

SÍNTESE DE HIDROXIAPATITA NANOESTRUTURADA POR UMA ROTA VERDE UTILIZANDO EXTRATO DE PERESKIA ACULEATA MILLER

OTÁVIO BITENCOURT PACHECO¹; ANDRIELE LANGE DA ROSA²; CAMILA PRIETTO VILLANOVA²; TIAGO MORENO VOLKMER³

¹Universidade Federal de Pelotas – otaviopacheco2001@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – andrielelange@hotmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – camilapvillanova@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – tiagovolkmer@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Avanços na tecnologia têm permitido melhorias em várias áreas de estudo, incluindo o campo biomédico. No entanto, para que um material seja aplicável como um biomaterial, ele deve seguir requisitos rigorosos (AGUILAR, 2021). Entre os biomateriais, se destaca a Hidroxiapatita (HA), que é um biomaterial cerâmico, utilizada em aplicações médicas e dentais devido a sua biocompatibilidade, bioatividade, afinidade química e biológica com os tecidos ósseos (Gouveia, 2006).

Entre os métodos de obtenção da hidroxiapatita, a síntese por via úmida se destaca, por possuir um custo baixo, ser de fácil execução e ter apenas água como resíduo final, além de ser possível controlar a composição química e propriedades microestruturais. Este método consiste em gotejar lentamente uma solução ácida em uma alcalina, seguido por uma filtragem, secagem e um tratamento térmico (ROSA, 2022).

A alternativa verde aos reagentes tradicionais utilizados para prevenir aglomeração é chamada de extrato vegetal. Eles são conhecidos por conter fitoquímicos que têm propriedades redutoras e efeitos antioxidantes. Portanto, eles são usados para controlar a morfologia e superar o revés da aglomeração durante a preparação de uma ampla gama de nanopartículas (ALORKU, 2020).

A ora-pro-nobis (*Pereskia aculeata* Miller) é uma planta alimentícia não convencional (PANC) de fácil cultivo e alto valor nutricional usada na medicina, por causa de suas propriedades antioxidantes, antimicrobianas, de cicatrização, entre outras (GARCIA, 2019).

O objetivo deste trabalho é sintetizar a Hidroxiapatita com e sem extrato de ora-pro-nobis para observar a sua influência nas propriedades da Hidroxiapatita.

2. METODOLOGIA

Para a síntese verde da hidroxiapatita, preparou-se primeiramente um extrato de folhas secas de ora-pro-nobis (Shambala) em água destilada na proporção de 1:10, respectivamente. Para tal, as folhas secas foram colocadas em um filtro de malha #200 e imersos na água destilada sob agitação magnética a 80°C por duas horas. Posteriormente, em 125 mL do extrato, adicionou-se 4,63 g de Hidróxido de Cálcio (Ca(OH)₂), deixando em agitação a 50°C por uma hora. A seguir, gotejou-se com uma taxa de 2,5 mL/min uma solução 0,5M de ácido fosfórico à primeira solução. Ao término do gotejamento, a solução final ficou agitando por 2 horas.

Posteriormente, filtrou-se a solução e colocou-se em uma estufa a 50°C por 7 dias. Após a secagem, a HA resultante foi moída em um almofariz. Por fim, calcinou-se a HA em um forno mufla a 800°C por 120 minutos com uma rampa de temperatura de 2,5°C/min e o pó resultante passou por uma peneira mesh 200. Para termos de comparação, a mesma reação foi repetida sem o extrato de ora-pro-nobis.

Para a caracterização das amostras sintetizadas, utilizou-se um difratômetro de raios-x (D2 Phaser, Bruker) com um ânodo de cobre ($\lambda = 0,1540562$) com valores de voltagem e corrente de 30 kV e 10 mA, respectivamente, e uma taxa de varredura de 0,05064°/s em um intervalo de 5° a 70°. Usou-se o plano (020) para calcular o tamanho de cristalito através da equação de Scherrer (Equação 1). Esta equação relaciona a largura do pico de difração com o tamanho de cristalito, ou seja, o conjunto de todos os planos cristalinos que contribuem para a difração naquela direção, onde β é a largura a meia altura do pico de difração, λ é o comprimento de onda da radiação incidente, D é o tamanho do cristalito na direção perpendicular aos planos da rede, θ é o ângulo de Bragg para a reflexão em destaque e k é um fator numérico frequentemente tratado como sendo um fator de forma dos cristalitos que compõem a amostra (MUNIZ, 2017).

$$\beta = \frac{kD}{\lambda \cos\theta} \dots\dots\dots(\text{Equação 1})$$

Para identificar os grupos funcionais presentes nas amostras, foram registrados os espectros de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier com Refletância Total Atenuada (FTIR-ATR)(Perkin Elmer, Spectrum Two)(ROSA, 2022).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

De acordo com a análise de Difratoograma de Raios-X (DRX), presente na Figura 1, foi possível identificar que os picos resultantes correspondem aos picos da ficha cristalográfica ICDD 09-0432, indicando a obtenção de hidroxiapatita.

