



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE DESENVOLVIMENTO SUSTENTÁVEL DO SEMIÁRIDO
UNIDADE ACADÊMICA DE ENGENHARIA DE BIOTECNOLOGIA E BIOPROCESSOS
CURSO DE ENGENHARIA DE BIOTECNOLOGIA E BIOPROCESSOS**

JOSÉ WILLIAM DE LIMA SOUZA

**ESTUDO INVESTIGATIVO DAS CARACTERÍSTICAS MORFOLÓGICAS E
MECÂNICAS DO POLÍMERO POLI (ÉTER-ÉTER-CETONA)(PEEK), COM
A PROPOSIÇÃO DE APLICAÇÃO NA SUBSTITUIÇÃO TOTAL DE
CORPOS VERTEBRAIS DA COLUNA.**

**SUMÉ - PB
2016**

JOSÉ WILLIAM DE LIMA SOUZA

ESTUDO INVESTIGATIVO DAS CARACTERÍSTICAS MORFOLÓGICAS E MECÂNICAS DO POLÍMERO POLI (ÉTER-ÉTER-CETONA)(PEEK), COM A PROPOSIÇÃO DE APLICAÇÃO NA SUBSTITUIÇÃO TOTAL DE CORPOS VERTEBRAIS DA COLUNA.

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia de Biotecnologia e Bioprocessos do Centro de Desenvolvimento Sustentável do Semiárido da Universidade Federal de Campina Grande, como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Biotecnologia e Bioprocessos.

Orientadora: Dr^a Glauciane Danusa Coelho
Co-Orientadora: Msc. Cristiane Agra Pimentel

SUMÉ - PB

2016

S729e Souza, José William de Lima.

Estudo investigativo das características morfológicas e mecânicas do polímero *Poli(éter-éter-cetona)(peek)*, com a proposição de aplicação na substituição total de corpos vertebrais da coluna. / José William de Lima Souza. Sumé - PB: [s.n], 201..

76 f.

Orientadora: Professora Dra. Glauciane Danusa Coelho.

Monografia - Universidade Federal de Campina Grande; Centro de Desenvolvimento Sustentável do Semiárido; Curso Superior de Tecnologia em Agroecologia.

1. Polímeros. 2. Biomateriais. 3. Prótese para coluna. I. Título.

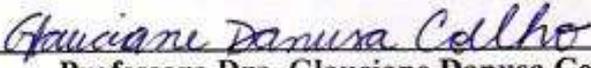
CDU: 678.7(043.1)

JOSÉ WILLIAM DE LIMA SOUZA

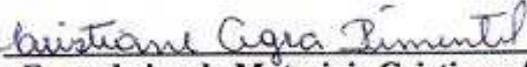
ESTUDO INVESTIGATIVO DAS CARACTERÍSTICAS MORFOLÓGICAS E MECÂNICAS DO POLÍMERO POLI (ÉTER-ÉTER-CETONA)(PEEK), COM A PROPOSIÇÃO DE APLICAÇÃO NA SUBSTITUIÇÃO TOTAL DE CORPOS VERTEBRAIS DA COLUNA.

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia de Biotecnologia e Bioprocessos do Centro de Desenvolvimento Sustentável do Semiárido da Universidade Federal de Campina Grande, como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Biotecnologia e Bioprocessos.

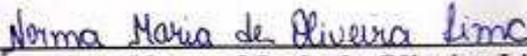
BANCA EXAMINADORA:



Professora Dra. Glauçiane Danusa Coelho.
Orientadora – UAEB/CDSA/UFCG



Engenheira de Materiais Cristiane Agra Pimentel.
Examinadora I - Doutoranda em Engenharia de Materias UFCG



Dra. Norma Maria de Oliveira Lima.
Examinadora II – UAEB/CDSA/UFCG

Trabalho aprovado em: 17 de outubro de 2016.

SUMÉ - PB

Dedico este trabalho como homenagem póstuma ao meu amado pai, Josinaldo Pedro de Souza, que de forma tão rápida e inesperada foi levado do nosso convívio familiar para a vida eterna! Saudades Eternas...

AGRADECIMENTOS

Agradecer de maneira incalculável, a Deus, pois sem ele não somos nada e não chegamos a lugar nenhum.

A todos os meus familiares, em especial, aos meus amados pais: Maria Aparecida de Lima Souza e Josinaldo Pedro de Souza, pela persistência e esforço incondicional para me proporcionar uma melhor educação e para formar meu caráter fundamentado em valores e princípios éticos.

Aos meus queridos irmãos Verônica, Marta, Sergio e Gabriel, e a minha amável esposa Carol, a vocês agradeço pelos conselhos e motivações rotineiras.

Ao Centro de Desenvolvimento Sustentável do Semiárido – UFCG, e a todos os profissionais que fazem parte dele, os meus sinceros votos de gratidão, pelos ensinamentos e contribuições acadêmicas.

A minha orientadora a professora Dr^a Glauciane Danusa Coelho, pelos direcionamentos e orientações, de maneira dedicada e eficiente.

Aos meus amigos e principais parceiros nessa caminhada acadêmica membros do grupo “4 mosqueteiros”, Daniel, Sendy e João, meus votos sinceros de agradecimento e de amizade verdadeira.

A todos os colegas de curso do período 2011.1, pelo companheirismo e convivência harmoniosa nesses cinco anos.

Ao pessoal da “república Parari” os quais compartilhei moradia durante todo esse período acadêmico.

A cidade de Sumé-PB pela hospitalidade e pela cordialidade da população na acolhida dos universitários.

Ao Professor Marcus Vinicius e toda a equipe do Laboratório de Desenvolvimento e Avaliação de Biomateriais do Nordeste (CERTBIO), pelo excelente ambiente disponibilizado, pelo convívio incrível e pelos conhecimentos passados.

A minha Co-Orientadora, a Doutoranda do CERTBIO Cristiane Agra Pimentel, os meus profundos agradecimentos pelo acolhimento da ideia de realizar essa pesquisa e de maneira tão atenciosa me orientar nesse trabalho.

Aos estudantes de mestrado no CERTBIO, Valéria, Flávia, Mayelli e Kleilton, pela contribuição e disponibilidade de informações referentes a essa pesquisa.

Enfim, a todos, que de maneira direta ou indireta contribuíram positivamente, pessoal ou academicamente, meus extensos e sinceros agradecimentos.

MINUTOS DE SABEDORIA, p. 113

Não desanime!
Aprenda a começar e a recomeçar.
Não se deixe arrastar pela indiferença: se caiu,
levante-se e recomece.
Se errou, erga-se e recomece.
Se não consegue dominar-se, fime sua vontade
e recomece.
Não desanime jamais!
Talvez chegue ao fim da luta cheio de
cicatrices, mas estas se transformarão em
luzes, diante do pai todo-compassivo.

Carlos T. Pastorino

RESUMO

A crescente busca por biomateriais cada vez mais eficientes, para composição de implantes ou próteses levou a um aumento no número de pesquisas, referentes ao desenvolvimento desses com um tempo de vida útil mais prolongado, porém, sem que sejam perdidos seus principais requisitos que são a biofuncionalidade e a biocompatibilidade. Com isso, o poli (éter-éter-cetona) (PEEK) surge como um candidato líder em biomateriais para composição de implantes por apresentar uma excelente combinação de características como resistência mecânica, durabilidade, rigidez e resistência química. Além disso, ele pode ser utilizado em combinação com outros componentes, formando-se assim um material compósito, que são os tipos de materiais mais promissores atualmente para aplicações em biomateriais. Nesse tocante, o principal objetivo desse trabalho é, avaliar a influência da variação de parâmetros do processamento, nas propriedades do material composto por PEEK e Cloreto de Sódio (NaCl) e, por meio de caracterizações, determinar sua viabilidade de aplicação como biomaterial. Para essa investigação foram processadas amostras através de um planejamento experimental 2³, onde essas amostras, referidas no texto como os corpos de prova para as caracterizações posteriores, passaram pela variação de parâmetros como, da Carga (Ton.) de compactação, da Temperatura (°C) de fusão do material, e do Tempo (min) de processamento. Os resultados da caracterização do material em estudo quanto as propriedades morfológicas e mecânicas demonstraram que o material apresentou ótimas qualidades físico-químicas através da análises de FTIR, MO e MEV e também uma ótima resistência nos testes de compressão mecânica aos quais foi submetido. De maneira que, o material mostrou-se promissor para a aplicação sugerida de substituição de vértebras da coluna quando comparado com testes mecânicos realizados in vitro com amostras coletadas de indivíduos cadavéricos. Portanto, conclui-se que o material possui excelentes propriedades de resistência mecânica e morfológica viabilizando-o possivelmente para a aplicação desejada, no entanto, este deve ser submetido a análises posteriores para que seja realmente enquadrado como um biomaterial para composição de implantes para substituição de vértebras da coluna humana.

Palavras-Chave: Biomateriais. Modificação estrutural. Caracterizações.

ABSTRACT

The growing demand for biomaterials more efficient for composite implants or prostheses led to an increase in research concerning the development of these with a lifetime longer, however, without their main requirements are lost that are biofunctionality and biocompatibility. Thus, the poly (ether - ether - ketone) (PEEK) emerges as a candidate leader in biomaterials for implants composition to present an excellent combination of characteristics such as strength, durability, rigidity and chemical resistance. Furthermore, it can be used in combination with other components, thus forming a composite material themselves, which are the most promising types of materials currently applicability to biomaterials. In this regard, the main objective of this study is to evaluate the influence of the variation of processing parameters, the properties of the composite material PEEK and Sodium chloride (NaCl) and through characterizations, determine its application viability as a biomaterial. for this research samples were processed through an experimental design 23 where the samples referred to in the text as the samples for subsequent characterizations, passed by varying parameters such as, Load (Ton.) of compaction, temperature (° C) melting the material and the time (min) processing. the results of the characterization of the test material as the morphological and mechanical properties showed that the material had excellent physico-chemical qualities by analysis FTIR, OM and SEM and also a great resistance to mechanical compression tests to which it was submitted. so that the material showed promise for the suggested application of the vertebrae replacement when compared to mechanical tests in vitro samples collected from cadaveric individuals. Therefore, it is concluded that the material has excellent properties of mechanical and morphological resistance enabling it possibly to the desired application, however, it must be subjected to further analysis to be actually framed as a biomaterial for implants composition for replacing vertebrae of the human spine.

Keywords: Biomaterials. Structural Modification. Characterizations.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Implantes metálicos para diversas aplicações clínicas como biomateriais. (Página 21)

Figura 2 – (a) Material cerâmico com propriedades porogênicas para aplicação em odontologia. (b) Preenchimento de crânio com biomaterial cerâmico. (Página 22).

Figura 3 – (a) Espaçador entre vertebrae da coluna composto de polímero PEEK; (b) Implante para joelhos composto por Polietileno de Ultra Elevado Peso Molecular (UHMW). (Página 23).

Figura 4 – Biomaterial compósito, de metal com revestimento cerâmico, para implante de fixação femoral. (Página 25).

Figura 5 – (a) Conformação da cadeia do polímero PEEK; (b) Célula unitária ortorrômbica da estrutura cristalina do PEEK. (Página 27).

Figura 6 – Amostra da mistura de PEEK/NaCl transferida para um tubo do tipo Falcon. (Página 33).

Figura 7 – Ilustração da prensa hidráulica utilizada no processo de compactação; (b) Molde de metal utilizado no processamento dos corpos de prova. (Página 23).

Figura 8 – Ilustração do equipamento Mufla utilizado no processamento dos corpos de prova para a fusão do material. (Página 34).

Figura 9 – Imagens de Microscopia Ótica (MO), com aumentos de 60x e 350x, da superfície da amostra 5. (Página 43).

Figura 10 – Imagens capturadas por MO, com aumentos de 40x e 60x, da transversal da amostra 5. (Página 44).

Figura 11 – Ilustrações das imagens feitas por MO, com aumentos de 60x e 350x, da superfície da amostra 8. (Página 45).

Figura 12 – Ilustrações das imagens feitas por MO, com ampliação de 40x e 60x, da transversal da amostra 8. (Página 46).

Figura 13 – Imagens de MO, com ampliação máxima de 60x e 350x, da superfície da amostra 10. (Página 47).

Figura 14 – Imagens de MO, com ampliação máxima de 40x e 60x, da transversal da amostra 10. (Página 48).

Figura 15 – Imagens referentes a MO, com aumentos de 60x e 350x, da superfície da amostra 11. (Página 49).

Figura 16 – Imagens ilustrativas capturadas por MO, com ampliação de 40x e 60x, da transversal da amostra 11. (Página 50).

Figura 17 – Imagens capturadas por MO, com aumentos de 60x e 350x, da superfície da amostra 20. (Página 51).

Figura 18 – Imagens ilustrativas obtidas por MO, com aumentos de 40x e 60x, da transversal da amostra 20. (Página 52).

Figura 19 – Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) da amostra 5: (a) com ampliação de 500x e (b) com ampliação de 1000x. (Página 53).

Figura 20 – Imagens de MEV da amostra 8: (a) com aumentos de 500x e (b) com aumentos de 1000x. (Página 54).

Figura 21 – Imagens ilustrativas capturadas por MEV da amostra 10: (a) com ampliação de 500x e (b) com ampliação de 1000x. (Página 55).

Figura 22– Imagens ilustrativas capturadas por MEV da amostra 11: (a) com ampliação de 500x e (b) com ampliação de 1000x. (Página 55).

Figura 23 – Imagens de MEV da amostra 20: (a) com aumentos de 500x e (b) com aumentos de 1000x. (Página 56).

Figura 24 – Representa a ilustração dos 11 corpos de prova após os testes de fadiga, demonstrando que em nenhum dos corpos de provas houve rompimento ou trincas aparentes. (Página 64).

Figura 25 – (a) Representação simulativa da estrutura do osso trabecular, com corte transversal, de uma vertebra da coluna. (b) Imagem do osso da coluna humana, utilizada para medição do diâmetro médio dos poros. (Página 66).

Gráfico 1 – Representação gráfica dos resultados da Análise Infravermelha com Transformada de Fourier (FTIR), das amostras de PEEK/NaCl. (Página 40).

Gráfico 2 – Picos característicos de FTIR para especificação padrão do polímero poli(eter-eter-cetona) (PEEK) para implante cirúrgico através da Norma ASTM F2026 – 16. (Página 41).

Gráfico 3 – Representação gráfica da carga aplicada *versus* a extensão compressiva do material. (Página 57).

Gráfico 4 – Ilustração gráfica dos dados referentes a deformação compressiva em porcentagem *versus* os dados da resistência ao esforço à compressiva, dos corpos de provas de PEEK/NaCl. (Página 58).

Gráfico 5 – (a) Diagrama de Pareto dos efeitos calculados para o modelo experimental; (b) Representação do ajustamento para os valores observados em relação aos valores pressupostos para o experimento. (Página 61).

Gráfico 6 – Superfície de resposta com os valores dos parâmetros Temperatura e Tempo em relação ao rendimento: (a) para os corpos de prova que receberam processamento em 5 toneladas; (b) corpos de prova processados em 7 toneladas de carga e (c) os corpos de prova que foram processados em 9 toneladas de carga. (Página 62).

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Representação dos parâmetros e valores usados nos ensaios realizados em duplicata para um planejamento experimental 2^3 com três pontos centrais. (Página 35).

Tabela 2 – Variação dos níveis nos parâmetros de processamento adotados como principais fatores de influência no rendimento esperado. (Página 35).

Tabela 3 – Representação das bandas e grupamentos químicos específicos para o PEEK. (Página 41).

Tabela 4 – Resultados referentes a caracterização dos corpos de prova de PEEK/NaCl por ensaio mecânico de compressão estática. (Página 57).

Tabela 5 – Matriz dos cofatores, com o rendimento apresentado pelos corpos de provas no ensaio de compressão estática. (Página 59).

Tabela 6 – Análise dos dados para os fatores em separado e da interação entre eles, em relação ao rendimento, apresentando seus efeitos. (Página 60).

Tabela 7 – Dados do método utilizado para realização do ensaio de compressão a fadiga dinâmica nos corpos de prova de PEEK/NaCl. (Página 63).

Tabela 8 – Medição do diâmetro em um poro, de uma única imagem de MEV para cada amostra. (Página 65).

Tabela 9 – Medição do diâmetro de vários poros da imagem, descrita pela Figura 24. (Página 66).

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANOVA – Análise de Variância

ASTM – American Society for Testing and Materials

CERTBIO – Laboratório de Desenvolvimento e Análises de Biomateriais do Nordeste

FTIR – Infravermelho com Transformada de Fourier

INMETRO - Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

MO – Microscopia Ótica

NaCl – Cloreto de Sódio

NBR – Norma Brasileira

PAEK – Poly(Aryl-Ether-Ketone)

PEEK – Poly (Ether –Ether- Ketone)

UFMG – Universidade Federal de Campina Grande

UHMWPE – Polietileno de ultra-elevado Peso Molecular

Å – Ångström

°C – Graus Celsius

cm⁻¹ – Centímetros elevado a menos um

Hz – Hertz

KN – QuiloNewton

Min – Minutos

mm – Milímetros

Mpa – MegaPascal

N – Newton

Nº – Número

Ton. – Toneladas

% - Porcentagem

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
2	OBJETIVOS	16
2.1	OBJETIVO GERAL	16
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	16
3	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	17
3.1	BIOMATERIAIS	17
3.2	TIPOS DE BIOMATERIAIS	20
3.2.1	Metálicos.....	20
3.2.2	Cerâmicos	21
3.2.3	Poliméricos	23
3.2.4	Compósitos	24
3.3	POLÍMERO POLI (ÉTER-ÉTER-CETONA), PEEK.....	26
3.3.1	Características.....	26
3.3.2	Estrutura	27
3.3.3	Propriedades.....	28
3.3.4	Processamento	30
3.4	APLICAÇÕES DO PEEK COMO BIOMATERIAL	31
4	METODOLOGIA	32
4.1	MATERIA- PRIMA.....	32
4.2	PROCESSAMENTO.....	32
4.2.1	Medição gravimétrica das amostras	32
4.2.2	Produção dos Corpos de Prova	33
4.2.3	Processo de Fusão do PEEK	34
4.3	CARACTERIZAÇÕES	36
4.3.1	QUANTO À MATÉRIA-PRIMA	36
4.3.2	QUANTO À MORFOLOGIA.....	36
4.3.3	Ensaio mecânicos	37
5	RESULTADOS	39
5.1	CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA.....	39
5.1.1	Infravermelho com Transformada de Fourier	39
5.1.2	Microscopia Ótica (MO)	42

5.1.3 Microscopia eletrônica de Varredura (MEV)	53
5.2 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA	56
5.2.1 Compressão Estática	56
5.2.2 Compressão/Fadiga Dinâmica	63
6 CONCLUSÕES	69
7 REFERÊNCIAS	71

1 INTRODUÇÃO

A crescente busca por biomateriais cada vez mais eficientes, para composição de implantes ou próteses levou a um aumento no número de pesquisas, referentes ao desenvolvimento desses com um tempo de vida útil mais prolongado, porém, sem que sejam perdidos seus principais requisitos que são a biofuncionalidade e a biocompatibilidade.

As próteses ou implantes que são mais utilizados atualmente, para tratamentos traumatológicos ou ortopédicos, são as compostas por ligas metálicas. Esses materiais são utilizados pelo fato de serem resistentes mecanicamente, no entanto, tais implantes compostos por esses materiais apresentam falhas com relação, à absorção do impacto pelo osso quando submetido a uma carga dentro do organismo e a dificuldade de promover a integração óssea do implante, assim como, problemas relacionados à citotoxicidade celular quando esses implantes começam a se deteriorar e se dissolver no ambiente celular no qual está inserido.

Dessa forma, os polímeros surgem como materiais inovadores para compor a estrutura de implantes aplicados em cartilagens ósseas, por apresentarem-se como alternativas para os problemas encontrados nos materiais que compõem os implantes existentes no mercado atualmente. Os polímeros mais investigados em pesquisas recentes para compor biomateriais são o poliuretano, o polietileno de ultra elevado peso molecular (UHMWPE) e o Poli(éter-éter-cetona) (PEEK).

O PEEK é um candidato líder em biomateriais para composição de implantes por apresentar uma excelente combinação de características como resistência mecânica, durabilidade, rigidez e resistência química. Esse polímero pode ser utilizado em combinação com outros componentes, formando-se assim um material compósito, que são os tipos de materiais mais promissores atualmente para aplicabilidades em biomateriais. Por isso, a uma crescente busca em modificar as propriedades e características do PEEK para mimetizar a composição óssea, portanto, tem-se dado ênfase para utilizá-lo em mistura com outras substâncias como a hidroxiapatita e o carbonato de cálcio, assim como, a utilização de componentes que modelem a estrutura física desse polímero para se assemelhar com as cavidades do osso, como as partículas de Sal (NaCl).

Para isso, com a utilização da moldagem por compactação, tem-se buscado moldar corpos de prova de PEEK estruturados com Sal (NaCl), para que tenha-se um material polimérico com semelhanças estruturais ao tecido ósseo. Com intuito de melhorias na biocompatibilidade, aderência ao tecido cartilaginoso, resistência e flexibilidade, de um

possível implante produzido com essas composições. De maneira que, facilite e favoreça a adaptação desse implante no meio celular, diminuindo dessa forma o percentual de chances de rejeição.

