

## 15º Congresso de Inovação, Ciência e Tecnologia do IFSP - 2024

### Análise da Influência da Porosidade na Resistência Mecânica de *Scaffolds* de $\beta$ -TCP.

C. PEREIRA<sup>1</sup>, G. OLIVEIRA<sup>2</sup>, B. SPIRANDELI<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Graduando em Engenharia Mecânica, Bolsista PIBITI - CNPQ, IFSP, Campus São José dos Campos, pereira.caroline1@aluno.ifsp.edu.br

<sup>2</sup>Doutor em Engenharia Mecânica, Coordenador da bolsa PIBITI - CNPQ, IFSP, Campus São José dos Campos, lgustavo@ifsp.edu.br

<sup>3</sup>Doutor em Engenharia de Materiais, Professor colaborador da bolsa PIBITI - CNPQ, IFSP, Campus São José dos Campos, bruno.spirandeli@alumni.usp.br

Área de conhecimento (Tabela CNPq): 3.05.00.00-1 Engenharia Mecânica.

#### RESUMO:

O presente estudo investigou a influência da porosidade na resistência mecânica de *scaffolds* fabricados a partir de  $\beta$ -TCP, material amplamente utilizado em enxertos ósseos. Foram realizados ensaios mecânicos de compressão para avaliar a resistência dos *scaffolds* com diferentes tempos de espumação, variando de 30 a 60 segundos. Os resultados demonstraram que a porosidade tem um impacto significativo na resistência à compressão e no módulo de elasticidade, com tempos de espumação mais longos resultando em *scaffolds* mais densos e resistentes. Conclui-se que o controle da porosidade durante a fabricação dos *scaffolds* é essencial para otimizar suas propriedades mecânicas e biológicas.

**PALAVRAS-CHAVE:** *scaffolds*;  $\beta$ -TCP; porosidade; resistência à compressão; biomateriais; engenharia de tecidos.

#### Analysis of the Influence of Porosity on the Mechanical Strength of $\beta$ -TCP *Scaffolds*.

#### ABSTRACT:

This study investigated the influence of porosity on the mechanical strength of  $\beta$ -TCP *scaffolds*, a material widely used in bone grafts. Compression tests were conducted to evaluate the strength of *scaffolds* with different foaming times, ranging from 30 to 60 seconds. The results showed that porosity significantly impacts compressive strength and elasticity modulus, with longer foaming times leading to denser and stronger *scaffolds*. It is concluded that controlling porosity during *scaffold* manufacturing is essential to optimize their mechanical and biological properties.

**KEYWORDS:** *scaffolds*;  $\beta$ -TCP; porosity; compressive strength; biomaterials; tissue engineering.

#### INTRODUÇÃO

A engenharia de tecidos oferece soluções inovadoras para a reparação de tecidos ósseos lesionados ou infectados, utilizando *scaffolds* que combinam porosidade e resistência mecânica, facilitando a adesão e proliferação celular para integração com tecidos circundantes (CYSTER, 2005). Cirurgias tradicionais utilizam autoenxertos e aloenxertos para reparar ossos, mas ambos têm limitações, como disponibilidade reduzida e riscos de infecção e rejeição (O'BRIEN, 2011) (WANG, 2017). Como

alternativa, enxertos sintéticos devem ser biocompatíveis, mecanicamente resistentes e preferencialmente bioativos, bioreabsorvíveis, osteoindutores e resistentes a infecções (LIU ET AL, 2015) (PIRES ET AL, 2015).

*Scaffolds* são estruturas tridimensionais porosas que auxiliam na regeneração tecidual, imitando a matriz extracelular natural, e suportam a proliferação e diferenciação celular (BAINO, 2015). Os critérios para fabricação de *scaffolds* incluem biocompatibilidade, bioreabsorvibilidade, resistência mecânica, arquitetura porosa, bioatividade e estimulação da angiogênese (CALLISTER, 2016). As biocerâmicas, como fosfatos de cálcio (FCas) e biovidros (BGs), são usadas como substitutos ósseos sintéticos, destacando-se o  $\beta$ -TCP por sua elevada taxa de degradação e excelente biocompatibilidade (SHEKHAWAT ET AL, 2021) (SPIRANDELI, 2021).