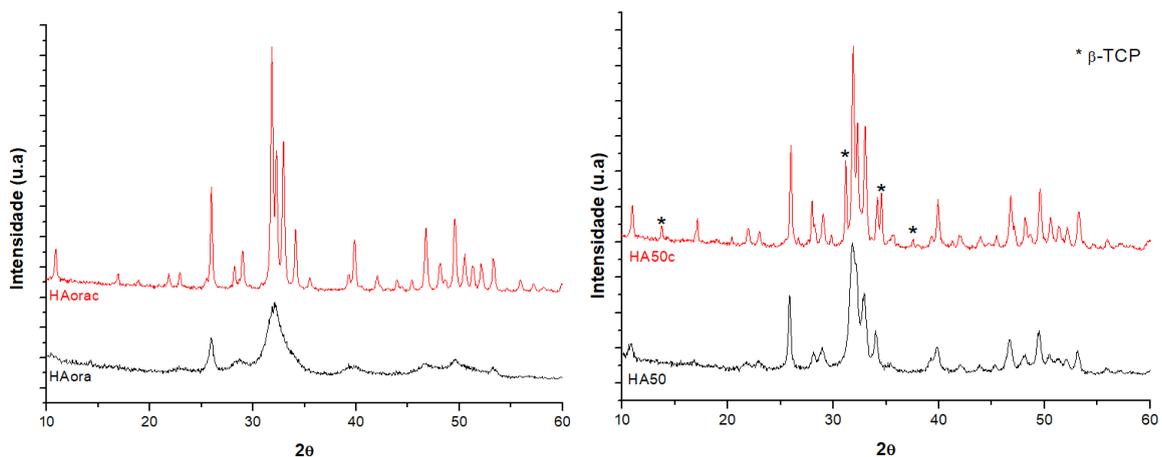


Figura 1. Difratoograma de Raios-X das amostras sintetizadas (a) com extrato de ora-pro-nobis e (b) sem extrato de ora-pro-nobis.

Comparando as HAs não calcinadas, nota-se que há uma grande diferença na intensidade relativa, onde a HA com extrato de folhas de ora-pro-nobis, possui picos menores e menos definidos do que a HA normal. Já nas HAs calcinadas, os gráficos ficaram mais parecidos, porém a HA com extrato de ora-pro-nobis teve

uma intensidade relativa maior no pico de 33°, correspondente ao plano cristalino (300), o que está de acordo com os resultados encontrados por AGUILAR et al. (2021), cuja hidroxiapatita verde calcinada apresentou intensidade maior do que as outras amostras. Além disso, percebe-se que o extrato de ora-pro-nobis ajudou a estabilizar a fase HA após o processo de calcinação, visto que a HA50c formou uma segunda fase chamada de β -TCP, enquanto que na HAorac obteve-se apenas a fase HA.

O tamanho de cristalito foi calculado usando a equação de Scherrer pelo programa X'Pert HighScore e verificou-se que não houve variação no tamanho, com exceção da hidroxiapatita com ora-pro-nobis não calcinada como mostra a Tabela 1.

| Amostra | Tamanho de cristalito por Scherrer (nm) |
|---------|---|
| HA50 | 42,2 |
| HA50c | 42,2 |
| HAora | 27,8 |
| HAorac | 42,2 |

Tabela 1. Tamanho de cristalito das amostras de HA sintetizadas.

A figura 2 mostra a espectroscopia vibracional na região do infravermelho, nela podemos ver bandas típicas do material, como as bandas 1038 cm^{-1} e 545 cm^{-1} atribuídas à vibração de fosfato (PO_4^{3-}), as 3.443 cm^{-1} e 1642 cm^{-1} , para (OH^-) e as 1448 cm^{-1} e 869 cm^{-1} para (CO_3^{2-}) CHANDRASEKARAN (2013) e AGUILAR et al. (2021).