Sendo assim, justifica-se que o foco principal desse estudo, é que este material compósito proposto, após as devidas caracterizações de viabilidade, possa apresentar perspectivas para sua utilização na fabricação de implantes para substituição óssea do corpo vertebral da coluna, melhorando a qualidade de vida de milhares de pessoas, com traumatologia na coluna.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

- Avaliar a influência da variação de parâmetros do processamento, nas propriedades do material composto por PEEK (poli(éter-éter-cetona) e NaCl(sal) e, por meio de caracterizações, determinar sua viabilidade de aplicação como biomaterial.

2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Produzir os corpos de provas de PEEK com uma composição estrutural de Sal (NaCl), para que esse material fique estruturado com cavidades que mimetizem a composição óssea;
- Analisar através dos dados de planejamento fatorial a interferência das variáveis no rendimento das propriedades do material;
- Caracterizar a viabilidade de aplicação do PEEK na substituição do corpo vertebral da coluna.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 BIOMATERIAIS

Embora em termos científicos o campo dos biomateriais tenha tomado forma nas últimas décadas, a utilização de materiais para o tratamento da saúde é bastante antiga (RATNER *et al.*, 2004). Os biomateriais tiveram origem há milhares de anos, como foi comprovado pelos arqueólogos, ao descobrirem que implantes dentários de metal haviam sido usados em 200 d.C. Alguns biomateriais implantáveis nessa era eram feitos de matéria vinda da natureza, como: madeira, zinco, ouro, ferro (TEMENOFF; MIKOS, 2008).

Registros escritos de povos antigos como os Assírios, Egípcios, Gregos e Maias mostram a preocupação com a reconstrução estética e funcional dos órgãos e tecidos mutilados. Surgiu, também, a ideia de combinar partes de diferentes espécies, que hoje denominamos xenotransplante (células ou órgãos de animais implantados em humanos). Em 1682, um físico russo recompôs a calota craniana de um nobre usando osso de cachorro (DIAS, 2006).

Contudo, mesmo com esses avanços relacionados aos biomateriais na antiguidade, muitas vezes, encontravam-se problemas sem soluções aparentes para a época. De acordo com as ideias de Borelli (2011, p. 31), que relata que:

Durante séculos, entretanto, quando um tecido ou órgão sofria uma doença ou enfermidade de certa gravidade, médicos e cirurgiões dispunham de muito poucas alternativas e frequentemente se encontravam com a necessidade de amputação de um membro ou a extirpação do tecido ou órgão doente.

De tal forma, que de acordo com Ratner *et al.* (2004), o desenvolvimento dos biomateriais no século XX aparece como resposta à necessidade de oferecer tratamentos paliativos a um bom número de condições clínicas graves relacionadas a acidentes e desastres ocorridos nas grandes guerras mundiais, principalmente na segunda guerra mundial. De forma geral foram desenvolvidas alternativas que com o tempo progrediram mediante uma adequada seleção de materiais e metodologias (MONTEIRO; ROMÁN, 2004).

A ciência dos biomateriais como é reconhecida atualmente ganhou força no Simpósio de Biomateriais da Universidade de Clemson no final da década de 1960. O sucesso científico deste Simpósio e as idéias inovadoras destas reuniões levaram à formação da “Society of Biomaterials” em 1975 e refletiu no fortalecimento das ciências de Biomateriais (RATNER *et al.*, 2004). Por isso, segundo Borelli (2011, p. 33), “a ciência de biomateriais é responsável

por grande parte das inovações tecnológicas presentes nas áreas biomédicas e biotecnológicas para aplicações em saúde”.

Neste contexto, a utilização de biomateriais na substituição de tecido danificado revelou-se uma das soluções mais promissoras na prática clínica. O crescente desenvolvimento tecnológico levou a muitos avanços ao nível da medicina, permitindo uma melhoria da qualidade de vida da população, com um consequente aumento da esperança média de vida (EISENBARTH, 2007).

Com toda essa evolução inovadora ocorrida ao longo da história, os biomateriais vêm sendo alvo de inúmeras pesquisas com vistas a um futuro promissor, no que diz respeito ao uso destes em melhorias clínica considerável e revolucionária, para Brasil e o mundo. Nesse aspecto, segundo Borelli (2011, p. 27) fica evidenciado que:

No Brasil, na década de 90, a área de desenvolvimento em biomateriais tornou-se relevante nas atividades de pesquisa científica e tecnológica. Nos últimos cinco anos esta área foi determinante para novas iniciativas no ensino de graduação e pós-graduação, prioridade nas políticas de desenvolvimento em todas as esferas de governo, assim como protagonista na inovação tecnológica industrial nacional e internacional.

Neste contexto não é de estranhar que os biomateriais ortopédicos representassem já em 2002, US \$ 14 bilhões e a sua taxa de crescimento ronde os 7% a 9% ao ano. Assim, a última década (2000-2010) foi declarada pela Organização Mundial de Saúde (OMS) como a década dos ossos e articulações.

Com toda essa impulsão no processo evolutivo de obtenção de biomateriais cada vez mais inovadores em termos de aplicabilidades, foram adotadas definições apropriadas para a ciência dos biomateriais.

Na definição de Park (1979), biomaterial é todo material que entra em contato com fluídos corporais, de modo contínuo ou intermitente, mesmo que esteja localizado fora do corpo. No entanto, em 1982, a NIH Consensus Development Conference (Conferência do Instituto Nacional de Saúde para Desenvolvimento de Consenso) definiu como biomaterial (SIMÕES, 2007), do ponto de vista de Williams (1987): ‘qualquer substância, ou combinação de substâncias, que não uma droga, de origem sintética ou natural, que possa ser usada por um período de tempo não determinado, completa ou como parte de um sistema que trate, aumente ou substitua qualquer tecido, órgão ou função do corpo’.

De maneira, que fica explicitado, segundo Fook (2005, p. 27), que “o desenvolvimento dos biomateriais foi originalmente para aplicações clínicas, motivado por trauma, cirurgias ou desgaste com o propósito de auxiliar ou restaurar funções do corpo humano”. Portanto, pode-

se dizer que “de forma direta, podemos enfatizar que a interação entre materiais sintéticos e o meio biológico compreende o campo de estudo e aplicação da ciência dos biomateriais.” (FOOK, 2005, p. 27).

No entanto, nem sempre um material é encontrado ou sintetizado com vistas a aplicações em biomateriais, muitas vezes, através da percepção sobre as propriedades de algum tipo de material aplicado em qualquer outra área, observa-se uma funcionalidade deste, de que após as caracterizações comprobatórias de sua eficácia, esse material possa vir a ser utilizado como biomaterial em atuação na medicina. De acordo com Fook (2005, p. 29), pondera-se que:

Devemos destacar que muitos dos materiais utilizados para aplicação biológica foram desenvolvidos para outra aplicação e, posteriormente, foram aplicados como biomaterial. A Ciência dos Biomateriais tem alcançado significativos avanços e, devido ao seu caráter interdisciplinar, apresenta uma tendência de que os grupos de pesquisa sejam formados de pesquisadores de diversas especialidades.

Portanto, fica claro que, “ao longo dos tempos, devido à exigência de procedimentos, diferentes materiais têm sido aplicados nos componentes das próteses ou implantes” (ADRIÃO, 2011, p. 3). Por conseguinte, ainda segundo Adrião (2011, p. 4), entende-se que:

Com os biomateriais é possível confeccionar implantes, dispositivos estes que vão ser colocados em contato direto com o organismo, visando cumprir ou auxiliar na realização de determinadas funções, total ou parcialmente perdidas, na maioria dos sistemas do corpo humano (esquelético, circulatório, nervoso, entre outros).

Com isso, os biomateriais podem ser de natureza metálica, cerâmica, polimérica, ou tratar-se de compósitos de diferentes composições, eles devem possuir uma série de propriedades específicas (BLACK; HASTINGS, 1998). E estes devem apresentar requisitos que os viabilizem para aplicações em áreas médicas que são, segundo Resende (2014, p. 17), “biocompatibilidade, facilidade de obtenção, elevada variedade de materiais disponíveis, a densidade dos materiais usados é próxima da dos meios biológicos e a esterilidade”.

Para tanto, esses biomateriais possuem diversas aplicações, atualmente, em tratamentos clínicos, são elas: “implantes dentários, de articulações e do joelho, parafusos ortopédicos, válvulas cardíacas, lentes de contato, aparelhos intra-uterinos, fios de sutura, enchimentos para cirurgia plástica, entre outras.” (RESENDE, 2014, p. 18).

Contudo, devem-se existir, princípios norteadores que tangem a regulamentação de dispositivos médicos e biomateriais, para qualquer país, incluem a adoção de um sistema de qualidade para a fabricação, e a aplicação de padrões técnicos de segurança e eficácia

baseados em uma abordagem harmonizada mediante o emprego de normas e práticas técnicas aceitas internacionalmente (OPAS, 2000).

3.2 TIPOS DE BIOMATERIAIS

3.2.1 Metálicos

Os primeiros biomateriais metálicos utilizados para ajudar a reparação óssea surgiram em meados do século XX e foram o aço inoxidável e as ligas de cobalto e cromo (CHARNLEY, 1960). Os biomateriais metálicos estão entre os mais usados, sendo caracterizados pelo tipo de ligação metálica, como por exemplo, aço inoxidável, ligas metálicas de cobalto, cromo e molibdênio e ligas de titânio e as amálgamas (ACCIARI; CODARO; GUASTALDI, 2010).

Atualmente o aço inoxidável é o mais utilizado nas fixações internas. Para além da sua elevada resistência à corrosão *in vivo* também apresentam boa resistência mecânica e à fadiga, bem como, baixo custo e facilidade de fabricação (OLIVEIRA *et al.*, 2010 ; DISEGI;ESCHBACH, 2000). Contudo, estes biomateriais apresentam o risco de se poder degradar e libertar íons agressivos para os tecidos envolventes ou acumular-se em órgãos específicos (GALANTE *et al.*, 1991).

O titânio, na forma pura ou em ligas é uma boa opção, comparativamente aos materiais de aço inoxidável e às ligas de cromo-cobalto (THERIN; MEUNIER; CHRISTEL, 1991). Os biomateriais compostos por ligas de titânio satisfazem as exigências de resistência à corrosão. No entanto, estes têm um custo mais elevado e as suas características mecânicas são muito diferentes das do osso (MARINHEIRO, 2002).

Os dispositivos compostos por materiais metálicos mais utilizados são placas ósseas, parafusos, articulações de quadril, joelho, cotovelo, ombros e união de tendões e ligamentos. Esses implantes estão expostos às características bioquímicas e dinâmicas do corpo humano e seu projeto é determinado pela anatomia e pelas condições fisiológicas desse ambiente (MUDALI *et al.*, 2003).

Figura 1 – Implantes metálicos para diversas aplicações clínicas como biomateriais.



Fonte: http://www.unicamp.br/unicamp/unicamp_hoje/ju/maio2008/fotosju396-online/7.jpg

Quando os biomateriais metálicos são implantados no organismo, deve-se ter sempre em conta o risco de corrosão e toxicidade. As reações envolvidas nos processos de corrosão dos implantes e próteses metálicas são reações de oxidação-redução, que podem levar à dissolução dos metais (BARRERE *et al.*, 2008 ; KARAGEORGIU;KAPLAN, 2005). O resultado da utilização de implantes metálicos não é satisfatório, devido à ocorrência de falhas quando da sua aplicação. Para tentar combater essas falhas tem sido efetuadas pesquisas com o objetivo de melhorar estes materiais de forma a favorecer a sua interação com o organismo humano (KANEKO *et al.*, 2001).

3.2.2 Cerâmicos

A década de 1970 marcou o início do uso mais intenso de materiais cerâmicos com propriedades que possibilitam a sua classificação como biocerâmicas. A primeira biocerâmica com uso muito difundido neste período foi a alumina densa (KAWACHI *et al.*, 2000).

Nos últimos anos, fizeram-se grandes progressos no que concerne aos biomateriais cerâmicos, tornando-se o termo “cerâmico” muito amplo. Estruturalmente estes são classificados em sólidos cristalinos, sólidos amorfos como vidros e sólidos amorfos com núcleos de cristalização no caso das vitro-cerâmicas (CALLISTER JR; SOARES, 2008 ; KAMACHIMUDALI; SRIDHAR; RAJ, 2003).

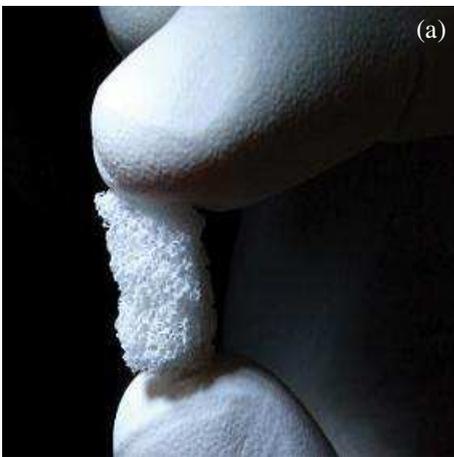
Segundo Fook (2005, p. 50) “a palavra cerâmica é derivada do grego *keramos* que significa ‘material queimado’, esta condição resulta em materiais sólidos com propriedades características de dureza, durabilidade e resistência química.” De forma que esses materiais,

segundo o mesmo autor, ainda “possuem alto ponto de fusão e baixa condutividade elétrica. Estas características são decorrentes da natureza da ligação química e da estrutura cristalina”.

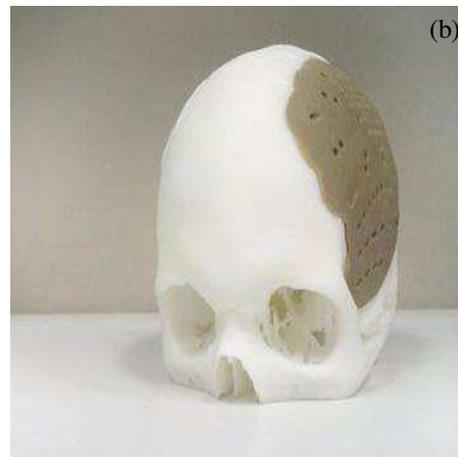
Os biomateriais cerâmicos tem vindo a ser muito utilizados nos últimos anos, pois estes tem a capacidade de serem reabsorvidos, substituindo assim o tecido ósseo normal (HENCH, *et al.*, 1993). As cerâmicas podem ser sintéticas ou naturais e possuem diversas vantagens, como biomateriais, na substituição do tecido ósseo. Deve-se realçar a sua semelhança estrutural à do componente inorgânico do osso, serem biocompatíveis, osteocondutivas e como não apresentam proteínas na sua composição proporcionam ausência de resposta imunológica. Apresentam uma degradação bastante demorada *in vivo* permitindo, assim, a remodelação óssea no lugar do implante (ABUKAWA, 2006).

Os vidros bioativos e os vidros cerâmicos tem sido utilizados no preenchimento de defeitos ósseos; na prevenção da reabsorção alveolar pós-extração dentária (Figura 2a); no revestimento de implantes metálicos (figura 2b), melhorando as suas propriedades mecânicas e a regeneração óssea; na substituição de vértebras, de osso ilíaco e na libertação de fármacos (DOMINGUES; CORTÉS, 2004).

Figura 2 – (a) Material cerâmico com propriedades porogênicas para aplicação em odontologia. (b) Preenchimento de crânio com biomaterial cerâmico.



Fonte: Fórum FAPEMA. <http://www.fapema.br/>



Fonte: http://biofabris.com.br/pt/wp-content/uploads/2014/01/protese_3d.jpg

Contudo existem algumas dificuldades no desenvolvimento desses materiais, relacionadas com a manutenção da resistência e da estabilidade da interface durante o período de degradação e reconstrução do tecido hospedeiro, assim como o controle das taxas de absorção com as taxas de crescimento do tecido (HENCH *et al.*, 1993).

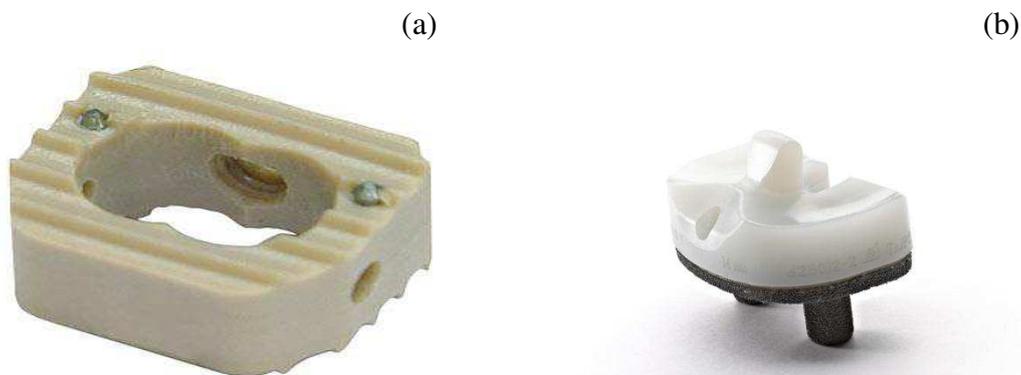
3.2.3 Poliméricos

Os polímeros são macromoléculas constituídas por unidades de repetição chamadas de meros. A origem deste material deriva do grego poli, que significa “muitos”, adicionado ao sufixo mero, que significa “parte” (LUCAS; SOARES; MONTEIRO, 2001).

Entre 1930 e 1950, surgiu a maioria dos polímeros e, desde então, o desenvolvimento desses materiais não parou mais (Padilha, 1997). De acordo com, Fook (2005, p. 39), “os avanços tecnológicos possibilitaram o uso sistemático dos polímeros a partir de 1960”.

Adequada resistência e dureza, biocompatibilidade e estabilidade a longo prazo, constituem aspectos importantes dos polímeros e que tem tornado seu uso cada vez mais amplo (FOOK, 2005). Portanto, existem vários fatores que podem influenciar as propriedades químicas dos polímeros, tais como a composição química, a estrutura e o peso molecular (LANGER; PEPPAS, 2003).

Figura 3 – (a) Espaçador composto de polímero PEEK, para aplicação entre vertebrae da coluna; (b) Implante composto por Polietileno de Ultra Elevado Peso Molecular (UHMWPE), para aplicação em cirurgias em joelhos.



Fonte: <http://www.interhospitalar.com.br/PEEK.php>

Fonte: <http://www.ppdgroup.com/wp-content/uploads/2013/05/setp-24-671872.jpg>

Os biomateriais poliméricos podem ser classificados em plásticos (termoplásticos e termoendurecíveis), elastômeros e biodegradáveis, que podem ter origem sintética ou natural (NAVARRO *et al.*, 2008, KARAGEORGIU; KAPLAN, 2005, KIM *et al.*, 2000). Ambos, polímeros naturais e sintéticos, têm sido utilizados pela engenharia tecidual para desenvolvimento de moldes (“scaffolds”) tridimensionais para confecção de cartilagens, ligamentos, meniscos e discos intervertebrais, particularmente os polímeros sintéticos biodegradáveis (NAVARRO, 2008).

Um dos polímeros naturais que vêm sendo utilizados como scaffold no sistema celular é o colágeno. Ele possui propriedades mecânicas e estruturais não inerentes e, portanto, modificações relacionadas à sua engenharia podem ser úteis para fornecer um polímero mais rígido que irá auxiliar na transmissão de força para os ossos durante a fase de regeneração.

O polímero sintético, poli-éter-éter-cetona (PEEK), tem vindo a ser bastante utilizado como biomaterial atualmente, ele é um termoplástico que após décadas de desenvolvimento nessa área, tem sido utilizado em implantes ortopédicos e para coluna vertebral (KURTZ, 2012). “Devido ao objetivo de tornar o biomaterial mais próximo à rigidez encontrada no osso humano” (BOTELHO, 2013, p. 32).

3.2.4 Compósitos

Os materiais compósitos assentam no paradigma antigo/moderno, pois, se por um lado são considerados materiais típicos do século XX, já por volta dos 1500 a.C., os egípcios já fabricavam as suas casas com paredes de barro e rebentos de bambu (KAW, 1997). “No entanto, foi a partir do final da década de 30 que as fibras de vidro contínuas foram produzidas comercialmente e mais tarde as denominadas fibras avançadas” (ELÍSIO, 2013, p. 12).

Ainda, segundo Elísio (2013, p. 12), “Podemos dizer que durante o último quarto de século, as suas aplicações evoluíram de tal forma que estes materiais se encontram associados aos equipamentos desportivos, estruturas aeroespaciais, setor automóvel e campo médico”.

Com isso, fica definido que compósitos são materiais obtidos pela combinação de dois ou mais materiais ou fases, com o objetivo de aproveitar as características desejadas de cada material. Contudo, alguns autores consideram como compósito o material constituído de dois ou mais elementos químicos diferentes possuindo uma interface distinta e reconhecível entre eles (Alexander *et al.*, 1996).

Os compósitos, aquando da sua síntese, têm como objetivo a criação de um biomaterial com propriedades que os seus componentes isolados não possuem, devendo estas ser superiores às que resultam da junção das propriedades de cada um dos componentes em separado (EISENBARTH, 2007; KARAGEORGIU; KAPLAN, 2005).

