

INCORPORAÇÃO DE UMA BIOCERÂMICA EM MATRIZ POLIMÉRICA PARA PRODUÇÃO DE UM BIOMATERIAL COMPÓSITO

E. A. de O. Júnior¹, J. S. B. Bastos¹, R. C. de S. Silva¹, H. R. A. Macêdo¹, M. O. C. Macêdo¹, A. S. Bradim¹

angelcassiasasilva@gmail.com

¹ *Mestrando do Programa de pós-graduação em Engenharia de Materiais do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí- PPGEM- IFPI, Brasil.*

² *Aluna do curso de Biologia do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí - IFPI, Brasi.*

³ *Professor do Programa de pós-graduação em Engenharia de Materiais do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Piauí- PPGEM- IFPI, Brasil.*

Resumo

Neste estudo foi realizada a incorporação de carbonato de cálcio (CaCO₃) em matriz de quitosana para produção de membranas como proposta de um biomaterial com possível aplicação em tratamento de tecido ósseo. O processo de incorporação foi avaliado utilizando-se Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Energia Dispersiva de Raios- X (EDX) e Fluorescência de Raios- X (FRX). As imagens de MEV mostraram a presença de CaCO₃ sobre a superfície da matriz polimérica, as partículas apresentaram formatos esféricos, cúbicos e lamelares. Através da análise de EDX foi observada a presença de calcio evidenciando assim a incorporação proposta, confirmadas por meio da análise de FRX que mostrou a presença de calcio para todas as membranas.

Palavras chave: Quitosana, carbonato de cálcio, membrana de quitosana/CaCO₃.

INTRODUÇÃO

A quitosana é um biopolímero de uso expressivo, é de fonte renovável, biodegradável, dispõe de aplicações tecnológicas e biomédicas, onde tem contribuído para produção de biomateriais especializados que promovam atividades biológicas com fins específicos (LARANJEIRA et al.; 2009; DALLAN, 2005).

Esse biomaterial é bastante conhecido e consolidado quanto ao uso nas áreas médica e farmacêutica principalmente na obtenção de cosméticos, e peles artificiais para tratar queimaduras. O uso da quitosana na forma de membranas cresce constantemente, pois são capazes de deter hemorragias e prevenir infecções, porém o conhecimento acerca desse tipo de material é ainda considerado pouco em relação à biocompatibilidade apresentada pela quitosana (BRITO et al., 2009).

A aplicação de quitosana na produção de membranas para uso como curativo mostra-se como uma proposta promissora, tendo como princípio biológico básico a seletividade celular impedindo a ação de células indesejáveis e auxiliando a proliferação das células de interesse (BRITO et al., 2009; BORGOGNONI et al., 2006; SILVA et al., 2006; RODAS, 2004).

Dependendo da finalidade curativa, regeneração epitelial ou óssea, sugere-se que essas membranas apresentem suas superfícies diferenciadas. Para membranas utilizadas na regeneração óssea a melhor proposta de diferenciação das superfícies tem sido o desenvolvimento dos biomateriais cerâmicos/polímeros, feita por meio de misturas diretas das substâncias (FILHO, 2006).

A mistura de quitosana com carbonato de cálcio (CaCO_3) obtido a partir de casca de ovo, surge como uma proposta de substrato a ser utilizados para produzir biomateriais destinados a regeneração óssea, devido a semelhança físico-química do CaCO_3 com o tecido ósseo. O CaCO_3 obtido de casca de ovo é considerado vantajoso, por ser biocompatível e biodegradável (YUAN et al., 2015; VALE et al., 2014; SARCINELLI et al., 2007).

Neste trabalho foram preparadas membranas de quitosana incorporadas com CaCO_3 obtido de cascas de ovos de galinha caipira (*Gallus gallus domesticus*), como proposta de um novo biomaterial curativo para possível aplicação em regeneração tecidual óssea.

MATERIAIS E MÉTODOS

CaCO₃

O carbonato de cálcio CaCO_3 , utilizado foi obtido a partir da casca de ovo de galinha caipira *Gallus gallus domesticus*.

As cascas foram lavadas em água corrente para remoção de sujidades e depois secas em estufa por 24h a 100°C. As cascas foram moídas em moinho de bolas duas vezes totalizando 3h30min. O pó foi passado em peneira granulométrica de 200 mesh, e tratado em solução de ácido acético por 72h. O sedimentado de CaCO_3 obtido foi filtrado para retirada do ácido, e lavado com água destilada para retirar o excedente de ácido acético. O CaCO_3 foi seco por 24h a 110 °C em estufa.

