secas a 20 °C e 50 °C

A fim de quantificar o módulo de elasticidade foi necessário ajustar o ponto zero de deformação ($\epsilon=0$) das curvas pois a porção inicial apresenta comportamento não linear dificultando assim o cálculo dessa propriedade. O método usado para isso foi o apresentado na norma ISO 13314 (ISO INTERNATIONAL STANDARD, 2011) no qual a continuação da região linear da curva é interceptada pelo eixo de tensão zero. Essa intersecção representada por $\epsilon=0$ é considerada o ponto de deformação zero a partir do qual todas as deformações são medidas. Na Figura 2, a linha reta tracejada na região elástica da curva corresponde ao local de determinação do módulo de elasticidade para a amostra de 20°C ($E_{20^\circ\text{C}}$) e a linha sólida para amostra de 50°C ($E_{50^\circ\text{C}}$), sendo o valor desse parâmetro calculado usando a eq. 1

$$E = \text{tg } \alpha = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\epsilon} \quad (1)$$

Onde $\Delta\sigma$ corresponde ao gradiente da tensão [MPa] e $\Delta\epsilon$ o gradiente da deformação. Os valores obtidos para as amostras secas a 20°C e 50°C estão dispostos na tab.1.

Já a resistência à compressão foi calculada a partir da carga máxima obtida pelos scaffolds durante os ensaios mecânicos e seus valores são mostrados na tab.1. Essa propriedade mecânica mede o quanto a estrutura pode suportar de carga até a ocorrência da falha (CHAO et al., 2021).

Temperatura de secagem °C	Porosidade (%)	Tamanho do poro (µm)	Resistência a compressão (MPa)	Módulo de elasticidade (MPa)
20	68	500	30,3±4,6	793±81
50	68	500	20,6±1,4	479±78

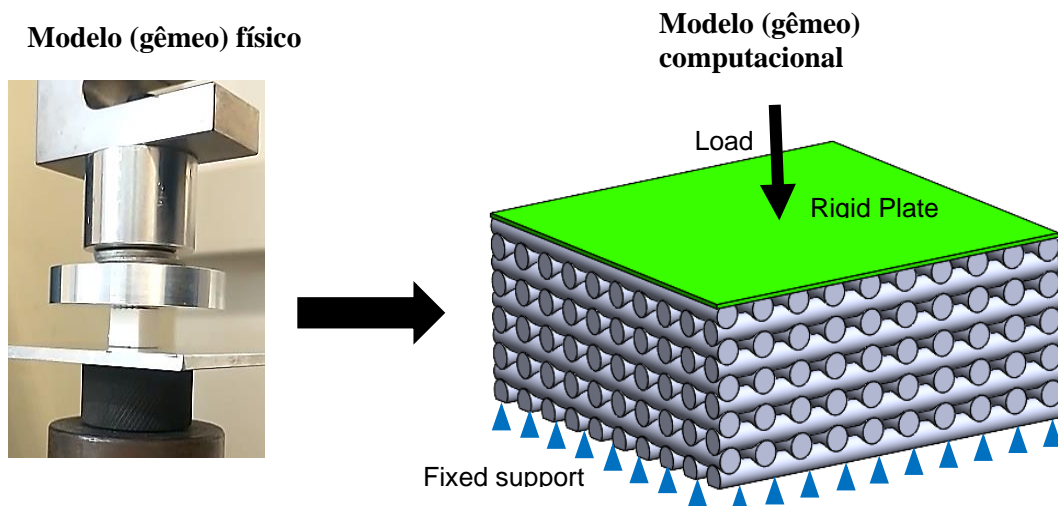
Tabela 1 – Propriedades mecânicas dos scaffolds secos à 20°C e à 50°C

De acordo com os dados apresentados na tab.1, é possível afirmar que as amostras secas a 20°C apresentaram propriedades mecânicas superiores as de 50°C. A resistência à compressão das amostras secas a 20°C apresentou um aumento de 47% em relação a amostra seca a 50°C, enquanto o módulo de elasticidade teve um aumento de 65% em comparação ao das amostras de 50°C. Ademais, os valores do módulo de elasticidade e resistência à compressão tanto da amostras de 20°C quanta as de 50°C estão na faixa dos valores das propriedades mecânicas do osso (CHAO et al., 2021).

4. Conclusão

O trabalho consistiu em submeter amostras de Biosilicato secas a 20°C e 50°C a ensaios de compressão visando obter seu comportamento mecânico. Os resultados mostraram que o scaffold de 20°C apresentou propriedades de resistência e módulo de elasticidade superiores as amostras secas a 50°C. Mediante isso, conclui-se que a temperatura de secagem afeta significativamente as propriedades dos scaffolds. É importante ressaltar que os valores do módulo de elasticidade e resistência à compressão das amostras testadas estão na faixa dos valores relatados na literatura para o tecido ósseo.

Próxima etapa: Utilização de *digital twin* para representar computacionalmente o comportamento físico dos scaffolds de Biosilicato com todos seus atributos, simulando diferentes cenários.



Agradecimentos

Ao Programa de Capacitação Institucional PCI/MCTI, ao CNPq, ao CTI-Renato Archer, ao Márcio Sangali e Prof. Dr. Rubens Caram da FEM/UNICAMP.

Referências

ASHBY, M.F. *The properties of foams and lattices*. Philosophical transactions of the royal society : Mathematical, Physical and Engineering Sciences, v. 364, 2006.

CHAO, L., JIAO, C., LIANG, H., XIE, D., SHEN, L. & LIU, Z. *Analysis of mechanical properties and permeability of trabecular-like porous scaffold by additive manufacturing*. Frontiers in Bioengineering and Biotechnology, 2021.

DAGUANO, J. K.M.B.; GIORA, F.C.; SANTOS, K.F.; PEREIRA, A.B.G.C.; SOUZA, M. T.; DÁVILA, J.L.; RODAS, A.C.D.; SANTOS, C.S. & SILVA, J.V.L. *Shear-thinning sacrificial ink for fabrication of biosilicate® osteoconductive scaffolds by material extrusion 3d printing*. Materials Chemistry and Physics, v.287, 2022.

DESIMONE, D., Li, W., ROETHER, J.A., SCHUBERT, D.W., CROVACE, M.C., RODRIGUES, A.C.M., ZANOTTO, E.D. & BOCCACCINI, A.R., 2013. *Biosilicate®-gelatine bone scaffolds by the foam replica technique: development and characterization*. Science and Technology of Advanced Materials, 2013.

ELSAYED, H., REBESAN, P., CROVACE, M.C., ZANOTTO, E.D., COLOMBO, P. & BERNARDO, E., *Biosilicate® scaffolds produced by 3D-printing and direct foaming using preceramic polymers*. Journal of the American Ceramic Society, pp.1010-1020, 2019.

ISO 13314 (International Standard). *Mechanical testing of metals-Ductility testing – Compression tests for porous and cellular metals*. Switzerland, 14 p, 2011.

MARIN, C.P., CROVACE, M.C. & ZANOTTO, E.D. *Competent F18 bioglass-Biosilicate® bone graft scaffold substitutes*. Journal of the European Ceramic Society, 41(15), pp.7910-7920, 2021.

MEILLE, S., LOMBARDI, M., CHEVALIER J. & MONTANARO, L. *Mechanical properties of porous ceramics in compression: On the transition between elastic, brittle, and cellular behavior*. Journal of the European Ceramic Society, 32(15), pp.3959-396, 2012.