Os materiais compósitos são constituídos de uma ou mais fases descontínuas fixadas dentro de uma fase contínua. A fase descontínua, denominada material de reforço, é usualmente mais rígida e mais resistente que a fase contínua (aglomerante), chamada de matriz. De forma simples, esses materiais podem ser classificados em compósitos reforçados

com partículas, compósitos reforçados com fibras e compósitos estruturais (CALLISTER Jr., 2002).

“Dentre os compósitos utilizados em cirurgia ortopédica, destacam-se a polissulfona, a fibra de carbono (ambos por sua importância histórica), os compósitos cerâmicos e o poliéter-éter-cetona (ou PEEK), este de utilização mais ampla” (GOMES, 2010, p. 13). Por esse fato, que nos últimos anos as atenções têm-se virado para os materiais compósitos biorreabsorvíveis feitos de polímeros e biomateriais cerâmicos (ZHOU *et al.*, 2012).

Figura 4 - Biomaterial compósito, de metal com revestimento cerâmico, para implante de fixação femoral.



Fonte: <http://biomateriais.blogspot.com.br>

Devido ao interesse em melhorar ainda mais a fixação dos implantes, pesquisas em biomateriais relacionadas ao PEEK, também, tem-se concentrado sobre a compatibilidade do polímero com os materiais cerâmicos bioativos, incluindo a hidroxiapatita, como um material de enchimento compósito, ou como um revestimento de superfície (SHUCONG *et al.*, 2005; HA *et al.*, 1997).

Como exemplos de aplicações de compósitos em implantes internos têm os componentes femorais de dureza reduzida para artroplastia da anca, os componentes biodegradáveis de fixação de fraturas, os dispositivos de articulação resistentes a fraturas e ao desgaste e o cimento ósseo resistente (LIU; WEBSTER, 2010).

3.3 POLÍMERO POLI (ÉTER-ÉTER-CETONA), PEEK

3.3.1 Características

“O PEEK é integrante de uma classe de materiais conhecidas como polímeros ou em outros termos, simplesmente plásticos” (BOTELHO, 2013, p. 33). Foi pela primeira vez, preparado em laboratório, em 1977 e entrando no mercado em 1978 pela *ICI*, sob nome de Victrex (BRYDSON,1982).

Nos anos 90 o PEEK (poly ether ether ketone, em português poli éter éter cetona), membro dominante da família dos polímeros PAEK (poly aryl ether ketone, em português poli aríl éter cetona) despontou como candidato principal dos polímeros termoplásticos de alta performance para substituir componentes e implantes metálicos, especialmente na ortopedia e trauma (WENZ *et al.*, 1990 ; SKINNER, 1988).

O PEEK tem uma história clínica bem sucedida em aplicações de suporte de carga e na avaliação da resposta biológica. Várias indicações preliminares sugerem novas pesquisas destes materiais usando simuladores de artroplastia vertebral. Pelo fato de que, estes materiais podem oferecer dispositivos de menor desgaste com melhor radioluminescência, sem exposição a íons metálicos, maior capacidade de design e flexibilidade de fabricação (GRACIA; PUÉRTOLAS, 2011).

O PEEK e compostos relacionados podem ser fabricados com larga escala de propriedades físicas, mecânicas e de superfície, nos mais diversos formatos, dependendo da utilização como implante (SAROT, 2008). “Com características excelentes em termos de biocompatibilidade superficial e estrutural, provocando resposta tecidual baixíssima, e sendo extremamente estável à hidrólise e outras formas de corrosão em meios biológicos” (SIMÕES, 2007, p. 57).

Alterações nas condições de cristalização são conhecidas por resultar em diferentes morfologias do cristal que, por sua vez, influenciam nas propriedades químicas e físicas do polímero (Nohara, 2005). Os parâmetros de processamento de um compósito, baseados em matrizes termoplásticas, necessitam ser bem controlados, principalmente a taxa de resfriamento, para evitar alterações relevantes no grau e na morfologia de cristalização do material e, conseqüentemente, nas suas propriedades mecânicas.

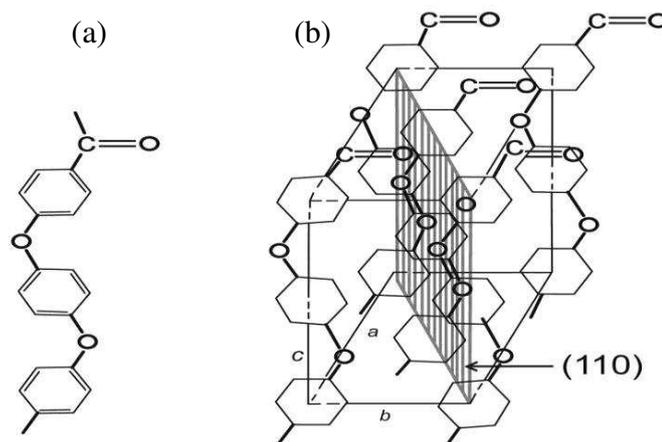
3.3.2 Estrutura

O polímero PEEK adapta-se bem com o modelo conceitual de um polímero semi-cristalino de duas fases, constituído por uma fase amorfa e de uma fase cristalina. Como muitos polímeros semi-cristalinos, incluindo ultra-elevado peso molecular de polietileno (UHMWPE), o conteúdo cristalino de PEEK varia dependendo da sua história de processamento térmico (BLUNDELL; OSBORN, 1983).

Existem duas formas de polimerização do PEEK utilizadas, um método por meio das ligações de cetona a um composto orgânico caracterizado pela introdução de um grupo carbonilo (acetilação química de Friedel) e um segundo método de ligação de éster a cetonas aromáticas (GRACIA; PUÉRTOLAS, 2011).

Com um ângulo de ligação de 125° , a cadeia molecular PEEK favorece uma conformação em “zigue-zague” que pode formar cristalitos (Figura 4a). Com base em estudos de difração de raios-X, o eixo longo da célula unitária ortorrômbica de PEEK se estende por três grupos arilo, com uma distância centro-a-centro entre os grupos arilo de 5 \AA , correspondendo a um comprimento de eixo maior de 15 \AA (Figura 4b) (DAWSON; BLUNDELL, 1980).

Figura 5 – (a) Conformação da cadeia do polímero PEEK; (b) Célula unitária ortorrômbica da estrutura cristalina do PEEK.



Fonte: Adaptado de KURTZ; DEVINE, 2007.

Existe uma relação direta entre as propriedades mecânicas e cristalinidade, e é importante considerar para estudar o conteúdo cristalino dos implantes. O tamanho real e medido dos cristais em PEEK dependem da temperatura de processamento, tempo, a taxa de arrefecimento localizada e produção de recozimento posterior (GRACIA; PUÉRTOLAS,

2011). A espectroscopia de infravermelho foi usada para determinar a cristalinidade do polímero pela identificação de uma banda de absorção específica para a fase cristalina (KURTZ; DEVINE, 2007).

3.3.3 Propriedades

3.3.3.1 Físicas

O PEEK é radiolúcido e compatível com técnicas tais como raios-X, ressonância MRI magnética e tomografia computadorizada. Os graus de contraste da imagem do PEEK são possíveis adaptar a visibilidade de um implante para uma aplicação particular como visualização no tecido e osso (GRACIA; PUÉRTOLAS, 2011).

Suas qualidades Radiográficas eliminam os artefatos de imagem e dispersão gerados por implantes metálicos que impedem o reconhecimento completo do tecido e do crescimento osseo quando utilizadas técnicas convencionais como raios-X e tomografia computadorizada. Tem um módulo de Young ótimo ou também conhecido como grau de elasticidade adaptado para o osso cortical, o osso exige um estímulo de estresse mecânico para manter a sua estrutura. Implantes metálicos produzem uma remodelação óssea com uma perda de massa e com afrouxamento desses implantes ortopédicos de metal, no entanto, compostos com módulo similar ao osso cortical, como PEEK, evitam isso (GRACIA; PUÉRTOLAS, 2011).

Como qualquer polímero semicristalino, o comportamento mecânico de PEEK é de um modo geral, influenciado pela velocidade de deformação e temperatura. Além disso, o comportamento mecânico de PEEK pode também ser influenciado pelo peso molecular, assim como o tamanho e a orientação das regiões cristalinas (RAE; BROWN; ORLER, 2007).

Materiais produzidos a base de PEEK possuem uma temperatura de fusão em torno de 340 °C, porém a temperaturas entre 360°C e 400°C em equipamentos de processamento convencionais demonstraram uma boa estabilidade de fusão (KURTZ, 2012).

Portanto, no contexto de aplicações de biomateriais, em que o ambiente térmico esperado é de 37 °C (temperatura do corpo), o comportamento elástico de PEEK se torna relativamente indiferente à temperatura (KURTZ, 2007; SANTOS, 2016).

3.3.3.2 Químicas

As principais características dos biomateriais de PEEK são baixa tendência de reação química, a estrutura química das cetonas poli aromáticos dá a estabilidade do material

a temperaturas elevadas (>300°C) e resistência à degradação química e a radiação é perfeitamente compatível com muitos agentes de reforço como fibra de carbono e tem uma resistência maior do que alguns metais (GRACIA; PUÉRTOLAS, 2011).

A estrutura química de PEEK estabilizada por ressonância resultando em deslocalização de elétrons orbitais mais elevados ao longo de toda a macromolécula, tornando-se extremamente não reativo e inerentemente resistente a químicos, térmicos, e degradação pós-irradiação (KURTZ; DEVINE, 2007).

Em duas décadas posteriores de pesquisa mostram que o PEEK é um biomaterial inerte, quando estudado em um estado sem processamento, demonstrando alta estabilidade química. Embora o teste de biocompatibilidade seja um primeiro passo, as investigações subsequentes são necessários para validar a resposta do tecido e para que seja utilizado adicional implantes posteriormente (GRACIA; PUÉRTOLAS, 2011).

Nós já observamos que PEEK não pode ser danificada por exposição a solventes, excepto o ácido sulfúrico concentrado. A inércia inerente da estrutura química do PEEK também explica essa sua biocompatibilidade (KURTZ; DEVINE, 2007).

Devido às características de inércia química do PEEK, nos últimos anos vem sendo feitas tentativas de torna-lo bioativo, ou seja, torna-lo um material que depois de implantado dentro do corpo humano, além de não causar nenhuma reação adversa, interaja com o tecido á sua volta, melhorando a aceitação do implante, facilitando sua fixação e acelerando o tempo de recuperação (ABU BAKAR;CHENG;KHOR, 2003 ; MEENAM;MCCLOREY;AKAY, 2000 ; ABU BAKAR *et al.*, 2003).

3.3.3.3 Mecânicas

Com o PEEK relacionado às formulações a ser incorporado a componentes ortopédicos, incluindo em aplicações da coluna vertebral (KURTZ; DEVINE, 2007), é importante entender como o material se comporta em termos de fratura estática e cíclica, em particular na presença de concentrações de tensão (SOBIERAJ; RIMNAC, 2011). Um desempenho confiável, em longo prazo, sob condições de cargas repetitivas é um dos desafios principais que os designs de componentes enfrentam, e o campo da engenharia de implantes ortopédicos não é exceção (BERRY *et al.*, 1994; ASTION *et al.*, 1996).

Embora o comportamento mecânico do PEEK e seus compostos podem ser complexos, autores anteriores já haviam demonstrado que é útil para adotar uma perspectiva mais simplificada, descritiva, agrupando as propriedades desses materiais como sendo a rigidez, força e tenacidade (JONES;LEACH;MOORE, 1985 ; CHIVERS; MOORE, 1994).

Propriedades de resistência incluem as características produtivas e de stress final, enquanto que a resistência abrange uma ampla gama de propriedades de fratura, em estática, impacto e condições de fadiga em carga (RAE;BROWN;ORLER, 2007).

3.3.4 Processamento

O PEEK representa o membro dominante do polímero PAEK, e pode ser processado utilizando uma variedade de técnicas comerciais, incluindo a moldagem por injeção, extrusão e moldagem por compressão, a temperaturas entre 390 ° C e 420 ° C (HA *et al*, 1997).

O processo envolve o aquecimento e a queda de temperatura da massa fundida e de ferramentas. A pressão é aplicada à massa fundida e mantida durante a fase de perda de calor. Se a perda de calor controlada é praticada durante longos períodos de tempo, peças, em seguida, moldadas por compressão, normalmente, têm maior cristalinidade e resistência à tração do que os componentes moldados por injeção (KURTZ, 2012).

Os compósitos termoplásticos obtidos via moldagem por compressão podem ser processados a partir do empilhamento intercalado de camadas de polímero e reforço (com orientação definida ou não), dentro de um molde metálico. Em seguida, faz-se o fechamento do molde pelo abaixamento da parte superior da prensa resultando na consolidação do material pela pressão aplicada. O processamento via moldagem por compressão de matriz termoplástica encontra-se dividido, basicamente, em três etapas: aquecimento (ou fusão/amolecimento), consolidação e resfriamento (ou solidificação) (MAZUR, 2010; SANTOS, 2016).

O processamento de pó de polímeros envolve a compactação a frio dos pós poliméricos seguidos por sinterização dos pré-moldes a temperaturas elevadas (JOG, 1993). As propriedades destes materiais particulados são governadas pelo número de variáveis do processo empregadas durante a etapa de compactação e sinterização. A compactação envolve a aplicação de pressão no pó dentro de um molde fechado (JOG, 1993; BITTENCOURT, 2008).

Nesse contexto, faz-se necessário o conhecimento detalhado sobre o efeito dos parâmetros de prensagem (pressão, tempo e temperatura) e característica do pó polimérico (morfologia, tamanho e distribuição de partícula) (BITTENCOURT, 2008).

Parâmetros importantes que influenciam as propriedades do produto compactado no estado sólido são: a pressão de compactação e a taxa de aplicação da pressão, além de parâmetros geométricos, tais como a altura e o diâmetro da matriz, e outros parâmetros, tais como a rugosidade da superfície da matriz, etc (JOG, 1993; BITTENCOURT, 2008; SANTOS, 2016).

Com isso, tem-se que a moldagem por compressão é normalmente usada para a produção de volumes baixos, prototipagem e trabalho de avaliação ou na produção de componentes industriais com seções muito grossas (KURTZ, 2012).

3.4 APLICAÇÕES DO PEEK COMO BIOMATERIAL

As atividades mais importantes no uso do PEEK em implantes baseiam-se em aplicações ortopédicas para implantes estruturais: em conjunto de substituição para cirurgia da coluna vertebral. Outros desenvolvimentos estão em estudos em aplicações cardiovasculares, como válvulas cardíacas e marca-passos, na área da odontologia implantes para fixação de dentes artificiais, como também caixas para dispositivos eletrônicos, caixas de sensores e outros. (KURTZ, 2011; GREEN & SCHLEGEL, 2014).

Nos Estados Unidos o crescimento da aceitação de biomateriais PEEK se dá pela sua utilização no campo da cirurgia da coluna vertebral, antes o implante era fabricado a partir de biomateriais metálicos, incluindo o aço inoxidável e ligas de titânio, devido à sua força e resistência à fadiga. Os estudos de laboratório durante a década de 1990 confirmaram que os implantes de PEEK tinha a combinação necessária de força, desgaste, deformação e resistência à fadiga para substituir biomateriais metálicos para implantes de coluna. Em 2007 o número desse tipo de cirurgia nos Estados Unidos foi de 402.000. Os dispositivos em polímeros PEEK são amplamente utilizados para esses procedimentos (KURTZ, 2014; GREEN & SCHLEGEL, 2014).

4 METODOLOGIA

As atividades referentes ao desenvolvimento da metodologia e os ensaios de caracterizações das amostras foram realizados no Laboratório de Desenvolvimento e Avaliação de Biomateriais do Nordeste (CERTBIO) que está localizado na zona oeste de Campina Grande, PB, na Rua Aprígio Veloso, nº 882, no Bairro de Bodocongó., onde o grupo de Biomateriais (UFCEG/UAMa) desenvolve suas pesquisas. O CERTBIO é acreditado na norma NBR ISO/IEC 17025:2005 pelo Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO), o que lhe propicia garantia de Qualidade, Eficiência e Confiança nos Serviços prestados.

4.1 MATERIA- PRIMA

Para realização dos experimentos na composição dos corpos de prova foi utilizado o polímero Poli(éter-éter-cetona) (PEEK) fornecido pela empresa Victrex® do lote Vicote® 704, assim como, misturado ao PEEK utilizou-se o Sal (NaCl) comercial.

4.2 PROCESSAMENTO

4.2.1 Medição gravimétrica das amostras

A parte experimental do processo de produção dos corpos de prova aconteceu, inicialmente, com as amostras de PEEK e do Sal (NaCl) sendo medidas, nas devidas proporções, por gravimetria em balanças analíticas de calibragem regulamentada pelo INMETRO, e transferidas para tubos do tipo Falcon (Figura 6) para serem levadas ao processamento.

As amostras foram medidas em uma proporção de aproximadamente 70% de PEEK, tendo como percentual de complemento na mistura o NaCl, tendo-se assim uma composição de 3:1, onde, mediu-se 3 gramas de PEEK para um grama de NaCl, totalizando uma quantidade de 4 gramas em cada amostra, ou seja, cada amostra com essa composição de mistura PEEK/NaCl equivale a um corpo de prova produzido, portanto, esses foram produzidos em duplicata.

Figura 6 – Amostra da mistura de PEEK/NaCl transferida para um tubo do tipo Falcon após a medição gravimétrica.



Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

4.2.2 Produção dos Corpos de Prova

O método utilizado para processar a mistura de PEEK/Sal foi à compactação em prensa hidráulica manual modelo SOMAR de carga de até 15 Toneladas (Figura 7a). O processo de moldagem por compressão iniciou-se com inserção da mistura PEEK/ NaCl, nas proporções adotadas, no molde de metal (Figura 7b). Após isso, foram aplicadas forças compressivas para compactação do pó que compõe a mistura, o moldando na forma de uma peça esférica denominada de corpo de prova.

Figura 7 – (a) Ilustração da prensa hidráulica de carga de compactação de até 15 toneladas utilizada no processo compactativo das amostras; (b) Molde de metal utilizado no processamento dos corpos de prova, tanto na parte de compactação, quanto na fusão do material em alta temperatura.

(a)



(b)



Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

4.2.3 Processo de Fusão do PEEK

Depois de serem produzidos os corpos de prova da mistura PEEK/Sal (NaCl), estes foram armazenados na estufa bacteriológica de calor seco de temperatura controlada a 60 °C, da marca nova ética, modelo 410, número de série 14669/09, número de controle 11.05.26 e data da calibragem 16/03/2015 e escala de 0 a 60 °C, para que, posteriormente, fossem levados a fusão em alta temperatura.

O processo de fusão dos corpos de prova de PEEK a uma temperatura elevada foi realizado na mufla com indicação digital, da marca spencer, modelo 2R9, número de série 584, número de controle 11.05.25, data da calibração 16/03/15 e escala de 50 a 1100 °C (Figura 8). Esta etapa teve início com a retirada dos corpos de prova da estufa onde estavam armazenados e as suas reinserções no molde de metal que os produziu, para que estes pudessem ser levados a mufla para realização dos ensaios e obter uma melhor fusão cristalina do material polimérico.

Figura 8 – Ilustração do equipamento Mufla utilizado para atingir as temperaturas de processamento dos corpos de prova para atingir a fusão do material.



Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

Para tanto, houve a variação de níveis que representam os limites superior e inferior e o ponto zero que são os valores medianos utilizados como os pontos centrais. Baseando-se no fato de que o valor da temperatura de processamento dada pela fabricante para o PEEK ser 380 °C (Tabela 1).

Tabela 1: Variação dos níveis nos parâmetros de processamento adotados como principais fatores de influência no rendimento esperado.

Níveis	-1	0	+1
Carga (Toneladas)	5	7	9
Temperatura (°C)	360	380	400
Tempo (min)	40	50	60

Fonte: Autoral

Dessa forma, utilizou-se como parâmetros para o processamento a carga (Ton.), a temperatura (°C) e o tempo (minutos), e baseou-se no planejamento experimental 2^3 com três pontos centrais e os ensaios realizados em duplicata (as duplicatas desses ensaios da tabela 2 foram produzidas para caracterização morfológica). Como mostra a Tabela 2, onde estão representados os ensaios realizados, assim como, os parâmetros adotados com os seus respectivos valores utilizados no processamento e na fusão do polímero para produção dos corpos de prova.

Tabela 2: Representação dos parâmetros e valores usados nos ensaios realizados em duplicata para um planejamento experimental 2^3 com três pontos centrais.

Ensaio	Amostras	Carga (Toneladas)	Temperatura (°C)	Tempo (min)
1	PEEK 1	5	360	40
2	PEEK 2	9	360	40
3	PEEK 3	5	400	40
4	PEEK 4	9	400	40
5	PEEK 13	5	360	60
6	PEEK 14	9	360	60
7	PEEK 15	5	400	60
8	PEEK 16	9	400	60
*9	PEEK 17	7	380	50
*10	PEEK 18	7	380	50
*11	PEEK 19	7	380	50

Fonte: Construído com os dados da pesquisa, 2016.

Observação: Os números com * representam os pontos centrais

Após o cozimento de todos os corpos de prova realizou-se um processo para a retirada do Sal (NaCl) presentes em suas composições, esse método é chamado de lixiviação foi

realizado por meio da pulverização de jatos de água nos corpos de prova seguido da embebição destes em água destilada por um período aproximado de 30 minutos, com o intuito de retirar da estrutura a maioria das partículas do NaCl componente, com a intenção de que obtivesse, ao final desta etapa apenas os corpos de prova estruturados com poros interconectados para se assemelhar as cavidades do osso.