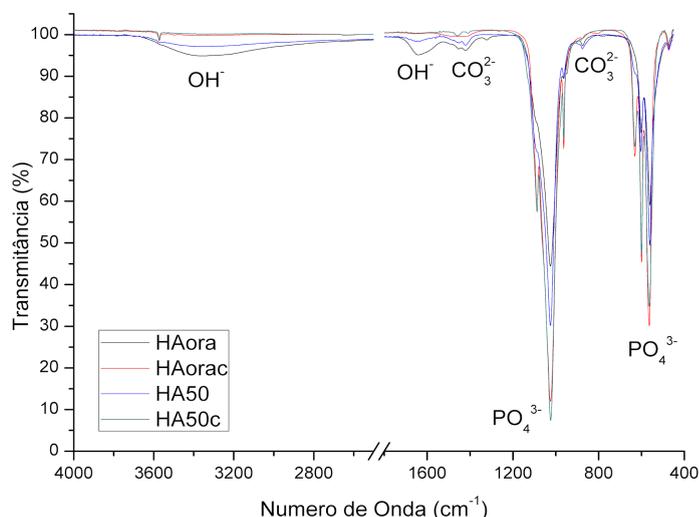


Figura 2. Espectroscopia vibracional na região do infravermelho.

Pode-se verificar que as amostras não calcinadas apresentaram bandas maiores de (OH^-) e (CO_3^{2-}), indicando a presença desses grupos, especialmente a HAora, que apresentou a maior intensidade. Já nas amostras calcinadas, observou-se uma grande diminuição de intensidade dessas bandas e um grande aumento na intensidade das bandas de (PO_4^{3-}), indicando uma maior presença desse grupo funcional.

4. CONCLUSÕES

Por fim, pode-se concluir que os objetivos do trabalho foram atingidos. A partir da metodologia estabelecida, foi possível observar que o extrato de ora-pro-nobis ajudou a estabilizar a fase HA, impedindo a formação da fase β -TCP, e a obter uma hidroxiapatita com alta pureza.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGUILAR, A.E.M; FAGUNDES, A.P; MACUVELE, D.L.P; CESCA, K; PORTO, L; PADOIN, N; SOARES, C; RIELLA, H.G. Green Synthesis of Nano Hydroxyapatite: morphology variation and its effect on cytotoxicity against fibroblast. **Materials Letters**, v.284, 2021.

GARCIA, J.A.A; CORRÊA, R.C.G; BARROS, L; PEREIRA, C; ABREU, R.M.V; ALVES, M.J; CALHELHA, R.C; BRACHT, A; PERALTA, R.M; FERREIRA, I.C.F.R. Phytochemical profile and biological activities of 'Ora-pro-nobis' leaves (*Pereskia aculeata* Miller), an underexploited superfood from the Brazilian Atlantic Forest. **Food Chemistry**, v.294, p.302-308, 2019.

ROSA, A.L; FARIAS, L.R; DIAS, V.P; PACHECO, O.B; MORISSO, F.D.P; JUNIOR, L.F.R; SAGRILLO, M.R; ROSSATO, A; SANTOS, L.L; VOLKMER, T.M. Effect of synthesis temperature on crystallinity, morphology and cell viability of nanostructured hydroxyapatite via wet chemical precipitation method. **International Journal of Advances in Medical Biotechnology**. v.5, n.1, p.29-35, 2022.

GOUVEIA, D.S; BRESSIANI, A.H.A; BRESSIANI, J.C. Efeito do carbonato durante a síntese da hidroxiapatita. In: **CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS**, 17., Foz do Iguaçu, 2006, Anais... 2006. P, 133-143. Disponível em: <http://repositorio.ipen.br/handle/123456789/18481>.

MUNIZ, F.T.L. **Análise da Equação de Scherrer pela teoria dinâmica da difração de raios X aplicada a distribuições de tamanho de cristalitos**. 2017. 100f. Tese (Doutorado em Física) – Centro de Ciências, Universidade Federal do Ceará.

ALORKU, K; MANOJ, M; YUAN, A. A plant-mediated synthesis of nanostructured hydroxyapatite for biomedical applications: a review. **RSC Advances**. v.10, n.67, p.40923-40939, 2020.

CHANDRASEKARAN, A; SURESH, S; DAKSHANAMOORTHY, A. Synthesis and characterization of nano-hydroxyapatite (n-HAP) using the wet chemical technique. **International journal of physical sciences**. v.10, p.1639-1645, 2013.