O  $\beta$ -TCP é reabsorvido pelo organismo em 6 a 15 semanas após a implantação (CALLISTER, 2016). O gel casting é um método de processamento que envolve a polimerização de monômeros orgânicos misturados com pó cerâmico, resultando em um *scaffold* poroso com alta densidade de parede e poros esféricos, que facilitam a vascularização e o crescimento de novas células ósseas (BORSA ET AL, 2005). Este estudo amplia o entendimento sobre os parâmetros de fabricação e propriedades dos *scaffolds* de  $\beta$ -TCP, destacando seu potencial para a regeneração óssea (PINA, 2018).

## 2 - MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 - Síntese do pó de $\beta$ -TCP:

O pó de  $\beta$ -TCP foi sintetizado através de uma reação no estado sólido entre fosfato de cálcio ( $\text{CaHPO}_4$ , 99%) e carbonato de cálcio ( $\text{CaCO}_3$ , 99%). A mistura foi calcinada a 1050 °C por 6 horas, seguida de moagem em moinho de jarros por 24 horas. O pó resultante foi seco a 100 °C por 24 horas, macerado, desaglomerado e caracterizado quanto às fases presentes e à distribuição de tamanhos de partículas.

### 2.2 - Fabricação dos *scaffolds* de $\beta$ -TCP:

Os *scaffolds* foram fabricados pelo método de gel casting. Foram preparadas suspensões cerâmicas com 30% de sólidos, utilizando 70% de pó de  $\beta$ -TCP em solução aquosa com monômeros orgânicos (HMAM, MAM, MBAM) e dispersante DARVAM. A mistura foi homogeneizada, e a quantidade correta de espumante foi adicionada para criar uma espuma cerâmica. A gelificação foi realizada com Persulfato de Amônia (APS) e Tetrametiletenodiamina (TEMED), seguida por moldagem em PVC e secagem a 100 °C. Após desmoldagem, os *scaffolds* passaram por tratamento térmico para densificação.

### 2.3 - Determinação da porosidade:

A porosidade total dos *scaffolds* foi determinada pelo método geométrico, utilizando as medições de massa e dimensões externas dos *scaffolds*, aplicando as seguintes equações específicas para cálculo da densidade e volume.

$$P(\%) = \left[ 1 - \frac{d_{Scaffolds}}{d_{Teórica}} \right] \times 100 \quad (1)$$

em que,

$d_{Teórica}$  - densidade teórica do  $\beta$ -TCP;

$d_{scaffolds}$  - é a densidade calculada conforme a Equação 2.

$$d_{Scaffolds} = \left( \frac{m_{Scaffolds}}{V_{Scaffolds}} \right) \quad (2)$$

em que,

$m_{scaffolds}$  - é a massa medida em gramas;

$V_{scaffolds}$  - é o volume do *scaffold* cilíndrico em  $\text{cm}^3$ , calculado pela Equação 3.

$$V_{Scaffolds} = \pi \times r^2 \times h \quad (3)$$

em que,

$r$  - é o raio;

$h$  - é a altura do *scaffold* cilíndrico.

## 2.4 - Difração Laser:

A distribuição de tamanho das partículas do pó de  $\beta$ -TCP foi determinada por difração a laser, com análises que incluíram os parâmetros médios e percentuais de distribuição ( $d_{10}$ ,  $d_{50}$ ,  $d_{90}$ ).

## 2.5 - Difração de Raios-X:

As fases formadas após síntese e sinterização do  $\beta$ -TCP foram confirmadas por difração de raios-X (DRX), utilizando um difratômetro X'pert Powder na faixa de 20 a 40°, com radiação  $\text{CuK}\alpha$ .