Preparo das membranas de quitosana incorporadas com CaCO₃

A quitosana em pó foi dissolvida em solução de ácido acético (1% m/v), sob agitação constante por 24h. A solução foi filtrada por duas vezes para remoção de impurezas. A primeira em filtro com tela de nylon e a segunda em filtro Millipore® (45µm). As dispersões foram preparadas segundo a metodologia de (Oliveira, 2012) modificada, foram separados 300mL da solução de quitosana, dividida em três porções de 100mL para cada dispersão de CaCO_3 1, 5 e 10%, cada porção foi submetida a agitação contínua por 2h, após esse período as soluções foram vertidas em placas de petri utilizando 30mL para cada placa. As placas foram levadas a estufa por 24h em temperatura de 50°C. Após esse período as membranas formadas foram neutralizadas com NaOH a 5%, lavadas com água destilada e acomodadas para secagem a temperatura ambiente por 24h.

MEV e EDX

A caracterização por MEV das membranas incorporadas na matriz de quitosana foram realizadas utilizando-se um microscópio modelo SUPERSCAN

SSX-550 da marca Shimadzu. As amostras foram recobertas com ouro em metalizador, modelo SC-701 da Sanyu Electron. O equipamento foi operado em 15 kV, utilizando-se um filamento de tungstênio. A avaliação da composição química utilizando Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios- X (EDS), para todas as membranas foram realizadas segundo os seguintes parâmetros: corrente de 15.0 Kv, probe 4.0 e WD 17, sob uma magnificação de 2000 vezes.

FRX

As membranas foram adaptadas ao porta amostra para realização das análises, realizadas em equipamento Epsilon3- XL PANalytical, utilizando um tubo de ródio e filtro de prata, voltagem de 50 Kv e corrente de 30 μ A em ambiente de ar atmosférico e gás hélio, o modo usado foi o omnian.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

As membranas de quitosana incorporadas com 1; 5 e 10% de CaCO₃, (Figuras 1, 2 e 3), apresentaram uma grande distribuição de carbonato de cálcio estes apresentaram diferentes formas e tamanhos, formando aglomerados de CaCO₃ sobre a superfície das membranas. Esses aglomerados foram mais representativos para as membranas nas incorporações de 10% e 5%, as incorporações com 1% apresentaram aglomerados discretos.