Em seguida, esses corpos de provas foram embalados e armazenados em sacos plásticos a temperatura ambiente para as etapas seguintes da metodologia.

4.3 CARACTERIZAÇÕES

4.3.1 Quanto à matéria-prima

A Espectroscopia fornece informações relacionadas à estrutura e a mobilidade dos dipolos é muito utilizada para caracterizar materiais poliméricos. Os picos na região do Infravermelho correspondem aos grupos químicos específicos (KURTZ, 2012).

Utilizando o equipamento Spectrum 400 da marca PERKIN ELMER, onde foi aplicado sobre a superfície do material, um eletrodo espectrográfico de luminescência que emitem ondas em infravermelho o que proporciona justamente a produção dos picos característicos para cada material analisado no gráfico de transmitância *versus* o comprimento da onda.

Para identificar as bandas características dos grupos funcionais identificáveis e específicos dos corpos de prova utilizou-se a análise de FTIR - espectrofotômetro 400 - Perkin Elmer.

4.3.2 Quanto à morfologia

Na análise morfológica é possível avaliar a microestrutura do material utilizando técnicas como a Microscopia Ótica (MO) e a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), para se obter elucidações relacionadas ao seu arranjo interatômico e as cavidades propositalmente forjadas para esse material em estudo.

A microscopia ótica (MO) foi utilizada para analisar o interior do material, assim como, as superfícies superior com aumentos de 300x e 60x e transversal com aumentos de 40x e 60x para o material em estudo utilizando o equipamento Microscópio Advanced 3D

Digital, Hirox – KH7700, que permite reflexão e transmissão com profundidade de campo estendida com medições 2D e 3D, estando acoplado a uma estação de análise de imagens.

O microscópio eletrônico de Varredura (MEV) é um equipamento capaz de produzir imagens de alta ampliação (até 300.000 X) e resolução. Os aumentos foram de 500x e 1000x para a obtenção de informações mais aprofundadas sobre a estrutura topográfica e morfológica do material. Para isso, utilizou-se um microscópio eletrônico de bancada, modelo TM 1000 da marca HITACHI.

4.3.3 Ensaios Mecânicos

Devido ao fato das propriedades mecânicas de um material serem muito importantes para definir suas funcionalidade para a aplicação desejada, os corpos de prova de PEEK/NaCl preparados, conforme descrito na tabela 2, foram selecionados. De maneira que, para interpretação mais clara e objetiva dos resultados, as amostras de PEEK/NaCl que foram testadas, assim como, os respectivos tratamentos que cada uma recebeu estão representados na tabela 2:

Portanto, para a caracterização mecânica, foram utilizados dois métodos de compressão/Fadiga, para definir a resistência do material para a aplicação pretendida quando submetido a esse esforço compressivo.

4.3.3.1 Compressão Estática

Na compressão estática o corpo de prova é pressionado compressivamente pelo deslocamento do pistão com velocidade de 1mm/ min aplicando uma carga de 10 KN sendo o equipamento universal de ensaios eletromecânicos INSTRON, modelo 3366, programado para atingir 50% de deformação dos corpos de prova de PEEK/NaCl. Essa deformação representa a capacidade do material quanto a sua resistência mecânica, o seu alongamento e a sua ductibilidade, mostrando o quanto ele pode se deformar e mesmo assim resistir sem ruptura.

Para estudar a influência que os parâmetros e tratamentos adotados na pesquisa têm sobre o rendimento (deformação compressiva em percentual), aplicou-se como ferramenta estatística o planejamento fatorial 2^3 sem repetições e com três pontos centrais, onde os dados das variáveis no planejamento foram analisados pelo software Estatística, com análise da

interação das variáveis dada pela ANOVA, da significância e ajustamento do modelo no planejamento, através do gráfico de Pareto e dos gráficos de superfície de resposta que serviram para analisar o rendimento dos corpos de prova em relação às variáveis.

4.3.3.2 Compressão Dinâmica

A compressão dinâmica, mais conhecida como ensaio de fadiga do material, foi realizada por meio do equipamento universal de ensaios eletromecânicos INSTRON, modelo Electro Plus E 10000, esta técnica é utilizada com uma carga compressiva cíclica aplicada ao corpo de prova em uma determinada frequência para um intervalo de tempo preestabelecido.

O método foi baseado em ensaios feitos com discos intervertebrais de indivíduos cadavéricos, para que os dados neste teste *in vivo* sirvam de parâmetros comparativos com o compósito de PEEK/NaCl, com intuito de aplicação desse material na composição de implantes de substituição dos corpos de discos intervertebrais.

Os dados utilizados no método foram uma compressão de 9000 ciclos em uma frequência de aplicação de 5 Hz para um tempo predeterminado de teste de 30 minutos a uma carga de compressão dinâmica aplicada de 1,5 KN e ciclando em $\pm 1,0$ KN.

5 RESULTADOS

5.1 CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA

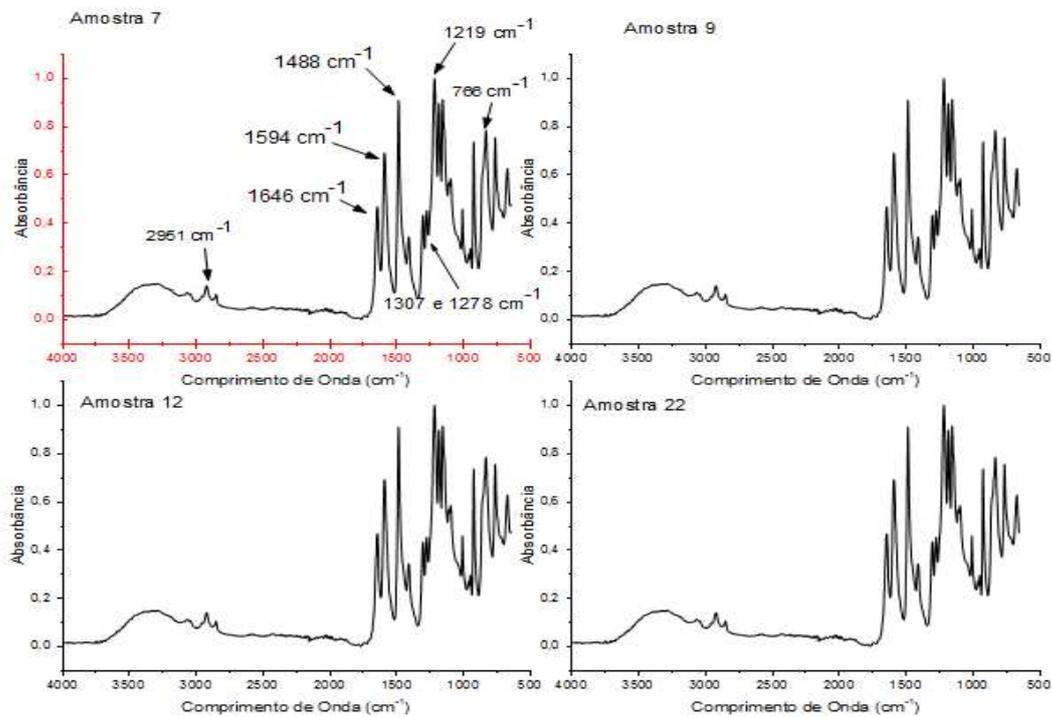
5.1.1 Infravermelho com Transformada de Fourier

Na caracterização por Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) foram selecionadas, por diferença de tratamentos recebidos nos parâmetros adotados, às amostras 7, 9, 12 e 22 de PEEK/NaCl para determinação das bandas características que definem os grupamentos e ligações químicas específicas para o PEEK. A análise por FTIR é para evidenciar se o material em estudo não foi modificado em suas ligações por alterações nos grupo funcionais e se estes apresentam as conformidades características dos seus grupamentos químicos.

A escolha das 4 amostras foi realizada devido aos diferentes tratamentos a que foram submetidas, pois acredita-se que os diferentes tratamentos poderiam acarretar alterações de funcionalidade decorrentes de modificações nos agrupamentos químicos. Essas amostras foram avaliadas nos mesmos comprimento de onda variando de $4000\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ e os valores de absorbância obtidos foram, praticamente, idênticos de uma amostra para outra.

Observando-se o gráfico 1, verifica-se que as quatro amostras apresentaram picos praticamente idênticos, por esse motivo, as bandas características só estão indicadas no primeiro gráfico.

Gráfico 1 – Representação gráfica dos resultados apresentados através de análises das amostras selecionadas de PEEK/NaCl para caracterização por FTIR.



Fonte: Construído com os dados da pesquisa, 2016.

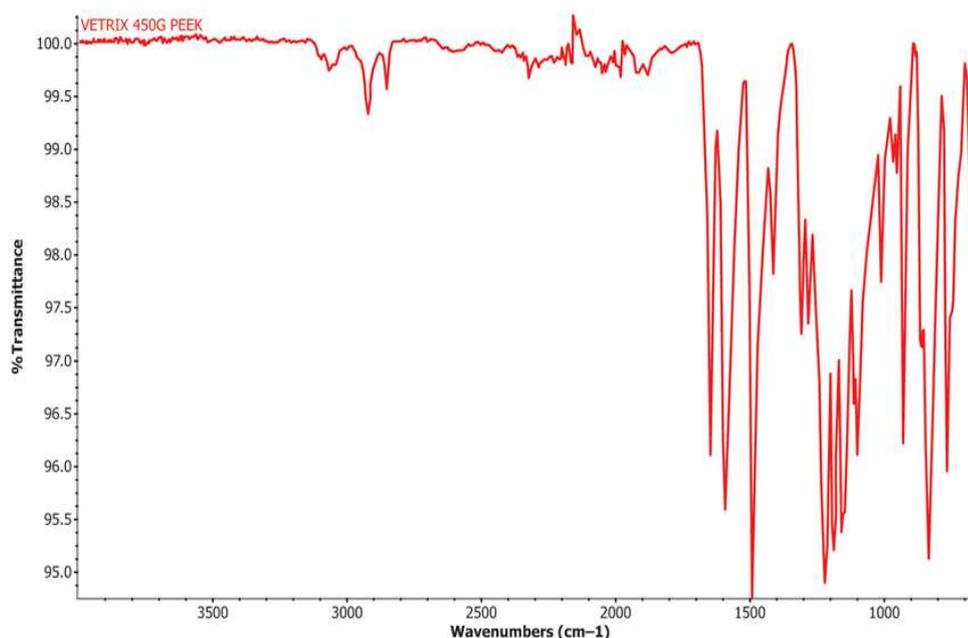
Comparando-se os resultados obtidos, com os grupamentos principais e característicos para o PEEK descritos na literatura e que estão apresentados na tabela 3, inicialmente apresenta o pico correlativo a banda 2951 cm^{-1} que se refere ao estiramento da cadeia para o grupamento OH, e também estão representadas as bandas 1594 e 1646 cm^{-1} e seus grupamentos químicos sendo o estiramento principal da cadeia C=O e o estiramento secundário C=O, respectivamente. Nos picos referentes as bandas 1488 , 1307 e 1278 cm^{-1} temos o estiramento C=C dos anéis aromáticos. Para o pico característico da banda 1219 cm^{-1} evidencia-se o estiramento assimétrico do grupamento C-O. Já o pico referente a banda de comprimento de onda de 766 cm^{-1} corresponde a deformação angular das ligações C-H do anel aromático.

Tabela 3 – Representação das bandas e grupamentos químicos específicos para o PEEK.

Bandas (cm ⁻¹)	Grupamentos químicos específicos
2951	Estiramento do grupo OH
1594	Estiramento Principal C=O
1646	Estiramento Secundário C=O
1488,1307 e 1278	Estiramento C=C dos Anéis Aromáticos
1219	Estiramento Assimétrico C-O
766	Deformação Angular das Ligações C-H do anel

Fonte: Construída com os dados da pesquisa, 2016.

Dessa forma, fica evidente que as amostras não apresentaram divergências nas análises de FTIR. O gráfico 2, apresenta os picos referidos na literatura para o PEEK dado pela norma ASTM F2026 – 16 de especificação padrão para polímeros Polieter (PEEK) para aplicações como implante cirúrgico, e quando comparado com os picos obtidos por FTIR das amostras em estudo (gráfico 1), demonstra que o material analisado apresenta similaridade nas bandas e picos característicos das estruturas químicas.

Gráfico 2 – Gráfico com picos característicos de FTIR para especificação padrão do polímero poli(eter-eter-cetona) (PEEK) para implante cirúrgico por meio da Norma ASTM F2026 – 16.

Fonte: Norma ASTM F2026 – 16

De maneira que, viabiliza o PEEK como uma matéria prima com excelentes propriedades de resistência química para suportar elevados tratamentos térmicos de processamento.

5.1.2 Microscopia Ótica (MO)

Utilizando as análises microscópicas realizadas e das imagens obtidas, pode-se ter uma definição de qual amostra foi mais afetada pelos diferentes tratamentos realizados no processamento, por meio da investigação das características relacionadas à micro porosidade, interconexão dos poros e aspecto topográfico e colorimétrico de superfície, podendo definir morfologicamente, qual das amostras apresentou melhor essas características citadas.

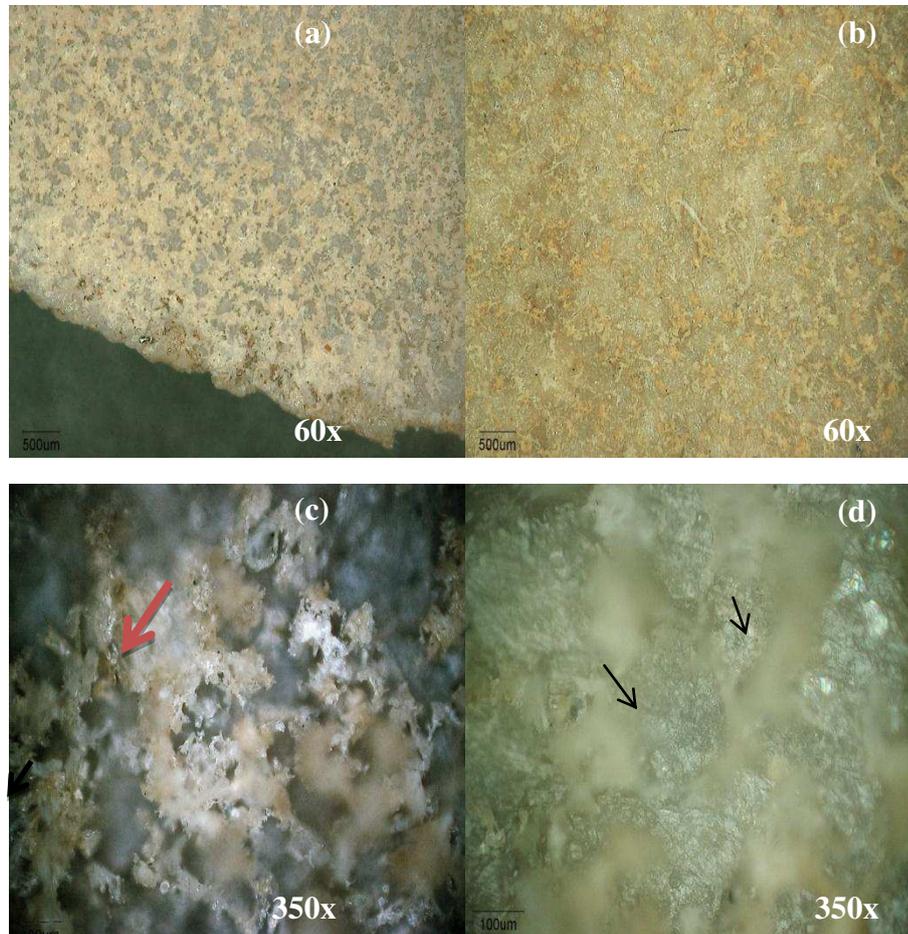
Com isso, as amostras foram analisadas por Microscopia Ótica (MO) e também por Microscopia eletrônica de Varredura (MEV), e os resultados serão apresentados em imagens e discutidos, posteriormente, para definir qual amostra obteve melhores resultados morfológicos.

- **Amostra 5 do compósito PEEK/NaCl**

Como descrito na metodologia esta amostra recebeu um tratamento planejado de variação dos parâmetros de processamento. A essa mesma foi imposta uma carga de compactação de 5 toneladas, um tempo de processo de fusão de 60 minutos e uma alta temperatura em torno de 360 °C.

A figura 9 apresenta as imagens da Microscopia Ótica (MO) para análise caracterizativa da morfologia dessa amostra:

Figura 9 – (a) e (b) Imagens capturadas por MO, com aumento de 60x, da lateral e do Centro, respectivamente, da superfície da amostra do compósito PEEK/NaCl; (c) e (d) Imagens de MO, com aumento de 350x, da superfície da amostra.



Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

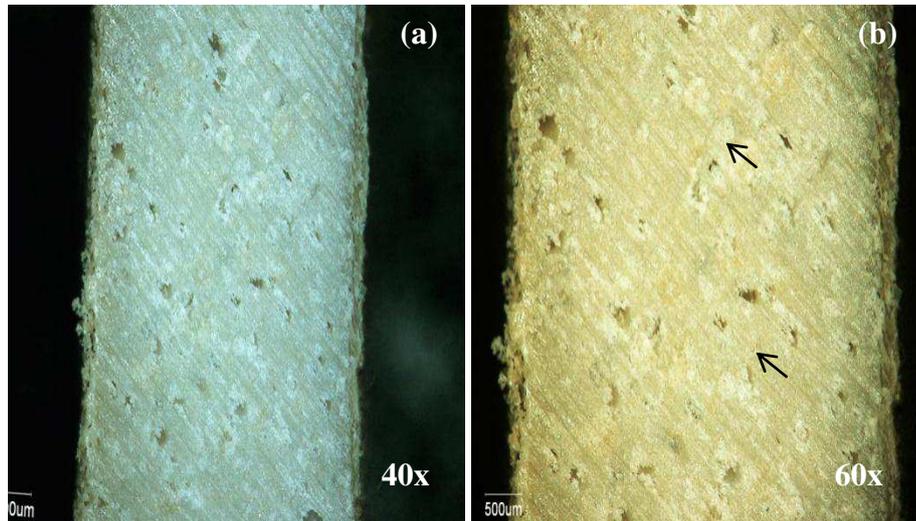
As imagens de microscopia das amostras (figura 9) demonstram uma rugosidade superficial adequada ao que se pretende para aplicação desse material e apresentam também uma boa porosidade com uma profundidade relativamente ideal.

Para as amostras da figura 9 (a) e (b) com um aumento de 60x, pôde-se obter um entendimento de como estão distribuídos os poros superficialmente e se há ou não uma uniformidade em toda a amostra. Nas amostras da figura 9 (c) e (d), com um aumento um pouco maior de 350x, tem-se uma definição mais aproximada dessa ordenação dos poros e do seu aspecto de profundidade.

Na amostra da figura 9(c) a seta em vermelho indica o arranjo de superfície da estrutura porosa, já a seta em preto demonstra, justamente, essa noção de profundidade que a “olho nu” não pode ser observada somente com microscopia. Na ilustração da figura 9(d)

obteve-se uma focalização um pouco maior na profundidade e da região profunda do poro como indica as setas.

Figura 10 – Ilustração das imagens capturadas por MO na transversal das amostras: (a) com um aumento de 40x e (b) com um aumento de 60x.



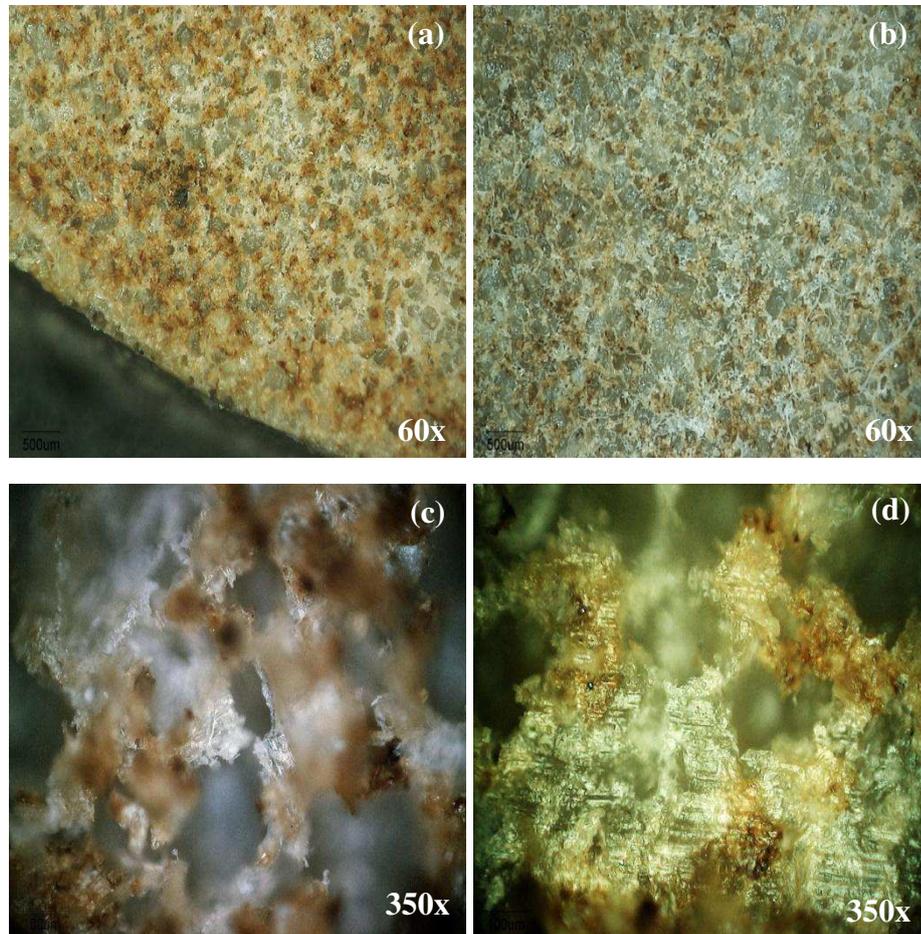
Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

As imagens da figura 10 (a) e (b) estão relacionadas a morfologia estrutural interna das amostras onde foi feito um corte transversal para avaliar a porosidade gerada pelo NaCl na estrutura do polímero. As imagens evidenciam que se obteve uma boa distribuição de porosidade também internamente, onde esses poros apresentam interconexão só que não está tão aparente, pois, esses poros se encontram preenchidos com o composto estrutura de NaCl, como demonstram as setas.