## 2.6 - Ensaio Mecânico de Compressão:

Os ensaios de compressão foram realizados para avaliar a resistência mecânica dos *scaffolds*, utilizando uma máquina de tração universal (DL2000, EMIC). As amostras tinham em média diâmetros de 9,5 mm e alturas de 9,5 mm a 14,9 mm. Foram avaliados o módulo de elasticidade, resistência máxima à compressão e deformação máxima, com os resultados plotados para análise do comportamento mecânico.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Verificou-se nos resultados das análises de difração a laser uma distribuição de tamanhos monomodal, com  $D_{10}$  de 0.92  $\mu\text{m}$ ,  $D_{50}$  de 3.06  $\mu\text{m}$  e  $D_{90}$  de 5.55  $\mu\text{m}$ . O diâmetro médio foi de 3.17  $\mu\text{m}$ . A uniformidade das partículas é fundamental para garantir a consistência na fabricação dos *scaffolds*, influenciando diretamente a porosidade e a resistência mecânica. Partículas de tamanho homogêneo promovem uma sinterização mais uniforme, resultando em estruturas com melhores propriedades mecânicas.

O difratograma do pó de  $\beta$ -TCP mostrou apenas a formação da fase  $\beta$ -TCP, indicando que o tratamento térmico foi adequado.

Os ensaios de compressão, cujos resultados são apresentados nas Figuras 1 e 2, revelaram diferenças na resistência mecânica entre as sínteses realizadas. A amostra da Síntese 1 (Figura 1) apresentou resistência à compressão inferior quando comparada à da Síntese 2 (Figura 2). Essas diferenças são atribuídas às variações nos parâmetros de sinterização e controle do processo, como a densificação dos *scaffolds*. A amostra da Síntese 2 demonstrou um módulo de elasticidade mais elevado e maior resistência máxima à compressão, indicando um melhor desempenho mecânico, possivelmente devido a uma microestrutura mais densa e bem organizada.

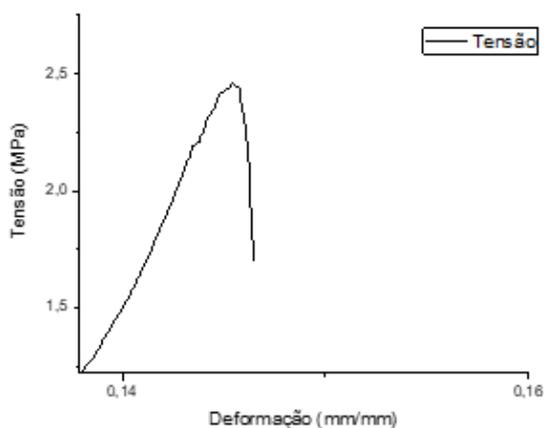


Figura 1: Síntese 1 - amostra 15.

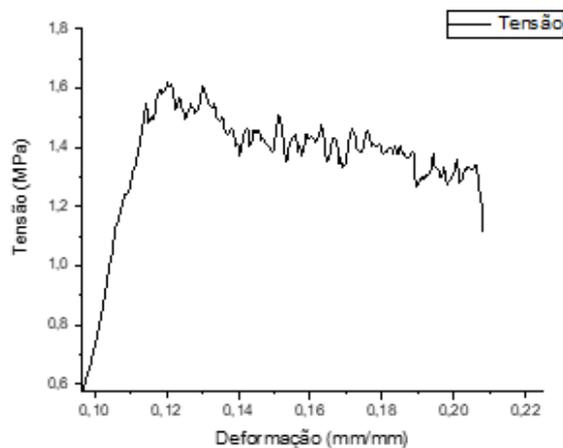


Figura 2: Síntese 2 - amostra 4.