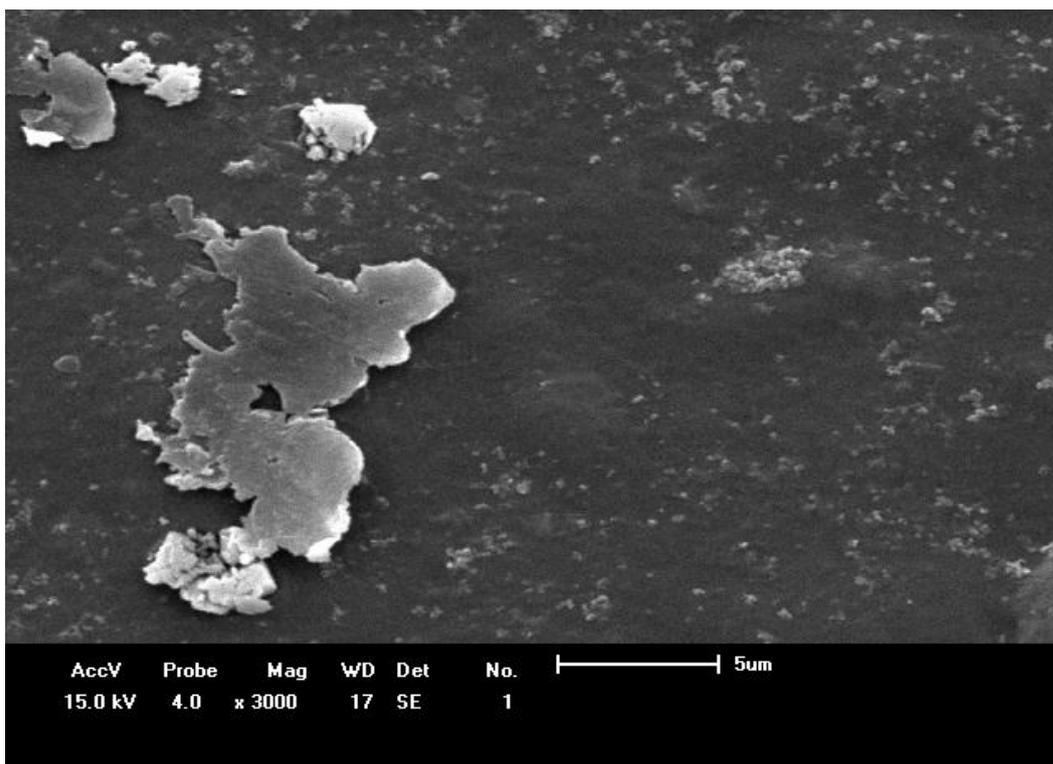


Fig.1. MEV da membrana incorporada com 1% de CaCO₃.

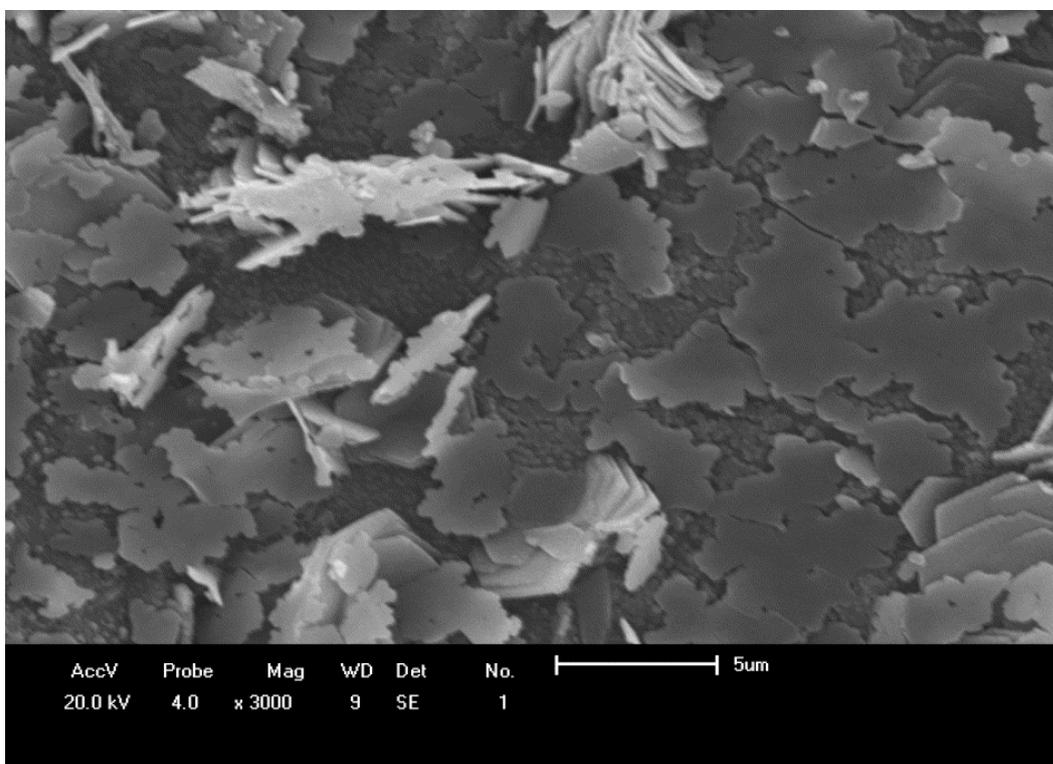


Fig.2. MEV da membrana incorporada com 5% de CaCO₃.