- **Amostra 8 do compósito PEEK/NaCl**

Essa amostra recebeu um tratamento de processamento de carga de 9 toneladas, temperatura de 400 °C e tempo de 60 minutos. As ilustrações da figura 11 são referentes à caracterização por Microscopia Ótica (MO) para essa amostra.

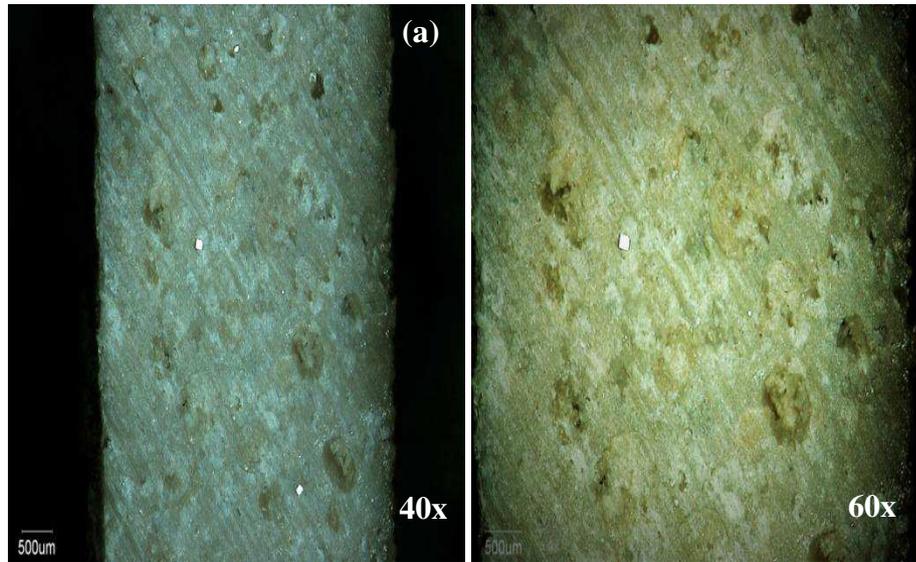
Figura 11 – Ilustrações da amostra feitas por imagens MO, onde: (a) imagem da superfície lateral da amostra com aumento de 60x, (b) imagem da superfície central da amostra com aumento de 60x; (c) e (d) imagem da superfície da amostra com aproximação de 350x.



Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

Os resultados referentes à morfologia para essa amostra se mostraram adequados com o que está buscando uma porosidade interconectada e com satisfatória profundidade dos poros no material, assim como, devido a uma maior carga de compactação o material apresentou um melhor empacotamento porogênico, porém observa-se que por ter passado mais tempo em processamento e a uma temperatura mais elevada a superfície do material se mostra com aspecto de “tostado”, provavelmente, porque passou do limite de temperatura adequado e também o tempo.

Figura 12 – (a) Imagem da MO com aumento de 40x da transversal da amostra; (b) Imagem da MO com aumento de 60x da transversal da amostra.



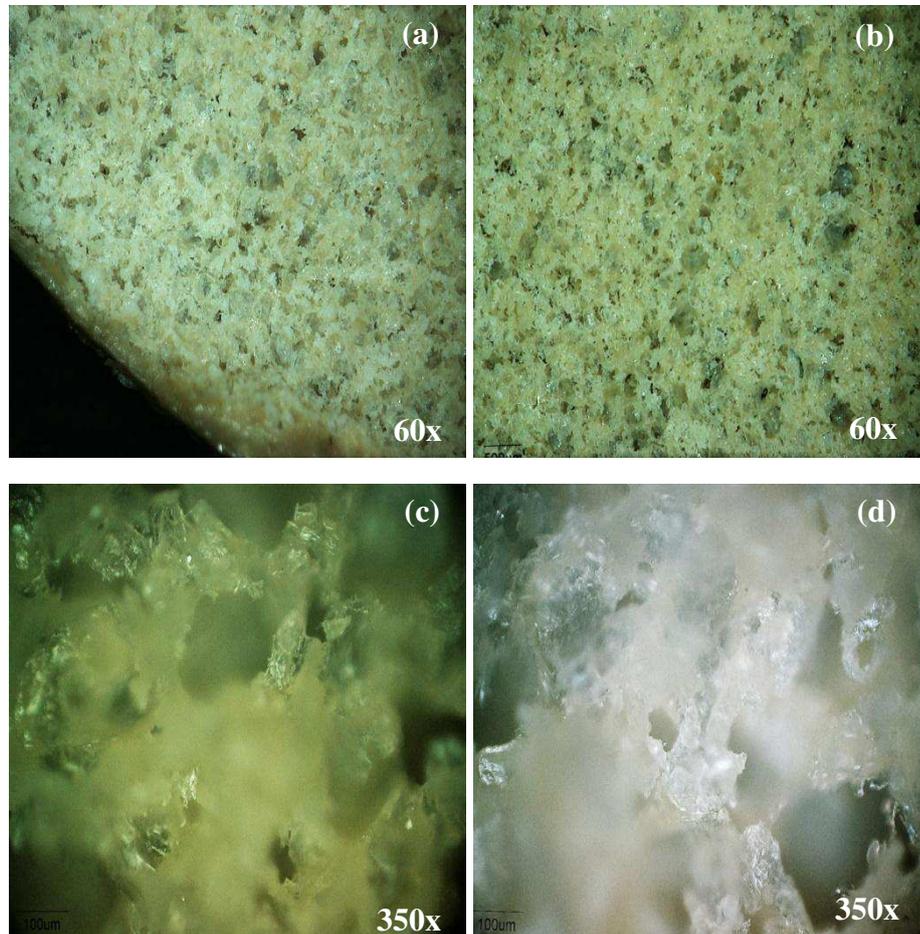
Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

As imagens da figura 12 são referentes às análises de caracterização por MO e apresentam resultados referentes ao corte transversal realizado no material compósito dessa amostra para observar se adição do NaCl foi satisfatória para formação de poros no interior do PEEK. O que se pode evidenciar é que através dessa observação por microscopia (figura 12 (a) e (b)) que a presença de poros na estrutura interior da amostra é observada, o que se mostra satisfatório.

- **Amostra 10 do compósito PEEK/NaCl**

Os tratamentos de processo realizados nessa amostra foram de uma carga de compactação de 9 toneladas, uma temperatura de 360 °C e um tempo de processamento de 40 minutos. As ilustrações da figura 13 são de imagens capturadas por Microscopia Ótica (MO).

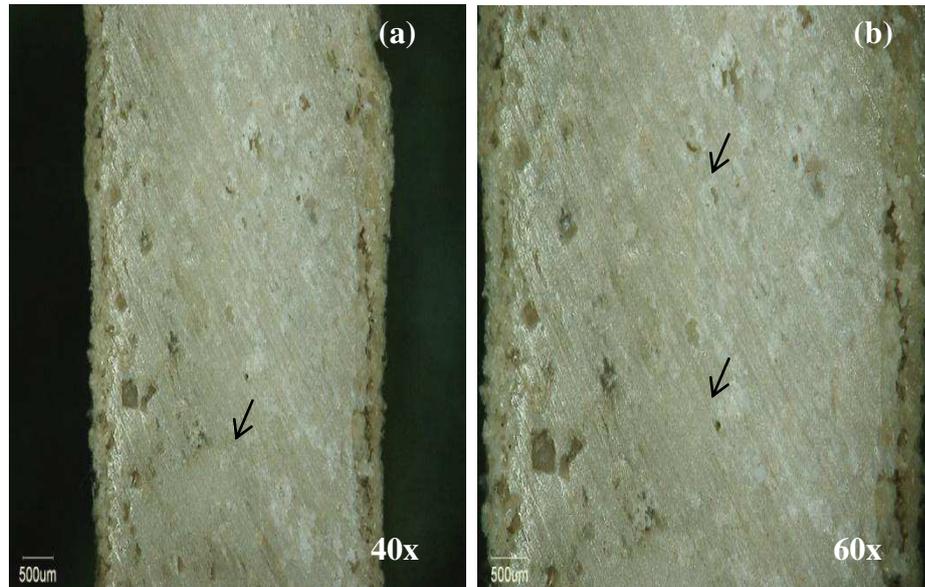
Figura 13 – Imagens de MO para essa amostra: (a) e (b) imagens das superfícies lateral e central da amostra, respectivamente, capturadas com um aumento de 60x; (c) e (d) imagens de superfície da amostra capturadas com aumento de 350x.



Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

A descrição morfológica apresentada nas figuras 13(a), 13(b), 13(c) e 13(d) para essa amostra se apresenta com sendo uma ótima rugosidade superficial com poros bem definidos e com profundidade adequada, arranjados com aspecto estrutural e de cor bastante satisfatórios, o que possivelmente fica evidenciado a eficiência dos parâmetros e tratamentos de processo aplicados para esta amostra.

Figura 14 – Imagens de MO da seção transversal das amostras: (a) com um aumento de 40x, (b) com um aumento de 60x.



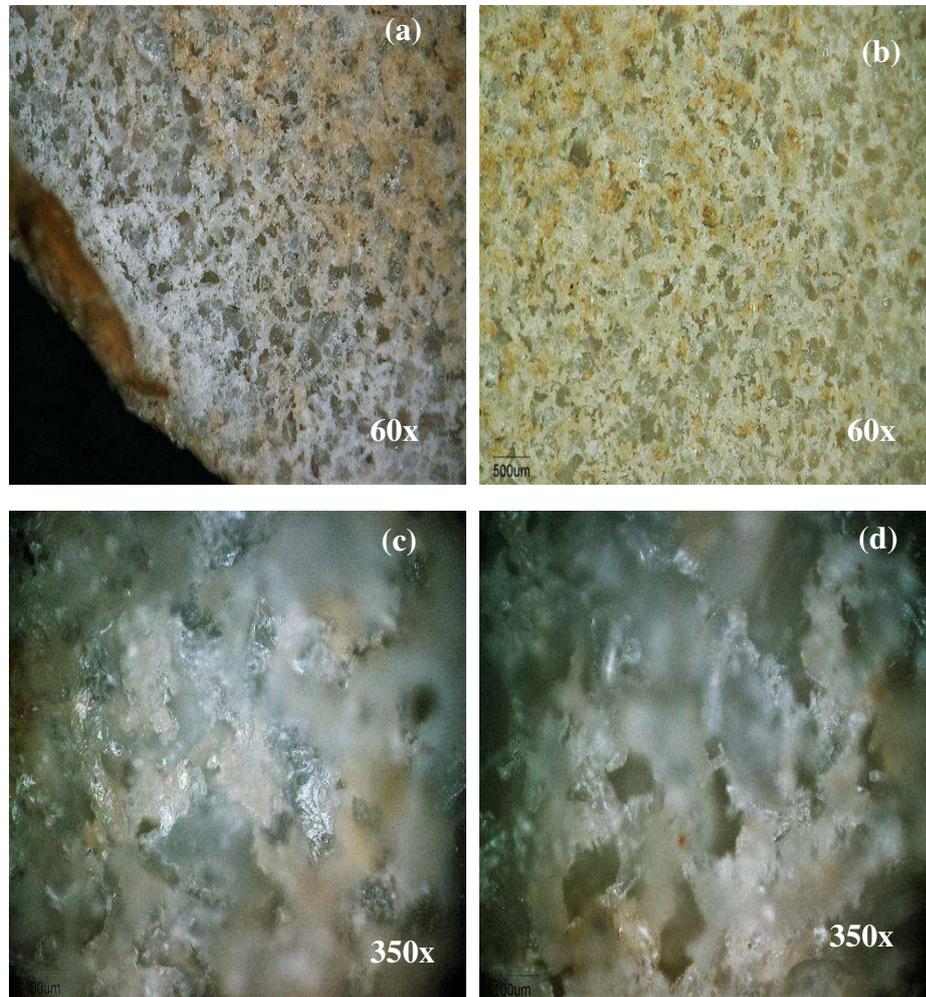
Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

Nas figuras 14(a) e (b) observa-se que há também um arranjo porogênico no interior da estrutura da amostra e constata-se que mesmo os poros não estando tão visivelmente aparentes eles se encontram presentes, no entanto, estão preenchidos pelas partículas de NaCl da mistura, como indica as setas.

- **Amostra 11 do compósito PEEK/NaCl**

Para essa amostra utilizou-se a variação de parâmetros com os tratamentos sendo com uma carga de 5 toneladas, uma temperatura de 400 °C e um tempo de processo de 40 minutos. Na figura 15 estão ilustradas imagens capturadas por Microscopia Ótica (MO) com diferentes aumentos:

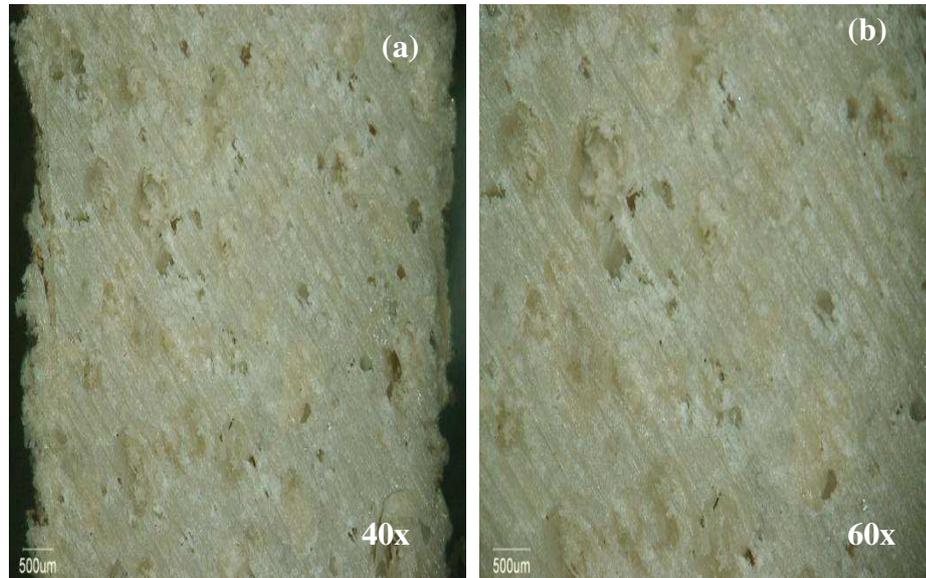
Figura 15 – Ilustração referente as imagens capturadas por MO com aumento de 60x, para a superfície lateral e central da amostra, respectivamente, (a) e (b); (c) e (d) Imagens de MO para análise superficial da amostra com aumento de 350x.



Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

As imagens de Microscopia Ótica (figura 15) apresentam os resultados morfológicos para a amostra, onde esta se mostrou com aspecto de cozimento eficiente, com uma porosidade satisfatória e de excelente arranjo estrutural, o que provavelmente, pode estar relacionado aos seus tratamentos no processamento.

Figura 16 – Imagens capturadas por MO do seccionamento transversal da amostra: (a) com aumento de 40x e (b) com aumento de 60x.



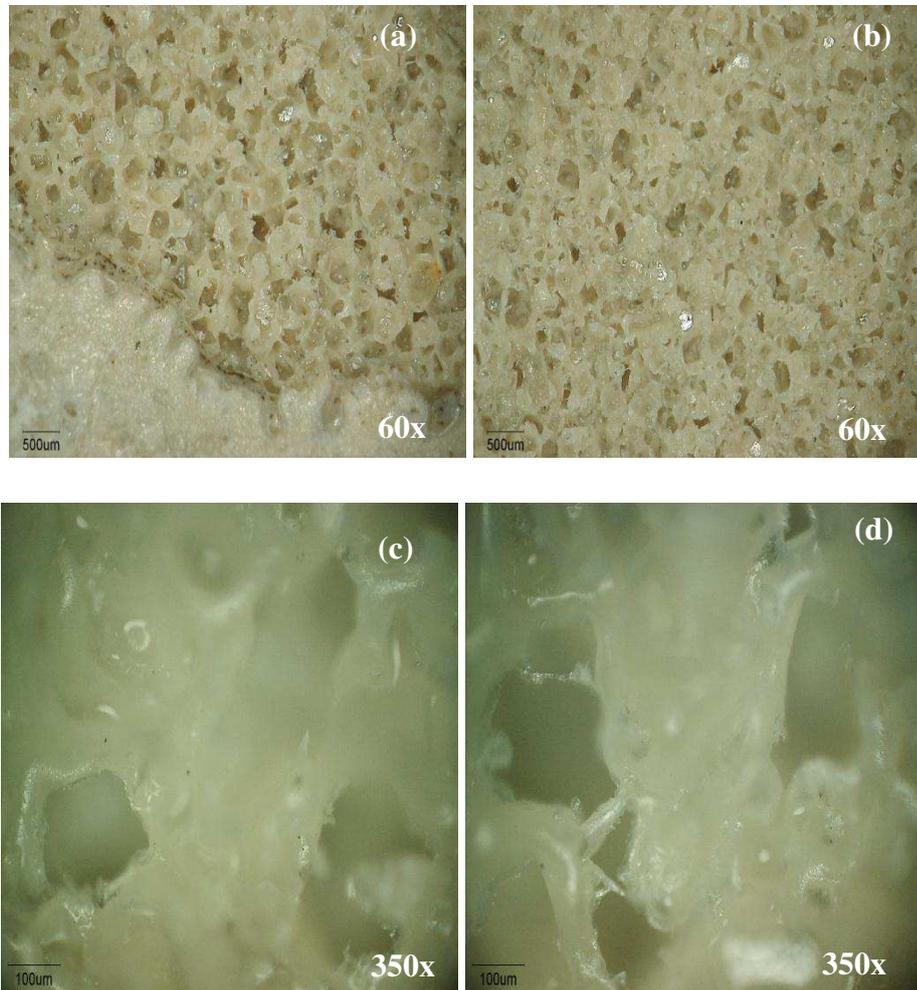
Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

Na figura 16 (a) e (b) podemos observar a composição interna do material em estudo através de um corte na transversal, onde pode-se observar os poros na estrutura que é realmente o intuito do que se esperava para a estrutura da amostra.

- **Amostra 20 do compósito PEEK/NaCl**

Essa amostra é uma duplicata dos pontos centrais e recebeu um tratamento de processamento para sua produção de carga de 7 toneladas, temperatura de 380 °C e um tempo de processo de 50 minutos.

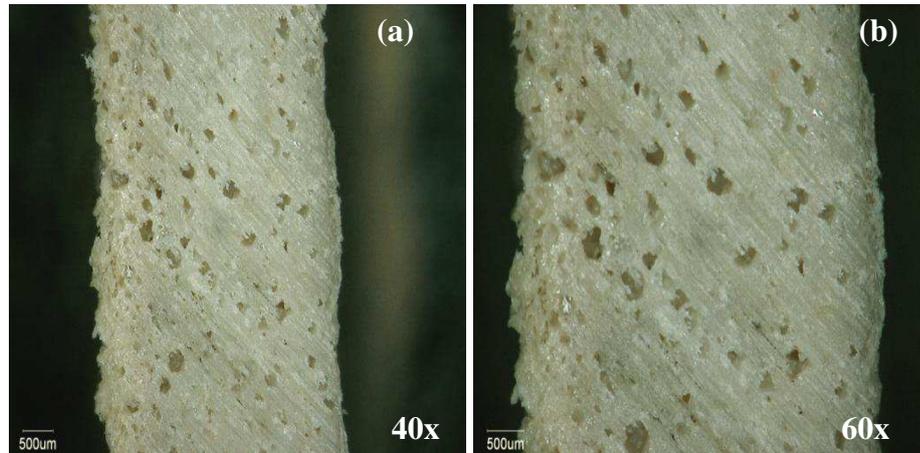
Figura 17 – Imagens da amostra capturadas por MO: (a) e (b) imagem da superfície lateral e central, respectivamente, com aumentos de 60x; (c) e (d) imagens da seção transversal da amostra com aumento de 350x.



Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

As imagens da figura 17 (a), (b), (c) e (d) demonstram as imagens de MO com aumentos de 60x e 350x, e como resultados desta caracterização podemos inferir que a amostra apresentou uma excelente estrutura de superfície com uma interconectividade de poros bastante arranjada e com boa profundidade.

Figura 18 – Imagens capturadas por MO da seção transversal da amostra: (a) com aumento de 40x e (b) com aumento de 60x.



Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

A figura 18 (a) e (b) com aumentos de 40x e 60x, respectivamente, apresentam resultados de que além de uma porosidade de superfície excepcional apresentou no arranjo interno, através do corte transversal, um grande número de poros bem distribuídos e bem aparentes distribuídos por toda a amostra.

Como inferência de comparação entre todas as amostras pode-se dizer que, de fato, todas as amostras obtiveram bons resultados morfológicos como poros interconectados e estruturalmente arranjados e dispersos por toda estrutura.

As amostras 8 e 20 apresentaram também estas características e que são relevantes em termos morfológicos, porém, a amostra 8 apresentou uma aspecto de superfície “tostada” indicando que a interação do tratamento da temperatura com o tempo ao qual foi submetida essa amostra não foram eficientes. Já a amostra 20 em termos óticos de superfície e de topografia e o arranjo poroso ficaram bem delineados, no entanto, esta apresenta um aspecto que a interação da temperatura e o período de tempo ao qual foi submetida foram insuficientes para apresentar um aspecto de material totalmente fundido.

No entanto, tem-se por definição comparativa dos resultados, que os tratamentos de carga, de temperatura e tempo de processo para as amostras 5, 10 e 11 se mostraram como sendo os mais eficientes dentre todos os outros realizados para as outras amostras, influenciando de maneira positiva em todas as propriedades morfológicas ótimas para o material em estudo.

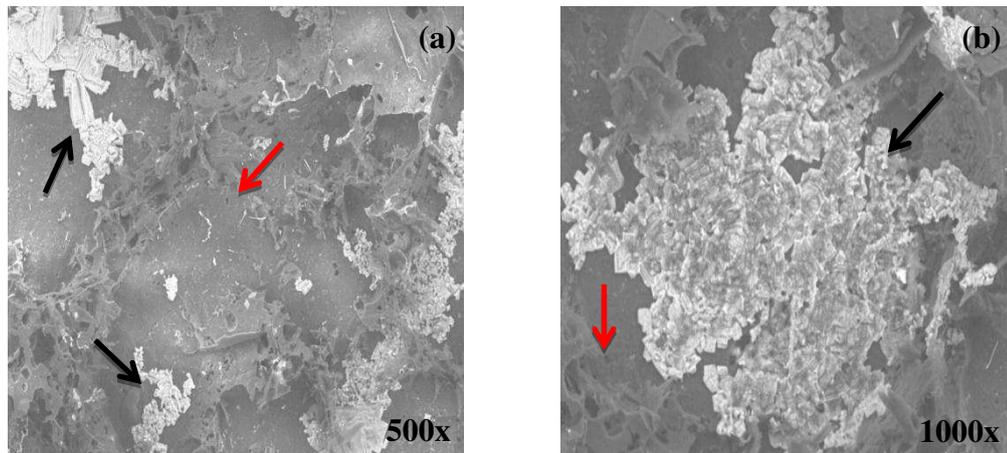
5.1.3 Microscopia eletrônica de Varredura (MEV)

Para se entender de maneira mais aprofundada a estrutura do material, quanto ao seu arranjo morfológico e topográfico utilizou-se a Microscopia eletrônica de Varredura (MEV) para fornecer imagens mais aproximadas do arranjo compósito de estrutura formado pelo PEEK com o NaCl e se a lixiviação das partículas do NaCl foi realizada de maneira eficiente ou parcialmente satisfatória para cada amostra analisada.

Dessa maneira é possível obter resultados mais realísticos e comprobatórios quanto à morfologia de cada amostra, e qual se mostrou com resultados mais eficientes devidos aos tratamentos de processamento recebidos. As imagens da figura 19 foram obtidas por MEV para as diferentes amostras com aumentos de 500x e 1000x.

- **Amostra 5 PEEK/NaCl**

Figura 19 – (a) Ilustração da imagem capturada por MEV da superfície da amostra, com aumento de 500x; (b) Ilustração da imagem de MEV superficial da amostra, com aumento de 1000x.



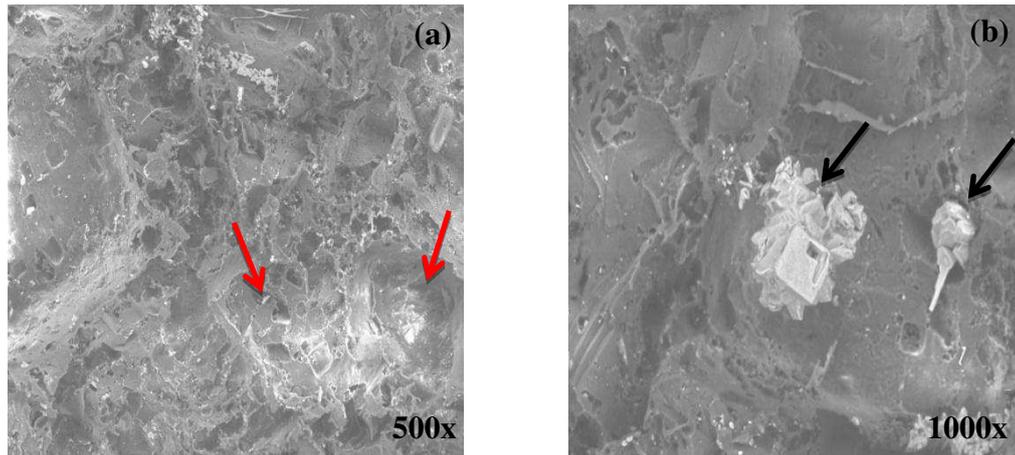
Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

As imagens da figura 19(a) e 19(b) representam a superfície do material com aumentos de 500x e 1000x, respectivamente. Nelas pode-se ter uma noção bastante aprofundada da rugosidade superficial e do dimensionamento da profundidade dos poros. Na figura 19(a) as setas em cor preta mostram partículas de sal (NaCl) que não foram diluídas no processo de lixiviação e estão preenchendo espaços nos poros do PEEK. A seta em cor vermelha demonstra a superfície do PEEK bastante rugosa e porosa. Na figura 19(b) têm-se uma aproximação melhor da superfície, onde a seta em cor preta demonstra de maneira mais

clara a partícula de NaCl preenchendo a cavidade porosa e a seta em cor vermelha indica de forma detalhada a noção de aprofundamento da cavidade formada no PEEK.

- **Amostra 8 PEEK/NaCl**

Figura 20 – (a) Ilustração da imagem capturada por MEV da superfície da amostra, com aumento de 500x; (b) Ilustração da imagem de MEV superficial da amostra, com aumento de 1000x.

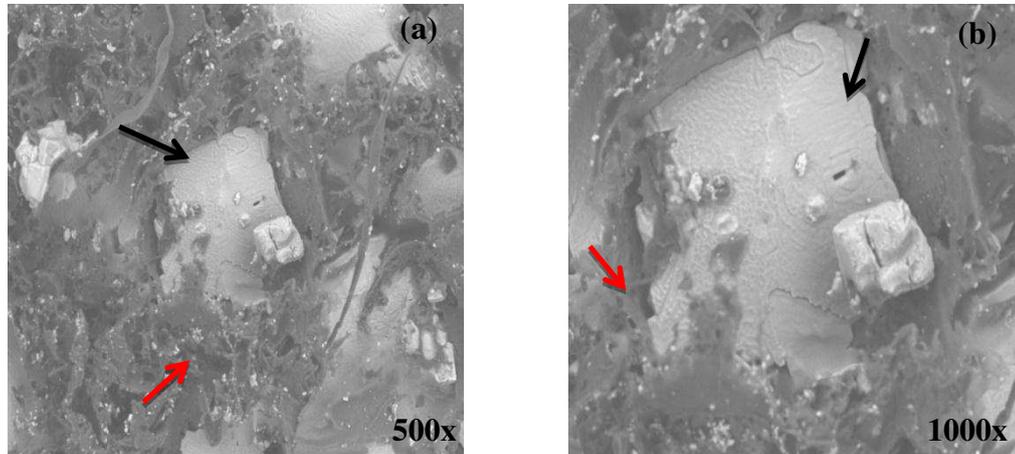


Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

A figura 20 tem-se imagens que foram capturadas por MEV na superfície da amostra. A figura 20(a) demonstra a superfície do material com aproximação de 500x onde se pode ver o aspecto de profundidade dos poros criados na superfície do material, representado pelas setas em cor vermelha. A figura 20(b) com uma aproximação de 1000x capturou-se na imagem as partículas de NaCl, indicadas pelas setas em cor preta, encrustadas nos poros do material, possivelmente, por não ter sido diluídas na lixiviação.

- **Amostra 10 PEEK/NaCl**

Figura 21 – (a) Ilustração da imagem capturada por MEV da superfície da amostra, com aumento de 500x; (b) Ilustração da imagem de MEV superficial da amostra, com aumento de 1000x.

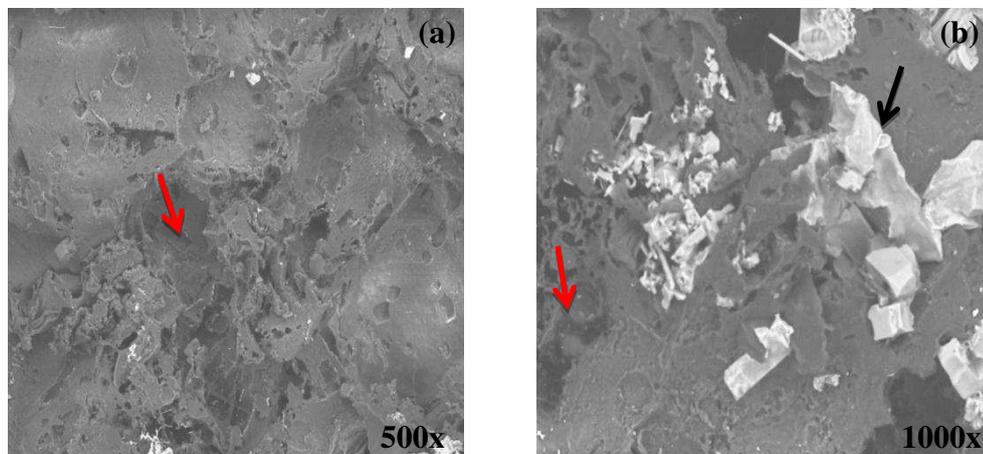


Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

As imagens de Microscopia eletrônica de Varredura (MEV) da figura 21 (a) e 21(b) foram capturadas com aumentos de 500x e 1000x, respectivamente. Na figura 21(a) podemos observar que há um aglomerado de NaCl encrustado nos poros da superfície do material e essa partícula preenchendo o poro está representada pela seta de cor preta, já a seta na cor vermelha representa a superfície rugosa do PEEK. A figura 21(b) apresenta as mesmas indicações da figura 21(a) só que com uma melhor aproximação e um detalhamento melhor.

- **Amostra 11 PEEK/NaCl**

Figura 22 – (a) Ilustração da imagem capturada por MEV da superfície da amostra, com aumento de 500x; (b) Ilustração da imagem de MEV superficial da amostra, com aumento de 1000x

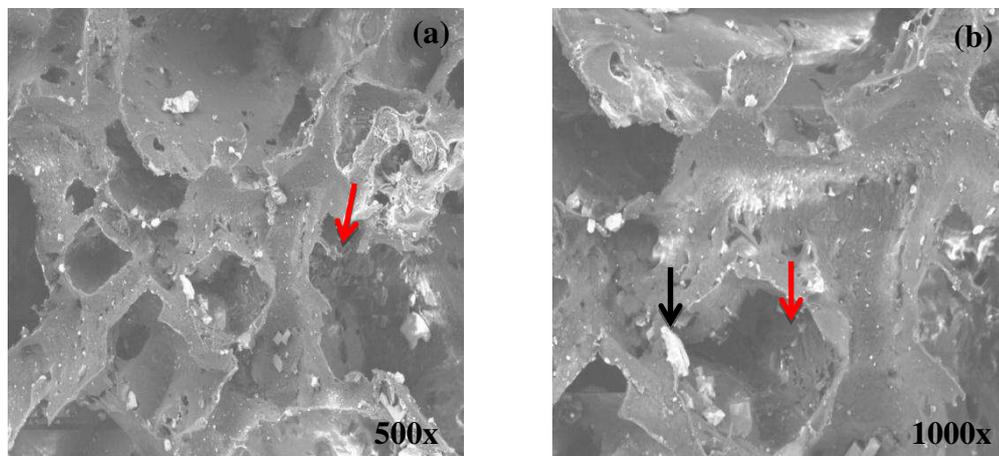


Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

A figura 22(a) apresenta uma imagem capturada por MEV com aumento de 500x onde está demonstrado pela seta em cor vermelha a rugosidade e os poros na superfície da amostra. Na figura 22(b) a seta em cor vermelha representa a superfície rugosa e porosa do PEEK e a seta em cor preta demonstra as partículas de NaCl que estão dispersas e incrustadas no material por não ter sido perfeitamente lixiviadas.

- **Amostra 20 PEEK/NaCl**

Figura 23 – (a) Ilustração da imagem capturada por MEV da superfície da amostra, com aumento de 500x; (b) Ilustração da imagem de MEV superficial da amostra, com aumento de 1000x.



Fonte: Arquivo Próprio, 2016.

A figura 23(a) e (b) estão representando imagens da amostra em estudo, capturada por MEV com um aumento de 500x e 1000x, esta apresenta uma excelente porosidade com uma interconexão e profundidade preferível para a aplicação desejada, e demonstrando que o NaCl foi diluído quase completamente da superfície da amostra, como mostra a seta de cor vermelha poros bem delineados.

5.2 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

5.2.1 Compressão Estática

Os principais resultados e os mais importantes para o entendimento das propriedades mecânicas de compressão estão representados, na tabela 4, como pode ser visto

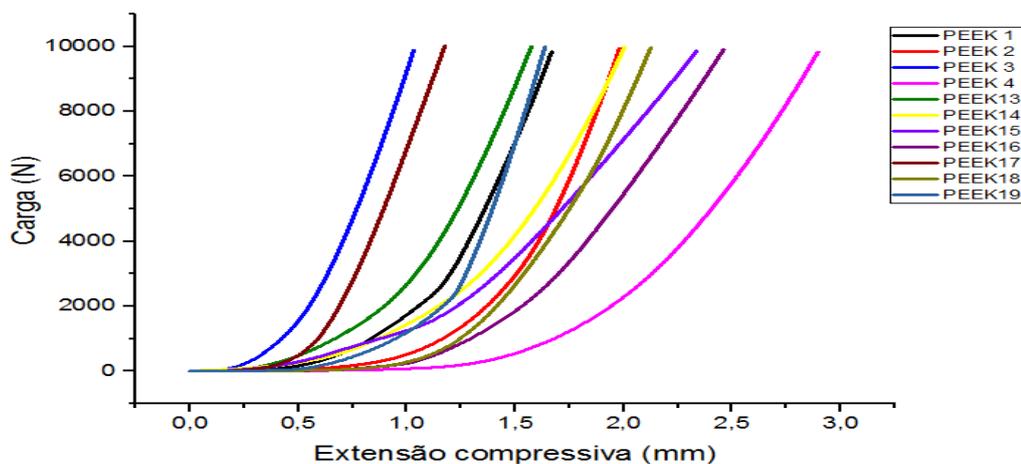
Tabela 4 – Resultados referentes a caracterização dos corpos de prova de PEEK/NaCl por ensaio mecânico de compressão estática.

Testes	Amostras	Carga compressiva (KN)	Deformação compressiva (%)	Altura do Corpo de Prova (mm)	Extensão do Corpo Prova (mm)	Esforço à compressão (MPa)
1	PEEK 1	9,84	39,71	4,20	1,67	13,90
2	PEEK 2	9,95	42,88	4,62	1,98	14,07
3	PEEK 3	9,89	20,44	5,05	1,03	13,97
4	PEEK 4	9,83	48,59	5,96	2,90	13,81
5	PEEK 13	10,00	32,26	4,88	1,57	14,01
6	PEEK 14	9,98	32,70	6,13	2,00	14,26
7	PEEK 15	9,87	30,18	7,74	2,34	13,77
8	PEEK 16	9,92	35,67	6,90	2,46	14,09
9	PEEK 17	10,03	23,95	4,91	1,18	88,65
10	PEEK 18	9,97	43,27	4,91	2,13	14,79
11	PEEK 19	9,99	35,28	4,64	1,64	14,80

Fonte: Construído com os dados da pesquisa, 2016.

Na tabela 4, temos os resultados obtidos por meio dos dados computacionais gerados para a compressão estática ou resistência compressiva na caracterização do material em estudo. No entanto, os dados que nos dão melhor resposta sobre a resistência desse material e indicam melhor as suas propriedades são o da carga(N) *versus* a extensão compressiva (mm) e o esforço a compressiva (Mpa) *versus* a deformação (%) que tiveram suas curvas plotadas nos gráficos 3 e 4, respectivamente.

Gráfico 3 – Representação gráfica da carga aplicada sendo mostrada no eixo Y *versus* a extensão compressiva do material no eixo X.

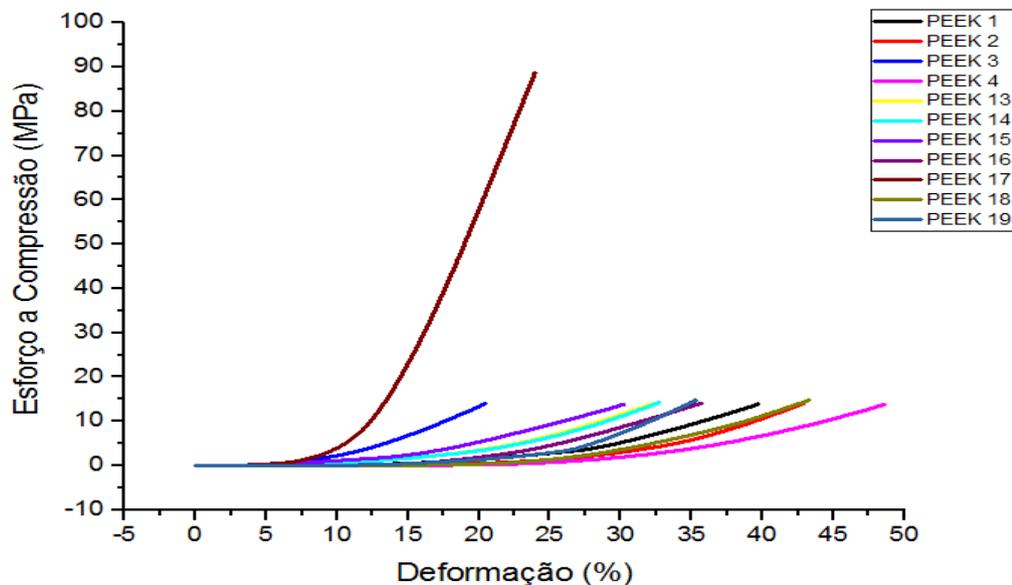


Fonte: Construído com os dados da pesquisa, 2016.

No gráfico 3, tem-se a representação das amostras testadas pelo ensaio de compressão, onde cada pico refere-se a uma distinta amostra relacionadas e diferenciadas por cor pela legenda na parte lateral do gráfico. Os dados são referentes à carga aplicada em cada corpo de prova, demonstrados na reta Y, plotados em relação à extensão compressiva sofrida pelo material, no eixo X, onde os dados foram capturados por segundo até atingir a máxima carga.

Os resultados referentes aos dados do ensaio de compressão, representados por meio do gráfico 3, mostram que os corpos de prova que demonstraram um comportamento ideal de resistência à tensão aplicada, com uma carga média em torno de 10 KN, foram os que apresentaram uma máxima extensão compressiva (mm) na faixa de 0 até 1,5 milímetros, que segundo alguns autores, são o comportamento extensivo de compressão das vertebrae da coluna lombar quando submetidas ao esforço de 50% do que ela pode se comprimir diariamente, onde baseando-se nesse relato foram traçados os métodos para o teste do material em estudo, visando similaridade em suas propriedades.

Gráfico 4 – Ilustração gráfica dos dados na reta X, referentes a deformação compressiva em porcentagem *versus* os dados na reta Y, do esforço à compressiva resistência, dos corpos de provas de PEEK/NaCl, que foram ensaiados.



Fonte: Construído com os dados da pesquisa, 2016.

Na representação do gráfico 4, tem-se a relação entre a tensão x deformação que é a forma mecânica mais objetiva de avaliar as propriedades do material em estudo quanto ao esforço à compressiva que ele pode exercer oposto a um tensionamento submetido pela carga

que é aplicada, gerando uma deformação em forma de porcentagem do quanto o material é comprimido.

Com isso, os corpos de prova que apresentaram uma menor deformação, mesmo apresentando um esforço a compressiva bastante parecido (com exceção da amostra PEEK 17 que apresentou um esforço compressivo alto), demonstram que resistiram melhor à tensão da carga aplicada, pois, se esta carga foi em média à mesma para todos os corpos de prova, os que apresentaram um menor percentual de deformação indicam maior resistência mecânica e com propriedades atrativas para aplicações como biomaterial que exija algum esforço compressivo, como é o caso das vertebrae da coluna humana.

