

Caratterizzazione e bioattività di materiali ibridi TiO₂/PEI sintetizzato attraverso il metodo sol-gel

Michelina Catauro¹, Marika Fiorentino¹, Antonio D'Angelo¹, Ignazio Blanco²

¹Dipartimento di Ingegneria, Università della Campania "Luigi Vanvitelli", Via Roma 29, I-81031 Aversa Italia

²Dipartimento di Ingegneria Civile e Architettura, INSTM UdR, Università di Catania Viale A. Doria 6, 95125 Catania Italia
michelina.catauro@unicampania.it

Keywords: Sol-gel, materiali ibridi, bioattività, polieterimmide, FTIR, AFM, SEM

Introduzione

Sintetizzare nuovi materiali ibridi organo-inorganici è da sempre l'interesse di molti ricercatori in quanto possiedono particolari proprietà che li rendono utili per diverse applicazioni (sensori ottici e chimici, componenti bioattivi nelle protesi, materiali isolanti nei circuiti microelettronici). L'utilizzo del metodo sol-gel rappresenta una tecnica promettente per la produzione di tali materiali. Attraverso questa metodologia, sono stati sintetizzati materiali ibridi utilizzando TiO₂ e polieterimmide (PEI) al 6 e 12% in peso. L'interazione tra la fase organica ed inorganica è stata studiata attraverso la Spettroscopia Infrarossa con Trasformata di Fourier (FTIR), mentre la microstruttura è stata osservata con l'uso del microscopio a scansione elettronica (SEM), il microscopio a forza atomica (AFM) e diffrazione ai raggi X (XRD). Al fine di valutare la bioattività, è stata determinata la capacità di formare idrossiapatite attraverso il saggio di Kokubo[1] ed osservata con il SEM e la spettroscopia a dispersione energetica (EDS).

Materiali e metodi

I materiali ibridi sono stati sintetizzati attraverso la tecnica sol-gel utilizzando come precursori una soluzione di tetrabutoossido di titanio ed una di PEI al 6 e 12 wt% dai quali è stato ottenuto un gel umido. Il gel è stato essiccato sottovuoto ottenendo una polvere. Per lo spettro FTIR, XRD e le immagini AFM è stata utilizzata la polvere tal quale, mentre le immagini al SEM sono state ottenute ricoprendo il campione con un sottile strato di Au. Per lo studio della bioattività, il campione è stato immerso nella soluzione di SBF (Simulated Body Fluid) ed analizzato attraverso il SEM/EDS ad intervalli di tempo regolari.

Risultati e discussione

La formazione del materiale ibrido è stata confermata attraverso gli spettri FTIR riportati in Figura 1 nel quale si osserva l'esistenza di legami ad idrogeno tra i gruppi -OH della matrice inorganica e quelli C=O del polimero organico. Inoltre negli spettri b e c sono presenti delle bande di stretching dei legami C=O (a 1722 cm⁻¹) e C-N (a 1356 cm⁻¹) e di stretching dei legami C-O-C (a 1237-1274 cm⁻¹), che possono essere attribuiti al PEI e che sono assenti nello spettro del TiO₂.

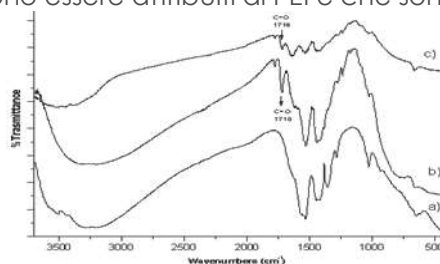


Figura 1. FTIR di TiO₂ (a) e TiO₂/PEI al 6%(b) e12%(c)

La Figura 2 mostra le immagini al SEM del gel TiO_2 (A) e dei materiali TiO_2/PEI 6 wt% (B) e TiO_2/PEI 12 wt% (C). Dalle immagini è evidente una marcata differenza nella morfologia dei due materiali ibridi, che, in aggiunta, come dimostrato dai raggi X, presentano una struttura amorfa.

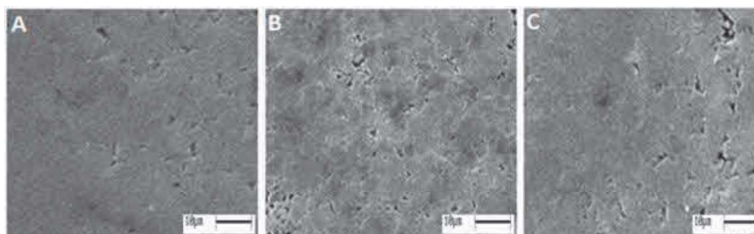


Figura 2. Micrografia SEM del gel TiO_2 (A), TiO_2/PEI al 6 wt% (B) e di TiO_2/PEI al 12 wt% (C)

La fase omogenea del materiale ibrido è stata osservata attraverso l'AFM. La Tabella 1 riporta i valori ottenuti dalle analisi delle immagini AFM. I materiali ibridi presentano una spiccata riduzione della dimensione media del dominio strutturale (36-42 nm) rispetto a quello del materiale inorganico TiO_2 (123 nm) usato come controllo.

	Distanza superficiale	Distanza orizzontale	Distanza verticale	Angolo
TiO_2	123.75 nm	123.05 nm	1.042 nm	0.485°
TiO_2/PEI 6 wt%	32.370 nm	32.227 nm	0.406 nm	0.721°
TiO_2/PEI 12 wt%	47.474 nm	46.875 nm	3.952 nm	4.280°

Tabella 1. Dati ottenuti dalle immagini topografiche dei materiali sintetizzati

Attraverso il test di Kokubo [1] è stata valutata la capacità di formare idrossiapatite, requisito essenziale per valutare la bioattività dei materiali ibridi. La Figura 3 mostra la formazione dei cristalli globulari di idrossiapatite dopo immersione dei gel TiO_2/PEI per 14 giorni in SBF. Dai relativi spettri EDS è emerso un aumento della % atomica di Ca e P in relazione all'aumento della % in peso di PEI.

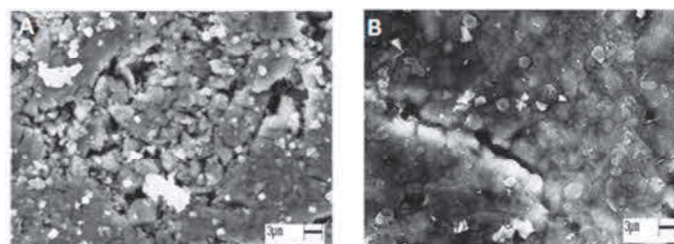


Figura 3. SEM dei gel TiO_2/PEI al 6 wt% (A) e 12 wt% (B) dopo 14 giorni di immersione in SBF

In conclusione è possibile affermare che la tecnica sol-gel è utile nella produzione di materiali ibridi TiO_2/PEI con una struttura amorfa. L'AFM ha dimostrato la formazione di una fase omogenea dei sistemi ibridi, che, in aggiunta, risultano essere bioattivi favorendo la formazione di uno strato di idrossiapatite.

Bibliografia

- [1] Kokubo T., Kushitani G., Sakka S., Kitsugi T., Yamamuro T. Solutions able to reproduce in vivo surface structure changes in bioactive glass-ceramics A-W. J Biomed Mater Res 1990; 24:721-34.