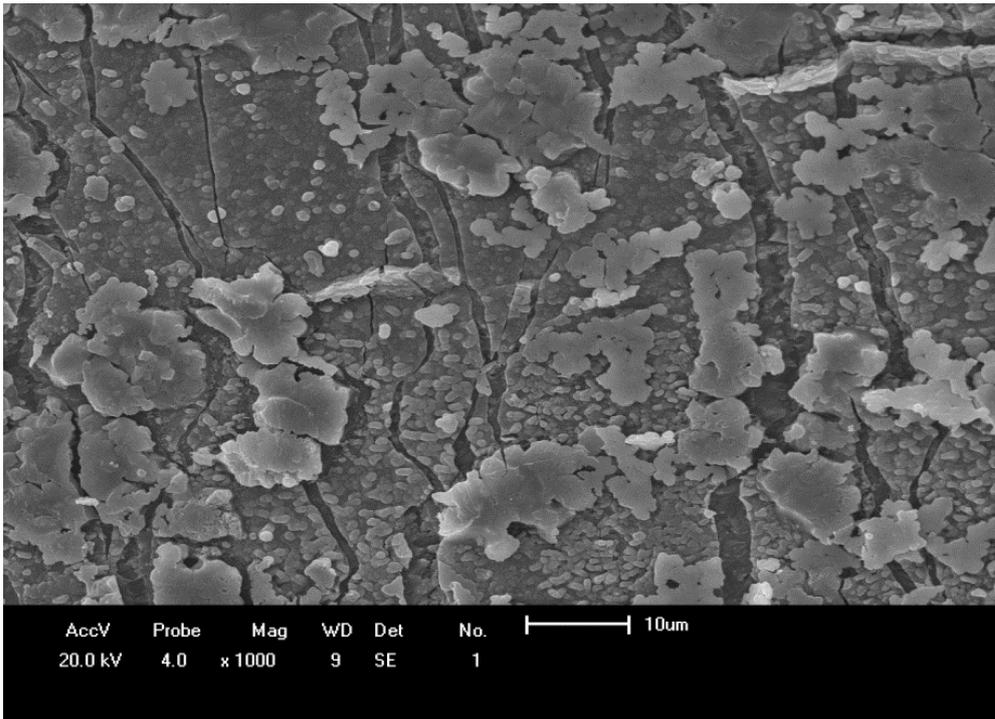


Fig.3. MEV da membrana incorporada com 10% de CaCO₃.

A imagem das membranas incorporadas com 5 e 10% de CaCO₃, mostra a precipitação do CaCO₃, sobre a matriz de quitosana. Assim como coexistência de formas esféricas e lamelares para o carbonato de cálcio. A presença de carbonato sob três formas de partículas: esférica, cúbica e lamelar, mostram a presença de duas fases distintas de CaCO₃. As partículas esféricas são geralmente características de CaCO₃, na forma aragonita enquanto as partículas cúbicas e lamelares são calcita (HADIKO, 2015).

Em todas as membranas houve deposição de carbonato de cálcio, sobre sua superfície, tendo sido realizada a análise da composição química por meio de EDX, os espectros obtidos mostraram expressivos teores de cálcio para todas as dispersões, sendo as maiores concentrações para membranas com dispersões de 10% e 5% respectivamente (figuras 4, 5 e 6).

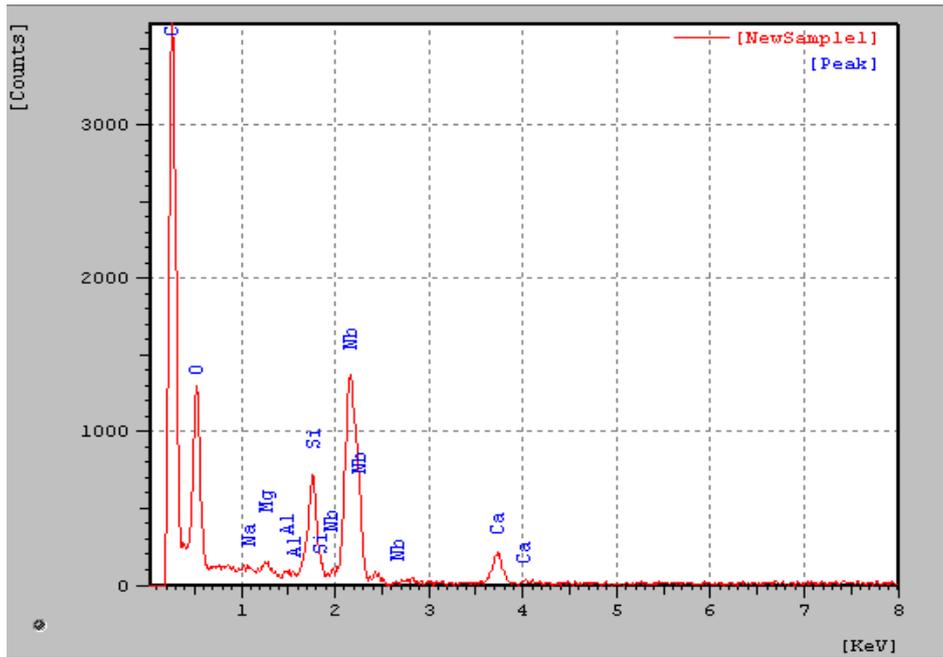


Fig.4. EDX da membrana incorporada com 1% de CaCO_3 .