Para identificar se houve ou não o ajustamento do modelo, na tabela 5, têm-se a matriz dos cofatores e o rendimento (deformação (%)) apresentado no teste de compressão para os corpos de prova em estudo:

Tabela 5 – Matriz dos cofatores, com o rendimento apresentado pelos corpos de provas no ensaio de compressão estática.

Média	Fatores			Interação				Rendimento (%)
	1	2	3	12	13	23	123	Y
(+)	(-)	(-)	(-)	(+)	(+)	(+)	(-)	39,71
(+)	(+)	(-)	(-)	(-)	(-)	(+)	(+)	42,88
(+)	(-)	(+)	(-)	(-)	(+)	(-)	(+)	20,44
(+)	(+)	(+)	(-)	(+)	(-)	(-)	(-)	48,59
(+)	(-)	(-)	(+)	(+)	(-)	(-)	(+)	32,26
(+)	(+)	(-)	(+)	(-)	(+)	(-)	(-)	32,70
(+)	(-)	(+)	(+)	(-)	(-)	(+)	(-)	30,18
(+)	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)	(+)	35,67

Fonte: Construída com os dados da pesquisa, 2016.

A partir da tabela 5, o software analisou os efeitos de cada um desses fatores em separado, e também como a interação entre eles influencia no rendimento, que no caso é a deformação apresentada por cada corpo de prova. Como se pode observar essa análise na tabela 6.

Que demonstra pela análise dos dados os valores calculados dos efeitos estimados, para a matriz dos cofatores (Tabela 5), em relação ao rendimento (deformação compressiva). Na tabela 6 também podemos perceber que o fator (1) carga analisado separadamente dos outros apresentou um efeito positivo sobre o rendimento, enquanto que, os fatores (2) temperatura e (3) tempo quando analisados cada um em separado apresentam-se com efeito negativo ou diz-se não afetar o rendimento de maneira significativa.

No entanto, quando avaliamos o efeito de interação os fatores (1) e (2), estes se mostram como os efeito influenciam o aumento do rendimento, portanto, pode-se dizer que esses fatores devem ser planejados em conjunto no experimento e não em separado. Já a interação de (1) e (3) não é tomada como significativa como mostra os dados, com valor negativo para essa interação, que deve ser tida como não importante para esse experimento. Outra interação que deve-se ser avaliada como positiva nesse experimento é a (2) e (3) onde se mostrou com influência positiva no rendimento.

Tabela 6 – Análise dos dados para os fatores em separado e da interação entre eles, em relação ao rendimento, apresentando seus efeitos.

EFEITOS ESTIMADOS / ANOVA		
Variável dependente: Deformação compressiva (%)		
3 fatores	Efeitos	Erro puro
Média	34,16537	5,60738
(1)Carga (L)	9,31473	6,86761
(2)Temperatura(L)	-3,16538	6,86761
(3)Tempo (L)	-5,20363	6,86761
1L by 2L	7,51013	6,86761
1L by 3L	-6,35050	6,86761
2L by 3L	3,61517	6,86761

Fonte: Construída com os dados da pesquisa, 2016.

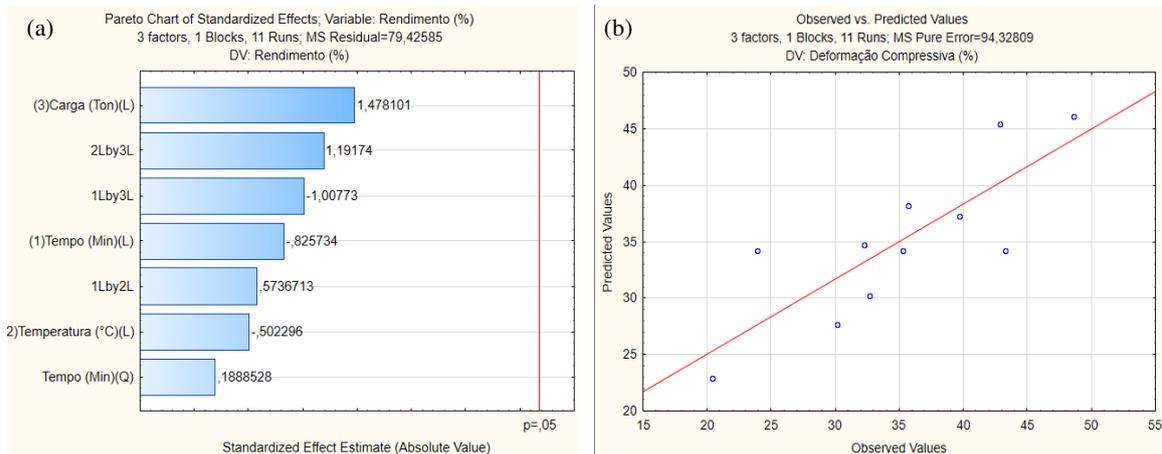
No gráfico de Pareto (gráfico 5), podemos observar se há ajustamento ou não do modelo experimental com relação aos efeitos dos tratamentos e o rendimento, assim como no gráfico dos valores observados *versus* os valores preditos pelo software, para o modelo.

No gráfico 5(a), tem-se a apresentação dos valores dos efeitos calculados apresentados no diagrama de Pareto em relação ao percentual de confiança em que o modelo deve estar ajustado. Como se pode observar no gráfico, o modelo mostra-se não significativo ao intervalo de confiança de 5%, pois, para que houvesse um ajustamento do modelo nesse intervalo deveria se que as colunas do gráfico ultrapassassem a linha vermelha que é a da margem de confiança.

O gráfico 5(b) apresenta uma análise quanto a linearidade do modelo para valores observados em relação aos valores preditos. A reta em vermelho indica o ajustamento experimental ideal para os valores preditos nos resultados, e os pontos em torno da reta são os dados de observação do ensaio. Os pontos que se apresentam mais próximos a esta reta indicam os valores observados que estão melhores adaptados ao modelo. No entanto, para que

esse ensaio fosse adotado com o planejamento dentro do intervalo de confiabilidade estatística, todos os pontos deveriam está tocando a reta.

Gráfico 5 – (a) Representação gráfica do diagrama de Pareto dos efeitos calculados para o modelo experimental; (b) Representação do ajustamento dos valores observados, para o rendimento, em relação aos valores pressupostos para o experimento.

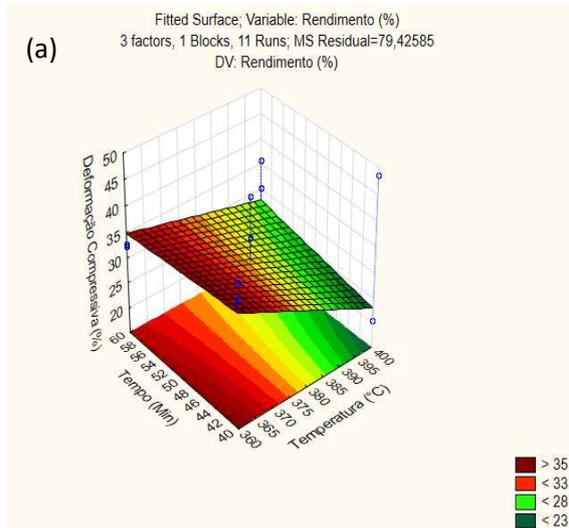


Fonte: Construído com os dados da pesquisa, 2016.

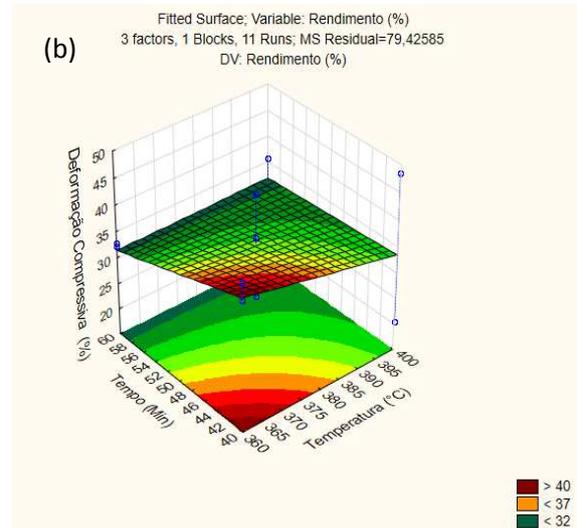
Mesmo o modelo experimental mostrando-se não linear, para esse intervalo de confiança, temos como observar quais amostras apresentaram estatisticamente uma diferença significativa com relação as outras indicando melhor as suas propriedades de resistência compressiva.

Os gráficos de superfície de resposta demonstram quais amostras tiveram uma maior rendimento, oque é definido pela região com cores mais quentes, sendo essa região o ponto de intersecção dos três eixos. Portanto, nesse estudo, adotamos os parâmetros de tratamento para o experimento como sendo as variáveis independentes que foram a temperatura, o tempo e a carga, e a variável dependente ou variável resposta a deformação compressiva dos corpos de prova.

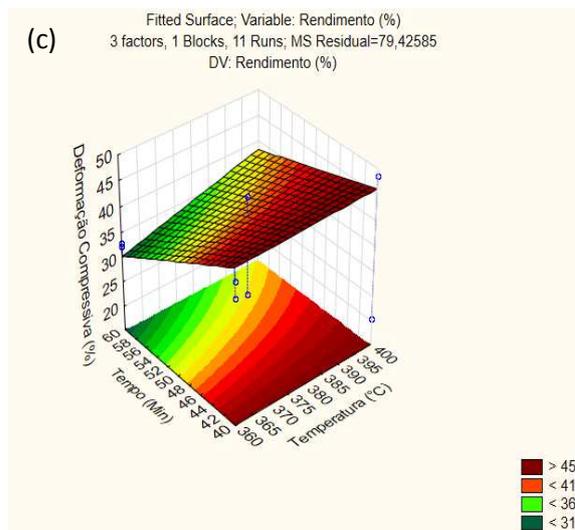
Gráfico 6 – Representação grafica da superfície de resposta com os valores dos parâmetros Temperatura e Tempo em relação ao rendimento (deformação compressiva): (a) Para os corpos de prova que receberam processamento em 5 toneladas; (b) Dos corpos de prova processados em 7 toneladas de carga e (c) Os corpos de prova que foram processados em 9 toneladas de carga.



Fonte: Construídos com os dados da pesquisa, 2016.



Fonte: Construídos com os dados da pesquisa, 2016.



Fonte: Construídos com os dados da pesquisa, 2016.

Para o gráfico 6(a) temos a observação dos corpos de prova que receberam um tratamento de processamento de 5 toneladas, sendo que este parâmetro não aparece no gráfico. Nele está demonstrado o comportamento dos corpos de prova processados nesse valor para o parâmetro carga, e podemos ver que os corpos de prova com maior deformação compressiva na faixa de 35%, se encontram na região do gráfico de 360 °C e com um tempo variando de 40 a 60 minutos.

No gráfico 6(b), tem-se os corpos de prova com processamento em 7 toneladas de carga, e podemos observar que os corpos de prova com maior percentual de deformação compressiva na faixa de 40% estão na região do gráfico que apresentam um tratamento de temperatura de 380 °C e tempo de 50 minutos, onde pode ser visto pela região de cor mais quente.

Já no gráfico 6(c), são as observações para os corpos de prova que receberam tratamento de carga de 9 toneladas de processamento, assim como, uma temperatura de 400 °C e um tempo de 60 minutos. Os corpos de prova com esses parâmetros, que demonstraram maior rendimento de deformação compressiva estão na faixa em torno de 45% e podem ser descritos no gráfico na observação da região com cores mais aquecidas que é a intersecção dos eixos.

5.2.2 Compressão/Fadiga Dinâmica

Os resultados de compressão a fadiga dinâmica são remetidos ao comportamento dos corpos de prova após a realização da compressão estática em suportar uma carga cíclica em uma frequência pré-determinada, atingindo um número de ciclos que se queira analisar em um período de tempo.

Tabela 7 – Dados do método utilizado para realização do ensaio de compressão a fadiga dinâmica nos corpos de prova de PEEK/NaCl

Método: Fadiga dinâmica	
N° de Ciclos	9000 ciclos
Frequência	5 Hz
Tempo de teste	30 minutos
Carga aplicada	1500 (\pm 1000)N

Fonte: Construída com os dados da pesquisa, 2016.

Na tabela 7, pode-se observar, o método que foi utilizado no ensaio de fadiga dos corpos de prova. O teste foi conduzido buscando simular o comportamento dos corpos de prova de PEEK/NaCl como uma possível aplicação em biomaterial para substituição de vertebra da coluna. Esses 9000 ciclos infere sobre o carregamento compressivo de \pm 1000 a 1500 N que uma vertebra da coluna deverá suportar durante 24 horas (1 dia) de movimentação normal do corpo humano. Os 30 minutos usados no método, para o teste, podem ser explicados como sendo o tempo em que a vértebra da coluna deverá apresentar 50% da deformação que ela sofrerá, possivelmente, durante todo o dia. Por isso a utilização desses valores para simular a fadiga dos corpos de prova.

Figura 24 – Representa a ilustração dos 11 corpos de prova após os testes de fadiga, demonstrando que em nenhum dos corpos de provas houve rompimento ou trincas aparentes.



Os resultados após os testes mostraram que os corpos de prova permaneceram intactos sem ranhuras e nem trincas aparentes e que o material, pode-se dizer, ser resistente ao carregamento ciclico de compressão que lhe foi imposto. Isso demonstra um comportamento ideal do polímero quando sujeito a tensões mecânicas que envolvam cargas compressivas.

Depois da apresentação dos dados dos resultados e, para interpretá-los melhor sua eficiência para aplicação desejada, estes devem ser discutidos através da literatura e de observações.

As características como resistência física, química e mecânica indicam que o PEEK é um material interessante para ser aplicado como biomaterial devido ao fato de que nas análises feitas pelo FTIR o material em estudo resistiu quimicamente a altas temperaturas e ao processamento sem modificação no seu arranjo estrutural característico, o que evidencia perspectivas interessantes para aplica-lo na fabricação de biomateriais. Por isso, Kurtz (2007), no contexto de aplicações como biomaterial, em que o ambiente térmico esperado é de 37 °C (temperatura do corpo), o comportamento elástico de PEEK se torna relativamente indiferente à temperatura.

Como também observou Kurtz e Devine (2007), que a estrutura química do PEEK estabilizada por ressonância resulta em deslocalização de elétrons orbitais mais elevados ao longo de toda a macromolécula, tornando-se extremamente não reativo e inerentemente resistente a químicos, térmicos, e degradação pós-irradiação.

Contudo, apesar dessa boa estabilidade e resistência química o PEEK é um material inerte, o que dificulta a interação deste com o organismo no qual será implantado. Por isso, a idéia de modificá-lo superficialmente e estruturalmente em composição com o NaCl, pelo

fato de que o NaCl é um componente mineral presente na composição óssea. Fazendo-se isto, com o intuito é que um biomaterial produzido a partir do PEEK, com essa modificação estrutural e de superfície, torne-se biotolerável, de maneira que facilite e favoreça a aceitação do implante pelo organismo pela mimetização das apresentadas pelo osso.

Portanto, para caracterização da conformação porosa do material em estudo, utilizou-se de ferramentas microscópicas como a MO e MEV para comprovar se essa porosidade realmente estava presente no material.

As amostras que se destacaram com um conjunto características mais satisfatórias, em relação às outras, foram as que estão representadas com o número 5, 10 e 11. Possibilitando afirmar que, a interação entre os fatores de processamento foram eficientes para essas amostras.

Os resultados obtidos na forma de imagens com aumentos predefinidos mostraram que a porosidade buscada para o interior do material foi conseguida como se observa nas imagens do corte transversal feito no centro das amostras. Em comparação com a figura 24(a), que apresenta uma simulação de um corte transversal do osso trabecular de um corpo vertebral da coluna, pode-se dizer que nos corpos de prova em estudo a porosidade foi conseguida.

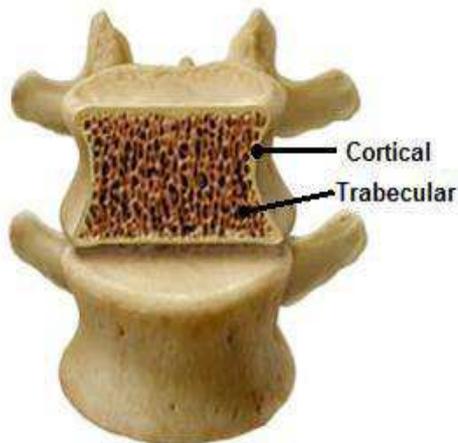
Tabela 8 – Medição do diâmetro em um poro, de uma única imagem de MEV para cada amostra.

	Área	Diâmetro do poro (μm)	Diam. do Poro (mm)
Amostra 5	38.566	197.268	0,1973
Amostra 8	6.408	32.683	0,0327
Amostra 10	23.117	118.206	0,1182
Amostra 11	4.618	23.636	0,0236
Amostra 20	14.992	76.476	0,0765
Amostra 21	10.371	53.038	0,053
Média	16,34	83,55	0,08355

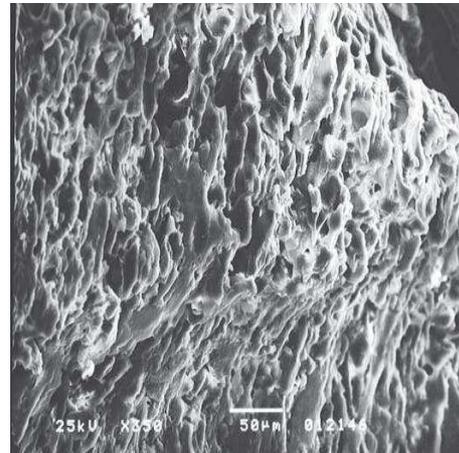
Fonte: Construída com os dados da pesquisa, 2016.

Com auxílio de uma imagem de Microscopia eletrônica de Varredura de um osso de vértebras da coluna (Figura 24(b)), descrita na literatura por Castiglia *et al.* (2009), pode-se fazer um comparativo do diâmetro médio dos poros do osso, com o do diâmetro médio das amostras, pelas imagens da análise feita nos corpos de prova do material em estudo.

Figura 25 – (a) Representação simulativa da estrutura do osso trabecular, com corte transversal, de uma vertebra da coluna. (b) Imagem do osso da coluna humana, utilizada para medição do diâmetro médio dos poros.



Fonte: Adaptado de BOTELHO, 2013.



Fonte: Castiglia *et al.*, 2009.

Tabela 9 – Medição do diâmetro de vários poros da imagem, descrita pela Figura 24.

	Área	Diâmetro do poro (μm)	Diam. do poro (mm)
1	19.526	24.304	0.024304
2	40.273	50.817	0.050817
3	33.561	41.994	0,041994
4	53.088	67.564	0,067564
Média	36,612	46,17	0,04617

Fonte: Construída com os dados da pesquisa, 2016.

Comparando os valores da Tabela 8 com os da Tabela 9, pode-se fazer uma observação de que o diâmetro dos poros encontrados nas amostras apresenta-se como similar ao do osso, pelo fato de que, as amostras analisadas por MEV tiveram um aumento 3 vezes maior do que a microscopia feita do osso, o que significa, que a média do diâmetro dos poros para as amostra foi o dobro da media de diâmetro encontrada nos poros do osso, no entanto, como o aumento para as amostras analisadas foi maior, isso significa que se os aumentos fossem os mesmos a medida média do diâmetro dos poros tanto para as amostras como para o osso, provavelmente, seriam bastante próximas. Com isso tem-se a indicação de que esse material em estudo apresenta-se, além de outros fatores comparativos similares ao osso, uma porosidade ótima para a aplicação desejada.

Além de se conseguir essa porosidade que é muito importante, segundo alguns autores, para tornar o material biotolerável facilitando a interação osso/implante favorecendo a biocompatibilidade, os corpos de provas de PEEK poroso demonstraram uma boa resistência mecânica, sendo isto uma das características principais que o material deve apresentar para ser utilizado como biomaterial.

No entanto, como forma de melhorias nessa busca por um material porogênico para uma melhor identidade do material com a estrutura do osso, deve-se fazer uma seleção da granulometria do agente porogênico, de acordo com a micrometria apresentada pelos poros da estrutura óssea, assim como, melhorias na distribuição e lixiviação das partículas.

Os testes de compressão possibilitaram avaliar vários fatores relacionados à resistência do material, no entanto, os mais importantes são a tensão em relação à deformação que foi tido como aspecto de definição do rendimento mecânico das amostras. Os gráficos 3 e 4 ilustram bem esse fato onde os corpos de provas que apresentaram uma menor deformação indicam uma melhor resistência a carga aplicada, sendo medida essa deformação na forma de extensão(mm), como esforço do material em resistir a tensão (carga) aplicada, de maneira que uma menor deformação/extensão possibilita afirmar que são os corpos de prova, do material em estudo, que apresentaram melhor suas propriedades mecânicas e que demonstram que foram os que receberam os tratamentos de processamento mais eficientes.

Para avaliar a resistência desse material com relação aos ciclos de fadiga, com intuito de comparação com esses mesmos testes sendo realizados em amostras *in vitro* de corpos vertebrais da coluna humana, para observação do potencial mecânico do material em estudo para substituir esse tipo de vértebra. Visto que, esse tipo de carregamento compressivo é um dos principais que a coluna é submetida diariamente.