### Resistência à Compressão:

A Tabela 1 apresenta os resultados do ensaio mecânico de compressão dos *scaffolds* de  $\beta$ -TCP fabricados com 0,1% de concentração de agente espumante e com tempos de espumação diferentes de 30 segundos e 60 segundos. Os parâmetros avaliados incluem resistência à compressão, módulo de elasticidade, densidade e porosidade dos *scaffolds*.

Tabela 1: Ensaio de Compressão.

Scaffold	Resistência (MPa)	Módulo Elasticidade (GPa)	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	Porosidade (%)
$\beta$ -TCP 0,1% 60s	2,24 $\pm$ 0,62	3,08 $\pm$ 5,61	1,55 $\pm$ 0,05	49,65 $\pm$ 1,58
$\beta$ -TCP 0,1% 30s	1,37 $\pm$ 0,23	0,94 $\pm$ 0,19	0,53 $\pm$ 0,01	82,60 $\pm$ 0,31

Nos resultados de resistência à compressão (MPa) obteve-se as seguintes análises:

- **$\beta$ -TCP 0,1% 60s:** A maior resistência à compressão foi observada para o *scaffold* espumado por 60 segundos (2,24  $\pm$  0,62 MPa). Esse valor sugere que, com um tempo maior de espumação, há uma formação de uma estrutura mais densa, capaz de suportar maiores cargas compressivas.
- **$\beta$ -TCP 0,1% 30s:** Para o *scaffold* espumado por 30 segundos, a resistência foi menor (1,37  $\pm$  0,23 MPa), indicando que o menor tempo de espumação resultou em uma estrutura mais frágil. Isso pode estar relacionado à maior porosidade, o que compromete a integridade mecânica do material.

Assim, a espumação por mais tempo (60 segundos) favoreceu a obtenção de *scaffolds* com maior resistência à compressão, possivelmente devido à menor porosidade.

No módulo de elasticidade (GPa):

- **$\beta$ -TCP 0,1% 60s:** O *scaffold* espumado por 60 segundos apresentou o maior módulo de elasticidade (3,08  $\pm$  5,61 GPa), indicando que é mais rígido e menos suscetível à deformação sob compressão. Esse comportamento é coerente com o aumento da resistência à compressão.
- **$\beta$ -TCP 0,1% 30s:** O *scaffold* de 30 segundos, por sua vez, mostrou um módulo de elasticidade consideravelmente menor (0,94  $\pm$  0,19 GPa), o que sugere que este é mais deformável e menos

rígido. A menor rigidez pode ser atribuída à maior porosidade, que compromete a integridade da estrutura.

Portanto, o tempo de espumação afeta significativamente a rigidez dos *scaffolds*, com tempos mais longos resultando em materiais mais resistentes à deformação. A densidade dos *scaffolds* aumenta com o tempo de espumação, o que reflete uma estrutura mais densa e menos porosa após 60 segundos de espumação.

Em relação a porosidade (%):

- **β-TCP 0,1% 60s:** A porosidade do *scaffold* espumado por 60 segundos foi de  $49,65 \pm 1,58\%$ , a menor porosidade entre os dois grupos. Uma porosidade menor está associada a uma maior resistência mecânica, como visto nos resultados de resistência à compressão.
- **β-TCP 0,1% 30s:** Já para o *scaffold* espumado por 30 segundos, a porosidade foi de  $82,60 \pm 0,31\%$ , muito maior em comparação com o *scaffold* de 60 segundos. A maior porosidade resulta em uma menor densidade e resistência, mas pode ser vantajosa para a permeabilidade e crescimento celular em aplicações biomédicas.

Assim, há uma clara relação entre o tempo de espumação e a porosidade: menores tempos de espumação resultam em *scaffolds* mais porosos, o que, por um lado, compromete a resistência mecânica, mas pode melhorar as propriedades biológicas.

## CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que o tempo de espumação afeta diretamente a porosidade e, conseqüentemente, a resistência mecânica dos *scaffolds* de β-TCP. Os *scaffolds* fabricados com maior tempo de espumação (60 segundos) apresentaram melhor desempenho mecânico, com maior resistência à compressão e módulo de elasticidade mais elevado. No entanto, tempos de espumação menores (30 segundos) resultaram em *scaffolds* com maior porosidade, o que pode ser benéfico em aplicações que demandem maior permeabilidade e proliferação celular. Dessa forma, o controle preciso da porosidade durante o processo de fabricação dos *scaffolds* de β-TCP é crucial para equilibrar as propriedades mecânicas e biológicas conforme a aplicação desejada.

## CONTRIBUIÇÕES DOS AUTORES

Todos os orientadores contribuíram com a revisão do trabalho e aprovaram a versão submetida. B.R.S e C.S.P contribuíram com a síntese do material, caracterização dos *scaffolds*. C.S.P atuou na redação do manuscrito e na análise dos dados e interpretação dos resultados. C.S.P, B.R.S e G.L.O participaram da metodologia e realização dos experimentos.

Todos os autores revisaram o artigo e aprovaram a versão final submetida.

## AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer a todos que participaram direta ou indiretamente do desenvolvimento deste trabalho de pesquisa, contribuindo para o meu aprendizado e crescimento acadêmico e ao meu namorado que está sempre presente apoiando e motivando e a minha família que sempre me ampara.

## REFERÊNCIAS

1- BAINO, F., NOVAJRA, G. & VITALE-BROVARONE, C. **Bioceramics and Scaffolds: A winning Combination for Tissue engineering.** *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*, 2015.

- 2- BORSA, ET AL. **Produção de blocos poroso de biocerâmica hidroxiapatita pelo metodo gel casting de espumas.** 49º Congresso Brasileiro de Cerâmica. Departamentos de Materiais – Escola de Engenharia – UFRGS, 2005.
- 3- CALLISTER JR., W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução.** 9. ed. - Rio de Janeiro: LTC, 2016.
- 4- CYSTER, L. A, ET AL. **The influence of dispersant concentration on the pore morphology of hydroxyapatite ceramics for bone tissue engineering.** *Biomaterials.* Mar;26(7):697-702. doi: 10.1016/j.biomaterials.2004.03.017. PMID: 15350773, 2005.
- 5- LIU, J., GAO, C., FENG, P., PENG, S. & SHUAI, C. **Selective laser sintering of  $\beta$ -TCP/nano-58S composite scaffolds with improved mechanical properties.** *Materials and Design,* 2015.
- 6- O'BRIEN, F. J. **Biomaterials & scaffolds for tissue engineering.** *Materials Today,* (2011).
- 7- PINA, S.; REIS, R. L.; OLIVEIRA, J. M. **Ceramic biomaterials for tissue engineering.** Elsevier Ltd, 2018.
- 8- PIRES, A. L. R., BIERHALZ, A. C. K. & MORAES, Â. M. **Biomaterials: Types, Applications, and Market.** *Química Nova,* 2015.
- 9- SHEKHAWAT, D., SINGH, A., BANERJEE, M. K., SINGH, T. & PATNAIK, A. **Bioceramic composites for orthopaedic applications: A comprehensive review of mechanical, biological, and microstructural properties.** *Ceramics International,* 2021.
- 10- SPIRANDELI, B. R. **Síntese e Incorporação do Biovidro 45S5 Via Sol-gel em Scaffolds de  $\beta$ -TCP: Estudo e Avaliação da Bioatividade e Atividade Antimicrobiana.** Tese (Doutorado - Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais) - Universidade Federal de São Paulo - Instituto de Ciência e Tecnologia, São José dos Campos, 2021.
- 11- WANG, W. & YEUNG, K. W. K. **Bone grafts and biomaterials substitutes for bone defect repair: A review.** *Bioactive Materials,* 2017.