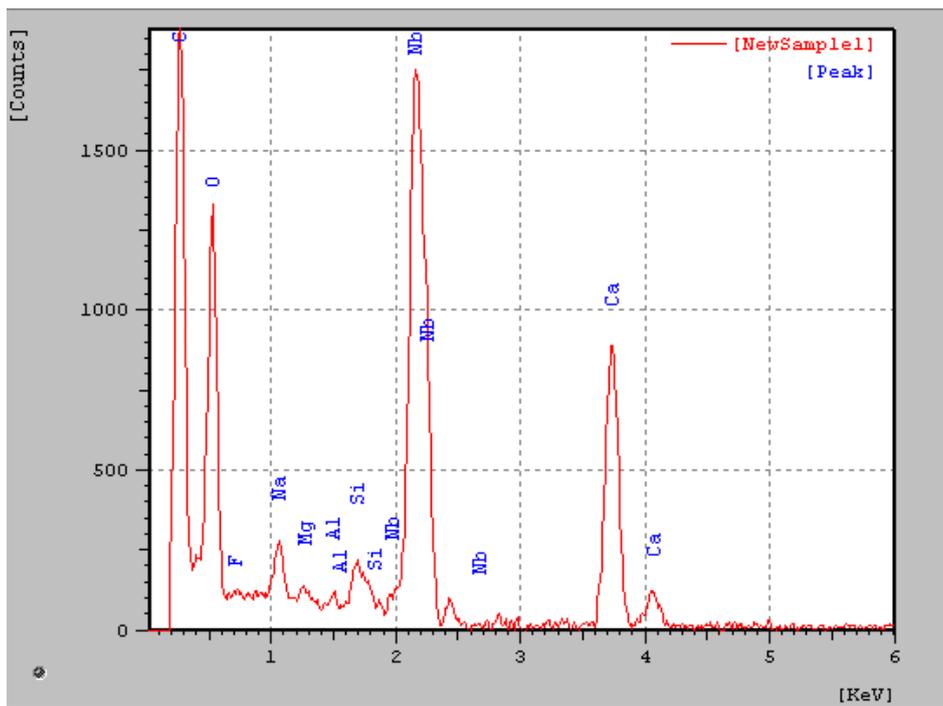


Fig.5. EDX da membrana incorporada com 5% de CaCO_3 .

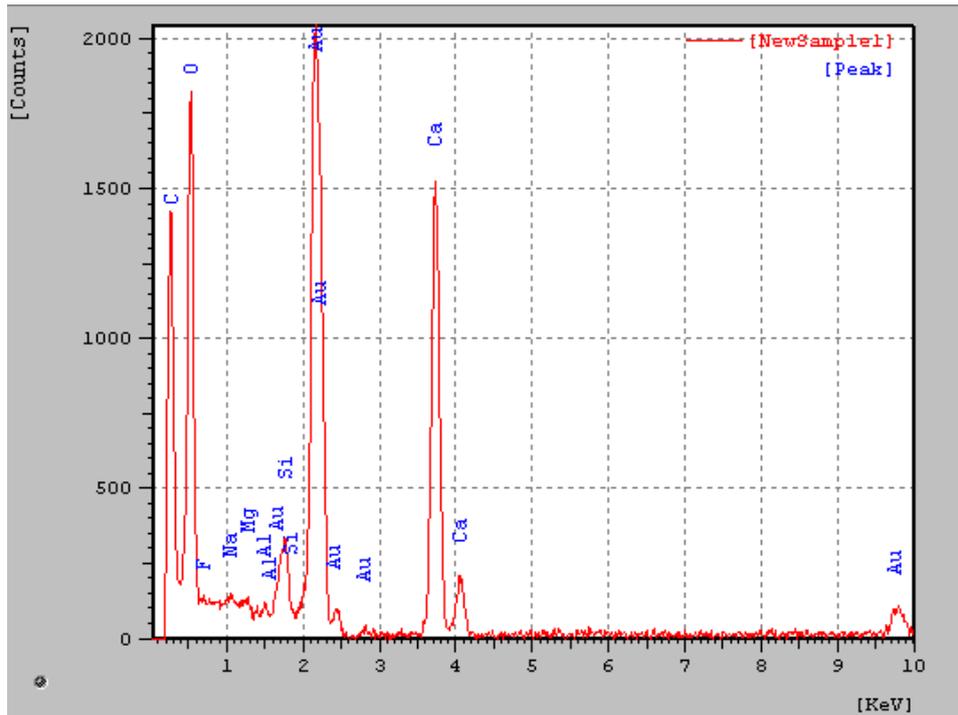


Fig.6. EDX da membrana incorporada com 10% de CaCO_3 .