De acordo com Oliveira (2013), a compressão é o tipo mais comum de carregamento imposto à coluna vertebral. Por essa razão, a coluna sofre uma diminuição na sua altura de até 2 cm no transcorrer de um dia, com cerca de 50% dessa perda ocorrendo durante os primeiros 30 min.

De maneira que, autores como Brinckmann *et al.* (1998), que fez um estudo com 70 espécies de doadores com idades de (18 ± 51) onde utilizou em seu protocolo cargas de compressão até uma máxima de até 7 kN com número de ciclos limitado até 5.000, no entanto, ao chegar ao carregamento menor de 3 kN já havia gerado uma taxa de fadiga de 50%.

Gallagher, (2007) relatou em seu trabalho a medição Fadiga in vitro com baixos números de ciclos até falha (1.000-10.000 ciclos, 0,33-1 Hz), isto também foi citado no trabalho de Huber *et al.* (2010), que para tanto, realizou um estudo em que depois de pré-condicionamento (~ 90 min) os segmentos foram expostos para 300.000 ciclos de compressão senoidal (~ 18 h). Uma carga de pico de 0 kN a 2 kN foi aplicada a uma frequência de 5 Hz. Ele concluiu que Apenas cinco a seis espécimes de 18 falharam depois de exposição a 300.000 ciclos de carga de alta fadiga fisiológica.

Baseando-se nessa afirmação criou-se e testou o método de ensaio de simulação em 30 minutos de teste para o carregamento sofrido em 9000 ciclos a uma frequência de 5 Hz sendo aplicada uma carga de 1500 (± 1000) N que é o que relata alguns autores sobre a compressão de fadiga exercida diariamente nas vertebrae da coluna.

As amostras se mostraram bastantes eficientes ao carregamento cíclico que lhes foi imposto mantendo sua integridade estrutural sem nenhuma trinca ou ranhura aparente (Figura 23), visto que antes desse teste já haviam sido testadas para um estado de compressão estática para medir o seu grau de deformação em resistência a tensão. Portanto, pode-se dizer que os resultados dos corpos de prova de PEEK para os testes de compressão cíclica, baseados em métodos com testes realizados em amostras da coluna vertebral descritos por alguns autores, foram satisfatórios em relação ao limite de falha por fadiga para os testes in vitro relatados e que o PEEK pode ser sugerido como material com propriedades atrativas de resistência mecânica e com viabilidades que o possibilitam a aplicação sugerida.

6 CONCLUSÕES

Após as análises dos resultados obtidos através das técnicas de caracterizações descritas, pode-se concluir que:

- Mesmo o modelo experimental, por meio das análises estatísticas, não tendo se mostrado significativo com o ajustamento necessário ao experimento, puderam-se obter inferências sobre os fatores e as propriedades do material;
- Os resultados demonstram que o processamento do material influencia diretamente nas suas propriedades e que a interação desses fatores, que afetam o processo, deve ser analisada em conjunto e nunca separadamente;
- A composição do PEEK com o NaCl se mostrou eficiente, visto que, além de se obter a porosidade para facilitar a bioatividade do material, não houve interferência prejudicial considerável nas propriedades mecânicas do material;
- Na comparação entre os testes de compressão mecânica, realizados em amostras de vértebras da coluna de indivíduos cadavéricos, com os corpos de prova produzidos de PEEK, esse material se mostrou com uma resistência superior;
- O material apresentou nos resultados características e propriedades de morfologia e de resistência, dando-o a confiabilidade atraente para a aplicação sugerida;
- Que com estudos exploratórios da granulometria das partículas estruturantes e outros testes e análises investigatórias desse material, pode-se obter implantes de PEEK estruturados tornando esse material bioinerte e melhorando a bioatividade do material com a estrutura óssea e os tecidos adjacentes.

6.1 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS:

- Avaliar novas técnicas e métodos para estruturação do PEEK melhorando ainda mais sua porosidade sem perder suas propriedades mecânicas;
- Realizar testes complementares de tração, flexão e rotação que são outros tipos de carregamentos a que são submetidas diariamente as vértebras da coluna;

- Submeter o material a testes de biocompatibilidade e biofuncionalidade simulando a sua interação com o ambiente encontrado quando implantado;
- Realizar testes *in vivo* de implante constituído com esse material para analisar se está havendo a ósseo integração e se este é bioinerte e biotolerável ao organismo.

REFERÊNCIAS

- ABU BAKAR, M. S.; CHENG, M. H. W.; TANG, S. M.; YU, S. C.; LIAO, K.; TAN, C. T.; KHOR, K. A.; CHENG, P. Tensile properties, tension-tension fatigue and biological response of polyetheretherketone-hidroxyapatite composites for load-bearing orthopedic implants. **Biomaterials**, vol. 24. p. 2245-2250, 2003.
- ABU BAKAR, M. S.; CHENG, P.; KHOR, K. A. Mechanical properties of injection molded hidroxyapatite-polyetheretherketone biocomposites. **Composites Science and Technology**, vol. 63, p. 421-425, 2003.
- ABUKAWA, H. (2006). The engineering of craniofacial tissues in the laboratory: A review of scaffolds and implant coatings. *Dental Clinics of North American*, Vol. 50, Nº 2, pp. 205-216.
- ACCIARI, H. A.; CODARO, E. N.; GUASTALDI, A. C. Uma revisão sobre a corrosão em amálgamas dentários. *Brazilian Dental Science*, 1. 2010.
- ADRIÃO, R. J. B. **Biomateriais e reacções de hipersensibilidade - um problema ortopédico?**. 2011. P. 56. Dissertação (obtenção do Grau de Mestre em Medicina) – Ciências da Saúde, UNIVERSIDADE DA BEIRA INTERIOR. Covilhã – Portugal.
- ALEXANDER, H.; BRUNSKI, J. B.; COOPER, S. L.; HENCH, L. L.; HERGENROTHER, R. W.; HOFFMAN, A. S.; KOHN, J.; LANGER, R.; PEPPAS, N.A.; RATNER, B. D.; SHALABY, S. W.; VISSER, S. A.; YANNAS, I. V. 1996. Classes of materials used in medicine. *In: B. D. RATNER; A. S. HOFFMAN; F. J. SCHOEN; J. E. LEMONS (eds.), Biomaterials Science: An Introduction to Materials in Medicine*. New York, Academic Press, p. 37-130.
- ASTION, D. J.; SALUAN, P.; STULBERG, B. N.; RIMNAC, C. M.; LI, S. The porous-coated anatomic total hip prosthesis: failure of the metal-backed acetabular component, *J. Bone Jt. Surg. Am.* 78 (1996) 755 e 766.
- BARRERE, F. *et al.* (2008). Advanced biomaterials for skeletal tissue regeneration: Instructive and smart functions. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 59, 38-71.
- BERRY, D. J.; BARNES, C. L.; SCOTT, R. D.; CABANELA, M. E.; POSS, R. Catastrophic failure of the polyethylene liner of uncemented acetabular components, *J. Bone Jt. Surg. Br.* 76 (1994) 575 e 578.
- BLACK, J.; HASTINGS, G. W. *Handbook of Biomaterials Properties*. London, UK, Chapman and Hall, 1998.
- BLUNDELL, D. J.; OSBORN, B. N. A morfologia de poli (arilo-éter-cetona) Polímero; 24 : 953. 1983.
- BORELLI, V.; **PESQUISA E DESENVOLVIMENTO DE BIOMATERIAIS: ESTUDO DAS INTER - RELAÇÕES CIENTÍFICAS, TECNOLÓGICAS E NORMATIVAS**. 2011. 83 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo – SP.
- BOTELHO, E. R. S. **PROCESSO DE INJEÇÃO DO POLÍMERO PEEK APLICADO A ESPAÇADORES INTERVERTEBRAIS**. 2013. p. 107.
- BRINCKMANN, P.; BIGGEMANN, M.; HILWEG, D. (1988) **Fatigue fracture of human lumbar vertebrae**. *Clinic Biomech* 3 (Suppl 1), S1-S23.
- BRYDSON, J. A. *Plastic Materials*, Fourth edition. Butterworths Scientific, 1982.

CALLISTER JR, W. D. 2002. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. Rio de Janeiro, LTC, 589 p.

CALLISTER Jr, W. D.; SOARES, S. M. S. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*, Livros Técnicos e Científicos. 2008.

CHARNLEY, J. (1960) Anchorage of the femoral head prosthesis to the shaft of the femur. *The Journal of Bone & Joint Surgery*, Vol. 42, pp. 28-30.

CHIVERS, R. A.; MOORE, D. R. O efeito do peso molecular e cristalinidade sobre as propriedades mecânicas de injeção moldada poli (arilo-er-er-cetona) de resina. *Polímero*. 1994; 35 (1): 110-116.

DAVID, B.; MITZI; LAURA, L.; KOSBAR; CONAL, E.; MURRAY; COPEL, M.; AFZALI, A. (2004). High-mobility ultrathin semiconducting films prepared by spin coating. *Nature*, vol. 428, p. 299-303.

DAWSON, P. C.; BLUNDELL, D. J. Dados de raios-X para a poli (éter cetonas arilo) *Polímero*; 21 (5): 577-578. 1980.

DIAS, R. C. M. **SÍNTESE, CARACTERIZAÇÃO E AVALIAÇÃO PRELIMINAR DE CITOTOXICIDADE DA MATRIZ POROSA DE NANOCOMPÓSITO BIODEGRADÁVEL**. 2006. 108p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte - MG.

DISEGI, J. A.; ESCHBACH, L. (2000) Sainless steel in bone surgery. *Revista Injury-international journal of the care of the injured*, Vol. 31, pp. 2-6.

DOMINGUES, Z. R.; CORTÉS, M. E. (2004) "Bioactive glass as a drug delivery system of tetracycline and tetracycline associated with [beta]-cyclodextrin." *Biomaterials*, 25, 327-333.

EISENBARTH, E. (2007). *Biomaterials for tissue engineering*. *Advanced Engineering Materials*, 9, 1051-1060.

ELÍSIO, G. N. N. **Estudo da degradação das propriedades mecânicas de materiais compósitos pelo efeito da esterilização por autoclave**. 2013. p. 56. Dissertação (obtenção do Grau de Mestre em Ciências Biomédicas) – UNIVERSIDADE DA BEIRA INTERIOR, Escola de Ciências da Saúde. Covilhã – Portugal.

FOOK, M. V. L. **DESENVOLVIMENTO DE TÉCNICA DE DEPOSIÇÃO DE HIDROXIAPATITA PELO MÉTODO BIOMIMÉTICO NA SUPERFÍCIE POLIETILENO DE ULTRA-ALTO PESO MOLECULAR PARA APLICAÇÃO COMO BIOMATERIAL**. 2005. p. 128. Tese (Doutorado em Química) – Instituto de Química, Universidade Estadual Paulista. Araraquara – SP.

GALANTE, J. O. *et al.* (1991). The biologic effects of implant materials. *Journal of orthopaedic research*, 9, 760-775.

GALLAGHER, S.; MARRAS, W. S.; LITSKY, A. S.; BURR, D.; LANDOLL, J.; MATKOVIC, V. (2007) **A comparison of fatigue failure responses of old versus middle-aged lumbar motion segments in simulated flexed lifting**. *Spine* 32, 1832–9.

GOMES, L. S. M. Biomateriais em artroplastia de quadril: propriedades, estrutura e composição. **O Quadril**. São Paulo: Atheneu, p. 121-143, 2010.

GRACIA, J. C.; PUÉRTOLAS, J. A. **PEEK: Implantes Biomédicos**. Programa Oficial de Pós-graduação em Ingenierías Transversales Ingeniería Biomédica, 2011.

- GREEN, S.; SCHLEGEL, J. A. Polyaryletherketone Biomaterial for use in Medical Implant Applications. Disponível em: http://www.medicalpeek.org/pdf/Green_RAPRA_2001.pdf. Acesso em: Setembro de 2016.
- HENCH, L. L. *et al.* (1993). *An introduction to bioceramics*, World Scientific Singapore.
- HUBER, G.; SKRZYPIEC, D. M.; KLEIN, A.; PÜSCHEL, K.; MORLOCK, M. M. **High Cycle Fatigue Behaviour of Functional Spinal Units**. 2010. *Industrial Health*, 48, 550–556.
- JONES, D. P.; LEACH, D. C.; MOORE, D. R. As propriedades mecânicas de poli (éter-éter-cetona) para aplicações de engenharia. *Polymer*. 1985; 26 : 1385-1393.
- KAMACHIMUDALI, U.; SRIDHAR, T.; RAJ, B. (2003). Corrosion of bio implants. *Sadhana (Academy Proceedings in Engineering Sciences)*. Indian Academy of Sciences, 601-637.
- KANEKO, S. *et al.* (2001). In vivo evaluation of bone-bonding of titanium metal chemically treated with a hydrogen peroxide solution containing tantalum chloride. *Biomaterials*, 22, 875-881.
- KARAGEORGIU, V.; KAPLAN, D. (2005). Porosity of 3D biomaterial scaffolds and osteogenesis. *Biomaterials*, 26, 5474-5491.
- KAW, A. K. (1997) *Mechanics of composite materials*. Boca Raton: CRC Press LLC.
- KAWACHI, E.Y.; BERTRAN, C.A.; REIS, R.R.; ALVES, O.L. 2000. Biocerâmicas: tendências e perspectivas de uma área interdisciplinar. *Química Nova*, 23(4):518-522.
- KIM, B. S.; BAEZ, C. E.; ATALA, A. (2000). Biomaterials for tissue engineering. *World journal of urology*, 18, 2-9.
- KURTZ, S. M. *PEEK Biomaterials Handbook*. Plastic Desing Library. Elsevier. 2012.
- KURTZ, S. M. **PEEK Biomaterials Handbook. Plastic Desing Library**. Elsevier. 2012. ISBN-13: 9781437744637.
- KURTZ, S.M.; DEVINE, J. N. PEEK: Biomaterials in Trauma, orthopedic and Spinal Implants. Published online 7 August of 2007. doi: 10.1016 /j.biomaterials.2007.07.013.
- KURTZ, S. M. Implantable PEEK Polymers: A Decade of Progress in Spine. *Orthopedic Design & Technology*. Disponível em: <http://www.odtmag.com/articles/2010/01/implantable-peek-polymers-a-decade-of-progress-in-> . Acesso em: Setembro de 2016.
- LAKISS, L.; KICHT, J. W. V.; MINTOVAS, C. (2008). Containing nanoporousfilms. *Superlattics and bmicrostructures*, v.44, p.617-625.
- LANGER, R.; PEPPAS, N. A. (2003). Advances in biomaterials, drug delivery, and bionanotechnology. *AIChE Journal*, 49, 2990-3006.
- LIU, H.; WEBSTER, T. J. (2010). Mechanical properties of dispersed ceramic
- LUCAS, E. F.; SOARES, B. G.; MONTEIRO, E. (2001) *Caracterização de Polímeros: Determinação de Peso Molecular e Análise Térmica*. Rio de Janeiro, e-Papers Serviços Editoriais.
- MARINHEIRO, C. A. Desenvolvimento de máquina de movimentos cíclicos para testes biomecânicos. Universidade de São Paulo. 2002.
- MAZUR, R.L. **Obtenção e caracterização de compósitos de fibras de carbono/PEEK com aplicações aeronáuticas**. 2010. 142f. Tese (Doutorado Engenharia Mecânica). Programa de

Pós-graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Estadual Paulista - UNESP, Guaratinguetá – São Paulo.

MEENAM, B. J.; MCCLOREY, C.; AKAY, M. Thermal analysis studies of poly (etheretherketone)/hydroxyapatite biocomposite mixtures. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 11. p. 481-489, 2000.

MONTEIRO, F. J.; ROMÁN, J. S. Biomateriales: Introduccion Y Desarrollo histórico. In *Biomateriales*. Eds: R. Sastre, S. De Aza y J. San Román. Editora Faenza Iberica S.L. Florencia, Itália, 2004.

MUDALI, U. K.; SRIDHAR, T. M.; RAJ, B. 2003. Corrosion of bio implants. *Sādhanā*, **28**(3-4):601-637. <http://dx.doi.org/10.1007/BF02706450>

nanoparticles in polymer composites for orthopedic applications. *International journal*

NAVARRO, M. et al. A Biomaterials in orthopaedics. *J. R. Soc. Interface*, v.5, p.1137-1158, 2008.

NAVARRO, M. *et al.* (2008). Biomaterials in orthopaedics. *Journal of the Royal Society Interface*, **5**, 1137-1158.

of nanomedicine, **5**, 299.

OLIVEIRA, D. G. **Análise Mecânica da Coluna Lombar com Ênfase nos Esforços nos Ligamentos**. 2013. 141 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Estruturas). Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Estruturas. Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG, Minas Gerais – MG.

OLIVEIRA, L. S. A.; OLIVEIRA, C. S.; MACHADO, A. P. L.; ROSA, F. P. (2010) Biomateriais com aplicação na regeneração óssea–Métodos de análise e perspectivas futuras. *Revista de ciências médicas e biológicas*, Vol. 9, Nº 1, pp. 37-44.

OPAS/ OMS. Dispositivos Médicos. 42º CONSELHO DIRETOR: 52ª SESSÃO DO COMITÊ REGIONAL. Washington, 2000. Disponível em: http://www.ops.oms.org/portuguese/gov/cd/cd42_12-p.pdf. Acesso em: 5 nov. 2009.

PADILHA, A. F. 1997. *Materiais de Engenharia: Microestrutura e Propriedades*. São Paulo, Hemus Editora LTDA, 349 p.

PARK, J. B. *Biomaterials, an introduction*. New York, Plenum Press, 1979.

RAE P. J.; BROWN P.T.; ORLER E. B. As propriedades mecânicas de poli (éter-éter-cetona) (PEEK), com destaque para a grande resposta de tensão de compressão. *Polymer*. 2007; **48** : 598-615.

RAE, P. J.; BROWN, P. T.; ORLER, E. B. As propriedades mecânicas de poli (éter-éter-cetona) (PEEK), com destaque para a grande resposta de tensão de compressão. *Polymer*. 2007; **48** : 598-615.

RATNER, B. D., HOFFMAN, A. S., SCHOEN, F. J., LEMONS, J. E. *Biomaterials Science: An Introduction to Materials in Medicine*. Elsevier Academic Press. 2004.

RESENDE, S. C. S. **Aplicações dos Biomateriais em Ortopedia**. 2014. P. 55. Dissertação (obtenção do grau de Mestre em Ciências Farmacêuticas) – Ciências da Saúde, Universidade Fernando Pessoa. Porto – Portugal.

SANTOS, F. S. F. **DESENVOLVIMENTO E MODIFICAÇÃO DA SUPERFÍCIE DE ESTRUTURAS DE PEEK**. 2016. p. 59. Seminário Parcial (obtenção do título de Mestre em

Ciência e Engenharia de Materiais) – Centro de Ciências e Tecnologia . Universidade Federal de Campina Grande. Campina Grande – PB.

SANTOS, K. S. **BIOMATERIAIS NA REGENERAÇÃO ÓSSEA** (Revisão de literatura). 2011. p.40. Disciplina Seminários Aplicados (Mestrado em Ciência Animal) – Escola de Veterinária e Zootecnia, Universidade Federal de Goiás. Goiânia – GO

SAROT, J. R. **Análise da Distribuição de Tensões em Implantes Dentários de PEEK Pelo Método de Elementos Finitos 3D**. 2008. p. 110. Tese (obtenção do título de Doutor em Odontologia) – Centro de Ciências da Saúde, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis – SC.

SIMÕES, M. S. **DESENVOLVIMENTO E ESTUDO *IN VITRO* DE IMPLANTE BIORREABSORVÍVEL EM POLI (L-LACTÍDEO) (PLLA) PARA ARTRODESE DE COLUNA LOMBAR**. 2007. 124 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais) – Escola de Engenharia, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul (PGETEMA). Porto Alegre – RS.

SKINNER, H. B. Composite technology for total hip arthroplasty. *Clin Orthop Relat Res* 1988; Oct(235):224–36.

SOBIERAJ, M. D.; RIMNAC, C. M. Fracture, Fatigue, and Notch Behavior of PEEK. Chapter 5. p. 61-73. **PEEK Biomaterials Handbook**. Elsevier, 2011. DOI: 10.1016/B978-1-4377-4463-7.10005-3.

TEMENOFF J. S., MIKOS, A. G. (2008). *Biomaterials: the intersection of biology and materials science*. Pearson/Prentice Hall.

THERIN, M.; MEUNIER, A.; CHRISTEL, P. (1991). A histomorphometric comparison of the muscular tissue reaction to stainless steel, pure titanium and titanium alloy implant materials. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 2, 1-8.

Trabalho de Conclusão (obtenção do título de Engenheiro Mecânico) – Escola de Engenharia de Piracicaba, Fundação Municipal de Ensino de Piracicaba. Piracicaba – SP. vol. 4, Elsevier, 1987.

WENZ, L. M.; MERRITT, K.; BROWN, S. A.; MOET, A.; STEFFEE, A. D. In: vitro biocompatibility of polyetheretherketone and polysulfone composites. *J. Biomed. Mater. Res.* 1990; 24:207-215.

WILLIAMS, D. F. Definitions in biomaterials. In: *Progress in Biological Engineering*.