A análise por FRX mostrou a presença de CaCO_3 , em todas as membranas, os valores podem ser observados na Tabela1.

Tab.1. Teor de cálcio, obtido por FRX para as membranas com diferentes incorporações de CaCO_3 .

Amostras	Teor de Cálcio
1% de CaCO_3	285 ppm
5% de CaCO_3	0,1%
10% de CaCO_3	0,3%

CONCLUSÕES

Através das técnicas de caracterização MEV, EDX e FRX, foi possível constatar a incorporação do carbonato de cálcio nas membranas de quitosana. As membranas de 5% e 10% apresentaram maior incorporação do carbonato de cálcio. Além disso, foram encontradas duas fases distintas do carbonato de cálcio incorporados na membrana, a fase aragonita e a fase calcita, com predominância esta última.

REFERÊNCIAS

- [1] LARANJEIRA, M. C. M.; FÁVERE, V. T. de. Quitosana: biopolímero funcional com potencial industrial biomédico. *Química nova*, v.32, n.3, p. 672-678, 2009.
- [2] DALLAN, P. R. M. Síntese e caracterização de membranas de quitosana para aplicação na regeneração de pele. 2005, 212p. Tese de doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, Brasil.
- [3] BRITO, M. K. M. de; SCHELLINI, S. A.; PADOVANI, C. R.; PELLIZZON, C. H.; NETO, C. G. da T. Inclusões de quitosana no subcutâneo de rato: avaliação clínica, histológica e morfométrica. *Anais Brasileiros de Dermatologia*, v.84, n.1, p.35-40, 2009.
- [4] BORGOGNONI, C. F.; POLAKIEWICZ, B.; PITOMBO, R. N. de M. Estabilidade de emulsões de D-limoneno em quitosana modificada. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, v.26, n.3, 2006.
- [5] SILVA, H. S. R. C.; SANTOS, K. S. C. R. dos; FERREIRA, E. I. Quitosana: derivados hidrossolúveis, aplicações farmacêuticas e avanços. *Química Nova*, v.29, n.4, 2006.
- [6] RODAS, A. C. D. Desenvolvimento de membranas como compostos dermo-epidérmicos. 2004, p.149. Tese (doutorado em ciência na área de tecnologia nuclear), Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil.
- [7] FILHO, H. N.; JÚNIOR L. C.; NAGEM, H. D.; FRANCISCONI, P. A. S. Engenharia tecidual dos biomateriais. *Innovations Implant Journal*, v.1, n.1, 2006.
- [8] YUAN, G.; CHEN, X.; LI, X.; LIANG, Q.; MIAO, G.; YUAN, B. The synthesis of calcium carbonate microparticles with multiple morphologies through self-assembly method. *Powder Technology*, v.284, p.253–256, 2015.
- [9] VALE, R. C.; MENEZES, L. C.; NASCIMENTO, S. B. S.; DOS SANTOS, M. S.; LOPES, T. S.; MARTINS, T. S. S.; DA SILVA, J. G. L.; CRUZ, R. D. F.; COIMBRA, V. C. S. Determinação do teor de cálcio do pó da casca de ovos de

galinha caipira, de diferentes colorações, da cidade de São Luis – MA. In: 54º Congresso Brasileiro de Química, Rio de Janeiro 2014.

[10] SARCINELLI, M. F.; VENTURINI, K. S.; SILVA, L. C. Características dos Ovos. Universidade Federal do Espírito Santo, Brasil, 2007.

[11] MACÊDO, M. O. C. Efeito do Tratamento por Plasma na Proliferação de Fibroblastos e Esterilização de Membranas de Quitosana. 2013, p.97. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de Materiais), Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal.

[12] OLIVEIRA, R. A.; FREITAS, P. A. B.; CARDOSO, M. J. B.; Barbosa, R. C.; PINTO, M. R. O.; FOOK, M. V. L. Síntese e caracterização de compósito quitosana com carbonato de cálcio extraído de casca de ovo para possíveis aplicações como curativo. In. Encontro Nacional de Educação, Ciência e Tecnologia, Universidade Estadual da Paraíba, 2012.

[13] HADIKO, G.; HAN, Y. S.; FUJI, M.; TAKAHASHI, M. Synthesis of hollow calcium carbonate particles by the bubble templating method. Materials Letters, v. 59, p. 2519 – 2522, 2015.